



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2024-0134876
(43) 공개일자 2024년09월10일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C09D 183/04 (2006.01) B05D 1/18 (2006.01)
B05D 3/02 (2006.01) B05D 3/04 (2006.01)
B05D 7/06 (2006.01) B27K 3/15 (2006.01)
C09D 5/14 (2006.01)
(52) CPC특허분류
C09D 183/04 (2013.01)
B05D 1/18 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2024-7021857
(22) 출원일자(국제) 2022년12월06일
심사청구일자 없음
(85) 번역문제출일자 2024년06월28일
(86) 국제출원번호 PCT/EP2022/084550
(87) 국제공개번호 WO 2023/104775
국제공개일자 2023년06월15일
(30) 우선권주장
21212937.3 2021년12월07일
유럽특허청(EPO)(EP)
22171361.3 2022년05월03일
유럽특허청(EPO)(EP)

(71) 출원인
아르크로마 아이피 게엠베하
스위스 라이나흐 (우편번호 체하-4153) 노이호프
슈트라쎈 11
게오르그-아우구스트-우니베르시타트 괴팅겐 스티
프툽 외펜틀리헨 레흐츠
독일 37073 괴팅겐 빌헬름스플라츠 1
(72) 발명자
랑, 게오르크
독일 79599 비틀링겐 임 레브매틀 4
하르빅, 롤랜드
독일 84508 부르크키르헨 아.디. 알츠 포스트스트
라쎈 24
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
특허법인아이엠

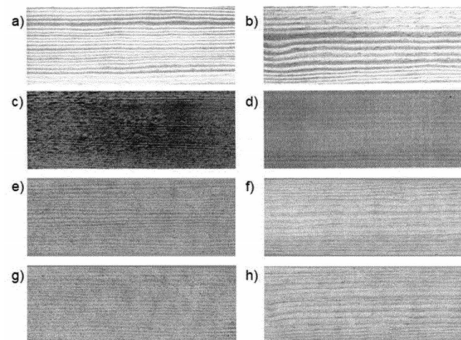
전체 청구항 수 : 총 19 항

(54) 발명의 명칭 목재의 폴리유기실록산 처리

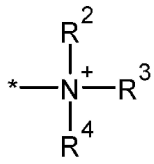
(57) 요약

본 출원은, 폴리유기실록산 화합물 적어도 1개로 리그노셀룰로오스 재료를 처리하기 위한 방법으로서, 이 폴리유
(뒷면에 계속)

대표도 - 도2



기실록산 화합물은 폴리유기실록산 주쇄와, 하기 화학식 I의 암모늄기 잔기, 즉 화학식 I



적어도 1개를 포함하되,

여기서

R^2 , R^3 , R^4 는 서로 독립적으로 O, S, N과 같은 헤테로원자 1개 이상을 선택적으로 포함하는 선형, 사이클릭 또는 분지형, 포화 또는 불포화, 치환 또는 비치환 $\text{C}_1 \sim \text{C}_{45}$ 탄화수소 잔기를 나타내고, *는 폴리유기실록산 주쇄에 연결되는 결합 부위를 나타내는 방법에 관한 것이다.

(52) CPC특허분류

B05D 3/0254 (2013.01)

B05D 3/0493 (2013.01)

B05D 7/06 (2013.01)

B27K 3/15 (2013.01)

C09D 5/14 (2013.01)

B05D 2203/20 (2013.01)

B05D 2401/20 (2013.01)

B05D 2518/12 (2013.01)

B27K 2240/70 (2013.01)

(72) 발명자

밀리츠, 홀거

독일 37120 보펜덴 볼프스가르텐 10

에머리히, 루카스

독일 37120 보펜덴 인 덴 엘런 4

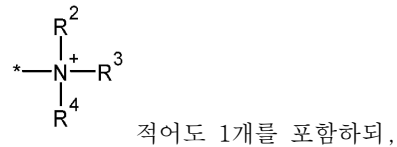
명세서

청구범위

청구항 1

폴리유기실록산 화합물 적어도 1개로 리그노셀룰로오스 재료를 처리하기 위한 방법으로서, 이 폴리유기실록산 화합물은 폴리유기실록산 주쇄와, 하기 화학식 I의 암모늄기 잔기, 즉

화학식 I



여기서

R^2 , R^3 , R^4 는 서로 독립적으로 O, S, N과 같은 헤테로원자 1개 이상을 선택적으로 포함하는 선형, 사이클릭 또는 분지형, 포화 또는 불포화, 치환 또는 비치환 $\text{C}_1 \sim \text{C}_{45}$ 탄화수소 잔기를 나타내고,

*는 폴리유기실록산 주쇄에 연결되는 결합 부위를 나타내는 방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 R^2 , R^3 , R^4 는 서로 독립적으로 C_1 또는 C_2 포화 또는 C_2 불포화 탄화수소 잔기, 및/또는 선형, 사이클릭 또는 분지형 포화 또는 불포화 $\text{C}_3 \sim \text{C}_{45}$ 탄화수소를 나타내는 방법.

청구항 3

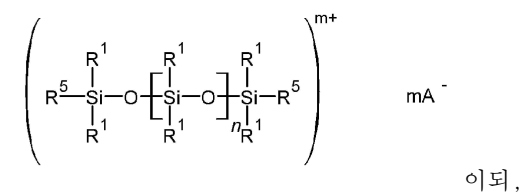
제1항 또는 제2항에 있어서, 상기 R^2 , R^3 , R^4 는 서로 독립적으로 C_1 또는 C_2 포화 탄화수소 잔기, 및/또는 선형, 사이클릭 또는 분지형 포화 $\text{C}_3 \sim \text{C}_{20}$ 탄화수소를 나타내는 방법.

청구항 4

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 폴리유기실록산 화합물은 결합 부위 *를 통해 폴리유기실록산 주쇄 실록산기에 화학식 I의 암모늄기 잔기 적어도 1개를 연결시키는, O, S, N과 같은 헤테로원자 1개 이상을 선택적으로 포함하는 $\text{C}_1 \sim \text{C}_{20}$ 포화 또는 불포화, 선형 또는 분지형 탄화수소 잔기로 이루어진 2가지 -R- 적어도 1개를 추가로 포함하는 방법.

청구항 5

제1항 내지 제4항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 폴리유기실록산 화합물은 하기 화학식 II의 화합물, 즉 화학식 II



여기서

R^1 및 R^5 는 서로 독립적으로 결합 부위 *를 통해 실록산기에 화학식 I의 암모늄기 잔기 적어도 1개를 연결하는,

제4항에 명시된 바와 같은 2가지 -R- 또는 유기 지방족 $C_1 \sim C_6$ 잔기를 나타내고, 화학식 II의 화합물중 R^1 적어도 1개, 바람직하게 2개 또는 바람직하게 적어도 10개, 바람직하게 적어도 20개는 R^5 와 함께 2가지 -R-을 나타내고,

$m+$ 는 폴리유기실록산 화합물에 의해 할당된 m 배 양전하를 나타내고,

mA^- 는 할로겐화물, 수산화물, 1/3 붕산염, 1/2 황산염, 1/2 인산염, 질산염, 카복실산염 또는 이의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택된 전하 균형 음이온 A^- m 개를 나타내고,

n 은 수 평균 중합도를 나타내는 것으로서, 9 ~ 200, 바람직하게 30 ~ 150, 바람직하게 35 ~ 75, 바람직하게 40 ~ 60을 나타내는 방법.

청구항 6

제5항에 있어서,

상기 R^1 은 서로 독립적으로 유기 지방족 $C_1 \sim C_6$ 잔기를 나타내고,

상기 R^5 는 결합 부위 *를 통해 실록산기에 화학식 I의 말단 암모늄기 잔기 적어도 1개, 바람직하게 2개를 연결하는, 제4항에 명시된 바와 같은 2가지 -R-을 나타내는 방법.

청구항 7

제1항 내지 제6항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 폴리유기실록산 화합물의 중량 평균 분자량이 2.000 g/mol ~ 12.000 g/mol 범위인 방법.

청구항 8

제1항 내지 제7항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 리그노셀룰로오스 재료를 상기 폴리유기실록산 화합물 적어도 1개로 처리하는 단계는 이하의 단계들, 즉

- 선택적으로 리그노셀룰로오스 재료를 사전 건조시키는 단계,
- 리그노셀룰로오스 재료를, 제1항 내지 제6항 중 어느 한 항에 정의된 바와 같은 폴리유기실록산 화합물을 포함하는 수성 조성물로 함침시키는 단계,
- 상기 함침된 리그노셀룰로오스 재료를 건조시키는 단계를 포함하는 방법.

청구항 9

제8항에 있어서, 상기 단계 c)는 20℃ ~ 120℃, 30℃ ~ 120℃, 40℃ ~ 120℃, 50℃ ~ 120℃, 바람직하게 50℃ ~ 100℃, 바람직하게 60℃ ~ 85℃의 온도에서 수행되는 방법.

청구항 10

제8항 또는 제9항에 있어서, 상기 단계 b)는 5 mbar ~ 20 bar 범위의 압력에서 수행되는 진공-가압 함침 방법인 방법.

청구항 11

제8항 내지 제10항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 단계 a)에서 상기 리그노셀룰로오스 재료는 상대적 잔여 수분 함량 0.1% ~ 20%, 바람직하게 0.1% ~ 15% 미만인 때 까지 사전 건조되는 방법.

청구항 12

제8항 내지 제11항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 수성 조성물에는 중금속 화합물이 존재하지 않는 방법.

청구항 13

100℃ 미만, 바람직하게 80℃ 미만의 온도에서 리그노셀룰로오스 재료를 폴리유기실록산 화합물, 바람직하게 수성 조성물 형태의 폴리유기실록산 화합물 적어도 1개로 처리하기 위한 방법.

청구항 14

제8항 내지 제13항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 리그노셀룰로오스 재료는, 수성 조성물의 총 중량을 기준으로 적어도 0.1 wt% ~ 많아야 90 wt%, 또는 적어도 0.5 wt% ~ 많아야 80 wt%, 또는 적어도 1 wt% ~ 많아야 60 wt%, 또는 적어도 1 wt% ~ 많아야 15 wt%, 또는 적어도 1 wt% ~ 많아야 12 wt%, 또는 적어도 1 wt% ~ 많아야 10 wt%, 또는 적어도 2 wt% ~ 많아야 40 wt%, 또는 적어도 2.5 wt% ~ 많아야 30 wt%, 또는 적어도 2.5 ~ 많아야 20 wt%, 또는 적어도 4 wt% ~ 많아야 20wt%, 또는 적어도 5 wt% ~ 많아야 15 wt%, 또는 적어도 6 wt% ~ 많아야 15 wt%, 또는 적어도 7 wt% ~ 많아야 12 wt%, 또는 적어도 7 wt% ~ 많아야 10 wt%의 양으로 폴리유기실록산 화합물을 포함하는 수성 조성물로 처리되는 방법.

청구항 15

제1항 내지 제14항 중 어느 한 항에 의한 방법에서 처리된 리그노셀룰로오스 재료.

청구항 16

제15항에 있어서, DIN EN 84 - 2020-10(구 DIN EN 84 - 2018-10)에 따라 확정된 바에 따르면 건조 및 표백후 중량% 증가율이 15% 이하, 또는 10% 이하, 또는 4% ~ 85%, 또는 5% ~ 7%인 것을 특징으로 하고/특징으로 하거나; 상기 리그노셀룰루오스 재료는 발명의 설명에 기재된 절차에 따라 확정된 팽창 계수가 14% 이하, 바람직하게 12% ~ 13%인 것을 특징으로 하고/특징으로 하거나; EN 113-2(2021)에 따라 확정되는 갈색 색염병 병원체의 진균 부후에 의한 질량 감소율은 5% 이하인 것을 특징으로 하는 리그노셀룰로오스 재료.

청구항 17

제15항 또는 제16항에 있어서, 상기 처리된 리그노셀룰로오스 재료는 종이, 포장재, 목재 또는 목재 기반 복합재 재료인 리그노셀룰로오스 재료.

청구항 18

제1항 내지 제7항 중 어느 한 항에 정의된 바와 같은 폴리유기실록산 화합물 또는 제8항 내지 제12항 및 제14항에 정의된 바와 같은 폴리유기실록산 화합물을 포함하는 수성 조성물의, 리그노셀룰로오스 재료를 위한 처리제로서의 용도.

청구항 19

제1항 내지 제7항 중 어느 한 항에 정의된 바와 같은 폴리유기실록산 화합물, 또는 제8항 내지 제12항 및 제14항에 정의된 바와 같은 폴리유기실록산 화합물을 포함하는 수성 조성물의 용도로서, 리그노셀룰로오스 재료의 수분 흡수에 대한 내성 및/또는 치수 안정성 및/또는 내풍화성 및/또는 생물학적 내성, 구체적으로 목재 손상 진균 및/또는 해양 천공생물 및/또는 목재 해충에 대한 내성을 증가시키기 위한 용도.

발명의 설명**기술 분야**

[0001]

본 출원은 리그노셀룰로오스 재료를 폴리유기실록산 화합물로 처리하여 이 리그노셀룰로오스 재료의 생물학적 내구성을 향상시키기 위한 방법에 관한 것이다. 본 출원은 또한 폴리유기실록산 화합물이 함침되는 리그노셀룰로오스 재료에 관한 것이기도 하다.

배경 기술

[0002]

보존제와 같은 화학물질과 생물학적 내구성 및 치수 안정성을 제공하는 제제를 사용하여 목재 및 리그노셀룰로오스 재료를 마감처리하기 위한 방법 및 제제는 당 분야에서 계속해서 연구되고 있다. 당 분야에 공지된 목재 처리제는 종종 목재 및 리그노셀룰로오스 재료의 원하는 마감처리 성능을 달성하기 위한 중금속 성분을 포함한

다. 그러나 이러한 중금속 함유 제제가 환경으로 이동하여 살아있는 유기체에 유해한 부담을 주는 것은 불가피하다. 따라서 리그노셀룰로오스 재료를 처리함에 있어 중금속 함유 목재 처리제의 사용을 줄이는 것이 당 업계에 지배적인 목표이다.

[0003] 원산 목재 재료는 생물학적 내구성과 치수 안정성이 떨어진다는 문제가 있다. 실외 환경에서 이러한 원산 목재 재료가 사용될 때, 기후 조건이 변화함에 따라 상기 목재 재료는 수분 흡수 및 방출을 번갈아가며 겪게 되고, 그에 따라 목재 재료의 치수 수축 및 팽창이 유발된다. 또한 수분 흡수로 인해 목재 재료에는 목재 손상 진균이 서식하는 경향이 짙어진다. 이에 따라 목재 및 리그노셀룰로오스 재료의 생물학적 내구성과 내습성을 증가시키는 목재 개질제에 연구의 초점이 맞추어지고 있다.

