

(12) 특허협력조약에 의하여 공개된 국제출원

(19) 세계지식재산권기구  
국제사무국

(43) 국제공개일  
2013년 7월 11일 (11.07.2013)



(10) 국제공개번호  
WO 2013/103199 A1

- (51) 국제특허분류: *D06M 11/71* (2006.01)     *D06M 11/00* (2006.01)
  - (21) 국제출원번호: PCT/KR2012/010461
  - (22) 국제출원일: 2012년 12월 5일 (05.12.2012)
  - (25) 출원언어: 한국어
  - (26) 공개언어: 한국어
  - (30) 우선권정보: 10-2012-0001338 2012년 1월 5일 (05.01.2012)     KR
  - (71) 출원인: (주)엘지하우시스 (LG HAUSYS, LTD.)  
[KR/KR]; 150-721 서울시 영등포구 국제금융로 10 원아이에프씨, Seoul (KR).
  - (72) 발명자: 이주형 (LEE, Ju-Hyung); 437-761 경기도 의왕시 내손동 레미안에버하임 아파트 301동 1702호, Gyeonggi-do (KR). 정승문 (JUNG, Seong-Moon); 305-707 대전시 유성구 신성동 삼성한울아파트 109동 1501호, Daejeon (KR). 이명 (LEE, Myung); 445-761 경기도 화성시 병점동 느치미마을 주공아파트 204동 304호, Gyeonggi-do (KR). 김은주 (KIM, Eun-Joo); 431-080 경기도 안양시 동안구 호계동 1098-5번지 109호, Gyeonggi-do (KR). 김현재 (KIM, Hyun-Jae); 151-775 서울시 관악구 행운동 우성아파트 101동 902호, Seoul (KR).
  - (74) 대리인: 특허법인 대아 (DAE-A INTELLECTUAL PROPERTY CONSULTING); 135-936 서울시 강남구 역삼로 123 한양빌딩 3층, Seoul (KR).
  - (81) 지정국 (별도의 표시가 없는 한, 가능한 모든 종류의 국내 권리의 보호를 위하여): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.
  - (84) 지정국 (별도의 표시가 없는 한, 가능한 모든 종류의 역내 권리의 보호를 위하여): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), 유라시아 (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), 유럽 (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).
- 공개:  
— 국제조사보고서와 함께 (조약 제 21 조(3))



WO 2013/103199 A1

(54) Title: GLASS FIBER BOARD COMPRISING INORGANIC BINDER AND METHOD FOR PREPARING SAME

(54) 발명의 명칭 : 무기바인더를 포함한 유리섬유 보드 및 그의 제조 방법

(57) Abstract: The present invention provides a glass fiber board characterized by comprising a glass fiber and an inorganic binder which comprises aluminum phosphate. Also, the present invention provides a method for preparing the glass fiber board comprising the steps of: (a) preparing an inorganic binder solution comprising aluminum phosphate; (b) applying the inorganic binder solution comprising aluminum phosphate to a glass fiber; (c) compressing the glass fiber to which the inorganic binder solution comprising aluminum phosphate is applied; and (d) drying the compressed glass fiber.

(57) 요약서: 본 발명은 유리섬유와 무기바인더를 포함하고, 상기 무기바인더가 알루미늄 포스페이트를 포함하는 것을 특징으로 하는 유리섬유 보드를 제공한다. 또한 본 발명은 (a) 알루미늄 포스페이트를 포함하는 무기 바인더 용액을 제조하는 단계; (b) 유리섬유에 알루미늄 포스페이트를 포함하는 상기 무기바인더 용액을 도포하는 단계; (c) 알루미늄 포스페이트를 포함하는 상기 무기바인더 용액이 도포된 상기 유리섬유를 압축하는 단계; (d) 압축된 상기 유리섬유를 건조하는 단계를 포함하는 유리섬유 보드 제조방법을 제공한다.

## 명세서

### 발명의 명칭: 무기바인더를 포함한 유리섬유 보드 및 그의 제조 방법

#### 기술분야

- [1] 본 발명은 무기바인더를 포함한 유리섬유 보드에 관한 것으로, 보다 상세하게는 무기바인더의 적은 함량으로 최적 열전도율 값을 유지할 수 있고, 고압축, 고강도를 나타낼 수 있는 유리섬유 보드를 제조하는 방법에 관한 것이다.

#### 배경기술

- [2] 진공 단열재를 제조할 때 일정한 열전도율 성능과 진공단열재 제조공정 상의 편의를 위하여 최소한의 밀도 및 강도를 가지는 진공단열재용 심재의 개발이 함께 요구되었다.
- [3] 특히, 진공 단열재용 심재를 제조할 때 특히 유리섬유 울은 파이버 제조 공정상 높은 부피를 가질 수 밖에 없어 밀도가 매우 낮다. 이에 유리섬유 울을 이용해 진공단열재용 심재를 제조할 때는 일반적으로 열압착 공법을 사용하여 보드를 제조하는 것이 일반적이었다. 이 때, 열압착 공법이라 함은 유리섬유 울의 유리 변형온도(약 500°C) 까지 열을 가하여 유리 섬유끼리 접촉하는 방법을 일컫는바, 열압착 공법은 높은 에너지 비용 및 유지 비용이 든다는 점에서 문제가 있었다.
- [4] 대한민국 공개공보 제 10-2004-0086165호에서도 평균섬유직경 3~5 $\mu$ m의 유리섬유에 대하여 바인더를 도포하는 방식이 개시되어 있기는 하나, 열 프레스하여 형성한 성형체 또는 그 성형체를 2층이상 적층하여 진공단열재의 코어재를 포함하는바, 열압착 공법과 유사한 열 프레스 공법에 대해서만 기재되어 있을 뿐 상기 열압착 공법의 문제점을 해결하고 있지 않다.

