



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2017-0131566
(43) 공개일자 2017년11월29일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C08J 9/00 (2006.01) C08G 18/09 (2006.01)
C08G 18/18 (2006.01) C08G 18/76 (2006.01)
C08J 3/075 (2006.01) C08J 9/28 (2006.01)

(52) CPC특허분류
C08J 9/0052 (2013.01)
C08G 18/092 (2013.01)

(21) 출원번호 10-2017-7030587
(22) 출원일자(국제) 2016년03월07일
심사청구일자 없음
(85) 번역문제출일자 2017년10월24일
(86) 국제출원번호 PCT/EP2016/054754
(87) 국제공개번호 WO 2016/150684
국제공개일자 2016년09월29일

(30) 우선권주장
15160445.1 2015년03월24일
유럽특허청(EPO)(EP)

(71) 출원인
바스프 에스이
독일 67056 루트비히스하펜 암 라인 칼-보쉬-슈트라쎬 38

(72) 발명자
프리카 마르크
독일 49090 오스나브뤼크 브람셔 슈트라쎬 234
바인리히 디르크
독일 49078 오스나브뤼크 라이너 란트슈트라쎬 19-21
웰스베르크 비브케
독일 49078 오스나브뤼크 브루멘할러 베크 52에이

(74) 대리인
김진희, 김태홍

전체 청구항 수 : 총 22 항

(54) 발명의 명칭 **촉매계를 포함하는 다공성 물질의 제조 방법**

(57) 요약

본 발명은 유기 겔을 형성하기에 적절한 성분을 포함하는 조성물(A) 및 용매(B)를 포함하는 혼합물(I)을 제공하며, 조성물(A) 중의 성분을 용매(B)의 존재하에서 반응시켜 겔을 형성하며, 단계 b)에서 얻은 겔을 건조시키는 단계를 적어도 포함하며, 조성물(A)가 포화 또는 불포화 모노카르복실산의 알칼리 금속 및 알칼리 토금속, 암모늄, 이온성 액체 염으로 이루어진 군으로부터 선택된 촉매 성분(C1) 및 촉매 성분(C2)로서 카르복실산을 포함하는 촉매계(CS)를 포함하는, 다공성 물질의 제조 방법에 관한 것이다. 본 발명은 추가로 그러한 방식으로 얻을 수 있는 다공성 물질, 단열재로서 및 진공 절연 패널에서, 특히 실내 또는 실외 단열 시스템에서 뿐 아니라, 물 탱크 또는 제빙기 절연 시스템에서의 다공성 물질의 용도에 관한 것이다.

(52) CPC특허분류

C08G 18/1875 (2013.01)

C08G 18/7664 (2013.01)

C08J 3/075 (2013.01)

C08J 9/0023 (2013.01)

C08J 9/28 (2013.01)

C08J 2201/0502 (2013.01)

C08J 2205/024 (2013.01)

C08J 2205/026 (2013.01)

C08J 2205/028 (2013.01)

명세서

청구범위

청구항 1

a) (i) 유기 겔을 형성하기에 적절한 성분을 포함하는 조성물(A) 및

(ii) 용매(B)를 포함하는 혼합물(I)을 제공하는 단계;

b) 조성물(A) 중의 성분을 용매(B)의 존재 하에서 반응시켜 겔을 형성하는 단계, 및

c) 단계 b)에서 얻은 겔을 건조시키는 단계를 적어도 포함하며,

여기서 조성물(A)이,

- 포화 또는 불포화 모노카르복실산의 알칼리 금속 및 알칼리 토금속, 암모늄, 이온성 액체 염으로 이루어진 군으로부터 선택된 촉매 성분(C1), 및

- 촉매 성분(C2)로서의 카르복실산을 포함하는 촉매계(CS)

를 포함하는 다공성 물질의 제조 방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 촉매 성분(C1)이 2 내지 8개의 탄소 원자를 갖는 포화 또는 불포화 모노카르복실산의 알칼리 금속 및 알칼리 토금속, 암모늄, 이온성 액체 염으로 이루어진 군으로부터 선택되는 제조 방법.

청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서, 촉매 성분(C2)이 2 내지 12개의 탄소 원자를 갖는 포화 또는 불포화 모노카르복실산의 군으로부터 선택되는 제조 방법.

청구항 4

제1항에 있어서, 촉매 성분(C1)이 2 내지 8개의 탄소 원자를 갖는 포화 또는 불포화 모노카르복실산의 알칼리 금속 및 알칼리 토금속 염으로 이루어진 군으로부터 선택되며, 촉매 성분(C2)이 2 내지 12개의 탄소 원자를 갖는 포화 또는 불포화 모노카르복실산의 군으로부터 선택되는 제조 방법.

청구항 5

제1항 또는 제2항에 있어서, 촉매계(CS)가 조성물(A)의 총 중량을 기준으로 하여 0.1 내지 30 중량% 범위 내의 양으로 조성물(A) 중에 존재하는 제조 방법.

청구항 6

제4항 또는 제5항에 있어서, 촉매계(CS)가 촉매 성분(C1) 및 (C2)를 1:10 내지 10:1 범위 내의 비로 포함하는 제조 방법.

청구항 7

제1항 내지 제6항 중 어느 한 항에 있어서, 조성물(A)이 하나 이상의 모노올(am)을 포함하는 제조 방법.

청구항 8

제1항 내지 제7항 중 어느 한 항에 있어서, 조성물(A)이 하나 이상의 다작용성 이소시아네이트를 성분(a1)으로서 포함하는 제조 방법.

청구항 9

제1항 내지 제8항 중 어느 한 항에 있어서, 조성물(A)이 하나 이상의 다작용성 이소시아네이트를 성분(a1)로서 및 하나 이상의 방향족 아민을 성분(a2)로서 포함하며, 물을 성분(a3)으로서 임의로 포함하며, 하나 이상의 추

가의 촉매를 성분(a4)로서 임의로 포함하는 제조 방법.

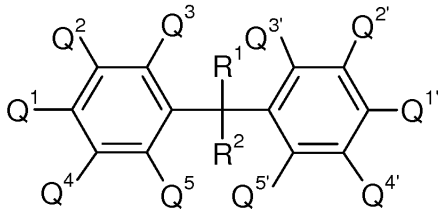
청구항 10

제9항에 있어서, 하나 이상의 방향족 아민이 다작용성 방향족 아민인 제조 방법.

청구항 11

제9항 또는 제10항에 있어서, 하나 이상의 방향족 아민(a2)이 하기 화학식 (I)을 갖는 제조 방법:

<화학식 (I)>



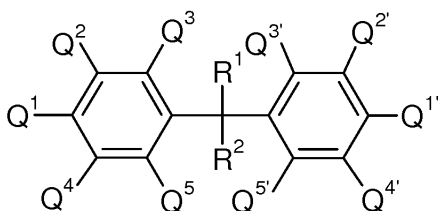
상기 식에서, R¹ 및 R²는 동일하거나 또는 상이할 수 있으며, 각각 수소 및, 1 내지 6개의 탄소 원자를 갖는 선형 또는 분지형 알킬 기로부터 독립적으로 선택되며, 모든 치환기 Q¹ 내지 Q⁵ 및 Q^{1'} 내지 Q^{5'}는 동일하거나 또는 상이하며, 각각 수소, 1급 아미노 기 및 1 내지 12개의 탄소 원자를 갖는 선형 또는 분지형 알킬 기로부터 독립적으로 선택되며, 여기서 알킬 기는 추가의 작용기를 지닐 수 있으며, 단 화학식 (I)을 갖는 화합물은 2개 이상의 1급 아미노 기를 포함하며, 여기서 Q¹, Q³ 및 Q⁵ 중 하나 이상이 1급 아미노 기이며, Q^{1'}, Q^{3'} 및 Q^{5'} 중 하나 이상이 1급 아미노 기이다.