[0004] 상기 언급된 요건을 달성하기 위한 한 가지 접근 방식은 폴리유기실록산 화합물을 목재에 함침시키는 것이다. 이러한 마감제(finishing agent)를 사용하는 방법으로서, 일반적으로 공지된 방법은 목재 및 리그노셀룰로오스 재료를 함침시키는 동안 고온에서의 경화 및 반응 단계를 필요로 한다. 일반적으로, 상기 폴리유기실록산 화합물로 목재 및 리그노셀룰로오스 재료를 마감처리하는데 100℃ 이상의 온도가 적용된다. 그러나 산업적 관점에서 이러한 경화 및 반응 단계를 더 낮은 온도에서 수행하는 것이 바람직한데, 그 이유는 목재 산업에 있어 함침 플랜트는 종종 최고 온도 80℃로 제한되기 때문이다. 따라서 공지된 폴리유기실록산이 사용되는 방법/기술(>100℃에서의 경화 및 건조로서, 일반적으로 공지된 방법/기술은 산업적 규모로 사용 가능한 장비에서 용이하게 구현될 수 없으며, 특수한 건조 장비 및 해당 방법에 관한 임의의 노하우에는 추가의 투자 비용이 필요하다.

[0005] DE 10 2004 036 918 A1에는 아미노 변형 중합체 실리콘을 함유하는 것을 특징으로 하는 리그노셀룰로오스 재료용 보호제가 개시되어 있다.

[0006] WO 2012/143371 A1에는 리그노셀룰로오스 재료의 처리를 위한 것으로서, 작용기를 포함하는 작용기화 폴리유기실록산 또는 실란이 개시되어 있다.

[0007] WO 2014/111514 A1에는 방향족, 헤테로방향족 및 아미노기의 작용기를 포함하는 작용기화 폴리유기실록산으로 셀룰로오스 기재를 처리하기 위한 방법이 개시되어 있다.

[0008] DE 10 2012 103 372 A1에는 리그노셀룰로오스 재료에 대한 보호제인 아미노 작용성 폴리실록산이 개시되어 있다.

[0009] 현재 기술 수준에 존재하는 결함과 관련하여, 높은 경화 온도가 요구되지 않고 중금속이 존재하지 않는 목재 처리제로 함침시킴으로써 목재 및 리그노셀룰로오스 재료의 생물학적 내구성 및 치수 안정성을 증가시키는 것이 꾸준히 요구되고 있는 실정이다.

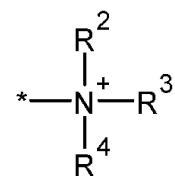
발명의 내용

과제의 해결 수단

[0010] 본 발명의 제1 측면에서, 상기 언급된 목적은 이하 항목들에 의해 해결된다.

[0011] 항목 1: 폴리유기실록산 화합물 적어도 1개로 리그노셀룰로오스 재료를 처리하기 위한 방법으로서, 이 폴리유기실록산 화합물은 폴리유기실록산 주쇄와, 하기 화학식 I의 암모늄기 잔기, 즉

[0012] 화학식 I



[0013]

[0014] [식 중,

[0015] R^2 , R^3 , R^4 는 서로 독립적으로 O, S, N과 같은 헤테로원자 1개 이상을 선택적으로 포함하는 선형, 사이클릭 또는 분지형, 포화 또는 불포화, 치환 또는 비치환 $\text{C}_1 \sim \text{C}_{45}$ 탄화수소 잔기를 나타내고,

[0016] *는 폴리유기실록산 주쇄에 연결되는 결합 부위를 나타냄]

[0017] 적어도 1개를 포함하는 방법.

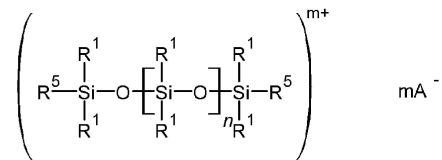
[0018] 항목 2: 항목 1에 따른 방법으로서, R^2 , R^3 , R^4 는 서로 독립적으로 C_1 또는 C_2 포화 또는 C_2 불포화 탄화수소 잔기, 및/또는 선형, 사이클릭 또는 분지형 포화 또는 불포화 $C_3 \sim C_{45}$ 탄화수소를 나타내는 방법.

[0019] 항목 3: 항목 1 또는 2에 따른 방법으로서, R^2 , R^3 , R^4 는 서로 독립적으로 C_1 또는 C_2 포화 탄화수소 잔기, 및/또는 선형, 사이클릭 또는 분지형 포화 $C_3 \sim C_{20}$ 탄화수소를 나타내는 방법.

[0020] 항목 4: 상기 항목들중 임의의 하나에 따른 방법으로서, 폴리유기실록산 화합물은 결합 부위 *를 통해 폴리유기실록산 주쇄 실록산기에 화학식 I의 암모늄기 잔기 적어도 1개를 연결시키는, O, S, N과 같은 헤테로원자 1개 이상을 선택적으로 포함하는 $C_1 \sim C_{20}$ 포화 또는 불포화, 선형 또는 분지형 탄화수소 잔기로 이루어진 2가지 -R- 적어도 1개를 추가로 포함하는 방법.

[0021] 항목 5: 상기 항목들중 임의의 하나에 따른 방법으로서, 폴리유기실록산 화합물은 하기 화학식 II의 화합물, 즉

[0022] 화학식 II



[0023]

[0024] [식 중,

[0025] R^1 및 R^5 는 서로 독립적으로 결합 부위 *를 통해 실록산기에 화학식 I의 암모늄기 잔기 적어도 1개를 연결하는, 청구항 4에 명시된 바와 같은 2가지 -R- 또는 유기 지방족 $C_1 \sim C_6$ 잔기를 나타내고, 화학식 II의 화합물중 R^1 적어도 1개, 바람직하게 2개 또는 바람직하게 적어도 10개, 바람직하게 적어도 20개는 R^5 와 함께 2가지 -R-을 나타내고,

[0026] $m+$ 는 폴리유기실록산 화합물에 의해 할당된 m 배 양전하를 나타내고,

[0027] $m A^-$ 는 할로겐화물, 수산화물, 1/3 붕산염, 1/2 황산염, 1/2 인산염, 질산염, 카복실산염 또는 이의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택된 전하 균형 음이온 A^- m 개를 나타내고,

[0028] n 은 수 평균 중합도를 나타내는 것으로서, 9 ~ 200, 바람직하게 30 ~ 150, 바람직하게 35 ~ 75, 바람직하게 40 ~ 60을 나타냄]

[0029] 인 방법.

[0030] 항목 6: 항목 5에 따른 방법으로서, R^1 은 서로 독립적으로 유기 지방족 $C_1 \sim C_6$ 잔기를 나타내고, R^5 는 결합 부위 *를 통해 실록산기에 화학식 I의 말단 암모늄기 잔기 적어도 1개, 바람직하게 2개를 연결하는, 항목 4에 명시된 바와 같은 2가지 -R-을 나타내는 방법.

[0031] 항목 7: 상기 항목들중 임의의 하나에 따른 방법으로서, 폴리유기실록산 화합물의 중량 평균 분자량이 2.000 g/mol ~ 12.000 g/mol 범위인 방법.

[0032] 항목 8: 상기 항목들중 임의의 하나에 따른 방법으로서, 리그노셀룰로오스 재료를 폴리유기실록산 화합물 적어도 1개로 처리하는 단계는 이하의 단계들, 즉

[0033] a) 선택적으로 리그노셀룰로오스 재료를 사전 건조시키는 단계,

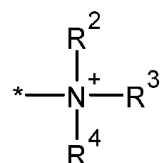
[0034] b) 리그노셀룰로오스 재료를, 청구항 1 ~ 6중 임의의 하나에 정의된 바와 같은 폴리유기실록산 화합물을 포함하는 수성 조성물로 함침시키는 단계,

- [0035] c) 함침된 리그노셀룰로오스 재료를 건조시키는 단계
- [0036] 를 포함하는 방법.
- [0037] 항목 9: 항목 8에 따른 방법으로서, 단계 c)는 20℃ ~ 120℃, 30℃ ~ 120℃, 40℃ ~ 120℃, 50℃ ~ 120℃, 바람직하게 50℃ ~ 100℃, 바람직하게 60℃ ~ 85℃의 온도에서 수행되는 방법.
- [0038] 항목 10: 항목 8 또는 9에 따른 방법으로서, 단계 b)는 5 mbar ~ 20 bar 범위의 압력에서 수행되는 진공-가압 함침(vacuum-pressure impregnation) 방법인 방법.
- [0039] 항목 11: 항목 8 ~ 10중 임의의 하나에 따른 방법으로서, 단계 a)에 있어 리그노셀룰로오스 재료는 상대적 잔여 수분 함량 0.1% ~ 20%, 바람직하게 0.1% ~ 15% 미만이 될 때까지 사전 건조되는 방법.
- [0040] 항목 12: 항목 8 ~ 11중 임의의 하나에 따른 방법으로서, 수성 조성물에는 중금속이 존재하지 않는 방법.
- [0041] 항목 13: 100℃ 미만의 온도에서 리그노셀룰로오스 재료를 폴리유기실록산 화합물, 바람직하게 수성 조성물 형태의 폴리유기실록산 화합물 적어도 1개로 처리하기 위한 방법.
- [0042] 항목 14: 항목 8 ~ 14중 임의의 하나에 따른 방법으로서, 수성 조성물은 폴리유기실록산 화합물을, 수성 조성물의 총 중량을 기준으로 적어도 0.1 wt% ~ 많아야 90 wt%, 또는 적어도 0.5 wt% ~ 많아야 80 wt%, 또는 적어도 1 wt% ~ 많아야 60 wt%, 또는 적어도 2 wt% ~ 많아야 40 wt%, 또는 적어도 2.5 wt% ~ 많아야 30 wt%, 또는 적어도 2.5 ~ 많아야 20 wt%, 또는 적어도 4 wt% ~ 많아야 20wt%, 또는 적어도 5 wt% ~ 많아야 15 wt%, 또는 적어도 6 wt% ~ 많아야 15 wt%, 또는 적어도 7 wt% ~ 많아야 12 wt%, 또는 적어도 7 wt% ~ 많아야 10 wt%의 양으로 포함하는 방법.
- [0043] 본 발명의 제2 측면에서, 상기 언급된 목적은 이하 항목들에 의해 해결된다.
- [0044] 항목 15: 항목 1 ~ 14중 임의의 하나에 따른 방법에서 처리된 리그노셀룰로오스 재료.
- [0045] 항목 16: DIN EN 84 - 2020-10(구 DIN EN 84 - 2018-10)에 따라 확정된 바에 따르면 건조 및 표백후 중량% 증가율이 7% 이하, 바람직하게 5% ~ 7%인 것을 특징으로 하고/특징으로 하거나; 발명의 설명에 기재된 절차에 따라 확정된 팽창 계수는 14% 이하, 바람직하게 12% ~ 13%인 것을 특징으로 하고/특징으로 하거나; EN 113-2(2021)(구 CEN/TS 15083-1 (2005))에 따라 확정되는 갈색 썩음병 병원체의 진균 부후에 의한 질량 감소율은 5% 이하인 것을 특징으로 하는, 항목 15에 따른 리그노셀룰로오스 재료.
- [0046] 본 발명의 제3 측면에서, 상기 언급된 목적은 이하 항목들에 의해 해결된다.
- [0047] 항목 17: 항목 1 ~ 7중 임의의 하나에 정의된 바와 같은 폴리유기실록산 화합물, 또는 항목 8 ~ 12 또는 14에 정의된 바와 같은 폴리유기실록산 화합물을 포함하는 수성 조성물의 리그노셀룰로오스 재료 처리제로서의 용도.
- [0048] 항목 18: 항목 1 ~ 7중 임의의 하나에 정의된 바와 같은 폴리유기실록산 화합물, 또는 항목 8 ~ 12 또는 14에 정의된 바와 같은 폴리유기실록산 화합물을 포함하는 수성 조성물의 용도로서, 리그노셀룰로오스 재료의 수분 흡수에 대한 내성 및/또는 치수 안정성 및/또는 내풍화성 및/또는 생물학적 내성, 구체적으로 목재 손상 진균 및/또는 해양 천공생물 및/또는 목재 해충에 대한 내성을 증가시키기 위한 용도.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0049] 제1 측면에서, 본 발명은 리그노셀룰로오스 재료를 폴리유기실록산 화합물로 처리하기 위한 방법에 관한 것으로서, 이 폴리유기실록산 화합물은 폴리유기실록산 주쇄와, 하기 화학식 I의 암모늄기 잔기, 즉

- [0050] 화학식 I



- [0051]

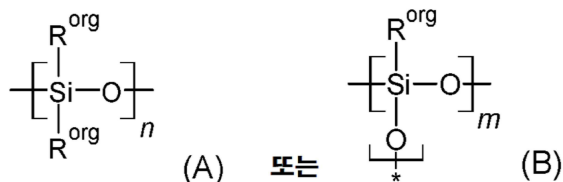
- [0052] 적어도 1개를 포함하는데, 여기서 R^2 , R^3 , R^4 는 서로 독립적으로 O, S, N과 같은 헤테로원자 1개 이상을 선택적으로 포함하는 선형, 사이클릭 또는 분지형, 포화 또는 불포화, 치환 또는 비치환 $\text{C}_1 \sim \text{C}_{45}$ 탄화수소 잔기를 나

타내고, *는 폴리유기실록산 주쇄에 연결되는 결합 부위를 나타내고; 바람직하게 R^2 , R^3 , R^4 는 서로 독립적으로 O, S, N과 같은 헤테로원자 1개 이상을 선택적으로 포함하는 C_1 또는 C_2 포화 또는 C_2 불포화, 치환 또는 비치환 탄화수소 잔기를 나타내고/나타내거나, R^2 , R^3 , R^4 는 서로 독립적으로 O, S, N과 같은 헤테로원자 1개 이상을 선택적으로 포함하는 선형, 사이클릭 또는 분지형, 포화 또는 불포화, 치환 또는 비치환 $C_3 \sim C_{45}$ 탄화수소 잔기를 나타내고, *는 폴리유기실록산 주쇄에 연결되는 결합 부위를 나타낸다.

[0053] 또한 본 발명은 100℃ 이하, 바람직하게 95℃ 이하, 더욱 바람직하게 90℃ 이하, 더욱더 바람직하게 85℃ 이하의 온도에서 리그노셀룰로오스 재료를 폴리유기실록산 화합물로 처리하기 위한 방법에 관한 것이다.

[0054] 함침에 필요한 기본적 요건에 기재된 바와 같은 방법을 이용함으로써 산업용 플랜트에서 리그노셀룰로오스 재료를 함침시키는 방법이 충족된다. 구체적으로 전술된 방법은 100℃ 이하와 같이 감소한 함침 온도를 허용하므로, 이처럼 기재된 방법은 종래의 목재 함침 플랜트에 사용될 수 있다. 뿐 아니라 본 발명의 방법이 리그노셀룰로오스 재료에 적용될 때 생물학적 내구성의 영구적 증가가 달성될 수 있음이 판명되었다. 교번적으로 통과하는 수분에 대한 내성도 개선되므로 실외 조건하에서의 내풍화성도 개선된다는 것도 또한 관찰되었다.