#### 발명의 상세한 설명

##### 기술적 과제

- [5] 상기의 문제점을 개선하기 위해 본 발명은 무기 바인더를 사용하여 유리섬유의 압착을 시도, 적용하는 것을 목적으로 한다. 보다 상세하게는, 적은 함량의 무기바인더로 최적 열전도율 값을 유지하며, 고압축 및 고강도를 나타낼 수 있는 유리섬유 보드의 제조방법을 제공한다.

##### 과제 해결 수단

- [6] 상기 목적을 달성하기 위하여 본 발명은 유리섬유와 무기바인더를 포함하고, 상기 무기바인더가 알루미늄 포스페이트를 포함하는 것을 특징으로 하는 유리섬유 보드를 제공한다.
- [7] 상기 또 다른 목적을 달성하기 위하여 본 발명은 (a) 알루미늄 포스페이트를 포함하는 무기 바인더 용액을 제조하는 단계; (b) 유리섬유에 알루미늄 포스페이트를 포함하는 상기 무기바인더 용액을 도포하는 단계; (c) 알루미늄

포스페이트를 포함하는 상기 무기바인더 용액이 도포된 상기 유리섬유를 압축하는 단계; (d) 압축된 상기 유리섬유를 건조하는 단계를 포함하는 유리섬유 보드 제조방법을 제공한다.

### 발명의 효과

- [8] 본 발명은 알루미늄 포스페이트 무기바인더를 포함함으로써, 유리 섬유보드가 적은 함량으로 최적 열전도율 값을 유지하며 고압축, 고강도를 나타낼 수 있게 한다.
- [9] 또한 본 발명에 의한 유리섬유 보드 제조방법을 적용하여 에너지 비용 및 유지비용을 낮춤으로써, 유리섬유 보드의 생산 효율성을 증가시킬 수 있다.

### 발명의 실시를 위한 형태

- [10] 본 발명의 이점 및 특징, 그리고 그것들을 달성하는 방법은 함께 상세하게 후술되어 있는 실시예들을 참조하면 명확해질 것이다. 그러나, 본 발명은 이하에서 개시되는 실시예들에 한정되는 것이 아니라 서로 다른 다양한 형태로 구현될 것이며, 단지 본 실시예들은 본 발명의 개시가 완전하도록 하며, 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자에게 발명의 범주를 완전하게 알려주기 위해 제공되는 것이며, 본 발명은 청구항의 범주에 의해 정의될 뿐이다. 명세서 전체에 걸쳐 동일 참조 부호는 동일 구성요소를 지칭한다.
- [11] 이하, 본 발명에 대해서 자세하게 설명한다.

#### [12] 유리섬유보드

- [13] 본 발명은 유리섬유와 무기바인더를 포함하는 유리섬유 보드를 제공한다.
- [14] 본 발명이 포함하는 유리섬유는 진공단열재의 심재용으로 사용되는 것이라면 제약없이 모두 사용될 수 있으나, 특히 공해가 없고 생산이 용이한 표준화된 유리섬유를 이용하는 것이 바람직하다. 이러한 유리섬유로는 글래스 울, 세라믹 파이버, 락 울, 글래스 파이버, 알루미늄 섬유, 실리카알루미늄 섬유, 실리카 섬유, 탄화규소 섬유 등이 있다. 이 때, 상기 유리 섬유 울은 진공단열재의 모양에 따라서 사각형, 원형 등의 형태로 유리섬유 원단을 재단하여 사용할 수 있다.
- [15] 상기 유리섬유는 4~6 $\mu\text{m}$ 의 평균 직경을 갖는 것을 사용하는 것이 바람직하다. 상기 유리섬유의 평균 직경이 4 $\mu\text{m}$  미만일 경우 마이크로 파이버 범주에 들어가 제조 단가가 매우 높아지며 인체에 유해할 수 있고, 6 $\mu\text{m}$ 를 초과할 경우 유리 섬유 자체의 접촉면들이 많아져 초기 열전도율이 높게 나타날 수 있다. 따라서, 유리섬유의 평균 직경이 6 $\mu\text{m}$ 미만인 것이 무기바인더를 함께 포함하는 진공단열재용 심재 제조의 효율성 측면에서 타당하다.
- [16] 본 발명의 유리 섬유 보드는 진공상태에서 유기물의 휘발로 인하여 진공도가 낮아져 사용이 불가능한 유기바인더에 비해, 무기바인더를 사용하는바, 진공단열재용 심재가 포함하는 무기바인더 함량이 높아지면 강도 및 압축율은 우수해지므로, 최적 열전도율 값을 가지는 적정 밀도에 도달할 수 있다.