청구항 12

제1항 내지 제11항 중 어느 한 항에 있어서, 조성물(A)이 각각의 경우에서 성분(a0) 내지 (a4)의 총 중량을 기준으로 하여

- (a0) 0.1 내지 30 중량%의 촉매계(CS),
- (a1) 25 내지 94.9 중량%의 하나 이상의 다작용성 이소시아네이트, 및
- (a2) 0.1 내지 30 중량%의 하기 화학식 (I)을 갖는 하나 이상의 다작용성 방향족 아민:

<화학식 (I)>



상기 식에서, R¹ 및 R²는 동일하거나 또는 상이할 수 있으며, 각각 수소 및, 1 내지 6개의 탄소 원자를 갖는 선형 또는 분지형 알킬 기로부터 독립적으로 선택되며, 모든 치환기 Q¹ 내지 Q⁵ 및 Q^{1'} 내지 Q^{5'}는 동일하거나 또는 상이하며, 각각 수소, 1급 아미노 기 및, 1 내지 12개의 탄소 원자를 갖는 선형 또는 분지형 알킬 기로부터 독립적으로 선택되며, 여기서 알킬 기는 추가의 작용기를 지닐 수 있으며, 단 화학식 (I)을 갖는 화합물은 2개 이상의 1급 아미노 기를 포함하며, 여기서 Q¹, Q³ 및 Q⁵ 중 하나 이상이 1급 아미노 기이며, Q^{1'}, Q^{3'} 및 Q^{5'} 중 하나 이상이 1급 아미노 기임,

- (a3) 0 내지 15 중량%의 물, 및
 - (a4) 0 내지 29.9 중량%의 하나 이상의 추가의 촉매를 포함하며,
- 여기서 성분(a0) 내지 (a4)의 중량%의 합계가 100 중량%이고,

성분(a0) 및 (a4)의 합은 성분(a0) 내지 (a4)의 총 중량을 기준으로 하여 0.1 내지 30 중량% 범위 내인 제조 방법.

청구항 13

제9항 내지 제12항 중 어느 한 항에 있어서, 아민 성분(a2)이 3,3',5,5'-테트라알킬-4,4'-디아미노디페닐메탄, 3,3',5,5'-테트라알킬-2,2'-디아미노디페닐메탄 및 3,3',5,5'-테트라알킬-2,4'-디아미노디페닐메탄으로 이루어진 군으로부터 선택된 하나 이상의 화합물을 포함하며, 여기서 3, 3', 5 및 5' 위치에서의 알킬 기는 동일하거나 또는 상이할 수 있으며, 1 내지 12개의 탄소 원자를 가지며 추가의 작용기를 가질 수 있는 선형 또는 분지형 알킬 기로부터 독립적으로 선택되는 제조 방법.

청구항 14

제8항 내지 제13항 중 어느 한 항에 있어서, 성분(a4)이 삼량체화를 촉매화하여 이소시아누레이트 기를 형성하는 제조 방법.

청구항 15

제9항 내지 제14항 중 어느 한 항에 있어서, 성분(a4)이 하나 이상의 3급 아미노 기를 포함하는 제조 방법.

청구항 16

제1항 내지 제15항 중 어느 한 항에 있어서, 물을 사용하지 않는 제조 방법.

청구항 17

제1항 내지 제16항 중 어느 한 항에 있어서, 겔 중에 포함된 액체의 임계 온도 및 임계 압력 미만의 온도 및 압력에서 겔 중에 포함된 액체를 기체 상태로 전환시켜 단계 c)에 따른 건조를 실시하는 제조 방법.

청구항 18

제1항 내지 제16항 중 어느 한 항에 있어서, 단계 c)에 따른 건조를 초임계 조건 하에서 실시하는 제조 방법.

청구항 19

제1항 내지 제18항 중 어느 한 항에 따른 방법에 의하여 얻거나 또는 얻을 수 있는 다공성 물질.

청구항 20

단열재로서 또는 진공 절연 패널을 위한 제19항에 따른 다공성 물질 또는 제1항 내지 제18항 중 어느 한 항에 따른 방법에 의하여 얻거나 또는 얻을 수 있는 다공성 물질의 용도.

청구항 21

제20항에 있어서, 다공성 물질이 실내 또는 실외 단열 시스템에 사용되는 용도.

청구항 22

제20항에 있어서, 다공성 물질이 물 탱크 또는 제빙기 단열 시스템에 사용되는 용도.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 유기 겔을 형성하기에 적절한 성분을 포함하는 조성물(A) 및 용매(B)를 포함하는 혼합물(I)을 적어도 제공하는 단계, 조성물(A) 중의 성분을 용매(B)의 존재하에서 반응시켜 겔을 형성하는 단계, 단계 b)에서 얻은 겔을 건조시키는 단계를 포함하며, 여기서 조성물(A)는 포화 또는 불포화 모노카르복실산의 알칼리 금속 및 알칼리 토금속, 암모늄, 이온성 액체 염으로 이루어진 군으로부터 선택된 촉매 성분(C1) 및, 촉매 성분(C2)로서 카르복실산을 포함하는 촉매계(CS)를 포함하는, 다공성 물질의 제조 방법에 관한 것이다. 본 발명은 추가로, 그러한 방식으로 얻을 수 있는 다공성 물질 및, 단열재로서 및 진공 절연 패널에서, 특히 실내 또는 실외 단열 시

시스템에서만 아니라, 물 탱크 또는 제빙기 절연 시스템에서 다공성 물질의 용도에 관한 것이다.

배경 기술

- [0002] 다공성 물질, 예를 들면 수 마이크론 또는 상당히 더 작은 크기 범위로 및 70% 이상의 높은 다공도의 공극을 갖는 중합체 발포체는 이론적 고려사항에 기초하여 특히 우수한 단열재이다.
- [0003] 작은 평균 공극 직경을 갖는 상기 다공성 물질은 예를 들면 졸-겔 공정 및 차후의 건조로 생성되는 유기 에어로겔 또는 크세로겔의 형태로 존재할 수 있다. 졸-겔 공정에서, 반응성 유기 겔 전구체에 기초한 졸을 우선 생성한 후, 졸을 가교 반응에 의하여 겔화시켜 겔을 형성한다. 다공성 물질, 예를 들면 겔로부터 에어로겔을 얻기 위하여서는 액체를 제거하여야만 한다. 그러한 단계는 하기에서 단순성을 위하여 건조로 지칭할 것이다.
- [0004] WO 95/02009에는 진공 절연 분야에서의 적용예에 특히 적절한 이소시아네이트에 기초한 크세로겔이 개시되어 있다. 상기 공보에는 또한 공지된, 특히 방향족, 폴리이소시아네이트 및 비반응성 용매를 사용하는 크세로겔을 제조하기 위한 졸-겔기반 방법이 개시되어 있다. 활성 수소 원자를 갖는 추가의 화합물로서, 지방족 또는 방향족 폴리아민 또는 폴리올을 사용한다. 상기 공보에 개시된 예는 폴리이소시아네이트가 디아미노디에틸톨루엔과 반응하는 것을 포함한다. 개시된 크세로겔은 일반적으로 50 μm 의 구역에서의 평균 공극 크기를 갖는다. 일례에서, 10 μm 의 평균 공극 직경이 언급되어 있다.
- [0005] WO 2008/138978에는 30 내지 90 중량%의 하나 이상의 다작용성 이소시아네이트 및 10 내지 70 중량%의 하나 이상의 다작용성 방향족 아민을 포함하며, 5 마이크론 이하의 부피 평균 공극 직경을 갖는 크세로겔이 개시되어 있다.
- [0006] WO 2011/069959, WO 2012/000917 및 WO 2012/059388에는 다작용성 이소시아네이트 및 다작용성 방향족 아민에 기초한 다공성 물질이 기재되어 있으며, 여기서 아민 성분은 다작용성 치환된 방향족 아민을 포함한다. 기재된 다공성 물질은 이소시아네이트에 대하여 불활성인 용매 중에서 이소시아네이트를 요구되는 양의 아민과 반응시켜 생성된다. 촉매의 사용은 WO 2012/000917 및 WO 2012/059388로부터 공지되어 있다.
- [0007] 그러나, 물질의 성질, 특히 폴리우레아에 기초한 공지의 다공성 물질의 기계적 안정성 및/또는 압축 강도 및 또한 열 전도율은 모든 적용예에 대하여 만족스럽지는 않다. 특히 환기된 상태에서의 열 전도율은 충분히 낮지 않다. 개방-기포 물질의 경우, 환기된 상태는 공기의 주위 압력 하에서의 상태인 반면, 부분 또는 완전 밀폐-기포 물질, 예컨대 경질 폴리우레탄 발포체의 경우에는 기포 가스가 점진적으로 완전하게 대체된 후 그러한 상태가 에이징 이후에만 달성된다.
- [0008] 종래 기술로부터 공지된 이소시아네이트 및 아민에 기초한 제제와 관련된 특정한 문제점은 혼합 부족이다. 혼합 부족은 이소시아네이트 및 아미노 기 사이의 높은 반응물의 결과로서 발생하는데, 이는 완전 혼합이 이루어지기 이전에 훨씬 앞서 겔화 반응이 이미 진행되었기 때문이다. 혼합 부족은 불균질하며 불만족스러운 물질 성질을 갖는 다공성 물질을 초래한다.
- [0009] 특히 건물 부문에서의 적용예의 경우 높은 기계적 안정성이 필요하다.