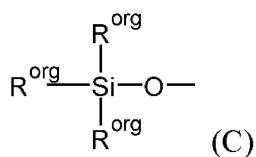
[0055] 본 출원의 맥락에 있어서 "폴리유기실록산"이란 용어는, 유기 잔기를 운반하는 올리고머 또는 중합체 실록산 화합물을 지칭한다. 일반적으로 폴리유기실록산의 분자 구조는 산소 원자를 통해 연결되어 -Si-O- 주쇄를 형성하는 사슬 유사 규소 원자들에 의해 특징지어지는데, 단 실리콘 원자는 탄소-규소 결합을 통해 규소 원자에 결합된 유기 잔기를 추가로 운반한다. 일반적으로 본 발명에 대해 상정된 폴리유기실록산은 반복 단위, 즉 (A) 유형 또는 (B) 유형의 유기실리콘 반복 단위, 즉



[0056]

[0057] 를 포함하는데,

[0058] 이 (A) 유형 또는 (B) 유형의 유기실리콘 반복 단위는 선형 주쇄 구조와 연결되는 반복 단위 또는 분지형 주쇄 구조와 연결되는 반복 단위를 나타낸다. 지수 n 및 m은 폴리유기실록산중 반복 단위 (A) 및 (B)의 수를 나타낸다. 수 n은 9 ~ 200, 또는 30 ~ 150, 또는 35 ~ 125, 또는 40 ~ 100일 수 있다. 수 m은 0 ~ 15, 또는 3 ~ 12, 또는 5 ~ 10일 수 있다. 폴리유기실록산은 (C) 유형의 말단기, 즉



[0059]

[0060] 를 포함한다.

[0061] 폴리유기실록산 화합물중 말단기의 수는 0개 ~ 17개, 또는 0개 ~ 15개, 또는 2개 ~ 15개, 또는 5개 ~ 14개, 또는 7개 ~ 12개의 범위일 수 있다. (A), (B) 및 (C)중 R^{org} 는 유기 포화 또는 불포화 선형, 분지형 또는 사이클릭 지방족 잔기 또는 방향족 잔기를 나타내는데, 여기서 R^{org} 는 O, S, N과 같은 헤테로원자를 선택적으로 포함하고, 각각의 R^{org} 는 동일할 수 있거나, 또는 서로 상이할 수 있다. R^{org} 중 적어도 1개는 화학식 I의 암모늄기 잔기의 연결 부위 *와 연결될 수 있는 2가 잔기이다. 폴리유기실록산은 선형, 분지형 또는 사이클릭 주쇄 구조를 가질 수 있다.

[0062] "암모늄기 잔기"란 용어는, 상기 및 이하에 명시된 잔기 R^2 , R^3 , R^4 를 운반하고, 결합 부위 *를 통해 폴리유기실록산 주쇄에 추가로 결합되는 4급 질소 원자를 지칭한다. 상기 개략적으로 기술된 바와 같이 2가 잔기 -R-은 화학식 I의 암모늄기 잔기를, 폴리유기실록산 주쇄의 Si 원자에 연결시킬 수 있다. R^{org} 를 통해 폴리유기실록산 주

쇄에 결합된 암모늄기 잔기의 수는 폴리유기실록산 화합물의 크기에 따라 적어도 1개, 또는 적어도 2개, 또는 적어도 10개, 또는 적어도 20개, 또는 적어도 1개~ 많아야 25개, 또는 적어도 1개 ~ 많아야 20개, 또는 적어도 1개 ~ 많아야 15개 또는 적어도 1개 ~ 많아야 10개, 또는 적어도 1개 ~ 많아야 5개, 또는 적어도 2개 ~ 많아야 4개, 또는 2개, 또는 3개일 수 있다. 일 구현예에서, 암모늄기 잔기는 폴리유기실록산 주쇄의 말단 적어도 1개에 위치하는데, 즉 선형 폴리유기실록산 주쇄의 한쪽 말단 또는 양쪽 말단에 위치하는 말단 암모늄기 잔기이거나; 또는 분지형 폴리유기실록산 주쇄의 적어도 1개의 말단, 또는 2개의 말단, 또는 3개의 말단, 또는 20개 이하의 말단에 위치한다. 폴리유기실록산 화합물의 크기는 본질적으로 반복 단위 (A) 및/또는 (B)의 수 n 및/또는 m 과, 말단기 (C)의 수에 의존한다. 암모늄기 잔기의 수를 유기실리콘 단위 (A), (B) 및 (C)의 수에 부합시키는 것이 바람직하다. 통상적으로 암모늄기 잔기 대 유기실록산기 (A), (B) 및/또는 (C)의 합의 비는 1: 5 ~ 1: 105, 또는 1: 10 ~ 1: 90, 또는 1: 20 ~ 1: 75, 또는 1: 30 ~ 1: 50의 범위일 수 있다.

[0063] 일 구현예에서, 암모늄기 잔기의 4급 질소 원자에 결합된 잔기 R^2 , R^3 , R^4 는 메틸 또는 에틸, 또는 에틸렌 기로부터 독립적으로 선택될 수 있다. 상기 C_1 또는 C_2 잔기기에 결합될 수 있는 헤테로원자 O, S, N 1개 이상은 OH, SH, NH_2 , 또는 $=O$, $=S$, $=NH$ 기에서 구조화될 수 있거나, 또는 C_2 잔기의 경우에는 구조 $-O-$, $-S-$, $-NH-$ 를 가질 수 있다.

[0064] 뿐만 아니라, 추가적으로나 대안적으로 R^2 , R^3 , R^4 는 서로 독립적으로 O, S, N과 같은 헤테로원자 1개 이상을 선택적으로 포함하는 선형, 사이클릭, 또는 분지형, 포화 또는 불포화 $C_3 \sim C_{45}$ 탄화수소 잔기를 나타낸다. O, S, N 원자의 구조는 전술된 바와 같을 수 있다. R^2 , R^3 , R^4 의 구체적인 기로서는

[0065] $-(CH_2)_2-NH_2$, $-(CH_2)_3NH(CH_2)_2-NH_2$, $-(CH_2)_3N(CH_3)_2$, $-(CH_2)_5-NH_2$, $-CH_2-CH_2-NH_2$,

[0066] $-CH_2CH_2-NH-CH_2CH_2-NH-C_4H_9$, 또는

[0067] $-(CH_2)_2-OH$, $-(CH_2)_2O(CH_2)_2-OH$, $-(CH_2)_2O-CH_3$, $-(CH_2)_5-OH$, $-CH_2-CH_2-OH$,

[0068] $-CH_2CH_2-O-CH_2CH_2-O-C_4H_9$, 또는

[0069] 알킬 또는 알콕시 기, 구체적으로 디하이드록시에틸, 하이드록시프로필, 디하이드록시프로필, 트리하이드록시프로필, 하이드록시이소프로필, 하이드록시부틸, 디하이드록시부틸, 트리하이드록시부틸, 하이드록시이소부틸, 메틸, 에틸, 프로필, 이소프로필, 부틸, 이소부틸, 메톡시, 에톡시, 프로폭시, 이소프로폭시, 부톡시 및/또는 이소부톡시, 또는

[0070] 프로필, 부틸, 펜틸, 헥실, 헵틸, 옥틸, 노닐, 데실, 운데실, 도데실, 트리데실, 테트라데실, 펜타데실, 헥사데실, 헵타데실, 옥타데실, 노나데실, 에이코실, 헤네이소실, 도코실, 트리코실, 테트라코실, 펜타코실, 헥사코실, 헵타코실, 옥타코실, 노나코실, 트리아콘틸, 헥트리아콘틸, 도트리아콘틸, 트리트리아콘틸, 테트라트리아콘틸, 펜타트리아콘틸, 헥사트리아콘틸, 헵타트리아콘틸, 옥타트리아콘틸, 노나트리아콘틸, 테트라콘틸, 헥테트라콘틸, 도테트라콘틸, 트리트테트라콘틸, 테트라테트라콘틸, 펜타테트라콘틸 및 이의 이성체, 또는

[0071] 이소프로필, 이소부틸, 또는 탄소 원자를 20개 이하 가지는 포화 또는 불포화, 직쇄, 사이클릭 또는 분지형 탄화수소, 알릴 또는 부타디에닐 또는 사이클로지방족, 예컨대 사이클로헥실 라디칼, 또는 방향족, 예컨대 페닐, 나프틸 또는 벤질을 포함한다.

[0072] 폴리유기실록산 화합물중 암모늄기 잔기 적어도 1개의 양전하는, 할로젠화물, 수산화물, 1/3 붕산염, 1/2 황산염, 1/3 인산염, 질산염 및 카복실산염, 또는 이의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택될 수 있는 음이온에 의해 상쇄된다. 할로젠화물은 염화물, 브롬화물 및 요오드화물 또는 이의 혼합물의 형태로 존재할 수 있다.

[0073] 본 출원의 맥락에 있어 "리그노셀룰로오스 재료"란 용어는, 고체 목재, 목재기반 복합재, 예컨대 파티클 보드 (particle board), 파이버 보드 (fiber board), 배향 보드 (oriented strand board), 베니어 기반 복합재 (예컨대 합판, LVL) 또는 기타 임의의 목재 기반 재료, 예컨대 종이, 카드보드, 단열판과 같은 재료를 지칭한다. 본 발명에 따른 일 구현예에서, 본 발명에 따른 방법에서 처리된 리그노셀룰로오스 재료는 종이, 포장재, 목재 또는 목재 기반 복합 재료이다.

[0074] 제1 측면에 따르면, 본 발명은 R^2 , R^3 , R^4 가 서로 독립적으로 C_1 또는 C_2 포화 또는 C_2 불포화 탄화수소 잔기, 및

/또는 선형, 사이클릭 또는 분지형 포화 또는 불포화 $C_3 \sim C_{45}$ 탄화수소를 나타내는 방법에 관한 것이다. R^2 , R^3 , R^4 의 구체적인 기로서는 메틸, 에틸, 프로필, 부틸, 펜틸, 헥실, 헵틸, 옥틸, 노닐, 데실, 운데실, 도데실, 트리데실, 테트라데실, 펜타데실, 헥사데실, 헵타데실, 옥타데실, 노나데실, 에이코실, 헤네이코실, 도코실, 트리코실, 테트라코실, 펜타코실, 헥사코실, 헵타코실, 옥타코실, 노나코실, 트리아콘틸, 헨트리아콘틸, 도트리아콘틸, 트리트리아콘틸, 테트라트리아콘틸, 펜타트리아콘틸, 헥사트리아콘틸, 헵타트리아콘틸, 옥타트리아콘틸, 노나트리아콘틸, 테트라콘틸, 헨테트라콘틸, 도테트라콘틸, 트리테트라콘틸, 테트라테트라콘틸, 펜타테트라콘틸 및 이의 이성체, 또는 이소프로필, 이소부틸, 또는 포화 또는 불포화, 탄화수소 직쇄, 탄소 원자를 20개 이하 가지는 사이클릭 또는 분지형 탄화수소, 알릴 또는 부타디에닐 또는 사이클로지방족, 예컨대 사이클로헥실 라디칼, 또는 방향족 라디칼, 예컨대 페닐, 나프틸 또는 벤질을 포함한다.

[0075] 제1 측면에 따르면, 본 발명은 R^2 , R^3 , R^4 가 서로 독립적으로 C_1 또는 C_2 포화 탄화수소 잔기, 및/또는 선형, 사이클릭 또는 분지형 포화 $C_3 \sim C_{20}$ 탄화수소를 나타내는 방법에 관한 것이다. 이 구현예에 따르면, R^2 , R^3 , R^4 의 구체적인 기로서는 메틸, 에틸, 프로필, 부틸, 펜틸, 헥실, 헵틸, 옥틸, 노닐, 데실, 운데실, 도데실, 트리데실, 테트라데실, 펜타데실, 헥사데실, 헵타데실, 옥타데실, 노나데실, 에이코실 또는 이소프로필, 이소부틸, 또는 포화 또는 불포화, 탄화수소 직쇄, 탄소 원자를 20개 이하 가지는 사이클릭 또는 분지형 탄화수소, 알릴 또는 부타디에닐 또는 사이클로지방족, 예컨대 사이클로헥실 라디칼, 또는 방향족, 예컨대 페닐, 나프틸 또는 벤질을 포함한다.

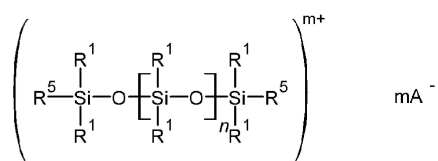
[0076] 본 발명에 따른 일 구현예에서, 잔기 R^2 , R^3 , R^4 에는 헤테로원자 O, S, N이 존재하지 않는데, 즉 상기 헤테로원자 O, S, N중 그 어느 것도 잔기 R^2 , R^3 , R^4 에 포함되지 않는다. 그러므로 이 잔기 R^2 , R^3 , R^4 에 헤테로원자 O, S, N이 필요한 이러한 구현예에서, 상기 및 이하에 언급된 기타 구현예 모두는 이 구현예에 포함되지 않는다.

[0077] 제1 측면에 따르면, 본 발명은 또한 폴리유기실록산 화합물이, 결합 부위 *를 통해 화학식 I의 암모늄기 잔기 적어도 1개를 실록산기에 연결시키는, O, S, N과 같은 헤테로원자 1개 이상을 선택적으로 포함하는 $C_1 \sim C_{20}$ 포화 또는 불포화, 선형 또는 분지형 탄화수소 잔기로 이루어진 2가지 -R- 적어도 1개를 추가로 포함하는 방법에 관한 것이기도 하다. 폴리유기실록산의 전술된 구조와 일관되도록 상기 정의된 R^{org} 기 적어도 1개는 2가지 -R-에 대응한다. 상기 폴리유기실록산 화합물중 2가지 -R-의 수는 적어도 1개 또는 적어도 2개 또는 적어도 3개 또는 적어도 5개 또는 적어도 7개, 또는 적어도 10개, 그리고 많아야 25개, 또는 많아야 20개, 또는 많아야 15개, 또는 많아야 13개, 또는 많아야 10개일 수 있거나, 또는 1개 ~ 25개, 또는 1개 ~ 20개, 또는 1개 ~ 15개, 또는 1개 ~ 10개의 범위일 수 있거나, 또는 1개, 2개, 3개, 4개, 5개, 6개, 7개, 8개, 9개, 10개, 11개, 12개, 13개, 14개, 15개, 16개, 17개, 18개, 19개, 20개, 21개, 22개, 23개, 24개, 25개, 또는 5개, 또는 4개 또는 3개 또는 2개일 수 있다.