- [17] 상기 유리 섬유 보드는 우수한 장기 내구성 확보가 가능한 재료가 포함되어 있고, 유리 섬유 보드, 시트 또는 페이퍼 제품 형태를 사용할 수 있다. 추가적으로 장기 내구성을 증진시키기 위한 재료로서는 흙드 실리카 파우더, 실리카 파우더, 펄라이트 파우더 및 에어로젤 파우더가 있으며, 그 중에서 하나 이상을 포함하여 구성될 수 있다.
- [18] 본 발명에서 기술한 상기 유리 섬유 보드는 유리섬유 및 무기 바인더를 포함하며 상기 무기 바인더는 알루미늄 포스페이트를 포함하는 것을 특징으로 한다.
- [19] 이때 상기 알루미늄 포스페이트는 알루미늄 전구체와 인 전구체로 형성되는 것을 특징으로 한다. 상기 알루미늄 전구체는 알루미늄 하이드록사이드, 알루미늄 나이트레이트, 알루미늄아세테이트 또는 알루미늄 할라이드 중에서 선택된 1종 이상이고, 상기 인 전구체는 인산염( $H_3PO_4$ ), 모노암모늄포스페이트( $NH_4H_2PO_4$ ), 디암모늄포스페이트( $(NH_4)_2HPO_4$ ), 트리에틸포스핀( $(C_2H_5)_3P$ ) 또는 트리메틸포스핀 ( $(CH_3)_3P$ ) 중에서 선택된 1종 이상인 것을 특징으로 한다.
- [20] 또한 상기 알루미늄 전구체의 입자크기는 기존의 상용적인 졸(sol) 형태의 실리카 및 알루미늄의 입자 형태인 무기 바인더들 보다 입자크기를 작게 유지함으로써, 인산의 중합반응에 의해 치밀한 바인딩 효과를 낼 수 있다.
- [21] 그러므로 입자크기가 20~50nm인 종래의 알루미늄 전구체와는 달리 입자크기가 10nm 이하인 전구체를 포함함으로써, 유리 섬유에 더 균일하게 부착되는 장점을 지닐 수 있다. 기존의 입자크기를 가진 알루미늄 전구체에 의한 제조된 무기 바인더의 경우 건조 중 바인더의 쏠림 현상으로 인해 바인더 분산의 불균일이 유발되는 문제점이 있다.
- [22] 본 발명의 무기바인더를 구성하는 알루미늄 전구체 및 인 전구체로 형성된 알루미늄 포스페이트는 P/Al의 원자비가 3~50인 것이 바람직한 바, 이 때, P/Al의 원자비는 인과 알루미늄의 molar ratio를 일컫는다.
- [23] 상기 알루미늄 포스페이트의 P/Al의 원자비가 3 미만인 경우 알루미늄의 용해도가 매우 작고 알루미늄 포스페이트의 형성이 원활하지 않을 염려가 있으며, 상기 알루미늄 포스페이트의 P/Al의 원자비가 50을 초과하는 경우 인산이 과량이기 때문에 유리섬유의 표면이 손상되어 강도를 약화시킬 수 있으며 수분을 지속적으로 흡착하는 성질을 보일 수 있다.
- [24] 상기 알루미늄 포스페이트를 포함하는 무기바인더는 유리섬유 100중량부에 대해서 0.05~10중량부를 포함하는 것을 특징으로 한다. 본 발명의 유리 섬유 보드는 상기 알루미늄 포스페이트 무기바인더를 적은 함량을 포함함에도 불구하고, 최적 열전도율 값을 유지할 수 있고, 이로 인해 고강도 및 고압축된 유리섬유 보드를 제조할 수 있다. 상기 알루미늄 포스페이트를 포함하는 무기바인더가 유리섬유 100중량부에 대해서 0.05 중량부 미만인 경우 바인더의 기능이 약화될 염려가 있고, 10중량부를 초과하는 경우 밀도 증가로 인해

열전도율이 높아진다는 점에서 문제가 있다.