발명의 내용

- [0010] 그러므로, 본 발명은 전술한 단점을 방지하고자 하는 것을 목적으로 한다. 특히 전술한 단점을 갖지 않거나 또는 이를 감소된 정도로 갖는 다공성 물질이 제공되어야만 한다. 다공성 물질은 환기된 상태에서, 즉 대기압에서 낮은 열 전도율을 지녀야만 한다. 게다가, 다공성 물질은 높은 다공도, 낮은 밀도 및 충분히 높은 기계적 안정성을 동시에 지녀야만 한다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0011] 본 발명에 의하면, 그러한 목적은
- [0012] a) (i) 유기 겔을 형성하기에 적절한 성분을 포함하는 조성물(A) 및
- [0013] (ii) 용매(B)를 포함하는 혼합물(I)을 제공하는 단계,
- [0014] b) 조성물(A) 중의 성분을 용매(B)의 존재하에서 반응시켜 겔을 형성하는 단계 및
- [0015] c) 단계 b)에서 얻은 겔을 건조시키는 단계를 적어도 포함하며,

- [0016] 여기서 조성물(A)는
- [0017] - 포화 또는 불포화 모노카르복실산의 알칼리 금속 및 알칼리 토금속, 암모늄, 이온성 액체 염으로 이루어진 군으로부터 선택된 촉매 성분(C1) 및
- [0018] - 촉매 성분(C2)로서 카르복실산을 포함하는 촉매계(CS)를 포함하는, 다공성 물질의 제조 방법에 의하여 해소된다.
- [0019] 본 발명의 다공성 물질은 바람직하게는 에어로겔 또는 크세로겔이다.
- [0020] 바람직한 실시양태는 청구범위 및 상세한 설명에서 찾을 수 있다. 바람직한 실시양태의 조합은 본 발명의 범주에서 벗어나지 않는다. 사용된 성분의 바람직한 실시양태는 하기에 기재된다.
- [0021] 본 발명에 의하면, 다공성 물질의 제조 방법에서 유기 겔을 형성하기에 적절한 성분을 포함하는 조성물(A) 및 용매(B)를 포함하는 혼합물(I)은 단계 a)에서 제공된다. 조성물(A)는 포화 또는 불포화 모노카르복실산의 알칼리 금속 및 알칼리 토금속, 암모늄, 이온성 액체 염으로 이루어진 군으로부터 선택된 촉매 성분(C1) 및 카르복실산을 촉매 성분(C2)로서 포함하는 촉매계(CS)를 포함한다.
- [0022] 단계 b)에 의하면 조성물(A) 중의 성분을 용매(B)의 존재하에서 반응시켜 겔을 형성한다. 그 후, 겔은 본 발명의 방법의 단계 c)에 따라 건조시킨다.
- [0023] 상기 개시된 바와 같은 방법은 개선된 성질, 특히 개선된 압축 강도 및 낮은 열 전도율을 갖는 다공성 물질을 생성한다.
- [0024] 조성물(A)는 또한 하기에서 성분(a0)으로서 표기하는 촉매계(CS)를 포함한다. 촉매계(CS)는 촉매 성분(C1) 및 (C2)를 포함한다. 촉매 성분(C1)은 포화 또는 불포화 모노카르복실산의 알칼리 금속 및 알칼리 토금속, 암모늄, 이온성 액체 염으로 이루어진 군으로부터 선택된다. 원칙적으로, 본 발명의 문맥에서 포화 또는 불포화 모노카르복실산의 임의의 알칼리 금속 또는 알칼리 토금속 염 또는 암모늄 또는 이온성 액체 염이 사용될 수 있다. 또한, 본 발명의 문맥에서 포화 또는 불포화 모노카르복실산의 알칼리 금속 또는 알칼리 토금속 염 2종 이상의 혼합물을 사용할 수 있다.
- [0025] 바람직하게는, 촉매 성분(C1)은 2 내지 8개의 탄소 원자를 갖는 포화 또는 불포화 모노카르복실산의 알칼리 금속 및 알칼리 토금속, 암모늄, 이온성 액체 염으로 이루어진 군으로부터 선택되며, 더욱 바람직하게는, 촉매 성분(C1)은 2 내지 8개의 탄소 원자를 갖는 선형 포화 또는 불포화 모노카르복실산의 알칼리 금속 및 알칼리 토금속, 암모늄, 이온성 액체 염으로 이루어진 군으로부터 선택된다. 특히 바람직하게는, 촉매 성분(C1)은 2 내지 8개의 탄소 원자를 갖는 포화 또는 불포화 모노카르복실산의 알칼리 금속 및 알칼리 토금속 염으로 이루어진 군으로부터 선택되며, 특히 촉매 성분(C1)은 2 내지 8개의 탄소 원자를 갖는 선형 포화 또는 불포화 모노카르복실산의 알칼리 금속 및 알칼리 토금속 염으로 이루어진 군으로부터 선택된다.
- [0026] 2 내지 8개의 탄소 원자를 갖는 포화 또는 불포화 모노카르복실산의 알칼리 금속 또는 알칼리 토금속 염의 촉매로서 사용은 개선된 압축 강도를 갖는 다공성 물질을 생성하는 것으로 밝혀졌다. 본 발명의 문맥에서, 2 내지 6개의 탄소 원자를 갖는 포화 또는 불포화 모노카르복실산, 특히 2 내지 6개의 탄소 원자를 갖는 선형 포화 및 불포화 모노카르복실산의 알칼리 금속 또는 알칼리 토금속 염을 사용하는 것이 바람직하다. 적절한 염은 예를 들면 각각의 모노카르복실산의 나트륨 염, 칼륨 염 또는 칼슘 염이다.
- [0027] 그래서, 추가의 실시양태에 의하면, 본 발명은 촉매 성분(C1)이 2 내지 8개의 탄소 원자를 갖는 포화 또는 불포화 모노카르복실산의 알칼리 금속 및 알칼리 토금속, 암모늄, 이온성 액체 염으로 이루어진 군으로부터 선택되는 상기 개시된 바와 같은 다공성 물질의 제조 방법에 관한 것이다.
- [0028] 추가의 실시양태에 의하면, 본 발명은 촉매 성분(C1)이 2 내지 8개의 탄소 원자를 갖는 포화 또는 불포화 모노카르복실산의 알칼리 금속 및 알칼리 토금속 염으로 이루어진 군으로부터 선택되는 상기 개시된 바와 같은 다공성 물질의 제조 방법에 관한 것이다.
- [0029] 촉매계(CS)는 카르복실산을 촉매 성분(C2)로서 더 포함한다. 원칙적으로, 본 발명의 문맥에서 임의의 카르복실산이 사용될 수 있다. 또한, 본 발명에 의한 카르복실산 2종 이상을 사용할 수 있다. 바람직하게는, 2 내지 12개의 탄소 원자를 갖는 포화 또는 불포화 모노카르복실산, 예를 들면 2 내지 8개의 탄소 원자를 갖는 포화 또는 불포화 모노카르복실산, 포름산, 아세트산, 프로피온산, 소르브산, 벤조산, 에틸 헥산산, 옥탄산을 사용한다.
- [0030] 그래서, 추가의 실시양태에 의하면, 본 발명은 촉매 성분(C2)가 2 내지 12개의 탄소 원자를 갖는 포화 또는 불

포화 모노카르복실산의 군으로부터 선택되는 상기 개시된 바와 같은 다공성 물질의 제조 방법에 관한 것이다.