[0078] 상기 2가지 -R- 적어도 1개중 헤테로원자 O, S, N 1개 이상은 -OH, -SH, -NH₂, 또는 =O, =S, =NH, 또는 -O-, -S-, 또는 -NH-를 나타낸다. 바람직한 구현예에서, 2가지 -R-은 -(CH₂)₁₋₂₀-, -(CH₂)₁₋₁₀-(CH(CH₂)₁₋₅-(CH₂)₁₋₁₀)-, 또는 -(CH₂)₁₋₁₀-(NH)-(CH₂)₁₋₁₀-, 또는 -(CH₂)₁₋₁₀-(NH)-(CH₂)₁₋₁₀-(CHNH₂)-(CH₂)₁₋₁₀-, 또는 -((CH₂)₂-NH-)₁₋₇(CH₂)₁₋₆-, -(CH₂-CH₂-NH)₁₋₇(CH₂)₁₋₆-, -(CH₂)₁₋₁₀-(NH)-(CH₂)₁₋₁₀-(NH)-(CH₂)₁₋₁₀-, -((CH₂)₂-O-)₁₋₇(CH₂)₁₋₆-, 또는 -(CH₂)₁₋₅-(CHOH)-(CH₂)₁₋₆-, 또는 -(CH₂)₁₋₈-O-(CH₂)₁₋₅-(CHOH)-(CH₂)_{1,2}-을 나타낸다.

[0079] 제1 측면에 따르면, 본 발명은 폴리유기실록산 화합물이 화학식 II의 화합물, 즉

[0080] 화학식 II



[0081]

[0082] 인 방법에 관한 것으로서,

- [0083] 식 중, R^1 은 서로 독립적으로 유기 지방족 $C_1 \sim C_6$ 잔기를 나타내거나, 또는 결합 부위 *를 통해 본 출원에 명시된 바와 같은 실록산기에 화학식 I의 암모늄기 잔기 적어도 1개를 연결시키는 2가지 -R-을 나타내며, 화학식 II의 화합물중 R^1 적어도 1개, 적어도 5개, 바람직하게 적어도 10개, 바람직하게 적어도 15개, 바람직하게 적어도 20개는 R^5 와 함께 2가지 -R-을 나타내고, m⁺는 폴리유기실록산 화합물에 할당된 m배 양전하를 나타내고, m A^- 는 할로젠화물, 수산화물, 1/3 붕산염, 1/2 황산염, 1/3 인산염, 질산염, 카복실산염 또는 이의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택된 전하 균형 음이온 A^- m개를 나타내고, n은 수 평균 중합도를 나타내는 것으로서, 9 ~ 200, 바람직하게 30 ~ 150, 바람직하게 35 ~ 75, 바람직하게 40 ~ 60이다. 바람직하게 R^1 은 서로 독립적으로 유기 지방족 $C_1 \sim C_6$ 잔기를 나타내고, R^5 는 결합 부위 *를 통해 화학식 I의 말단 암모늄기 잔기 적어도 1개, 바람직하게 말단 암모늄기 잔기 2개를 실록산기에 연결시키는 것으로서, 본 출원에 명시된 바와 같은 2가지 -R-을 나타낸다.
- [0084] 암모늄기 잔기는 2가지 -R-을 통해 폴리유기실록산 주쇄에 결합한다. 바람직하게 폴리유기실록산 주쇄는 선형 중합체 사슬이다. 바람직한 구현예에서, n은 적어도 9, 또는 적어도 10, 또는 적어도 15, 또는 적어도 20, 또는 적어도 25, 또는 적어도 30 또는 적어도 35, 그리고 커야 200, 또는 커야 175, 또는 커야 150, 또는 커야 125, 또는 커야 100, 또는 커야 75이거나, 또는 적어도 9 ~ 커야 200, 또는 적어도 10 ~ 커야 200이거나, 또는 적어도 15 ~ 커야 175이거나, 또는 적어도 15 ~ 커야 150이거나, 또는 적어도 20 ~ 커야 150이거나, 또는 적어도 25 ~ 커야 125이거나, 또는 적어도 30 ~ 커야 100이거나, 또는 적어도 35 ~ 커야 75이거나, 또는 적어도 40 ~ 커야 60이다.
- [0085] 상기 화학식 II의 폴리유기실록산 화합물중 2가지 -R-의 수는 적어도 1개 또는 적어도 2개 또는 적어도 3개 또는 적어도 5개 또는 적어도 7개, 그리고 많아야 25개 또는 많아야 20개 또는 많아야 15개 또는 많아야 13개 또는 많아야 10개일 수 있거나, 또는 1개 ~ 25개, 또는 1개 ~ 20개 또는 1개 ~ 15개 또는 1개 ~ 10개의 범위일 수 있거나, 또는 1개, 2개, 3개, 4개, 5개, 6개, 7개, 8개, 9개, 10개, 11개, 12개, 13개, 14개, 15개, 16개, 17개, 18개, 19개, 20개, 21개, 22개, 23개, 24개, 25개, 또는 5개, 또는 4개, 또는 3개, 또는 2개일 수 있다.
- [0086] 제1 측면에 따르면, 본 발명은 또한 폴리유기실록산 화합물의 중량 평균 분자량 Mw가 2.000 g/mol ~ 12.000 g/mol 범위인 방법에 관한 것이기도 한데, 여기서 Mw는 표준 폴리스티렌 보정이 이용되는 겔투과크로마토그래피에 의해 결정된다. 바람직한 구현예에서, 폴리유기실록산 화합물의 중량 평균 분자량은 적어도 2000 g/mol, 또는 적어도 2500 g/mol, 또는 적어도 3000 g/mol, 또는 적어도 3500 g/mol ~ 커야 12.000 g/mol, 또는 커야 11.000 g/mol, 또는 커야 10.000 g/mol 또는 커야 9.000 g/mol, 또는 커야 8000 g/mol, 또는 커야 7.000 g/mol, 또는 커야 6.000 g/mol, 또는 커야 5.000 g/mol, 또는 적어도 2000 g/mol ~ 커야 12.000 g/mol, 또는 적어도 2.000 g/mol ~ 커야 11.000 g/mol, 또는 적어도 2.000 g/mol ~ 커야 10.000 g/mol, 또는 적어도 2.5000 g/mol ~ 커야 9.000 g/mol 또는 적어도 2.500 g/mol ~ 커야 8.000 g/mol, 또는 적어도 2.500 g/mol ~ 커야 7.000 g/mol 또는 적어도 3.000 g/mol ~ 커야 6.000 g/mol 또는 적어도 3.500 g/mol ~ 커야 5.500 g/mol이다.
- [0087] 제1 측면에 따르면, 본 발명의 방법은 이하의 단계들, 즉 a) 선택적으로 리그노셀룰로오스 재료를 사전 건조시키는 단계, b) 리그노셀룰로오스 재료를, 본원에 기술된 바와 같은 폴리유기실록산 화합물을 포함하는 수성 조성물로 함침시키는 단계, c) 함침된 리그노셀룰로오스 재료를 건조시키는 단계를 포함한다. 이하에서 본 방법의 단계들은 더욱 상세히 기술될 것이다. 변형 및 매개변수 범위는 처리될 리그노셀룰로오스 재료의 형상/치수 및 유형이 고려되어 본 발명의 방법의 결과가 최적화되도록 조정될 수 있다.
- [0088] 선택적 사전 건조 단계 a)에서 열 및/또는 진공은 필요하다면 리그노셀룰로오스 재료의 수분 함량을 감소시키기 위해 이 리그노셀룰로오스 재료에 적용된다. 리그노셀룰로오스 재료의 흡수 용량을 증가시키고, 리그노셀룰로오스 재료를, 본원에 기술된 바와 같은 폴리유기실록산 화합물을 포함하는 수성 조성물로 함침시키는 것을 최적화하기 위해 리그노셀룰로오스 재료의 수분 함량을 조정 범위로 조정하는 것이 유리하다. 바람직하게 건조는 감소한 압력과 상온에서 수행된다. 임의의 구현예에서, 건조는 20 mbar, 또는 적어도 25 mbar, 또는 적어도 30 mbar, 또는 적어도 35 mbar, 또는 적어도 40 mbar의 압력, 또는 높아야 100 mbar, 또는 높아야 90 mbar, 또는 높아야 80 mbar, 또는 높아야 70 mbar, 또는 높아야 60 mbar, 또는 적어도 20 mbar ~ 높아야 100 mbar 또는 적어도 25 mbar ~ 높아야 90 mbar, 또는 적어도 30 mbar ~ 높아야 85 mbar, 또는 적어도 35 mbar ~ 높아야 80 mbar, 또는 적어도 40 mbar ~ 높아야 70 mbar의 압력에서 수행된다.

- [0089] 또한 사전 건조는 대기압, 그리고 적어도 20℃, 또는 적어도 30℃, 또는 적어도 40℃, 또는 적어도 50℃ 및 높아야 140℃, 또는 높아야 130℃, 또는 높아야 120℃, 또는 높아야 110℃ 또는 높아야 100℃ 범위의 온도, 또는 적어도 20℃ 및 높아야 140℃, 또는 적어도 30℃ 및 높아야 130℃, 또는 적어도 40℃ 및 높아야 120℃, 또는 적어도 50℃ 및 높아야 110℃, 또는 적어도 50℃ 및 높아야 100℃의 범위에서 수행될 수 있다.
- [0090] 사전 건조는 상기 명시된 온도와 진공 압력 범위에서 수행될 수 있다.
- [0091] 함침 단계 b)에서 리그노셀룰로오스 재료는 상온(즉 20℃ ~ 25℃)의 채택이 허용되고, 전술된 바와 같은 폴리유기실록산 화합물의 수성 조성물로 처리된다. "함침"이란 용어는, 본 발명의 맥락에서 리그노셀룰로오스 재료에 존재하는 기포(air inclusion)가, 폴리유기실록산 화합물을 포함하는 침투성 수성 조성물로 교체되는 것을 의미한다. 이로써 폴리유기실록산 화합물을 포함하는 침투성 수성 조성물은 리그노셀룰로오스 재료의 세포 유사 구조의 강뿐 아니라 세포벽 도메인에 들어간다. 바람직하게 진공-가압 처리 절차는 폴리유기실록산 화합물을 포함하는 수성 조성물의 이 재료의 구조 부분으로의 흡수를 보조 및 향상시키기 위해 리그노셀룰로오스 재료에 적용된다. 임의의 구현예에서, 바람직하게 연속적 진공-가압 처리 주기가 적용된다. 일 구현예에서, 함침은 1 주기, 적어도 2 주기 또는 적어도 3 주기 또는 적어도 4 주기 또는 적어도 5 주기, 및 많아야 10 주기, 또는 많아야 9 주기 또는 많아야 8 주기, 또는 많아야 7 주기, 또는 적어도 1 주기 ~ 많아야 10 주기, 또는 적어도 2 주기 ~ 많아야 8 주기, 또는 적어도 3 주기 ~ 많아야 7 주기를 포함한다. 본 맥락에서 "주기"란 용어는, 진공이 소정 시간 동안 적용된 후, 압력이 소정 시간 동안 적용되는 경우를 의미한다. 진공은 적어도 15 분, 또는 적어도 30 분, 또는 적어도 45 분 또는 적어도 60 분 동안, 그리고 길어야 10 시간 또는 길어야 8 시간 또는 길어야 6 시간 또는 길어야 5 시간 또는 길어야 3 시간 동안, 또는 적어도 15 분 ~ 길어야 10 시간, 또는 적어도 30 분 ~ 길어야 8 시간, 또는 적어도 45 분 ~ 길어야 6 시간, 또는 적어도 60 분 ~ 길어야 5 시간, 또는 적어도 15 분 ~ 길어야 3 시간 동안 적용될 수 있다. 압력은 적어도 30 분, 또는 적어도 45 분, 또는 적어도 60 분, 또는 적어도 2 시간, 또는 적어도 3 시간, 및 길어야 36 시간, 또는 길어야 24 시간, 또는 길어야 18 시간 또는 길어야 12 시간, 또는 길어야 6 시간, 또는 적어도 30 분 ~ 길어야 36 시간, 또는 적어도 45 분 ~ 길어야 24 시간, 또는 60 분 ~ 길어야 18 시간, 또는 적어도 2 시간 ~ 길어야 12 시간, 또는 적어도 30 분 ~ 길어야 18 시간 동안 적용될 수 있다. 진공 및 압력 적용 지속기간은 목재 재료 및 처리된 리그노셀룰로오스 재료의 구체적 치수, 그리고 상기 리그노셀룰로오스 재료로 제조된 물품의 치수에 따라 의존한다. 가압 단계 동안 리그노셀룰로오스 재료는 폴리유기실록산 화합물을 포함하는 수성 조성물중에 침지된다. 진공 단계 동안 리그노셀룰로오스 재료는 폴리유기실록산을 포함하는 수성 조성물로부터 분리된다.
- [0092] 건조 단계 c)에서 함침된 리그노셀룰로오스 재료가 건조된다. 폴리유기실록산 화합물을 포함하는 수성 조성물의 수분 부분은 리그노셀룰로오스 재료의 증발을 통해 제거되고, 이 폴리유기실록산 화합물은 리그노셀룰로오스 재료의 세포벽 구조 및/또는 세포 강에 남게된다. 건조는 가열 조건하에서 수행된다. 가열 온도는 리그노셀룰로오스 재료중에 남은 폴리유기실록산 화합물의 온도 유도성 경화가 진행되도록 선택된다.
- [0093] 단계 c)는 20℃ ~ 120℃, 바람직하게 30℃ ~ 120℃, 또는 바람직하게 40℃ ~ 120℃, 또는 바람직하게 50℃ ~ 100℃, 또는 바람직하게 55℃ ~ 90℃, 바람직하게 60℃ ~ 85℃의 온도에서 수행된다. 바람직하게 건조는 적어도 20℃, 또는 적어도 30℃ 또는 적어도 40℃ 또는 적어도 50℃ 또는 적어도 55℃ 또는 적어도 60℃ 또는 적어도 65℃ 또는 적어도 70℃의 온도, 또는 높아야 120℃, 또는 높아야 110℃, 또는 높아야 103℃, 바람직하게 높아야 100℃, 또는 높아야 95℃ 또는 높아야 90℃, 또는 높아야 85℃, 또는 높아야 80℃ 또는 적어도 50℃ 및 높아야 100℃ 또는 적어도 55℃ 및 높아야 95℃, 또는 적어도 60℃ 및 높아야 90℃, 또는 적어도 65℃ 및 높아야 85℃ 또는 적어도 70℃ 및 높아야 80℃의 온도에서 수행된다. 건조 단계 c)의 가공 시간은 적어도 24 시간, 또는 적어도 36 시간, 또는 적어도 48 시간, 또는 적어도 60 시간, 또는 적어도 72 시간, 또는 적어도 84 시간 및 길어야 216 시간, 또는 길어야 204 시간, 또는 길어야 192 시간, 또는 길어야 180 시간 또는 길어야 168 시간, 또는 길어야 156 시간, 또는 적어도 24 시간 ~ 길어야 216 시간, 또는 적어도 36 시간 ~ 길어야 204 시간, 또는 적어도 48 시간 ~ 길어야 192 시간, 또는 적어도 48 시간 ~ 길어야 180 시간, 또는 적어도 60 시간 ~ 길어야 168 시간의 범위이다.
- [0094] 바람직하게 건조 단계 c)는 사전 건조 단계 c1) 및 적어도 1회의 건조 단계 c2)를 포함한다. 사전 건조 단계 c1)은 함침 단계 직후 함침된 리그노셀룰로오스 재료에 적용될 수 있고, 건조 단계 c2) 이전에 적용될 수 있다. 사전 건조 단계 c1)이 이용될 때, 함침된 재료에서의 심각한 균열 또는 기타 건조 불량 발생은 방지될 수 있다. 임의의 구현예에서, 이러한 불량은, 리그노셀룰로오스 재료가 함침 단계 직후 50℃ 이상의 온도에 노출될 때 예상될 수 있는데, 그 이유는 이러한 리그노셀룰로오스 재료의 수분 함량 수준이, 수성 조성물 함침 직후 매우 높을 수 있기 때문이다(상대적 수분 함량이 100%를 초과하기 때문이다). 그러므로 사전 건조는 고온의 건조