- [25] 상기 유리섬유 보드는 진공단열재 심재용 유리섬유 보드일 수 있다. 유리섬유 보드는 단열효과, 시공성, 내화성 등이 있는 단열재로써, 상기 유리섬유 보드는 유리섬유와 알루미늄 포스페이트를 포함하는 무기바인더를 포함할 수 있고, 진공단열재 심재용으로 사용됨으로써, 초기 단열성능이 우수하고 장기내구성능이 확보되는 진공단열재용 심재 및 상기 진공단열재용 심재를 포함하는 진공단열재를 제공할 수 있다.
- [26] 유리 섬유 보드의 제조 방법
- [27] 본 발명의 유리섬유 보드 제조방법은 유리섬유를 이용하는 방법을 기본으로 하며 유리섬유에 무기바인더를 도포하는 단계, 압축, 건조하는 단계를 포함한다.
- [28] 보다 구체적으로, 본 발명은 (a) 알루미늄 포스페이트를 포함하는 무기 바인더 용액을 제조하는 단계; (b) 유리섬유에 알루미늄 포스페이트를 포함하는 상기 무기바인더 용액을 도포하는 단계; (c) 알루미늄 포스페이트를 포함하는 상기 무기바인더 용액이 도포된 상기 유리섬유를 압축하는 단계; (d) 압축된 상기 유리섬유를 건조하는 단계를 포함하는 유리섬유 보드 제조방법을 포함한다.
- [29] 상기 (a) 단계에 있어서, 알루미늄 포스페이트를 포함하는 무기 바인더는 알루미늄 전구체와 인 전구체의 반응으로 제조된다. 이때 상기 알루미늄 전구체는 알루미늄 하이드록사이드, 알루미늄 나이트레이트, 알루미늄아세테이트 또는 알루미늄 할라이드 중에서 선택된 1종 이상이고, 상기 인 전구체는 인산염( $H_3PO_4$ ), 모노암모늄포스페이트( $NH_4H_2PO_4$ ), 디암모늄포스페이트 ( $(NH_4)_2HPO_4$ ), 트리에틸포스핀 ( $(C_2H_5)_3P$ ) 또는 트리메틸포스핀 ( $(CH_3)_3P$ ) 중에서 선택된 1종 이상일 수 있다.
- [30] 상기 알루미늄 전구체 중에서 알루미늄 하이드록사이드, 인 전구체 중에서 인산염을 사용하는 것이 바람직하나, 알루미늄 전구체로 알루미늄 하이드록사이드를 사용하는 경우에는 용해도가 낮으므로, 150°C 이상에서 열처리하는 단계를 포함할 수 있다.
- [31] 본 발명의 알루미늄 포스페이트를 포함하는 무기 바인더 용액의 제조하는 단계가 포함하는 상기 열처리 단계에 있어서, 150°C 이상의 열처리가 필요하기 때문에 상온에서 용해도가 높아 상온에서 녹을 수 있는 알루미늄 나이트레이트 또는 알루미늄 아세테이트를 더 포함할 수 있다. 이때 알루미늄 나이트레이트의 경우 질산가스의 발생 위험성이 있어, 알루미늄 아세테이트를 사용하는 것이 더욱더 바람직하다.
- [32] 보다 구체적으로, 알루미늄 포스페이트를 포함하는 무기 바인더 용액의 반응 메커니즘은 상온에서 용액 내에 인산이온과 알루미늄 이온, 초산이 용해되어 있고 코팅 후 열처리 과정에서 150°C 이상에서 인산의 중합반응이 일어나면서 올리고 인산염(oligo-phosphate) 또는 다중 인산염(poly-phosphate)을 형성하고 온도 변화에 따라  $Al(H_2PO_4)_3$ ,  $AlH_2P_3O_{10}$ ,  $Al(PO_3)_3$ ,  $Al_2P_6O_{18}$  등의 화합물이 형성되면서 바인더 역할을 할 수 있게 된다.

- [33] 상기 (b)단계에 있어서, 유리섬유에 상기 무기바인더 용액을 도포할 경우 일반적으로 스프레이 방법을 이용하는 것이 바람직하다. 일반적으로 유리섬유는 유리섬유 울 상태로 존재하는바, 유리섬유 울에 상기 무기바인더 용액을 도포하는 것 또한 가능하나, 이 때, 균일한 바인더 도포를 위해서는 유리섬유 울이 성형되기 직전 유리섬유 상태에서 본 발명의 무기바인더를 도포하는 것이 더욱 바람직하다.
- [34] 이는 유리섬유가 유리섬유 울 상태로 존재하는 경우 부피가 커지므로 무기바인더가 내부로 침투되기 어려우며, 균일한 무기바인더의 침투를 위해서 많은 양의 용매가 필요한 것에 비하여, 유리섬유에 바로 무기바인더 용액을 도포하는 경우, 용매를 적게 사용하면서도 유리섬유 내부에까지 바인더의 침투가 가능해 질 수 있기 때문이다.
- [35] 특히 알루미늄 포스페이트를 포함하는 무기바인더를 이용하는 경우, 유리섬유의 표면에 스프레이 방식으로 소량만을 첨가하더라도 목표로 하는 강도를 확보할 수 있고, 그 결과 열전도율 값이 상승하는 것을 미연에 방지할 수 있게 된다.
- [36] 이때 바인더가 최대한 유리섬유의 표면에 고르게 도포되는 것이 중요하다. 이 경우 제조 공정상 필요에 따라 다양한 방법이 시도될 수 있는데 유리섬유 울에 무기바인더를 도포할 경우에는 균일한 바인딩을 위해서 과량의 용매가 필요하다. 따라서 전술한 바와 같이 유리섬유 울이 성형되기 직전 유리섬유가 사출되었을 때 무기바인더를 도포하는 것이 적은 용매를 사용할 수 있다는 점에서 용이하다.
- [37] 상기 (c) 단계에 있어서, 상기 유리섬유를 압축 할 때 압축압력이 2.0~2.4Kg/cm<sup>2</sup> 인 것이 바람직하다. 압축에는 압축 롤, 압축 프레스 등이 이용될 수 있다. 상기 압축압력이 2.0Kg/cm<sup>2</sup> 미만인 경우 압축이 충분히 되지 않는 염려가 있고, 2.4Kg/cm<sup>2</sup>을 초과하는 경우 유리섬유의 깨짐 현상이 발생할 문제점이 있다.
- [38] 또한 유리섬유 보드를 제조하는 방법에 있어서, 상기 (d) 단계의 건조온도는 200~400°C가 바람직하며 건조 시간은 10~20분으로 하여 수행하는 것이 바람직하다.
- [39] 상기 건조온도가 200°C 미만인 경우 다중 인산염이 충분히 생성되지 못하는 우려가 있고, 400°C를 초과하는 경우 높은 에너지 비용의 문제점이 있다. 또한, 상기 건조시간이 10분 미만인 경우 충분히 건조되지 못할 염려가 있고, 20분을 초과하는 경우 생산 공정상 비효율성의 문제점이 있다.
- [40] 이하, 본 발명의 다음의 실시예에 의해 보다 상세하게 설명한다. 단 하기 실시예는 발명의 내용을 예시하는 것일 뿐 발명의 범위가 실시예에 의해 한정되는 것은 아니다.
- [41] 실시예
- [42] 이하, 본 발명의 바람직한 실시예를 통해 본 발명의 구성 및 작용을 더욱 상세히 설명하기로 한다. 다만, 이는 본 발명의 바람직한 예시로 제시된 것이며 어떠한