- [0031] 추가의 실시양태에 의하면, 본 발명은 촉매 성분(C1)이 2 내지 8개의 탄소 원자를 갖는 포화 또는 불포화 모노카르복실산의 알칼리 금속 및 알칼리 토금속 염으로 이루어진 군으로부터 선택되며, 촉매 성분(C2)가 2 내지 12개의 탄소 원자를 갖는 포화 또는 불포화 모노카르복실산의 군으로부터 선택되는 상기 개시된 바와 같은 다공성 물질의 제조 방법에 관한 것이다.
- [0032] 바람직하게는, 촉매 성분(C1)은 2 내지 8개의 탄소 원자를 갖는 포화 또는 불포화 모노카르복실산의 알칼리 금속 및 알칼리 토금속 염으로 이루어진 군으로부터 선택되며, 촉매 성분(C2)는 아세트산 및 프로피온산으로 이루어진 군으로부터 선택된다.
- [0033] 촉매계(CS)의 사용량은 넓은 범위 내에서 변경될 수 있다. 적절한 양은 예를 들면 각각의 경우에서 조성물(A)의 총 중량을 기준으로 하여 0.1 내지 30 중량%, 바람직하게는 1 내지 20 중량%, 더욱 바람직하게는 2 내지 10 중량% 범위 내이다.
- [0034] 그래서, 추가의 실시양태에 의하면, 본 발명은 촉매계(CS)가 조성물(A)의 총 중량을 기준으로 하여 0.1 내지 30 중량% 범위 내의 양으로 조성물(A) 중에 존재하는, 상기 개시된 바와 같은 다공성 물질의 제조 방법에 관한 것이다.
- [0035] 추가의 실시양태에 의하면, 본 발명은 촉매계(CS)가 촉매 성분(C1) 및 (C2)를 1:10 내지 10:1 범위 내, 바람직하게는 1:5 내지 5:1 범위 내의 비로 포함하는, 상기 개시된 바와 같은 다공성 물질의 제조 방법에 관한 것이다.
- [0036] 조성물(A)는 유기 겔을 형성하기에 적절한 성분을 포함하는 임의의 조성물일 수 있다. 조성물(A)는 촉매계(CS)를 포함한다. 바람직하게는, 조성물(A)는 하나 이상의 다작용성 이소시아네이트를 성분(a1)로서 및 가능하게는 추가의 성분을 더 포함한다.
- [0037] 추가의 실시양태에 의하면, 본 발명은 조성물(A)가 하나 이상의 다작용성 이소시아네이트를 성분(a1)로서 포함하는 상기 개시된 바와 같은 다공성 물질의 제조 방법에 관한 것이다.
- [0038] 조성물(A)는 또한 추가의 성분, 예컨대 다작용성 이소시아네이트와 반응하는 성분, 1종 이상의 촉매 및 임의의 물을 포함할 수 있다. 바람직하게는, 조성물(A)는 하나 이상의 다작용성 이소시아네이트를 성분(a1)로서 및 하나 이상의 방향족 아민을 성분(a2)로서 포함하며, 물을 성분(a3)으로서 임의로 포함하며, 하나 이상의 촉매를 성분(a4)로서 임의로 포함한다.
- [0039] 추가의 실시양태에 의하면, 본 발명은 조성물(A)가 하나 이상의 다작용성 이소시아네이트를 성분(a1)로서 및 하나 이상의 방향족 아민을 성분(a2)로서 포함하며, 물을 성분(a3)으로서 임의로 포함하며, 하나 이상의 추가의 촉매를 성분(a4)로서 임의로 포함하는, 상기 개시된 바와 같은 다공성 물질의 제조 방법에 관한 것이다.
- [0040] 다작용성 이소시아네이트(a1)는 이하에서 성분(a1)로서 총괄적으로 지칭할 것이다. 유사하게, 방향족 아민(a2)는 이하에서 성분(a2)로서 총괄적으로 지칭할 것이다. 언급된 단량체 성분이 다공성 물질 중에서 반응된 형태로 존재한다는 것은 당업자에게 자명할 것이다.
- [0041] 본 발명을 위하여, 화합물의 작용가는 분자당 반응성 기의 개수이다. 단량체 성분(a1)의 경우, 작용가는 분자당 이소시아네이트 기의 개수이다. 단량체 성분(a2)의 아미노 기의 경우, 작용가는 분자당 반응성 아미노 기의 개수이다. 다작용성 화합물은 2 이상의 작용가를 갖는다.
- [0042] 상이한 작용가를 갖는 화합물의 혼합물이 성분(a1) 또는 (a2)로서 사용되는 경우, 성분의 작용가는 각각의 경우에서 개개의 화합물의 작용가의 수평균에 의하여 제시된다. 다작용성 화합물은 분자당 전술한 작용기 중 2개 이상을 포함한다.
- [0043] 본 발명을 위하여, 크세로겔은 액체 상의 임계 온도 미만 및 임계 압력 미만("미임계 조건")에서 건조시켜 액체 상을 겔로부터 제거하는 졸-겔 공정에 의하여 생성된 다공성 물질이다. 에어로겔은 액체 상이 초임계 조건 하에서 겔로부터 제거되는 졸-겔 공정에 의하여 생성된 다공성 물질이다.
- [0044] 조성물(A)는 바람직하게는 하나 이상의 모노올(am)을 더 포함한다. 원칙적으로, 본 발명의 문맥에서 임의의 모노올이 사용될 수 있다. 또한, 본 발명에 의하면 조성물(A)는 2종 이상의 모노올을 포함할 수 있다. 모노올은 분지형 또는 선형일 수 있다. 본 발명에 의하면 1급, 2급 또는 3급 알코올이 적절하다. 바람직하게는, 모노올(am)은 선형 알코올이며, 더욱 바람직하게는 선형 1급 알코올이다. 본 발명의 문맥에서 모노올은 지방족 모노올

또는 방향족 모노올일 수 있다. 게다가, 모노올은 본 발명에 의한 공정의 조건 하에서 기타 성분과 반응하지 않는다면 추가의 작용기를 함유할 수 있다. 모노올은 예를 들면 C-C 이중 결합 또는 C-C 삼중 결합을 함유할 수 있다. 모노올은 예를 들면 할로겐화 모노올, 특히 플루오린화 모노올, 예컨대 폴리플루오린화 모노올 또는 퍼플루오린화 모노올일 수 있다.

[0045] 추가의 실시양태에 의하면, 본 발명은 조성물(A)가 하나 이상의 모노올(am)을 포함하는 상기 개시된 바와 같은 다공성 물질의 제조 방법에 관한 것이다.

[0046] 본 발명의 문맥에서, 모노올은 또한 알릴 알코올, 알킬페놀 또는 프로파르길 알코올로부터 선택될 수 있다. 게다가, 본 발명의 문맥에서, 알콕실레이트, 예컨대 지방 알코올 알콕실레이트, 옥소 알코올 알콕실레이트 또는 알킬 페놀 알콕실레이트를 사용할 수 있다.

[0047] 추가로 바람직한 실시양태에 의하면, 모노올은 1 내지 20개의 탄소 원자를 갖는 지방족 또는 방향족 모노올로부터 선택된다. 그러므로, 추가의 실시양태에 의하면, 본 발명은 모노올이 1 내지 20개의 탄소 원자를 갖는 지방족 모노올 및 1 내지 20개의 탄소 원자를 갖는 방향족 모노올로 이루어진 군으로부터 선택되는, 상기 개시된 바와 같은 다공성 물질의 제조 방법에 관한 것이다.

[0048] 적절한 1급 알코올은 예를 들면 선형 알코올, 예컨대 메탄올, 에탄올, 프로판올, n-부탄올, n-펜탄올, n-헥산올, n-헵탄올, n-옥탄올, n-노난올, n-데칸올, n-도데칸올, n-테트라데칸올, n-헥사데칸올, n-옥타데칸올 및 n-에이코산올이다. 적절한 분지형 1급 알코올은 예를 들면 이소부탄올, 이소펜탄올, 이소헥산올, 이소옥탄올, 이소스테아릴 알코올 및 이소팔미틸 알코올, 2-에틸헥실 알코올, 3-n-프로필 헵틸 알코올, 2-n-프로필 헵틸 알코올 및 3-이소프로필 헵틸 알코올이다.

[0049] 적절한 2급 알코올은 예를 들면 이소프로판올, sec-부탄올, sec-펜탄올(펜탄-2-올), 펜탄-3-올, 시클로펜탄올, 시클로헥산올, sec-헥산올(헥산-2-올), 헥산-3-올, sec-헵탄올(헵탄-2-올), 헵탄-3-올, sec-데칸올 및 데칸-3-올이다.

[0050] 적절한 3급 알코올의 예는 tert-부탄올 및 tert-아밀 알코올이다.

[0051] 일반적으로, 조성물(A) 중에 존재하는 모노올의 양은 넓은 범위 내에서 변경될 수 있다. 모노올은 조성물(A) 중에서 바람직하게는 조성물(A)를 기준으로 하여 0.1 내지 30 중량%의 양으로, 더욱 바람직하게는 조성물(A)를 기준으로 하여 0.5 내지 25 중량%의 양으로, 특히 조성물(A)를 기준으로 하여 1.0 내지 22 중량%의 양으로, 예를 들면 조성물(A)를 기준으로 하여 1.5 내지 20 중량%의 양으로 존재한다.