챔버내에서 리그노셀룰로오스 재료가 가공되기 전 원활한 건조를 가능하게 한다. 사전 건조 단계 c1)에서, 함침된 리그노셀룰로오스 재료는 건조 단계 c2)의 온도에 비하여 더 낮은 온도에서 건조된다. 구현예에서, 사전 건조 단계 c1)은 적어도 15℃ 또는 적어도 20℃, 또는 적어도 25℃ 또는 적어도 30℃ 또는 적어도 35℃ 및 높아야 80℃ 또는 높아야 75℃ 또는 높아야 70℃ 또는 높아야 65℃ 또는 높아야 60℃ 또는 높아야 55℃의 온도, 또는 적어도 15℃ ~ 높아야 80℃, 또는 적어도 20℃ ~ 높아야 75℃, 또는 적어도 25℃ ~ 높아야 70℃, 또는 적어도 30℃ ~ 높아야 65℃, 또는 적어도 35℃ ~ 높아야 60℃, 또는 적어도 40℃ ~ 높아야 55℃의 온도에서 수행된다. 사전 건조 단계 c1)의 가공 시간은 적어도 12 시간, 또는 적어도 36 시간, 또는 적어도 60 시간, 또는 적어도 84 시간, 또는 적어도 108 시간, 또는 적어도 132 시간, 또는 적어도 156 시간 및 길어야 504 시간, 또는 길어야 456 시간, 또는 길어야 408 시간, 또는 길어야 360 시간, 또는 길어야 412 시간, 또는 길어야 364 시간, 또는 길어야 316 시간, 또는 길어야 268 시간, 또는 길어야 220 시간의 범위이거나, 또는 적어도 12 시간 ~ 길어야 504 시간, 또는 적어도 36 시간 ~ 길어야 456 시간, 또는 적어도 60 시간 ~ 길어야 408 시간, 또는 적어도 84 시간 ~ 길어야 364 시간, 또는 적어도 108 시간 ~ 길어야 316 시간, 또는 적어도 132 시간 ~ 길어야 268 시간, 또는 적어도 156 시간 ~ 길어야 220 시간의 범위이다.

[0095] 또한 최종 단계 c)는 사전 건조 단계 c1)으로 개시되어, 후속 건조 단계 c2)가 후속되는 일련의 건조 단계들을 포함할 수 있다.

[0096] 제1 측면에 따르면, 본 발명의 방법은, 단계 b)가 5 mbar ~ 20 bar 범위의 압력에서 수행되는 진공-가압 함침 방법인 것을 특징으로 한다. 바람직하게 진공-가압 함침 방법은 진공 단계 및 과압력 단계로 나누어진다. 하나의 바람직한 구현예에서, 단지 1회의 진공-가압 주기가 적용된다. 진공 단계는 적어도 5 mbar, 또는 적어도 10 mbar, 또는 적어도 15 mbar, 또는 적어도 20 mbar, 또는 적어도 25 mbar, 또는 적어도 30 mbar, 또는 적어도 40 mbar, 또는 적어도 50 mbar, 및 높아야 800 mbar, 또는 높아야 700 mbar, 또는 높아야 600 mbar, 또는 높아야 500 mbar, 또는 높아야 400 mbar, 또는 높아야 300 mbar의 압력 또는 적어도 5 mbar 및 높아야 800 mbar, 또는 적어도 10 mbar 및 높아야 700 mbar, 또는 적어도 15 mbar 및 높아야 600 mbar, 또는 적어도 20 mbar 및 높아야 500 mbar, 또는 적어도 25 mbar 및 높아야 500 mbar, 또는 적어도 30 mbar 및 높아야 400 mbar, 또는 적어도 40 mbar 및 높아야 300 mbar, 또는 적어도 50 mbar 및 높아야 100 mbar 범위의 압력에서 수행된다. 진공은 적어도 5 분, 또는 적어도 10 분, 또는 적어도 15 분, 또는 적어도 30 분, 또는 적어도 45 분, 또는 적어도 60 분 동안, 그리고 길어야 4 시간, 또는 길어야 3.5 시간, 또는 길어야 3 시간, 또는 길어야 2 h 또는 길어야 1.5 시간 동안, 또는 적어도 5 분 및 길어야 4 시간, 또는 적어도 10 분 및 길어야 3.5 시간, 또는 적어도 15 분 및 길어야 3 시간 동안 적용될 수 있다. 후속되는 과압력 단계는 적어도 1 bar, 또는 적어도 2 bar, 또는 적어도 3 bar, 또는 적어도 4 bar, 적어도 5 bar, 또는 적어도 6 bar, 또는 적어도 7 bar, 또는 적어도 8 bar, 또는 적어도 9 bar, 그리고 높아야 20 bar, 또는 높아야 18 bar, 또는 높아야 16 bar, 또는 높아야 14 bar, 또는 높아야 13 bar, 또는 높아야 12 bar의 압력 범위, 또는 적어도 1 bar 및 높아야 20 bar, 또는 적어도 2 bar 및 높아야 18 bar, 또는 적어도 3 bar 및 높아야 16 bar, 또는 적어도 4 bar 및 높아야 14 bar, 또는 적어도 5 bar 및 높아야 12 bar, 또는 적어도 6 bar 및 높아야 10 bar 범위의 압력에서 수행된다. 압력은 적어도 10 분, 또는 적어도 20 분 또는 적어도 30 분, 또는 적어도 45 분, 또는 적어도 60 분, 또는 적어도 2 시간, 또는 적어도 3 시간, 또는 적어도 4 시간, 또는 적어도 5 시간, 또는 적어도 6 시간, 또는 적어도 7 시간, 또는 적어도 8 시간, 및 길어야 19 시간, 또는 길어야 18 시간, 또는 길어야 17 시간, 또는 길어야 16 시간, 또는 길어야 15 시간, 또는 길어야 14 시간, 또는 길어야 13 시간, 또는 길어야 12 시간, 또는 길어야 10 시간, 또는 적어도 10 분 및 길어야 19 시간, 또는 적어도 30 분 및 길어야 18 시간, 또는 적어도 1 시간 및 길어야 10 시간 동안 적용될 수 있다.

[0097] 본 발명에 따른 방법은, 단계 a)가 본 방법에 포함되고, 리그노셀룰로오스 재료가 단계 a)에서 잔여 수분 함량 0.1% ~ 20%까지 사전 건조되는 것을 특징으로 할 수 있다. 본 출원의 맥락에서 잔여 수분 함량%는 리그노셀룰로오스 재료의 상대적 수분 함량을 지칭하는 것을 의미한다. 목재와 같은 리그노셀룰로오스 재료의 상대적 수분 함량에 대한 정의 및 확정은 당 분야에 공지되어 있다. 상대적 수분 함량%는 연구대상 리그노셀룰로오스 재료의 수분 함량(단위: 중량) 대 건조 질량(단위: 중량)의 비 x 100으로 주어진다. 수분 함량은 함침의 효능에 영향을 미친다. 수분 함량이 많을수록 함침의 효능은 더 떨어지므로, 더 적은 화학 분자가 리그노셀룰로오스 재료의 목재 세포벽을 침투할 수 있게 된다. 대략 추산하여 상대적 수분 함량이 25% ~ 30%보다 많을 때, 목재의 세포벽은 물로 거의 완벽히 채워진다. 그러므로 일 구현예에서, 리그노셀룰로오스의 상대적 수분 함량은 본 발명에 따라 리그노셀룰로오스 재료가 처리되기 전 0% ~ 20% 이내의 범위이다. 바람직하게 단계 a)에 있어 리그노셀룰로오스 재료의 수분 함량은 잔여 수분 함량 적어도 0.1%, 또는 적어도 1%, 또는 적어도 5%, 또는 적어도 8%, 또는 적어도 10%, 또는 적어도 13%, 또는 적어도 15% 및 ~ 많아야 20%, 또는 많아야 19%, 또는 많아야 18%, 또는 많아야

17%로 조정되거나, 또는 적어도 0.1% ~ 20%, 또는 적어도 1% ~ 많아야 19%, 또는 적어도 2% ~ 많아야 18%, 또는 적어도 5% ~ 많아야 17%, 또는 적어도 10 ~ 많아야 17%, 또는 적어도 12% ~ 적어도 16%, 또는 바람직하게 15% ± 1%까지 조정된다.

[0098] 상기 언급된 바와 같이 폴리유기실록산 화합물을, 수성 조성물의 총 중량을 기준으로 적어도 0.1 wt% ~ 많아야 90 wt%, 적어도 0.5 wt% ~ 많아야 80 wt%, 또는 적어도 1 wt% ~ 많아야 60 wt%, 또는 적어도 2 wt% ~ 많아야 40 wt%, 또는 적어도 2.5 wt% ~ 많아야 30 wt%, 또는 적어도 2.5 ~ 많아야 20 wt%, 또는 적어도 4 wt% ~ 많아야 20 wt%, 또는 적어도 5 wt% ~ 많아야 15 wt%, 또는 적어도 6 wt% ~ 많아야 15 wt%, 또는 적어도 7 wt% ~ 많아야 12 wt%, 또는 적어도 7 wt% ~ 많아야 10 wt%의 양으로 포함하는 수성 조성물이 단계 b)에 사용된다. 그러므로 본 수성 조성물중에 존재하는 폴리유기실록산 화합물의 양은 적어도 0.1 wt%, 또는 적어도 0.5 wt%, 또는 적어도 1 wt%, 또는 적어도 2.5 wt%, 또는 적어도 3wt%, 또는 적어도 4 wt%, 또는 적어도 5 wt%, 또는 적어도 6 wt%, 또는 적어도 8 wt%, 및 많아야 90 wt%, 또는 많아야 80 wt%, 또는 많아야 60 wt%, 또는 많아야 50 wt%, 또는 많아야 40 wt%, 또는 많아야 20 wt%, 또는 많아야 15 wt%, 또는 많아야 12 wt%, 또는 많아야 10 wt%이거나, 또는 본 수성 조성물중에 존재하는 폴리유기실록산 화합물의 양은 적어도 0.1 wt% ~ 많아야 90 wt%, 또는 적어도 0.5 wt% ~ 많아야 80 wt%, 또는 적어도 1 wt% ~ 많아야 60 wt%, 또는 적어도 2 wt% ~ 많아야 40 wt%, 또는 적어도 2.5 wt% ~ 많아야 30 wt%, 또는 적어도 2.5 ~ 많아야 20 wt%, 또는 적어도 4 wt% ~ 많아야 20wt%, 또는 적어도 5 wt% ~ 많아야 15 wt%, 또는 적어도 6 wt% ~ 많아야 15 wt%, 또는 적어도 7 wt% ~ 많아야 12 wt%, 또는 적어도 7 wt% ~ 많아야 10 wt%인데, 단 wt%는 본 수성 조성물의 총 중량을 기준으로 한다. 수성 조성물은 또한 유화제 및 가용화제를 포함할 수 있다. 바람직하게 수성 조성물 100 wt%중 나머지는 물이 차지한다. 수성 조성물중 폴리유기실록산의 농도는 함침된 리그노셀룰로오스 재료가 사용되어야 할 각각의 응용에 따라 달라진다. 리그노셀룰로오스 재료가 고성능 요구조건(예컨대 실외 또는 다습한 환경)을 위한 것인 경우 고농도 범위가 적용 가능하다.

[0099] 폴리유기실록산 화합물을 포함하는 수성 조성물은 그 pH가 3 ~ 6.5, 또는 3.5 ~ 6, 또는 4 ~ 5.5 범위로 조정된다. 본원에 명시된 범위에 있는 소정 pH값은 폴리유기실록산 화합물을 포함하는 수성 조성물의 안정성과 리그노셀룰로오스 재료상 균질한 분포를 보장한다.

[0100] 폴리실록산 화합물을 포함하는 수성 조성물은 수성 조성물에 중금속이 존재하지 않는 것을 추가의 특징으로 한다. 본 출원의 맥락에서 "중금속이 존재하지 않는"이란, 금속이 순수한 형태로서 밀도 5 g/cm³ 이상 수성 조성물중에 존재하지 않음을 의미한다. "금속"이란 용어에는 이온, 착체, 화합물 및 순수한 형태의 금속을 포함한다. "존재하지 않는"이란 용어는, 중금속이 수성 조성물에 첨가되지 않음을 의미한다. "존재하지 않는"이란 용어는, 불가피한 오염물로서 항상 존재할 수 있는, 불가피한 미량의 중금속을 포함하지 않는다.

[0101] 각각의 폴리유기실록산 화합물을 포함하는 수성 조성물중 상업적으로 입수가 가능한 폴리유기실록산 화합물은 Siligen[®] MIH liq이다.

[0102] 제2 측면에서, 본 발명은 본 발명의 제1 측면에 따른 방법에서 처리된 리그노셀룰로오스 재료에 관한 것이다. 그러므로 본 발명의 제1 측면을 참조로 기술된 특징들 모두는 본 발명의 제2 측면에도 또한 적용될 것이다. 리그노셀룰로오스 재료는, 파티클 보드, 중밀도 파이버 보드, 배향 보드(OSB), 종이, 카드보드, 리그노셀룰로오스 기반 단열판, 합판, 베니어 및 포장재와 같이 가공된 목재의 임의의 가공된 상태일 수 있다. 본 발명에 따른 리그노셀룰로오스 재료는 임의의 치수 및 부피를 가질 수 있다. 특히 유리하게, 리그노셀룰로오스 재료는 목재 가공 제품, 예컨대 목재 보드, 빔, 라스, 패널, 대들보, 서까래, 가구, 마룻장의 형태를 가진다.

[0103] 본 발명은 또한 100℃ 미만의 온도에서 리그노셀룰로오스 재료를, 적어도 1개의 폴리유기실록산 화합물로 처리하기 위한 방법에 관한 것이기도 하다. 개별 방법 단계들에 대해 상기 개시된 설명 모두는 추가의 방법에 관한 본 구현예에도 또한 적용되되, 단 처리는 100℃ 이하, 바람직하게 95℃ 이하, 바람직하게 90℃ 이하, 바람직하게 85℃ 이하, 바람직하게 80℃ 이하에서 수행되고, 본 방법은 본 발명의 제1 측면에 따른 폴리유기실록산 화합물에 제한되지 않는다.