의미로도 이에 의해 본 발명이 제한되는 것으로 해석될 수는 없다.

[43] 여기에 기재되지 않은 내용은 이 기술 분야에서 숙련된 자이면 충분히 기술적으로 유추할 수 있는 것이므로 그 설명을 생략하기로 한다.

[44] <실시예 1>

[45] **1. 알루미늄 포스페이트 무기 바인더의 제조**

[46] 증류수 309.5g을 230rpm으로 교반하면서 5분에 걸쳐 1150g, 85% 인산염을 첨가하였다. 희석된 인산 용액을 500rpm으로 교반하면서 알루미늄 아세테이트 분말 94.5g을 6분에 걸쳐 첨가한 후 20 분간 교반하여, P/Al의 원자비가 20이 되는 알루미늄 포스페이트 무기 바인더를 제조하였다.

[47] **2. 유리 섬유 보드 및 진공단열재용 심재의 제조**

[48] 평균 직경 4 $\mu$ m, 질량 50g의 유리섬유를 마련하였다. 또한, 물 200g에 상기 제조한 알루미늄 포스페이트 무기바인더를 2g을 넣어 교반하여, 알루미늄 포스페이트를 포함하는 무기바인더 용액을 제조하였다. 이때, 상기 유리섬유에 상기 무기바인더 용액을 도포하고, 2.0kg/cm<sup>2</sup>의 압력으로 압축 후, 200°C에서 20분간 건조하고, 193X253X2mm (두께X폭X길이)의 크기로 절단하여 유리섬유 보드를 제조하였다. 이때, 상기의 유리섬유 보드를 1장으로 하여 진공단열재용 심재를 제조하였다.

[49] <실시예 2>

[50] **1. 알루미늄 포스페이트 무기 바인더의 제조**

[51] 증류수 309.5g을 230rpm으로 교반하면서 5분에 걸쳐 1150g, 85% 인산염을 첨가하였다. 희석된 인산 용액을 500rpm으로 교반하면서 알루미늄 아세테이트 분말 94.5g을 6분에 걸쳐 첨가한 후 20 분간 교반하여, P/Al의 원자비가 20이 되는 알루미늄 포스페이트 무기바인더를 제조하였다.

[52] **2. 유리 섬유 보드 및 진공단열재용 심재의 제조**

[53] 평균 직경 4 $\mu$ m, 질량 100g의 유리섬유를 마련하였다. 또한, 물 200g에 상기 제조한 알루미늄 포스페이트 무기바인더를 1g을 넣어 교반하여, 알루미늄 포스페이트를 포함하는 무기바인더 용액을 제조하였다. 이때, 상기 유리섬유에 상기 무기바인더 용액을 도포하고, 2.4kg/cm<sup>2</sup>의 압력으로 압축 후, 400°C에서 10분간 건조하고, 193X253X2mm (두께X폭X길이)의 크기로 절단하여 유리 섬유 보드를 제조하였다. 이때, 상기의 유리섬유 보드를 2장 적층하여 진공단열재용 심재를 제조하였다.

[54] <비교예 1>

[55] 190X250X50mm(두께X폭X길이)의 평균 직경 6 $\mu$ m, 질량 50g의 유리섬유 울을 마련하였다. 이때 상기 유리섬유 울을 500°C에서 성형하는 열압착법을 이용하여 진공단열재용 심재를 제조하였다.

[56] <비교예 2>

[57] 상기 비교예 1과 같은 유리섬유 울을 유기 바인더를 이용한 습식법으로 진공단열재용 심재를 제조하였다.