[0052] 추가의 실시양태에 의하면, 본 발명은 모노올이 조성물(A) 중에서 조성물(A)를 기준으로 하여 0.1 내지 30 중량%의 양으로 존재하는, 상기 개시된 바와 같은 다공성 물질의 제조 방법에 관한 것이다.

[0053] 조성물(A)는 유기 겔을 형성하기에 적절한 성분을 적절한 양으로 포함한다. 조성물(A)는 촉매계(CS)를 성분(a0)으로서 포함한다. 반응은 예를 들면 각각의 경우에서 성분(a0) 내지 (a4)의 총 중량을 기준으로 하여 0.1 내지 30 중량%의 촉매계(CS)를 성분(a0)로서, 25 내지 94.9 중량%의 성분(a1), 0.1 내지 30 중량%의 성분(a2), 0 내지 15 중량%의 물 및 0 내지 29.9 중량%의 성분(a4)를 사용하여 실시되며, 여기서 성분(a0) 내지 (a4)의 중량%의 합계가 100 중량%이다.

[0054] 반응은 각각의 경우에서 성분(a0) 내지 (a4)의 총 중량을 기준으로 하여 바람직하게는 35 내지 93.8 중량%, 특히 40 내지 92.6 중량%의 성분(a1), 0.2 내지 25 중량%, 특히 0.4 내지 23 중량%의 성분(a2), 0.01 내지 10 중량%, 특히 0.1 내지 9 중량%의 물 및 0.1 내지 30 중량%, 특히 1 내지 28 중량%의 성분(a4)을 사용하여 실시되며, 여기서 성분(a0) 내지 (a4)의 중량%의 합계가 100 중량%이다.

[0055] 반응은 각각의 경우에서 성분(a0) 내지 (a4)의 총 중량을 기준으로 하여 특히 바람직하게는 50 내지 92.5 중량%, 특히 57 내지 91.3 중량%의 성분(a1), 0.5 내지 18 중량%, 특히 0.7 내지 16 중량%의 성분(a2), 0.01 내지 8 중량%, 특히 0.1 내지 6 중량%의 물 및 2 내지 24 중량%, 특히 3 내지 21 중량%의 성분(a4)를 사용하여 실시되며, 여기서 성분(a0) 내지 (a4)의 중량%의 합계가 100 중량%이다.

[0056] 전술한 바람직한 범위 내에서, 생성된 겔은 특히 안정하며, 후속 건조 단계에서 수축되지 않거나 또는 단지 약간 수축된다.

[0057] 성분(a1)

[0058] 본 발명의 방법에서, 바람직하게는 하나 이상의 다작용성 이소시아네이트는 성분(a1)로서 반응한다.

- [0059] 바람직하게는 성분(a1)의 사용량은 35 중량% 이상, 특히 40 중량% 이상, 특히 바람직하게는 45 중량% 이상, 특히 57 중량% 이상이다. 바람직하게는 성분(a1)의 사용량은 각각의 경우에서 성분(a0) 내지 (a4)의 총 중량을 기준으로 하여 93.8 중량% 이하, 특히 92.6 중량% 이하, 특히 바람직하게는 92.5 중량% 이하, 특히 91.3 중량% 이하이다.
- [0060] 가능한 다작용성 이소시아네이트는 방향족, 지방족, 시클로지방족 및/또는 방향족지방족 이소시아네이트이다. 그러한 다작용성 이소시아네이트는 그 자체로서 공지되어 있거나 또는, 그 자체로서 공지된 방법에 의하여 생성될 수 있다. 다작용성 이소시아네이트는 또한 혼합물로서 사용될 수 있으며, 그리하여 상기 경우에서 성분(a1)은 각종 다작용성 이소시아네이트를 포함한다. 단량체 빌딩 블록(a1)로서 가능한 다작용성 이소시아네이트는 단량체 성분의 분자당 2개(이하 디이소시아네이트로 지칭함) 또는 2개 초과인 이소시아네이트 기를 갖는다.
- [0061] 특히 적절한 다작용성 이소시아네이트는 디페닐메탄 2,2'-, 2,4'- 및/또는 4,4'-디이소시아네이트(MDI), 나프틸렌 1,5-디이소시아네이트(NDI), 톨릴렌 2,4- 및/또는 2,6-디이소시아네이트(TDI), 3,3'-디메틸비페닐 디이소시아네이트, 1,2-디페닐에탄 디이소시아네이트 및/또는 p-페닐렌 디이소시아네이트(PPDI), 트리메틸렌, 테트라메틸렌, 펜타메틸렌, 헥사메틸렌, 헵타메틸렌 및/또는 옥타메틸렌 디이소시아네이트, 2-메틸헵타메틸렌 1,5-디이소시아네이트, 2-에틸부틸렌 1,4-디이소시아네이트, 펜타메틸렌 1,5-디이소시아네이트, 부틸렌 1,4-디이소시아네이트, 1-이소시아나토-3,3,5-트리메틸-5-이소시아나토메틸시클로헥산 (이소포론 디이소시아네이트, IPDI), 1,4- 및/또는 1,3-비스(이소시아나토메틸)시클로헥산 (HXDI), 시클로헥산 1,4-디이소시아네이트, 1-메틸시클로헥산 2,4- 및/또는 2,6-디이소시아네이트 및 디시클로헥실메탄 4,4'-, 2,4'- 및/또는 2,2'-디이소시아네이트이다.
- [0062] 다작용성 이소시아네이트(a1)로서, 방향족 이소시아네이트가 바람직하다. 성분(a1)의 특히 바람직한 다작용성 이소시아네이트는 하기 실시양태이다:
- [0063] i) 톨릴렌 디이소시아네이트(TDI), 특히 2,4-TDI 또는 2,6-TDI 또는, 2,4- 및 2,6-TDI의 혼합물에 기초한 다작용성 이소시아네이트;
- [0064] ii) 디페닐메탄 디이소시아네이트(MDI), 특히 2,2'-MDI 또는 2,4'-MDI 또는 4,4'-MDI 또는, 폴리페닐폴리메틸렌 이소시아네이트로서 또한 지칭되는 올리고머성 MDI 또는, MDI의 제조에서 얻은 전술한 디페닐메탄 디이소시아네이트 또는 미정제 MDI 중 2종 또는 3종의 혼합물 또는, MDI의 하나 이상의 올리고머 및 전술한 저 분자량 MDI 유도체 중 하나 이상의 혼합물에 기초한 다작용성 이소시아네이트;
- [0065] iii) 실시양태 i)에 의한 하나 이상의 방향족 이소시아네이트 및 실시양태 ii)에 의한 하나 이상의 방향족 이소시아네이트의 혼합물.
- [0066] 올리고머성 디페닐메탄 디이소시아네이트는 다작용성 이소시아네이트로서 특히 바람직하다. 올리고머성 디페닐메탄 디이소시아네이트(이하 올리고머성 MDI로서 지칭함)는 디페닐메탄 디이소시아네이트(MDI)의 올리고머성 축합 생성물 또는, 복수의 올리고머성 축합 생성물의 혼합물 및, 이에 따른 유도체/유도체들이다. 다작용성 이소시아네이트는 바람직하게는 단량체성 방향족 디이소시아네이트 및 올리고머성 MDI의 혼합물로 이루어질 수 있다.
- [0067] 올리고머성 MDI는 복수의 고리 및, 2, 특히 3 또는 4 또는 5보다 큰 작용가를 갖는 MDI의 하나 이상의 축합 생성물을 포함한다. 올리고머성 MDI는 공지되어 있으며, 종종 폴리페닐폴리메틸렌 이소시아네이트로서 또는 중합체성 MDI로서 지칭된다. 올리고머성 MDI는 일반적으로 각종 작용기를 갖는 MDI에 기초한 이소시아네이트의 혼합물로 이루어진다. 올리고머성 MDI는 일반적으로 단량체성 MDI와의 혼합물에 사용된다.
- [0068] 올리고머성 MDI를 포함하는 이소시아네이트의 (평균) 작용가는 약 2.2 내지 약 5, 특히 2.4 내지 3.5, 특히 2.5 내지 3 범위 내에서 변경될 수 있다. 각종 작용기를 갖는 MDI에 기초한 다작용성 이소시아네이트의 혼합물은 특히 MDI의 제조에서 얻은 미정제 MDI이다.
- [0069] 다작용성 이소시아네이트 또는, MDI에 기초한 복수의 다작용성 이소시아네이트의 혼합물은 공지되어 있으며, 예를 들면 바스프 폴리우레탄 게엠베하(BASF Polyurethanes GmbH)에 의하여 상표명 루프라나트(Lupranat)® 하에 시판된다.
- [0070] 성분(a1)의 작용가는 바람직하게는 2 이상, 특히 2.2 이상, 특히 바람직하게는 2.5 이상이다. 성분(a1)의 작용가는 바람직하게는 2.2 내지 4, 특히 바람직하게는 2.5 내지 3이다.
- [0071] 성분(a1) 중의 이소시아네이트 기의 함유량은 바람직하게는 5 내지 10 mmol/g, 특히 6 내지 9 mmol/g, 특히 바

람직하게는 7 내지 8.5 mmol/g이다. 당업자는 mmol/g 단위의 이소시아네이트 기의 함유량 및 g/당량 단위의 당량 중량이 상호 관계식을 갖는다는 것을 인지할 것이다. mmol/g 단위의 이소시아네이트 기의 함유량은 ASTM D-5155-96 A에 의하면 중량%의 함유량으로부터 유도될 수 있다.