[0104] 일 구현예에서, 상기 언급된 방법은 리그노셀룰로오스 재료를, 본 발명의 제1 측면에 따른 폴리유기실록산 화합물에 한정되지 않는 폴리유기실록산 화합물을 포함하는 수성 조성물 적어도 0.5 wt% ~ 많아야 80 wt%, 또는 적어도 1 wt% ~ 많아야 60 wt%, 또는 적어도 2 wt% ~ 많아야 40 wt%, 또는 적어도 2.5 wt% ~ 많아야 30 wt%, 또는 적어도 2.5 ~ 많아야 20 wt%, 또는 적어도 4 wt% ~ 많아야 20wt%, 또는 적어도 5 wt% ~ 많아야 15 wt%, 또는 적어도 6 wt% ~ 많아야 15 wt%, 또는 적어도 7 wt% ~ 많아야 12 wt%, 또는 적어도 7 wt% ~ 많아야 10 wt%

양만큼(이 양은 수성 조성물의 총 중량을 기준으로 함)으로 처리함으로써 수행된다. 수성 조성물중 폴리유기실록산 화합물의 양은 적어도 0.1 wt%, 또는 적어도 0.5 wt%, 또는 적어도 1 wt%, 또는 적어도 2 wt%, 또는 적어도 2.5 wt% 또는 적어도 4 wt%, 또는 적어도 5 wt%, 또는 적어도 6 wt%, 또는 적어도 8 wt%, 및 많아야 90 wt%, 또는 많아야 80 wt%, 또는 많아야 60 wt%, 또는 많아야 40 wt%, 또는 많아야 20 wt%, 또는 많아야 15 wt%, 또는 많아야 12 wt%, 또는 많아야 10 wt%이거나, 또는 폴리유기실록산은 수성 조성물중에 적어도 0.1 wt% ~ 많아야 90 wt%, 또는 적어도 0.5 wt% ~ 많아야 80 wt%, 또는 적어도 1 wt% ~ 많아야 60 wt%, 또는 적어도 2 wt% ~ 많아야 40 wt%, 또는 적어도 2.5 wt% ~ 많아야 30 wt%, 또는 적어도 4 wt% ~ 많아야 20wt%, 또는 적어도 5 wt% ~ 많아야 15 wt%, 또는 적어도 6 wt% ~ 많아야 15 wt%, 또는 적어도 7 wt% ~ 많아야 12 wt%, 또는 적어도 7 wt% ~ 많아야 10 wt%의 양으로 함유된다(단 wt%는 수성 조성물의 총 중량을 기준으로 함). 수성 조성물은 또한 유화제 및 가용화제를 포함할 수 있다. 바람직하게 수성 조성물 100 wt%중 나머지는 물이 차지한다. 수성 조성물중 폴리유기실록산의 농도는 함침된 리그노셀룰로오스 재료가 사용되고자 하는 각각의 응용예에 따라 달라진다.

[0105]

본 발명에 따른 방법에 의해 처리된 리그노셀룰로오스 재료의 유리하면서도 개선된 능력은 치수 안정성 및/또는 내풍화성 및/또는 생물학적 내구성 및/또는 소수성이다. 본원에서 "풍화"란 용어는, 환경 조건, 예컨대 UV 복사선(UV 분해 유발) 또는 목재 손상 진균의 영향으로 말미암은 리그노셀룰로오스 재료의 임의의 광학적(예컨대 표면 회백화(surface greying)) 및/또는 물리적(예컨대 수분 함량) 변경을 지칭한다. 본원에서 "목재 손상 진균"이란 용어는, 목재 표면에서 성장함으로 인해, 목재를 손상(예컨대 부식 과정(예컨대 갈색 썩음병 균(*C. puteana*)) 또는 백색 썩음병 균(*T. versicolor*))을 촉진함으로써 원래 특성들을 임의의 방식으로 변경 또는 손상시키는 것을 의미함)시키거나 또는 광학적 외관을 손상시키는 임의의 진균(예컨대 곰팡이 또는 염색 진균(staining fungi))을 지칭한다. 그러므로 보드 샘플($50 \times 25 \times 500 \text{ mm}^3$ 및 $80 \times 20 \times 400 \text{ mm}^3$)은 전술된 구현예들중 임의의 것에 따른 방법으로 처리되었다. 70°C의 온도에서의 함침과 건조는 개선된 결과를 제공한다. 처리된 목재 샘플은 단지 미처리 기준 샘플에 비해 약간의 광학적 변화를 보여주지만 한다(도 2의 a) 및 b) 참조). 그러나 균열, 변형, 세포 붕괴 등과 같은 건조시 임의의 치명적 결함은 관찰되지 않는다. 이러한 보드 샘플은 또한 각각의 내구성 테스트에서 향상된 생물학적 내구성을 보여준다. 생물학적 내구성에 관한 재료의 성능(생물열화에 대한 내성)은 DIN EN 252(2015) 및 DIN EN 350(2016)에 따라서 표본을 대상으로 인증될 수 있다. 생물학적 내구성의 인증은 유즈 클래스(Use Class; UC) 3, 4 및 5 조건(DIN EN 335, 2013)하에서 수행된다. UC 3, 4 및 5 조건에 대한 예시적 테스트 셋업은 도 1에 도시되어 있다. 본 발명에 따른 방법으로 처리된 리그노셀룰로오스 재료, 예컨대 보드는 표면 회백화 성향의 감소를 보이는데, 이는 개선된 내풍화성을 입증하는 것이다. 또한 본 발명에 따른 방법으로 처리된 리그노셀룰로오스 재료는 15개월 동안의 실외 환경 노출 이후 치수 정확성의 개선된 준수를 보여준다. 정량적 결과는 도 2에 보였다.

[0106]

본 발명에 따른 방법으로 처리된 리그노셀룰로오스 재료의 생물학적 내구성은 EN 252(2015)에 따른 실외 직접 테스트(outdoor in-ground test)로 테스트된다. 평가는 EN 252(2015)에 따른 발출 테스트(pick test)에 의해 이루어질 수 있다. 미처리 대조군 표본은 1년간의 노출 이후 부후 징후를 보이는 반면, 본 발명에 따른 방법으로 처리된 표본 모두는 여전히 손상되지 않은 상태이다. 특히 목재 해충에 대한 생물학적 내구성은 개선된다. 본원에서 "목재 해충"이란 용어는, 목재에 유해하거나 또는 목재를 직접 손상시키는 곤충, 예컨대 지중 흰개미(subterranean termite), 하늘소과(*Cerambycidae*), 권연벌레과(*Anobiidae*) 및 홍반디과(*Lyctidae*)를 지칭한다. 8개월후 미처리 대조군은 거의 완전히 손상되었던 반면, 본 발명에 따른 방법으로 처리된 표본은 놀랍게도 목재 해충 또는 목재 손상 진균에 의한 약간의 내습손상만을 보였다. 뿐 아니라, 본 발명에 따른 방법으로 처리된 리그노셀룰로오스 재료의 해양 환경에서의 생물학적 내구성은 EN 275(1992)에 따라 테스트된다. 미처리 대조군 표본은 1년 미만의 노출 이후 완전히 손상되었던 반면, 본 발명에 따른 방법으로 처리된 표본은 놀랍게도 해양 천공생물에 의한 약간의 내습손상만을 보였다. 본 출원에 있어 "해양 천공생물"이란 용어는, 목재에 유해하거나 목재를 직접적으로 손상시키는 해양 유기체, 예컨대 배좀벌레조개과(*Teredinidae*) 및 부삽고리벌레과(*Limnoriidae*)를 지칭한다. 수행된 또 다른 테스트와 거의 동일하게, 1년간의 해양 환경에서의 노출 이후 오손 유기체는 제거되었고, 해양 천공생물, 예컨대 테레도 나발리스(*Teredo navalis*)(배좀벌레)에 의한 내부 침습을 확인하기 위해 X-선 측정이 수행되었다. 처리된 표본에서는 "약간의 내습손상"(부후 등급 1)이 초래되었던 반면, 미처리 대조군 표본은 광범위한 해양 천공생물 내습손상을 보였으며, 단지 1년 후 파괴되었다(부후 등급 4, "불량", EN 275, 1992). 그러므로 본 발명의 방법으로 처리된 리그노셀룰로오스 재료는 다수의 기술적 응용 분야, 특히 실외 응용예, 예컨대 테라스 데크, 외장 피복재료, 정원용 가구 제조, 목공품, 가옥, 목재 구조, 정원일 및 농업, 조선 및 모델 제작에 있어 산업상 구현에 대한 필요요건을 만족시키는 것으로 판명되었다.

- [0107] 본 발명의 제2 측면에 따르면, 본 발명(의 제1 측면)에 따른 방법으로 처리된 리그노셀룰로오스 재료에 관한 것이기도 하다. 본 발명의 제1 측면에 관한 기술된 구현예, 이점 등은 또한 제2 측면에 적용된다.
- [0108] 본 발명에 따른 리그노셀룰로오스 재료는, 건조 및 표백후 DIN EN 84 - 2020 - 10(구 DIN EN 84 - 2018-10)에 따라 확정된 중량% 증가율이 15% 이하, 또는 10% 이하, 또는 7% 이하, 바람직하게 4% ~ 8% 또는 5% ~ 7%인 것을 특징으로 한다. 임의의 구현예에서, 중량% 증가율은 적어도 1%, 또는 적어도 2%, 또는 적어도 4%, 또는 적어도 5% 및 많아야 7%, 또는 많아야 6.5%, 또는 적어도 2% ~ 많아야 7%, 또는 적어도 3% ~ 많아야 7%, 또는 적어도 4% ~ 많아야 7%, 또는 적어도 5% ~ 많아야 7%, 또는 적어도 5% ~ 많아야 6.5%이다. 양이온 폴리유기실록산 화합물의 흡수에 의해 달성된 중량% 증가율은 5% ~ 7%와 같이 협소한 범위 이내인 것이 바람직하다. 지나치게 많은 흡수 및 지나치게 높은 중량% 증가율 값은 리그노셀룰로오스 재료 대상의 치수 정확성 감소를 초래할 수 있다. 그러므로 지나치게 많은 양이온 폴리유기실록산 화합물 흡수가 일어난 리그노셀룰로오스 재료가 사용되는 제작 방법은 방해받을 수 있다. 중량% 증가율 5% ~ 7%는 치수 안정성에 대한 요구사항을 최적화하면서, 개선된 풍화 성능 및 목재 손상 유기체, 예컨대 목재 손상 진균 및/또는 해양 천공생물 및/또는 목재 해충에 대한 내성(생물학적 내구성)을 유지시키는 것으로 판명되었다. 특정 구현예에서, 7%를 초과하는 중량% 증가율도 또한 바람직할 수 있지만, 단 리그노셀룰로오스 물품의 치수 안정성은 유지된다. 이는, 본 발명에 따른 처리에 사용된 폴리유기실록산 화합물 농도 및 리그노셀룰로오스에 따라 달라질 수 있다.
- [0109] 본 발명의 제2 측면에 따르면, 리그노셀룰로오스 재료는, 본원에 기술된 절차에 따라 확정된 팽창 계수가 14% 이하, 바람직하게 13.5% 이하인 것을 특징으로 한다. 임의의 구현예에서, 팽창 계수는 13.0% 이하, 또는 12.5% 이하이다. 팽창 계수는 수분 조건이 교번적으로 바뀌는 어떤 환경, 예컨대 실외 풍화에서 관찰될 리그노셀룰로오스 재료의 팽창/수축 품질에 관한 척도이다. 팽창 계수는 낮은 것이 바람직한데, 이는 리그노셀룰로오스 재료의 작은 팽창/수축 행동을 나타낸다. 특히 건축 응용예에서 리그노셀룰로오스 재료의 팽창/수축 품질은 리그노셀룰로오스 재료가 사용될 때의 건축물 치수 안정성 및 내구성을 보장하도록 떨어지는 것이 중요하다. 수분 조건이 교번적으로 바뀌는 환경에서의 팽창/수축 행동은 모든 리그노셀룰로오스 재료의 특징을 이룬다. 팽창 계수는 이하의 절차에 따라 확정된다: 오븐 건조 및 처리된 리그노셀룰로오스 표본, 예컨대 목재 블록은 물에 침수되고, 수분 흡수로 말미암아 포화된다. 수분 흡수는 진공이 적용될 때 촉진된다. 진공이 30 분 동안 적용되고, 이후 표본은 대기압하에 물에서 24 시간 더 보관된다. 정의에 따르면 표본은 물로 포화된다. 그후 팽창 계수는 오븐 건조된 상태일 때의 표본 치수(상대적 수분 함량 0%)와 (30 분간 진공하에 있다가 24 시간 동안 보관된 후) 수포화 상태일 때의 치수를 비교함으로써 추산된다. 특히 팽창 계수%는 오븐 건조 상태일 때의 치수 대 팽창된 상태일 때의 치수 비 x 100을 확정함으로써 추산된다. 그러나 본 발명에 따른 방법에 사용된 것으로서, 이온 활성을 가지는 관계로 물에 대한 친화성을 가지는 양이온 폴리유기실록산 화합물은, 미처리 리그노셀룰로오스 재료의 팽창 계수 이하인 팽창 계수를 리그노셀룰로오스 재료에 부여함이 확인되었다. 그러므로 본 발명에 따른 리그노셀룰로오스 재료는 유관 내습성과 치수 안정성에 대한 필요를, 요망되는 내풍화 성능 및 목재 손상 진균, 목재 해충 또는 해양 천공생물에 대한 내성과 합한다.
- [0110] 제2 측면에 관한 추가의 일 구현예에서, 리그노셀룰로오스 재료는, EN 113-2(2021)(구 CEN/TS 15083-1 (2005))에 따라 확정된, 갈색 썩음병 병원체 진균 부후에 따른 질량 감소율이 5% 이하인 것을 특징으로 한다. 임의의 구현예에서, 갈색 썩음병 병원체 진균 부후에 의한 질량 감소율은 4.5% 미만이거나, 또는 4.0% 미만이거나, 또는 3.5% 미만이거나, 또는 3.0% 미만이거나, 또는 2.5% 미만이거나, 또는 2.0% 미만이거나, 또는 1.5% 미만이다. 갈색 썩음병 병원체의 진균 부후는 모든 리그노셀룰로오스 재료에 대해 특징대로 어느 정도 확대되는 반면, 본 발명의 리그노셀룰로오스 재료는 미처리 리그노셀룰로오스 재료 또는 대안적 비양이온성 폴리유기실록산으로 함침된 리그노셀룰로오스 재료에 비하여 갈색 썩음병 부후에 의한 질량 감소율의 유의미한 감소를 보인다. 그러므로 본 발명의 방법으로 처리된 리그노셀룰로오스 재료의 생물학적 내성은 유의미하게 증가함이 명확하다. 이는 본 발명의 리그노셀룰로오스 재료를, 리그노셀룰로오스 재료가 진균의 성장을 촉진하는 기후 조건에 노출되는 응용예, 즉 습한 실내 또는 실외 응용예에 특히 적합하게 만든다.
- [0111] 본 발명의 제2 측면에 따르면, 리그노셀룰로오스 재료는 적어도 0.10%의 세포벽 벌킹(cell wall bulking)을 보이는 것을 특징으로 한다. 임의의 구현예에서, 리그노셀룰로오스 재료의 세포벽 벌킹은 적어도 0.15% 또는 적어도 0.20%, 또는 적어도 0.25%, 또는 적어도 0.30%, 또는 적어도 0.35%, 또는 적어도 0.40%, 또는 적어도 0.45%, 또는 적어도 0.50%, 또는 적어도 0.55%, 또는 적어도 0.60%, 또는 적어도 0.65%, 또는 적어도 0.70%, 또는 적어도 0.75%, 또는 적어도 0.80%, 또는 적어도 0.85%, 또는 적어도 0.90%, 또는 적어도 0.95%, 또는 적어도 1.00%, 또는 적어도 1.05%, 또는 적어도 1.10%, 또는 적어도 1.15%, 또는 적어도 1.20%, 또는 적어도 1.25%, 또는 적어도 1.30%, 또는 적어도 1.35%, 또는 적어도 1.40%, 또는 적어도 1.40%, 또는 적어도 1.50%,