[58] <실험예> 진공 단열재의 열전도율 값 측정

[59] 상기 실시예 1, 2 및 비교예 1, 2에 따른 진공단열재용 심재를 25X300X400mm(두께X폭X길이)의 크기로 제조하였다. 다음으로, 폴리염화비닐리덴 (PVDC)/폴리에틸렌테레프탈레이트 필름(PET) 12 $\mu$ m, 나일론(Nylon) 필름 25 $\mu$ m, Al 호일 6 $\mu$ m 및 선형저밀도 폴리에틸렌(LLDPE) 필름 50 $\mu$ m의 구조로 형성된 외장 봉지체를 형성하였다. 그 다음으로, 순도 95%의 생석회(CaO) 25g을 파우치에 넣어서 제조한 게터 2개를 상기의 제조된 심재의 표면에 삽입시켰다.

[60] 그 다음으로, 심재를 봉지체에 삽입한 후 10Pa의 진공도 상태에서 밀봉하여 본 발명에 따른 진공단열재를 제조하였다.

[61] 상기한 실시예 1, 2 및 비교예 1, 2에 따른 상기 진공단열재를 70°C에서 14시간 동안 에이징(Aging)처리한 후 85°C의 항온 챔버에 각각 넣고 10일간 유지하면서, 열전도율을 측정하였다. 이때, 열전도율의 측정에는 HC-074-300(에코세이키 제조) 열전도 측정기를 사용하였으며, 그 결과는 하기 표1과 같다.

[62] 표 1

[Table 1]

	실시예1	실시예2	비교예1	비교예2
열전도율값(mW/ mK)	2.579	2.526	3.058	3.323

[63] 상기 표 1을 참조하면 알 수 있는 바와 같이 비교예 1,2의 열전도율은 실시예 1,2의 열전도율에 비해 높은 것을 볼 수 있었다.

[64] 보다 구체적으로 상기 비교예 1에서 사용하는 열압착 공법은 유리섬유 울의 변형온도(500°C)까지 열을 가하여 유리 섬유끼리 접착하는 방법으로써, 바인더를 사용하여 유리섬유 울의 압착을 적용한 실시예 1, 2의 경우가 열전도율도 적을 뿐 아니라, 에너지 및 유지 비용면에서도 탁월한 효과를 가진다.

[65] 또한, 유기바인더를 사용하여 습식법으로 진공단열재용 심재를 제조한 비교예2의 경우 또한, 무기바인더를 사용하여 유리섬유 울의 압착을 적용한 실시예 1,2의 경우에 비해 열전도율이 큰 것으로 확인되었는바, 본 발명의 유리섬유를 적용한 진공단열재의 경우가 최적의 열전도율 값을 유지하고 있음을 확인하였다.

[66] <실험예> 진공 단열재용 심재의 굴곡강조 및 물의 흡수율 측정

[67] 상기 실시예 1,2 및 비교예 1,2에 따라 제조된 진공단열재용 심재의 물성 중 굴곡강도와 물의 흡수율에 대해 측정하였으며, 그 결과는 하기 표2와 같다.

[68] 상기 굴곡강도는 접어 구부리기에 대한 저항력을 일컫는 바, 상기 진공단열재의 심재를 기계적으로 접어 구부리기를 반복하여 몇 번에서 절단되는지를 측정하여 비교하였다.

[69] 표 2

[Table 2]

	실시예1	실시예2	비교예1	비교예2
굴곡강도(Mpa)	15	17	13	11

[70] 상기 표 2를 참조하면, 알루미늄 포스페이트 무기바인더를 포함하는 실시예 1,2의 경우, 바인더를 포함하지 않는 비교예1 및 유기바인더를 포함하는 비교예2에 비하여 조금 더 우수한 굴곡강도를 나타내었으며, 실험결과를 기재하지 않았으나 물의 흡수율 또한 실시예 1,2의 경우가 약간 더 낮은 것을 확인하였다.

[71] 따라서, 본 발명에 따른 유리섬유 보드는 유리섬유와 함께 알루미늄 포스페이트 무기바인더를 첨가함으로써, 우수한 강도를 확보하였는바, 적은 함량의 무기바인더로 유리섬유를 압축하여 고강도의 유리섬유보드를 얻고자 하는 목적을 달성할 수 있었다.