[0072] 바람직한 실시양태에서, 성분(a1)은 디페닐메탄 4,4'-디이소시아네이트, 디페닐메탄 2,4'-디이소시아네이트, 디페닐메탄 2,2'-디이소시아네이트 및 올리고머성 디페닐메탄 디이소시아네이트로부터 선택된 하나 이상의 다작용성 이소시아네이트를 포함한다. 그러한 바람직한 실시양태에서, 성분(a1)은 특히 바람직하게는 올리고머성 디페닐메탄 디이소시아네이트를 포함하며, 2.5 이상의 작용가를 갖는다.

[0073] 사용된 성분(a1)의 점도는 넓은 범위 내에서 변경될 수 있다. 성분(a1)은 바람직하게는 100 내지 3,000 mPa·s, 특히 바람직하게는 200 내지 2,500 mPa·s의 점도를 갖는다.

[0074] 성분(a2)

[0075] 조성물(A)는 하나 이상의 방향족 아민을 성분(a2)로서 더 포함할 수 있다. 본 발명의 추가의 실시양태에 의하면, 하나 이상의 방향족 아민을 성분(a2)로서 반응시킨다. 방향족 아민은 단일작용성 아민 또는 다작용성 아민이다.

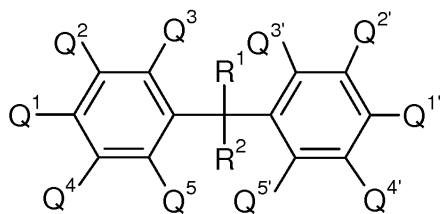
[0076] 추가의 실시양태에 의하면, 본 발명은 하나 이상의 방향족 아민이 다작용성 방향족 아민인 상기 개시된 바와 같은 다공성 물질의 제조 방법에 관한 것이다.

[0077] 적절한 단일작용성 아민은 예를 들면 치환된 및 비치환된 아미노벤젠, 바람직하게는 1 또는 2개의 알킬 잔기를 갖는 치환된 아닐린 유도체, 예컨대 2,6-디메틸아닐린, 2,6-디에틸아닐린, 2,6-디이소프로필아닐린 또는 2-에틸-6-이소프로필아닐린이다.

[0078] 바람직하게는, 방향족 아민(a2)는 다작용성 방향족 아민이다. 추가의 실시양태에 의하면, 본 발명은 하나 이상의 방향족 아민이 다작용성 방향족 아민인 상기 개시된 바와 같은 다공성 물질의 제조 방법에 관한 것이다.

[0079] 본 발명의 추가의 실시양태에 의하면, 바람직하게는 하기 화학식 (I)을 갖는 하나 이상의 다작용성 치환된 방향족 아민(a2)는 성분(a2)로서 용매(B)의 존재하에서 반응한다:

[0080] <화학식 (I)>



[0081] 상기 식에서, R¹ 및 R²는 동일하거나 또는 상이할 수 있으며, 각각 수소 및, 1 내지 6개의 탄소 원자를 갖는 선형 또는 분지형 알킬 기로부터 독립적으로 선택되며, 모든 치환기 Q¹ 내지 Q⁵ 및 Q^{1'} 내지 Q^{5'}는 동일하거나 또는 상이하며, 각각 수소, 1급 아미노 기 및 1 내지 12개의 탄소 원자를 갖는 선형 또는 분지형 알킬 기로부터 독립적으로 선택되며, 여기서 알킬 기는 추가의 작용기를 지닐 수 있으나, 단 화학식 (I)을 갖는 화합물은 2개 이상의 1급 아미노 기를 포함하며, 여기서 Q¹, Q³ 및 Q⁵ 중 하나 이상이 1급 아미노 기이며, Q^{1'}, Q^{3'} 및 Q^{5'} 중 하나 이상이 1급 아미노 기이다.

[0083] 바람직한 실시양태에서, Q², Q⁴, Q^{2'} 및 Q^{4'}는 화학식 (I)을 갖는 화합물이 방향족 고리에 결합된 하나 이상의 1급 아미노 기에 대하여 α 위치에서 1 내지 12개의 탄소 원자를 갖는 추가의 작용기를 지닐 수 있는, 하나 이상의 선형 또는 분지형 알킬 기를 갖도록 선택된다. 그러한 경우에서 성분(a2)는 다작용성 방향족 아민(a2-s)를 포함한다.

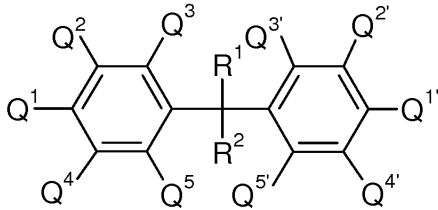
[0084] 본 발명을 위하여, 다작용성 아민은 분자당 이소시아네이트에 대한 반응성을 갖는 아미노 기 2개 이상을 갖는 아민이다. 본원에서, 1급 및 2급 아미노 기는 이소시아네이트에 대한 반응성을 지니며, 1급 아미노 기의 반응성이 일반적으로 2급 아미노 기보다 상당히 더 높다.

[0085] 성분(a2)의 사용량은 바람직하게는 0.2 중량% 이상, 특히 0.4 중량% 이상, 특히 바람직하게는 0.7 중량% 이상,

특히 1 중량% 이상이다. 성분(a2)의 사용량은 각각의 경우에서 성분(a0) 내지 (a4)의 총 중량을 기준으로 하여 바람직하게는 25 중량% 이하, 특히 23 중량% 이하, 특히 바람직하게는 18 중량% 이하, 특히 16 중량% 이하이다.

[0086] 추가의 실시양태에 의하면, 본 발명은 하나 이상의 방향족 아민(a2)가 하기 화학식 (I)을 갖는 상기 개시된 바와 같은 다공성 물질의 제조 방법에 관한 것이다:

[0087] <화학식 (I)>



[0088]

[0089] 상기 식에서, R¹ 및 R²는 동일하거나 또는 상이할 수 있으며, 각각 수소 및, 1 내지 6개의 탄소 원자를 갖는 선형 또는 분지형 알킬 기로부터 독립적으로 선택되며, 모든 치환기 Q¹ 내지 Q⁵ 및 Q^{1'} 내지 Q^{5'}는 동일하거나 또는 상이하며, 각각 수소, 1급 아미노 기 및 1 내지 12개의 탄소 원자를 갖는 선형 또는 분지형 알킬 기로부터 독립적으로 선택되며, 여기서 알킬 기는 추가의 작용기를 지닐 수 있으나, 단 화학식 (I)을 갖는 화합물은 2개 이상의 1급 아미노 기를 포함하며, 여기서 Q¹, Q³ 및 Q⁵ 중 하나 이상이 1급 아미노 기이며, Q^{1'}, Q^{3'} 및 Q^{5'} 중 하나 이상은 1급 아미노 기이다.