또는 적어도 1.55%만큼 이루어지거나, 또는 적어도 1.60%, 및 많아야 5.00%만큼 이루어지거나, 또는 많아야 4.50%만큼 이루어지거나, 또는 많아야 4.00%만큼 이루어지거나, 또는 많아야 3.50%만큼 이루어지거나, 또는 많아야 3.00%만큼 이루어지거나, 또는 많아야 2.50%만큼 이루어지거나, 또는 많아야 2.00%만큼 이루어지거나, 또는 많아야 1.75%만큼 이루어지거나, 또는 많아야 1.70%만큼 이루어지거나, 또는 적어도 0.10% ~ 많아야 5.00%만큼 이루어지거나, 또는 적어도 0.50% ~ 많아야 4.00%만큼 이루어지거나, 또는 적어도 1.00% ~ 많아야 2.50%만큼 이루어지거나, 또는 적어도 1.40% ~ 많아야 2.00%만큼 이루어지거나, 또는 적어도 1.50% ~ 많아야 1.75%만큼 이루어지거나, 또는 적어도 1.55% ~ 많아야 1.70%만큼 이루어진다. 세포벽 벌킹은, 본 발명에 따른 방법에서 처리된 리그노셀룰로오스 재료 대상의 팽창에 의한 치수 편차를 설명한다. 그러므로 세포벽 벌킹은 본 발명의 방법의 공정 조건 동안 리그노셀룰로오스 재료로 삽입된 폴리유기실록산 화합물의 양에 대한 척도를 제공한다.

[0112] 기술된 양이온성 폴리유기실록산 화합물로 처리된 리그노셀룰로오스 재료의 세포벽 벌킹율은 비양이온성 폴리유기실록산이 사용된 바교 실시예의 세포벽 벌킹율보다 더 높은 것으로 확인되었다. 그러므로 양이온성 폴리유기실록산의 흡수율은 동일한 공정 매개변수 조건이 적용되는 종래의 양이온성 폴리유기실록산의 흡수율에 비해 개선된다. 그러나 양이온성 폴리유기실록산의 흡수에 의해 유도된 팽창율은 낮은 % 범위로 유지된다.

[0113] 제2 측면에 관한 추가의 일 구현예에서, 리그노셀룰로오스 재료는 리그노셀룰로오스 재료의 모세관/세포 강 및 세포벽 내부에 본 발명에 따른 폴리유기실록산 화합물이 축적됨으로 말미암아 액체의 능력, 즉 물의 모세관 흡수능이, 비양이온성 폴리유기실록산이 이용된 비교용 리그노셀룰로오스 재료에서의 액체 능력, 즉 물의 모세관 흡수능에 비해 유의미하게 감소되는 것을 특징으로 한다. 본원에서 "모세관/세포 강"이란 용어는, 자체의 수분 공급을 위한 천연의 정교한 경로 시스템(세포내 빈공간(cell void)), 예컨대 헛물관(tracheid) 또는 물관(vessel)을 지칭한다. 그러므로 본 발명의 방법에 따라 처리된 리그노셀룰로오스 재료의 액체인 물 및/또는 수분에서의 노출에 대한 내성은 유의미하게 개선된다.

[0114] 제2 측면에 따르면, 리그노셀룰로오스 재료는 자체의 표면이, 함침된 표면에 부드러운 촉각을 보이는 것을 특징으로 한다. "부드러운 촉감"이란 용어는, 만졌을 때의 표면의 느낌을 지칭하고, 처리된 표면의 소수 특성(표면의 습윤정도)에 따라 달라진다. 소수성이 더 크면(즉 친수성이 더 작으면), 원산 리그노셀룰로오스 재료에 비해 부드러운, 본 발명의 방법에 따라 처리된 리그노셀룰로오스 재료의 촉각을 달성한다. 처리된 리그노셀룰로오스 재료의 소수성 증가를 특징짓기 위해 극성 액체(물)의 접촉각 측정이 수행될 수 있다. 본 발명의 제1 측면에 따라 처리된 리그노셀룰로오스 재료의 (예컨대 15 개월 동안의) 풍화후 접촉각은 리그노셀룰로오스 재료의 미처리 표면에 대한 접촉각보다 5° 이하, 또는 7° 이하, 또는 10° 이하, 또는 12° 이하, 또는 15° 이하, 또는 20° 이하, 또는 22° 이하, 또는 25° 이하, 또는 30° 이하, 또는 심지어 30° 를 초과한만큼 더 큰데, 이는 본 발명의 제1 측면에 따라 처리된 리그노셀룰로오스 재료의 소수성이 증가하였음을 입증해준다.

[0115] 본 발명에 따르면, 리그노셀룰로오스 재료를 처리하기 위해, 상기 정의된 바와 같은 폴리유기실록산 화합물의 용도 또는 상기 정의된 바와 같은 수성 조성물의 용도에 관한 것이기도 하다. 바람직하게 본 발명에 따른 용도는 상기 정의된 바와 같은 폴리유기실록산 화합물의, 리그노셀룰로오스 재료에 대한 처리제로서의 용도 및/또는 본 발명의 제1 및 제2 측면에 관하여 정의된 바와 같은 폴리유기실록산 화합물의, 리그노셀룰로오스 재료의 수분 흡수에 대한 내성(소수성) 및/또는 치수 안정성 및/또는 풍화에 대한 내성 및/또는 생물학적 내성, 구체적인 목재 손상 진균 및/또는 해양 천공생물 및/또는 목재 해충에 대한 내성을 증가시키기 위한 용도를 포함한다.

[0116] 실시예

[0117] 실시예 1. 실용 실시예: 리그노셀룰로오스 테스트 표본의 함침

[0118] Siligen[®] MIH liq를 포함하는, 1%, 2.5%, 5%, 7.5% 및 10%의 수성 조성물(Siligen[®] MIH liq.중 활성성분 함량: 18.5%) 및 물이 사용되었다. 1% 수성 조성물의 경우 Siligen[®] MIH liq 54 g이 물 946 g과 혼합되었다(총 용액: 1000 g). 2.5% 수성 조성물의 경우 Siligen[®] MIH liq 135 g이 물 865 g과 혼합되었다(총 용액: 1000 g). 5% 수성 조성물의 경우 Siligen[®] MIH liq 270 g이 물 730 g과 혼합되었다(총 용액: 1000 g). 7.5% 수성 조성물의 경우 Siligen[®] MIH liq 405 g이 물 595 g과 혼합되었다(총 용액: 1000 g). 10% 수성 조성물의 경우 Siligen[®] MIH liq 540 g이 물 460 g과 혼합되었다(총 용액: 1000 g). 상대적 잔여 수분 함량 0%가 되도록 사전 건조된 유럽 적송(Scots pine) 변재(피누스 실베스트리스 엘.; *Pinus sylvestris* L.) 20 x 20 x 10 mm³ 테스트 표본은 진공-가압 함침 방법에서 조성물 tn용액으로 함침되었다. 진공은 상온 및 50 mbar의 압력에서 1.0 시간 동안 적용된다. 이후 상온 및 10 bar에서 2.0 시간 동안 과압이 적용된다. 함침된 테스트 표본은 제1 건조 단계에서 20℃

및 72 시간 동안 건조되었다. 제2 건조 단계는 80℃ 및 48 시간 동안 테스트 표본에 대해 적용되었다.

[0119] 실시예 2. 비교 실시예: 리그노셀룰로오스 테스트 표본의 함침

[0120] 실시예 1에 기술된 절차에 따른 비교용 테스트 표본 CE 1 및 CE2의 함침은, Solusoft SEID 및 물을 포함하는 10% 수성 조성물(Solusoft SEID중 활성성분 함량: 24%)이 CE1(물 583 g과 혼합된 Solusoft SEID 417 g(총 용액: 1000g))에 사용되었고, Solusoft NMW(Solusoft NMW중 활성성분 함량: 27%) 및 물을 포함하는 10% 수성 조성물이 CE2(Solusoft NMW 370 g 및 물 630 g(총 용액: 1000 g))에 사용되었다는 점을 제외하고 동일하게 수행되었다.

[0121] Solusoft SEID는 작용성 말단기를 보유하지 않고, 이소알킬폴리글리콜에테르-아미노 작용기화된 아미노 작용성 측쇄기를 보유하는 폴리디메틸실록산 화합물이다.

[0122] Solusoft NMW는 작용성 말단기를 보유하지 않고, 아세틸-아미노 작용기화된 아미노 작용성 측쇄기를 보유하는 폴리디메틸실록산 화합물이다.

[0123] 실시예 3. 표백 및 고정

[0124] 20 x 20 x 10 mm³ 테스트 표본은 실시예 1(10% 샘플)에 기술된 절차에 따라 함침되었다. 테스트 표본은 각각 상이한 건조 온도에서 건조되었다. 실시예 1에 기술된 제2 건조 단계는 70℃ ~ 120℃에서 가변적이었다. 절차는 표준 DIN EN 84 - 2020 - 10(구 DIN EN 84 - 2018 - 10)에 따라 수행되었다. 테스트 표본을 대상으로 탈염수로서, 최고 수분 흡수율이 되도록 20 분 동안 진공 함침이 수행되었고, 이후 14 일간의 워시아웃 테스트(washout test)가 수행되었다. 워시아웃 테스트는 영구적 저수가 이루어지는 9회의 물 교환을 포함하였다. 워시아웃 테스트가 종료된 후, 테스트 표본은 자체의 절대 건조 질량을 보이도록 건조되었다. 절대 건조 질량이 기록되었다. 세척후 테스트 표본중 실시예 1(10% 샘플)에 따라 사용된 양이온성 폴리유기실록산의 나머지 부분은 출발 테스트 표본 및 워시아웃 테스트후 수득된 테스트 표본의 차이 계량(difference weighing)으로부터 산정되었으며, 중량% 증가율(WPG)로 표현된다. 결과는 표 1에 보인다.

표 1

EN 84 - 2020-10 에 따른 건조 및 표백후 중량% 증가율 (WPG)

건조 온도 [°C]	WPG [%]
70	6.3
80	6.3
90	5.4
103	7.2
110	8.1
120	8.1

[0125]

[0126] 표 1에서 볼 수 있는 바와 같이, 103℃, 110℃ 및 120℃와 같은 건조 온도는 최고의 중량% 증가율을 달성하였다. 그러나 놀랍게도 70℃ 및 80℃와 같이 더 낮은 건조 온도는 여전히 중량% 증가에 허용가능함이 확인되었고, 놀랍게도 이 온도에서의 WPG는 90℃의 건조 온도에서의 WPG보다 더 높음이 확인되었다. 그러므로 본 발명의 방법이 이용될 때 산업용 리그노셀룰로오스 재료 처리 방법에서 건조 온도를 낮추는 것이 가능하다. 건조 온도가 더 낮음은, 각각 처리된 리그노셀룰로오스 물품에 대한 열 응력이 더 작고 에너지 절약이 달성되었음을 상징한다.

[0127] 실시예 4. 팽창 계수의 확정

[0128] 실시예 1(10% 샘플)의 절차에 따라 함침되었고, 실시예 3에 개략적으로 제시된 바와 같은 상이한 건조 온도에서 건조된 20 x 20 x 10 mm³ 테스트 표본들이 제조되었다. 테스트 표본을 대상으로 하여 100 mbar의 압력에서 30 분 동안 진공을 적용함으로써 탈염수에 의한 진공 함침 단계가 이루어졌으며, 이후 탈염수중 테스트 표본이 24 시간 동안 보관되었는데, 이로 말미암아 테스트 표본은 자체의 최대 팽창 상태에 이르게 된다. 실시예 1(10% 샘플)의 절차에 따라 처리되지 않은 원산 대조군 샘플은 테스트 표본에 적용된 진공 함침 단계와 동일한 진공 함침 단계하에서 처리되었다. 건조 및 물 포화 반복 주기가 적용되었다. 팽창 계수는 이하의 절차에 따라 확정되었다: 테스트 표본은 진공하에 30 분 동안 물에 침수되었으며, 대기압하에서 액체인 물에 24 시간 더 침수되었다. 그 다음, 팽창된 테스트 표본의 치수가 측정되었다. 물로 포화된 표본은 이 표본을 72 시간 동안 표준 기후

조건(20℃)에 보관함으로써 다시 건조된 다음, 60℃, 80℃ 및 103℃에서 24 시간 동안 단계별로 건조되었다. 이 절차 이후 제1 건조/물 포화 주기가 종료되었으며, 팽창 계수의 추산을 가능하게 하도록 오븐 건조 표본 치수가 측정되었다. 4회차의 건조/물 포화 주기 이후 팽창 계수가 기록되었다. 테스트 표본 및 원산 대조군 샘플의 치수가 측정되었다. 수분 유도성 치수 변화의 확정된 감소는 팽창 계수의 관점에서 표현되었다. 결과는 표 2에 보였다.

표 2

테스트 표본의 팽창 계수		
테스트 표본 번호	건조 온도 [°C]	팽창 계수 (%)
1	미처리	14.3
2	70	12.4
3	80	13.5
4	90	12.7
5	103	13.1
6	110	13.1
7	120	12.9

본 발명의 방법에 따라 함침된 후 수득된 테스트 표본은 낮은 건조 온도가 더 큰 팽창 수축 회복율, 즉 더 작은 팽창 계수를 달성하였음을 보였다.