## 청구범위

- [청구항 1] 유리섬유와 무기바인더를 포함하고,  
상기 무기바인더가 알루미늄 포스페이트를 포함하는 것을  
특징으로 하는 유리섬유 보드.
- [청구항 2] 제 1항에 있어서,  
상기 알루미늄 포스페이트는 알루미늄 전구체와 인 전구체로  
형성되는 것을 특징으로 하는 유리섬유 보드.
- [청구항 3] 제 2항에 있어서,  
상기 알루미늄 전구체는 알루미늄 하이드록사이드, 알루미늄  
나이트레이트, 알루미늄아세테이트 또는 알루미늄 할라이드  
중에서 선택된 1종 이상이고,  
상기 인 전구체는 인산염( $H_3PO_4$ ), 모노암모늄포스페이트( $NH_4H_2PO_4$ ),  
디아모늄포스페이트( $(NH_4)_2HPO_4$ ), 트리에틸포스핀( $(C_2H_5)_3P$ )  
또는 트리메틸포스핀 ( $(CH_3)_3P$ ) 중에서 선택된 1종 이상인 것을  
특징으로 하는 유리섬유 보드.
- [청구항 4] 제 2항에 있어서,  
상기 알루미늄 전구체의 입자크기는 2~10nm인 것을 특징으로  
하는 유리섬유 보드.
- [청구항 5] 제 1항에 있어서,  
상기 알루미늄 포스페이트의 P/Al의 원자비가 3~50인 것을  
특징으로 하는 유리섬유 보드.
- [청구항 6] 제 1항에 있어서,  
상기 알루미늄 포스페이트를 포함하는 무기바인더는  
상기 유리섬유 100중량부에 대해서 0.05~10중량부를 포함하는  
것을 특징으로 하는 유리섬유 보드.
- [청구항 7] 제 1항에 있어서,  
상기 유리 섬유의 평균 직경은 4~6 $\mu$ m인 것을 특징으로 하는  
유리섬유 보드.
- [청구항 8] (a) 알루미늄 포스페이트를 포함하는 무기 바인더 용액을  
제조하는 단계;  
(b) 유리섬유에 알루미늄 포스페이트를 포함하는 상기 무기바인더  
용액을 도포하는 단계;  
(c) 알루미늄 포스페이트를 포함하는 상기 무기바인더 용액이  
도포된 상기 유리섬유를 압축하는 단계;  
(d) 압축된 상기 유리섬유를 건조하는 단계를 포함하는 유리섬유  
보드 제조방법.
- [청구항 9] 제 8항에 있어서,

- 상기 (a)단계의 알루미늄 포스페이트를 포함하는 무기바인더는 알루미늄 전구체와 인 전구체로 제조되는 것을 특징으로 하는 유리섬유 보드 제조방법.
- [청구항 10] 제 8항에 있어서,  
상기 (a) 단계는 150°C이상에서 열처리 하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 유리섬유 보드 제조방법.
- [청구항 11] 제 10항에 있어서,  
상기 열처리 단계는 알루미늄 나이트레이트 또는 알루미늄 아세테이트를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 유리섬유 보드 제조방법.
- [청구항 12] 제 8항에 있어서,  
상기 (c) 단계의 압축은 2.0~2.4kg/cm<sup>2</sup>의 압력으로 수행하는 것을 특징으로 하는 유리섬유 보드 제조방법.
- [청구항 13] 제 8항에 있어서,  
상기 (d) 단계의 건조는 200~400°C의 온도에서 10~20분간 수행하는 것을 특징으로 하는 유리섬유 보드 제조방법.
- [청구항 14] 제 1항에 있어서,  
상기 유리섬유 보드는 진공단열재 심재용 유리섬유 보드인 유리섬유 보드.

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

**PCT/KR2012/010461**

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

**D06M 11/71(2006.01)i, D06M 11/00(2006.01)i**

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

D06M 11/71; D04H 1/42; C04B 35/76; D04H 1/64; C08J 5/14; C04B 35/80; B01J 23/40; B01D 53/72; F23M 5/00; B29B 11/16

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Korean Utility models and applications for Utility models: IPC as above  
Japanese Utility models and applications for Utility models: IPC as above

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

eKOMPASS (KIPO internal) &amp; Keywords: inorganic fiber, glass fiber, insulating material, inorganic binder, aluminum phosphate, aluminum precursor, phosphorus precursor, compression, dry, heat treatment, core for vacuum insulating material

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y A	JP 2003-113565 A (NIPPON GLASS FIBER KOGYO KK) 18 April 2003 See the claims, paragraphs [0024]-[0029].	1-9,14 10-13
Y A	WO 91-02705 A1 (ALUMINUM COMPANY OF AMERICA) 07 March 1991 See abstract, pages 13-14 example 1, the claims.	1-9,14 10-13
A	JP 2009-046374 A (FUSO KOGYO KK) 05 March 2009 See abstract, the claims, paragraph [0016].	1-14
A	JP 11-335183 A (NICHIAS CORP) 07 December 1999 See abstract, the claims.	1-14
A	JP 05-331297 A (HITACHI CHEM CO., LTD.) 14 December 1993 See abstract, the claims, paragraphs [0007][0010][0014].	1-14
A	KR 10-1996-0003793 B1 (YUKONG LTD) 22 March 1996 See example 1, the claims.	1-14

 Further documents are listed in the continuation of Box C. See patent family annex.

\* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&amp;" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

18 MARCH 2013 (18.03.2013)

Date of mailing of the international search report

**25 MARCH 2013 (25.03.2013)**

Name and mailing address of the ISA/KR

Korean Intellectual Property Office  
Government Complex-Daejeon, 189 Seonsa-ro, Daejeon 302-701,  
Republic of Korea

Facsimile No. 82-42-472-7140

Authorized officer

Telephone No.

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**  
Information on patent family members

International application No.