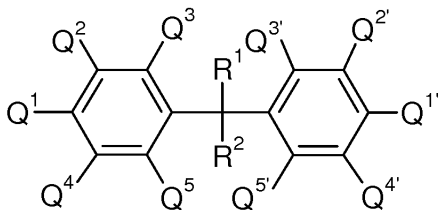
[0090] 또 다른 추가의 실시양태에 의하면, 본 발명은 조성물(A)가 각각의 경우에서 성분(a0) 내지 (a4)의 총 중량을 기준으로 하여

[0091] (a0) 0.1 내지 30 중량%의 촉매계(CS),

[0092] (a1) 25 내지 94.9 중량%의 하나 이상의 다작용성 이소시아네이트 및

[0093] (a2) 하기 화학식 (I)을 갖는 0.1 내지 30 중량%의 하나 이상의 다작용성 방향족 아민:

[0094] <화학식 (I)>



[0095]

[0096] 상기 식에서, R¹ 및 R²는 동일하거나 또는 상이할 수 있으며, 각각 수소 및, 1 내지 6개의 탄소 원자를 갖는 선형 또는 분지형 알킬 기로부터 독립적으로 선택되며, 모든 치환기 Q¹ 내지 Q⁵ 및 Q^{1'} 내지 Q^{5'}는 동일하거나 또는 상이하며, 각각 수소, 1급 아미노 기 및 1 내지 12개의 탄소 원자를 갖는 선형 또는 분지형 알킬 기로부터 독립적으로 선택되며, 여기서 알킬 기는 추가의 작용기를 지닐 수 있으나, 단 화학식 (I)을 갖는 화합물은 2개 이상의 1급 아미노 기를 포함하며, 여기서 Q¹, Q³ 및 Q⁵ 중 하나 이상이 1급 아미노 기이며, Q^{1'}, Q^{3'} 및 Q^{5'} 중 하나 이상이 1급 아미노 기임,

[0097] (a3) 0 내지 15 중량%의 물 및

[0098] (a4) 0 내지 29.9 중량%의 하나 이상의 추가의 촉매를 포함하는 상기 개시된 바와 같은 다공성 물질의 제조 방법에 관한 것이며, 여기서 성분(a0) 내지 (a4)의 중량%는 100 중량%까지 첨가되며, 여기서 성분(a0) 및 (a4)의 합은 성분(a0) 내지 (a4)의 총 중량을 기준으로 하여 0.1 내지 30 중량% 범위 내이다.

[0099] 본 발명에 의하면, 화학식 (I)에서 R¹ 및 R²는 동일하거나 또는 상이하며, 각각 수소, 1급 아미노 기 및 1 내지 6개의 탄소 원자를 갖는 선형 또는 분지형 알킬 기로부터 독립적으로 선택된다. R¹ 및 R²는 바람직하게는 수소

및 메틸로부터 선택된다. $R^1=R^2=H$ 인 것이 특히 바람직하다.

- [0100] Q^2 , Q^4 , $Q^{2'}$ 및 $Q^{4'}$ 는 바람직하게는 치환된 방향족 아민(a2-s)이 α 위치에서 추가의 작용기를 지닐 수 있는, 각각 1 내지 12개의 탄소 원자를 갖는 1 또는 2개의 선형 또는 분지형 알킬 기를 갖는 2개 이상의 1급 아미노기를 포함하도록 선택된다. Q^2 , Q^4 , $Q^{2'}$ 및 $Q^{4'}$ 중 1개 이상이 1 내지 12개의 탄소 원자를 가지며, 추가의 작용기를 지니는 선형 또는 분지형 알킬 기에 해당하도록 선택될 경우, 그러한 작용기로서 아미노기 및/또는 히드록시기 및/또는 할로젠 원자가 바람직하다.
- [0101] α 위치에서의 전술한 알킬 기에 의하여 야기되는 감소된 반응성은 하기에서 보다 상세하게 기재되는 성분(a4)의 사용과 조합하여 환기된 상태에서 특히 우수한 열 전도율을 갖는 특히 안정한 겔을 생성한다.
- [0102] 화학식 (I)에서 치환기 Q로서 알킬 기는 바람직하게는 메틸, 에틸, n-프로필, 이소프로필, n-부틸, sec-부틸 및 tert-부틸로부터 선택된다.
- [0103] 아민(a2-s)는 바람직하게는 3,3',5,5'-테트라알킬-4,4'-디아미노디페닐메탄, 3,3',5,5'-테트라알킬-2,2'-디아미노디페닐메탄 및 3,3',5,5'-테트라알킬-2,4'-디아미노디페닐메탄으로 이루어진 군으로부터 선택되며, 여기서 3,3',5 및 5' 위치에서의 알킬 기는 동일하거나 또는 상이할 수 있으며, 각각 1 내지 12개의 탄소 원자를 가지며, 추가의 작용기를 지닐 수 있는 선형 또는 분지형 알킬 기로부터 독립적으로 선택된다. 전술한 알킬 기는 바람직하게는 메틸, 에틸, n-프로필, i-프로필, n-부틸, sec-부틸 또는 t-부틸이며, 각각의 경우에서 비치환된다.
- [0104] 추가의 실시양태에 의하면, 본 발명은 아민 성분(a2)가 3,3',5,5'-테트라알킬-4,4'-디아미노디페닐메탄, 3,3',5,5'-테트라알킬-2,2'-디아미노디페닐메탄 및 3,3',5,5'-테트라알킬-2,4'-디아미노디페닐메탄으로 이루어진 군으로부터 선택된 하나 이상의 화합물을 포함하며, 여기서 3,3',5 및 5' 위치에서의 알킬 기는 동일하거나 또는 상이할 수 있으며, 1 내지 12개의 탄소 원자를 가지며, 추가의 작용기를 가질 수 있는 선형 또는 분지형 알킬 기로부터 독립적으로 선택되는 상기 개시된 바와 같은 다공성 물질의 제조 방법에 관한 것이다.
- [0105] 한 실시양태에서, 치환기 Q의 1개 이상의 알킬 기 중 1개, 1개 초과 또는 전부의 수소 원자는 할로젠 원자, 특히 염소에 의하여 대체될 수 있다. 대안으로서, 치환기 Q의 1개 이상의 알킬 기 중 1개, 1개 초과 또는 전부의 수소 원자는 NH_2 또는 OH에 의하여 대체될 수 있다. 그러나, 화학식 (I)에서의 알킬 기는 바람직하게는 탄소 및 수소로 이루어진다.
- [0106] 특히 바람직한 실시양태에서, 성분(a2)는 3,3',5,5'-테트라알킬-4,4'-디아미노디페닐메탄을 포함하며, 여기서 알킬 기는 동일하거나 또는 상이할 수 있으며, 각각 1 내지 12개의 탄소 원자를 가지며, 작용기를 임의로 지닐 수 있는 선형 또는 분지형 알킬 기로부터 독립적으로 선택된다. 전술한 알킬 기는 바람직하게는 비치환된 알킬기, 특히 메틸, 에틸, n-프로필, 이소프로필, n-부틸, sec-부틸 및 tert-부틸, 특히 바람직하게는 메틸 및 에틸로부터 선택된다. 3,3',5,5'-테트라에틸-4,4'-디아미노디페닐메탄 및/또는 3,3',5,5'-테트라메틸-4,4'-디아미노디페닐메탄이 특히 바람직하다.
- [0107] 유형 (a2-s)의 전술한 다작용성 아민은 당업자에게 그 자체로서 공지되어 있거나 또는 공지의 방법에 의하여 생성될 수 있다. 공지의 방법 중 하나는 산 촉매의 존재하에서 아닐린 또는 아닐린의 유도체와 포름알데히드의 반응, 특히 2,4- 또는 2,6-디알킬아닐린의 반응이다.
- [0108] 성분(a2)는 또한 구조 (a2-s)의 아민과는 상이한 다작용성 방향족 아민(a2-u)을 임의로 포함할 수 있다. 방향족 아민(a2-u)은 바람직하게는 전적으로 방향족 결합된 아미노기를 갖지만, 또한 (시클로)지방족 및 방향족 결합된 반응성 아미노기 둘다를 가질 수 있다.
- [0109] 적절한 다작용성 방향족 아민(a2-u)은 특히 디아미노디페닐메탄의 이성질체 및 유도체이다. 성분(a2)의 성분으로서 바람직한 디아미노디페닐메탄의 이성질체 및 유도체는 특히 4,4'-디아미노디페닐메탄, 2,4'-디아미노디페닐메탄, 2,2'-디아미노디페닐메탄 및 올리고머 디아미노디페닐메탄이다.
- [0110] 추가의 적절한 다작용성 방향족 아민(a2-u)은 특히 톨루엔디아민(2)의 이성질체 및 유도체이다. 성분(a2)의 성분으로서 바람직한 톨루엔디아민(2)의 이성질체 및 유도체는 특히 톨루엔-2,4-디아민 및/또는 톨루엔-2,6-디아민 및 디에틸톨루엔디아민, 특히 3,5-디에틸톨루엔-2,4-디아민 및/또는 3,5-디에틸톨루엔-2,6-디아민이다.
- [0111] 제1의 특히 바람직한 실시양태에서, 성분(a2)는 전적으로 유형 (a2-s)의 다작용성 방향족 아민으로 이루어진다.