실시예 5: 진균 부후에 의한 질량 감소율

목재 손상 진균에 대한 생물학적 내성은 진균 부후에 의한 질량 감소율의 관점에서 평가되었다. 실시예 1에 기재된 절차에 따라 테스트 표본을 대상으로 DIN EN 84 - 2020-10(구 DIN EN 84 - 2018-10)에 따른 위시아웃 절차를 실시하였다. 그 다음 테스트 표본에는 EN 113-2(2021)(RN CEN/TS 15083-1(2005))에 따라 목재 손상 담자균류의 순수한 배양액이 접종되었다. 접종은 16주의 기간에 걸쳐 백색 썩음병 병원체 "트라메테스 베르시칼라 (*Trametes versicolor*)" 및 갈색 썩음병 병원체 "코니오포라 푸테아나(*Coniophora puteana*)"으로 배양 용기내에서 각각 수행되었다. 16주 이후 테스트 표본은 배양 용기로부터 꺼내어졌으며, 진균 분해로 말미암은 질량의 감소가 추산되었다. 비교적으로, 실시예 1에 따라 처리되지 않은 원산 대조군 테스트 샘플은 동일한 항온처리 절차하에 처리되었다.

실시예 2에 따라 제조된 추가의 비교용 테스트 표본 CE1 및 CE2가 사용되었는데, 이것들은 DIN EN 84 - 2020-10(구 DIN EN 84 - 2018-10)에 따른 위시아웃 절차와 동일한 위시아웃 절차로 처리되고 나서, 표준 EN 113-2(2021)(구 CEN/TS 15083-1(2005))에 따라 목재 파괴 담자균의 순수 배양액과 동일한 순수 배양액이 접종되었다. 마찬가지로, 항온처리는 16주의 기간에 걸쳐 배양 용기내에서 백색 썩음병 병원체 "트라메테스 베르시칼라" 및 갈색 썩음병 병원체 "코니오포라 푸테아나"와 함께 각각 수행되었다. 16주 경과후 CE1 및 CE2에 대한 비교용 테스트 표본은 배양 용기로부터 꺼내어졌으며, 진균 분해로 말미암은 질량의 감소가 추산되었다.

결과는 표 3에 보였다.

표 3

진균 부후에 의한 질량 감소율		
	테스트 표본	질량 감소율 [%]
본 발명의 샘플 (갈색 썩음병)	1.0 %	22
	2.5 %	2
	5.0 %	1
	7.5 %	1
	10.0 %	0
본 발명의 샘플 (백색 썩음병)	1.0 %	16
	2.5 %	3
	5.0 %	1
	7.5 %	2
	10.0 %	1
비교실시예 1(갈색 썩음병)	10.0%	31
비교실시예 1(백색 썩음병)	10.0%	2
비교실시예 2(갈색 썩음병)	10.0%	32
비교실시예 2(백색 썩음병)	10.0%	2
대조군 샘플(갈색 썩음병)	-	44
대조군 샘플(백색 썩음병)	-	27

[0136] (실시예 1에 따른) 본 발명의 2.5%, 5%, 7.5% 및 10% 샘플의 질량 감소율(ML)은 갈색 썩음병과 백색 썩음병 둘 다에 대해 5% 이하였다. 본 발명의 1% 샘플의 경우조차 이것에서 관찰 가능한 진균 부후에 대한 내성은 (원산 대조군 샘플뿐 아니라, 활성제제를 훨씬 더 많은 양(10%) 함유하는 CE1 및 CE2에서 관찰 가능한 진균 부후에 대한 내성에 비하여) 유의미하게 개선되었다. 더 적거나 동일한 양의 활성 제제는 본 발명의 샘플에 존재하였지만, CE 1 및 CE 2에서 백색 썩음병에 대한 질량 감소율은 본 발명의 샘플 5%, 7.5% 및 10% 샘플에서 백색 썩음병에 대한 질량 감소율과 동일하였다. 그러나 본 발명의 모든 샘플의 갈색 썩음병으로 인한 질량 감소율은 원산 대조군 및 CE 1 및 CE 2 샘플에 대해 확정된 질량 감소율보다 유의미하게 더 낮았다. 이에 따라서 본 발명에 따른 샘플의 처리는 목재 손상 진균에 대한 내성의 유의미한 증가를 초래하였다.

[0137] 상기 개괄적으로 제시된 실험 데이터를 요약하면, 건조 온도를 90℃ 이하로 적용하였을 때 폴리유기실록산 화합물의 유의미하게 감소한 고정율은 관찰되지 않았는데, 이는 당업자가 선행 기술 및 더 높은 건조 온도(90℃ 초과)에서 수행된 실험으로부터 예상할 법한 결과와 같았음은 놀라웠다(표 1에 나열됨). 심지어 수증 농도가 10%에 불과한 폴리실록산이 사용되었으며, 달성된 중량% 증가율 WPG는 6% ~ 8%에 불과하였을지라도, 백색 썩음병에 대한 항진균 특성은 월등하였다.

[0138] 실시예 6: 세포벽 벌킹

[0139] 실시예 1(2.5%, 5% 및 10% 샘플)에 따른 테스트 표본이 제조되었다. 추가의 비교용 미처리 원산 테스트 표본뿐 아니라 CE1 및 CE2에 따라(실시예 2에 따라) 제조된 비교용 테스트 표본이 제공되었다. 테스트 표본은 절대적 건조상태(즉 목재 수분 함량 0%)로 건조되었다. 이후 "세포벽 벌킹"의 관점에서 영구적 팽창이 확정되었다. "세포벽 벌킹"이란, 실시예 1(2.5%, 5% 및 10% 샘플)/실시예 2에 따른 처리후 건조된 상태인 표본의 치수 증가를 의미한다. 세포벽 벌킹은 처리전/처리후 치수 비 x 100으로부터 추산되었다. 테스트 표본의 팽창은 절대적으로 건조된 상태일 때의 미처리 원산 테스트 표본의 치수와 비교되었다. 팽창 값은 "세포벽 벌킹(CWB)"으로 표현된다. 세포벽 벌킹은 함침에 의해 세포 강판 아니라 목재 세포벽 자체에 도입된 분자의 흡수율을 나타낸다. 결과는 표 4에 보였다. CWB는 세포벽내 폴리실록산 화합물의 축적을 나타낸다. CWB가 더 클수록 재료의 특징에서 예상되는 개선은 더 많았다.

표 4

테스트 표본의 세포벽 벌킹			
테스트 표본	CWB [%]		
	2.5%	5%	10%
본 발명의 샘플	0.47	0.88	1.65
비교용 샘플 1			0.85
비교용 샘플 2			1.5

[0140]

[0141] 살펴볼 수 있는 바와 같이, 실시예 1(2.5%, 5% 및 10% 샘플)에 따라 제조된 본 발명의 테스트 표본은 비교 실시예보다 더 큰 CWB 값을 보였다. 그러므로 본 발명에 따른 방법에 사용된 마감제 흡수율은 비교 실시예에서의 마감제 흡수율보다 더 높았으며, 이에 따라 재료의 성능 향상이 보장되었다.

[0142] 실시예 7 - 액체인 물의 흡수율

[0143] 실시예 1(10% 샘플)에 따라 테스트 표본이 제조되었다. 비교용 테스트 표본 CE 2 및 CE 1은 실시예 2에 따라 제조되었다. 10 x 5 x 100 mm³ 표본은 질량(수분 함량 0%일 때의 오븐 건조 질량)이 일정해질 때까지 103℃에서 오븐 건조되었다. 오븐 건조 질량이 측정되었다. 건조 테스트 표본은 대기압 및 상온에서 24 시간 동안 물에 침수되었다. 24 시간 후 침수된 표본의 질량이 측정되었으며, 액체인 물의 흡수율은 미처리 출발 테스트 표본의 중량으로부터 추산되었다. 추가로 비교용 미처리 원산 테스트 표본이 제공되었다. 결과는 표 5에 보였다.

표 5

테스트 표본의 액체인 물의 흡수율

테스트 표본	물의 흡수율[%]
본 발명의 샘플(10%)	57
비교 실시예 1	63
비교 실시예 2	66
미처리 원산 대조군 샘플	83

[0144]

[0145]

본 발명의 실시예(10% 샘플) 및 비교 실시예 CE 1 및 CE 2 사이의 비교는, 본 발명의 실시예(10% 샘플)의 경우 물의 흡수율이 유의미하게 더 낮았음을 보였다. 그러므로 본 발명에 따른 방법으로 처리된 테스트 표본은 수분 흡수에 대해 더욱 큰 내성을 보였고, 이에 따라 실외 조건에서 자주 조성되는 교번적 가수 조건에 대해 더욱 큰 내성을 보였다.

[0146]

실시예 8 - 접촉각 측정

[0147]

실시예 1(10% 샘플)의 절차에 따라 테스트 표본(80 x 25 x 40(ax.) mm³)이 제조되었다. 또한 미처리 원산 테스트 표본이 제공되었다. 15 개월 동안의 풍화가 적용된 후 극성인 액체(물)의 접촉각(°) 측정이 진행되었다. 풍화 지역은 독일(Goettingen)에 있었다. 표본은 45° 경사지게 하면서 땅으로부터 길이 1 m만큼 떨어뜨려 놓았다. 1 µL의 물 소적이 투여되었으며, 각도추산 소프트웨어의 지원을 받아(탄젠-1 피트; tangen-1 fit) 분석이 이루어졌다(Kruss Mobile Surface Analyzer, Kruss GmbH, Hamburg, Germany). 3개의 소적으로 표본 6개가 연구되었는데, 매회 10 초에 걸쳐 1 초 간격으로 각도를 분석하였다. 평균 각도(°)는 표 6에서 찾아볼 수 있다.

표 6

풍화 적용후 처리 표본 및 미처리 표본의 접촉각

테스트 표본	풍화작용 적용후 (°)
본 발명의 샘플	117
미처리 원산 대조군 표본	97

[0148]

[0149]

풍화가 15 개월 동안 적용된 후 이루어진 측정에서는 더 큰 접촉각이 얻었었는데, 이는 본 발명의 샘플의 경우 더 큰 소수성을 가짐을 의미한다.

[0150]

실시예 9 - 목재 해충에 대한 지점 내구성

[0151]

실시예 1(10% 샘플)에 기술된 절차에 따라 테스트 표본(20 x 8 x 200(ax.) mm³)이 제조되었다. 또한 미처리 원산 표본(20 x 8 x 200(ax.) mm³)이 제공되었다. 목재 해충, 예컨대 지중 흰개미에 대한 내성을 테스트하기 위한 테스트 지역은 인도네시아(Bogor)였다(도 1d 참조). 이러한 이유로 테스트는 AWP A E7-21(지점 말뚝 테스트; in-ground stake test)에 따라 수행되었다. 표본은 토양에 묻었으며, 4 개월 및 8 개월 후 부후의 상태가 평가되었다. 심지어 4 개월 후 미처리 대조군은 80%를 초과하는 결함 표본을 보였다. 표 7 및 8은, 대조군(미처리 및 비교용 테스트 표본)뿐 아니라 본 발명에 따라 Siligen[®] MIH로 처리된 테스트 표본에 대한 결과를 보여준다.

표 7

인도네시아(Bogor)에서의 지점 테스트가 수행된 결함 표본들

테스트 표본	4개월후 결함율[%]	8개월후 결함율[%]
본 발명의 샘플(10% 샘플)	> 1 %	> 5 %
미처리 원산 대조군 샘플	> 80 %	> 90 %

[0152]

표 8

인도네시아(Bogor)에서의 지점 테스트가 수행되었을 때의 부후 등급

테스트 표본	4개월후 부후 등급	8개월후 부후 등급
본 발명의 샘플(10% 샘플)	10	8
미처리 원산 대조군 샘플	0	0

[0153]

[0154]

부후 등급 10은 내습손상이 없다는 의미인 반면, 부후 등급 0은 완전한 불량(complete failure)을 의미한다. 미처리 샘플과 본 발명에 따른 표본 사이의 비교는 Siligen[®] MIH 함침에 의하여 지중 흰개미에 대해 큰 보호작용이 달성되었음을 보여준다. 그러므로 놀랍게도 경화 단계를 위해 더 낮은 온도가 필요하였지만, 목재 해충에 대한 내구성은 상당히 증가하였음이 분명하였다. 지상 테스트(UC3)를 위한 테스트 셋업은 3회의 세그먼트로 이루어졌다.

[0155]

도 1 및 도 2에 관한 설명은 아래와 같다.

[0156]

도 1 EN 335, 2013의 유즈 클래스스(UC) 3, 4 및 5에 따른 내구성 실제 목재구조물 테스트:

[0157]

a) 독일에서의 지상 테스트(목재 묶음)

[0158]

b) 독일에서의 지점 테스트(목재 말뚝, EN 252)

[0159]

c) 덴마크의 해양 환경, 및

[0160]

d) 인도네시아에서의 목재 해충에 대한 지점 테스트(목재 말뚝)

[0161]

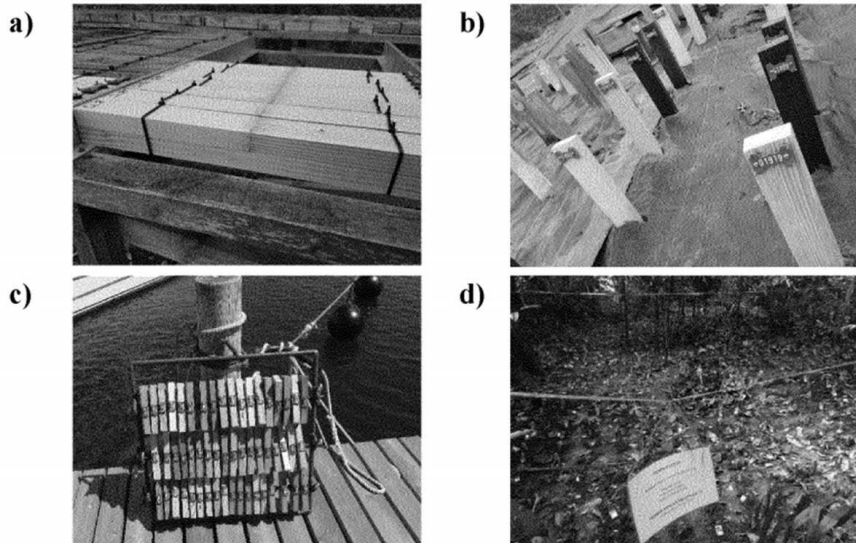
도 2 실외에서의 실제 목재구조물 실험에 있어 풍화에 노출된 테스트 표본.

[0162]

표본 a), c), e) 및 g)는 미처리 샘플을 나타낸다. 표본 b), d), f) 및 h)는 본 발명에 따른 방법으로 처리된 샘플들을 나타내는데, 여기서 표본 a) 및 b)는 풍화 노출 이전의 샘플들을 보여주는 것이고, 표본 c) 및 d)는 8개월 동안의 실외 실제 목재구조물 풍화 실험 이후의 샘플들을 보여주는 것이고, 표본 e) 및 f)는 12개월 동안의 실외 실제 목재구조물 풍화 실험 이후의 샘플들을 보여주는 것이고, 표본 g) 및 h)는 15개월 동안의 실외 실제 목재구조물 풍화 실험 이후의 샘플들을 보여주는 것이다.

도면

도면1



도면2