**PCT/KR2012/010461**

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member	Publication date
JP 2003-113565 A	18.04.2003	JP 3790694 B2	28.06.2006
WO 91-02705 A1	07.03.1991	US 05371050 A US 6309994 B1	06.12.1994 30.10.2001
JP 2009-046374 A	05.03.2009	NONE	
JP 11-335183 A	07.12.1999	NONE	
JP 05-331297 A	14.12.1993	NONE	
KR 10-1996-0003793 B1	22.03.1996	JP 07-068178 A	14.03.1995

**A. 발명이 속하는 기술분류(국제특허분류(IPC))**  
  
**D06M 11/71(2006.01)i, D06M 11/00(2006.01)i**

**B. 조사된 분야**

조사된 최소문헌(국제특허분류를 기재)  
D06M 11/71; D04H 1/42; C04B 35/76; D04H 1/64; C08J 5/14; C04B 35/80; B01J 23/40; B01D 53/72; F23M 5/00; B29B 11/16

조사된 기술분야에 속하는 최소문헌 이외의 문헌  
한국등록실용신안공보 및 한국공개실용신안공보: 조사된 최소문헌란에 기재된 IPC  
일본등록실용신안공보 및 일본공개실용신안공보: 조사된 최소문헌란에 기재된 IPC

국제조사에 이용된 전산 데이터베이스(데이터베이스의 명칭 및 검색어(해당하는 경우))  
eKOMPASS(특허청 내부 검색시스템) & 키워드: 무기섬유, 유리섬유, 단열재, 무기바인더, 알루미늄 포스페이트, 알루미늄전구체, 인전구체, 압축, 건조, 열처리, 진공단열재 심재용



**C. 관련 문헌**

카테고리*	인용문헌명 및 관련 구절(해당하는 경우)의 기재	관련 청구항
Y A	JP 2003-113565 A (NIPPON GLASS FIBER KOGYO KK) 2003.04.18 청구항, 단락[0024]-[0029] 참조.	1-9, 14 10-13
Y A	WO 91-02705 A1 (ALUMINUM COMPANY OF AMERICA) 1991.03.07 요약, 페이지13-14 실시예1, 청구항 참조.	1-9, 14 10-13
A	JP 2009-046374 A (FUSO KOGYO KK) 2009.03.05 요약, 청구항, 단락[0016] 참조.	1-14
A	JP 11-335183 A (NICHIAS CORP) 1999.12.07 요약, 청구항 참조.	1-14
A	JP 05-331297 A (HITACHI CHEM CO., LTD.) 1993.12.14 요약, 청구항, 단락[0007][0010][0014] 참조.	1-14
A	KR 10-1996-0003793 B1 (주식회사 유공) 1996.03.22 실시예1, 청구항 참조.	1-14

추가 문헌이 C(계속)에 기재되어 있습니다.  대응특허에 관한 별지를 참조하십시오.

\* 인용된 문헌의 특별 카테고리:  
 “A” 특별히 관련이 없는 것으로 보이는 일반적인 기술수준을 정의한 문헌  
 “E” 국제출원일보다 빠른 출원일 또는 우선일을 가지나 국제출원일 이후에 공개된 선출원 또는 특허 문헌  
 “L” 우선권 주장에 의문을 제기하는 문헌 또는 다른 인용문헌의 공개일 또는 다른 특별한 이유(이유를 명시)를 밝히기 위하여 인용된 문헌  
 “O” 구두 개시, 사용, 전시 또는 기타 수단을 언급하고 있는 문헌  
 “P” 우선일 이후에 공개되었으나 국제출원일 이전에 공개된 문헌  
 “T” 국제출원일 또는 우선일 후에 공개된 문헌으로, 출원과 상충하지 않으며 발명의 기초가 되는 원리나 이론을 이해하기 위해 인용된 문헌  
 “X” 특별한 관련이 있는 문헌. 해당 문헌 하나만으로 청구된 발명의 신규성 또는 진보성이 없는 것으로 본다.  
 “Y” 특별한 관련이 있는 문헌. 해당 문헌이 하나 이상의 다른 문헌과 조합하는 경우로 그 조합이 당업자에게 자명한 경우 청구된 발명은 진보성이 없는 것으로 본다.  
 “&” 동일한 대응특허문헌에 속하는 문헌

국제조사의 실제 완료일 2013년 03월 18일 (18.03.2013)	국제조사보고서 발송일 <b>2013년 03월 25일 (25.03.2013)</b>
--	--

ISA/KR의 명칭 및 우편주소  팩스 번호 82-42-472-7140	심사관 양인수 전화번호 82-42-481-8131 
--	--

국제조사보고서에서 인용된 특허문헌	공개일	대응특허문헌	공개일
JP 2003-113565 A	2003.04.18	JP 3790694 B2	2006.06.28
WO 91-02705 A1	1991.03.07	US 05371050 A US 6309994 B1	1994.12.06 2001.10.30
JP 2009-046374 A	2009.03.05	없음	
JP 11-335183 A	1999.12.07	없음	
JP 05-331297 A	1993.12.14	없음	
KR 10-1996-0003793 B1	1996.03.22	JP 07-068178 A	1995.03.14