제2의 바람직한 실시양태에서, 성분(a2)는 유형 (a2-s) 및 (a2-u)의 다작용성 방향족 아민을 포함한다. 후반의 제2의 바람직한 실시양태에서, 성분(a2)는 바람직하게는 하나 이상의 다작용성 방향족 아민(a2-u)를 포함하며, 그중 하나 이상은 디아미노디페닐메탄(MDA)의 이성질체 및 유도체로부터 선택된다.

- [0112] 제2의 바람직한 실시양태에서, 성분(a2)는 따라서 특히 바람직하게는 4,4'-디아미노디페닐메탄, 2,4'-디아미노디페닐메탄, 2,2'-디아미노디페닐메탄 및 올리고머 디아미노디페닐메탄으로부터 선택된 하나 이상의 다작용성 방향족 아민(a2-u)를 포함한다.
- [0113] 올리고머 디아미노디페닐메탄은 복수의 고리를 갖는 아닐린과 포름알데히드의 메틸렌-가교된 축합 생성물 하나 이상을 포함한다. 올리고머 MDA는 하나 이상의 올리고머를 포함하나, 일반적으로 2 초과, 특히 3 또는 4 또는 5의 작용가를 갖는 MDA의 복수의 올리고머도 포함한다. 올리고머 MDA는 공지되어 있거나 또는 그 자체로 공지된 방법에 의하여 생성될 수 있다. 올리고머 MDA는 일반적으로 단량체 MDA와의 혼합물의 형태로 사용된다.
- [0114] 올리고머 MDA를 포함하는 다작용성 아민(a2-u)의 (평균) 작용가는 약 2.3 내지 약 5, 특히 2.3 내지 3.5, 특히 2.3 내지 3 범위 내에서 변경될 수 있다. 상이한 작용가를 갖는 MDA계 다작용성 아민의 혼합물은 특히 일반적으로 미정제 MDI의 제조에서 염산에 의하여 촉매화되는, 포름알데히드를 사용한 아닐린의 축합에서 특히 중간체로서 형성되는 미정제 MDA이다.
- [0115] 전술한 바람직한 제2의 실시양태에서, 올리고머 디아미노디페닐메탄을 화합물 (a2-u)로서 포함하며, 2.1 이상의 전체 작용가를 갖는 성분(a2)가 특히 바람직하다.
- [0116] 성분(a2)의 모든 다작용성 아민의 총 중량을 기준으로 하여 총 100 중량%까지 첨가되는 화학식 (I)을 갖는 유형 (a2-s)의 아민의 비율은 바람직하게는 10 내지 100 중량%, 특히 30 내지 100 중량%, 특히 바람직하게는 50 내지 100 중량%, 특히 80 내지 100 중량%이다.
- [0117] 성분(a2)의 모든 다작용성 아민의 총 중량을 기준으로 하여 유형 (a2-s)의 아민과는 상이한 다작용성 방향족 아민(a2-u)의 비율은 바람직하게는 0 내지 90 중량%, 특히 0 내지 70 중량%, 특히 바람직하게는 0 내지 50 중량%, 특히 0 내지 20 중량%이다.
- [0118] 성분(a3)
- [0119] 조성물(A)는 물을 성분(a3)으로서 더 포함한다. 물을 사용할 경우, 물의 바람직한 사용량은 0.01 중량% 이상, 특히 0.1 중량% 이상, 특히 바람직하게는 0.5 중량% 이상, 특히 1 중량% 이상이다. 물을 사용할 경우, 물의 바람직한 사용량은 각각의 경우에서 100 중량%인 조성물(A)의 총 중량을 기준으로 하여 15 중량% 이하, 특히 13 중량% 이하, 특히 바람직하게는 11 중량% 이하, 특히 10 중량% 이하, 특히 바람직하게는 9 중량% 이하, 특히 8 중량% 이하이다. 특히 바람직한 실시양태에서, 물은 사용하지 않는다.
- [0120] 추가의 실시양태에 의하면, 본 발명은 물이 사용되지 않는 상기 개시된 바와 같은 다공성 물질의 제조 방법에 관한 것이다.
- [0121] 대안의 추가의 실시양태에 의하면, 본 발명은 0.1 중량% 이상의 물이 첨가되는 상기 개시된 바와 같은 다공성 물질의 제조 방법에 관한 것이다.
- [0122] 아미노 기의 함유량 이론치는 해당 개수의 아미노 기를 형성하는 물과 성분(a1)의 이소시아네이트 기의 완전 반응을 가정하고, 그러한 함유량을 성분(a2)로부터 생성된 함유량에 더하여 성분(a1)의 반응성 이소시아네이트 기의 함유량 및 물 함유량으로부터 유도될 수 있다(총 $n^{\text{아민}}$). 형성 및 사용된 아미노 기 이론치에 대한 잔존하는 NCO 기 이론치 n^{NCO} 의 생성된 사용비는 이하에서 사용비 이론치 $n^{\text{NCO}}/n^{\text{아민}}$ 으로 지칭할 것이며, 이는 당량비, 즉 각각의 작용기의 몰비이다.
- [0123] 물은 이소시아네이트 기와 반응하여 아미노 기를 형성하고, CO₂를 방출한다. 그러므로, 다작용성 아민은 중간체로서 부분적으로 생성된다(계내). 반응의 추가의 과정에서, 이들은 이소시아네이트 기와 반응하여 우레아 결합을 형성한다. 중간체로서 아민의 생성은 특히 높은 기계적 안정성 및 낮은 열 전도율을 갖는 다공성 물질을 초래한다. 그러나, 형성된 CO₂는 생성된 다공성 물질의 구조가 바람직하지 않은 방식으로 영향을 받는 정도로 겔화를 방해하지 않아야 한다. 이는 조성물(A)의 총 중량을 기준으로 하여 물 함유량에 대한 전술한 바람직한 상한을 제공한다.
- [0124] 그러한 경우에서, 사용비 이론치 (당량비) $n^{\text{NCO}}/n^{\text{아민}}$ 는 바람직하게는 1.01 내지 5이다. 언급된 당량비는 특히 바

람직하게는 1.1 내지 3, 특히 1.1 내지 2이다. $n^{\text{아민}}$ 에 대한 과잉의 n^{NCO} 는 본 실시양태에서 다공성 물질, 특히 크세로겔의 더 낮은 수축을 초래하며, 특히 용매의 제거에서 및 촉매(a4)와의 상승작용적 상호작용의 결과로서 개선된 망상조직 구조 및 생성된 다공성 물질의 개선된 최종 성질을 초래한다.

[0125] 성분(a0) 내지 (a4) 및 존재할 경우 (am)은 이하에서 총괄적으로 유기 겔 전구체(A')로서 지칭될 것이다. 성분(a0) 내지 (a4) 및 (am)의 부분 반응이 실제의 겔 전구체(A')를 생성하며, 차후에 겔로 전환된다는 것은 당업자에게 자명할 것이다.

[0126] 촉매(a4)

[0127] 조성물(A)는 하나 이상의 추가의 촉매를 성분(a4)로서 더 포함할 수 있다. 성분(a4)의 사용량은 바람직하게는 0.1 중량% 이상, 특히 0.2 중량% 이상, 특히 바람직하게는 0.5 중량% 이상, 특히 1 중량% 이상이다. 성분(a4)의 사용량은 각각의 경우에서 조성물(A)의 총 중량을 기준으로 하여 바람직하게는 29.9 중량% 이하, 특히 28 중량% 이하, 특히 바람직하게는 24 중량% 이하, 특히 21 중량% 이하이다.

[0128] 성분(a4)로서 사용되는 가능한 촉매는 원칙적으로 이소시아네이트의 삼량체화(삼량체화 촉매로서 공지됨) 및/또는 이소시아네이트와 아미노 기의 반응(겔화 촉매로서 공지됨) 및/또는 이소시아네이트와 물의 반응(블로잉 촉매로서 공지됨)을 가속시키는 당업자에게 공지되어 있는 모든 촉매이다.

[0129] 해당 촉매는 그 자체로서 공지되어 있으며, 전술한 3종의 반응에 관하여 상이한 상대적 활성을 갖는다. 상대적 활성에 의존하여, 이들은 전술한 유형 중 1종 이상으로 할당될 수 있다. 게다가, 상기 언급된 것을 제외한 반응도 또한 발생될 수 있다는 것은 당업자에게 공지되어 있다.

[0130] 해당 촉매는 예를 들면 문헌[*Polyurethane*, 3rd edition, G. Oertel, Hanser Verlag, Munich, 1993]으로부터 공지되어 있는 바와 같이 특히 그의 블로잉에 대한 겔화의 비에 따라 특징화될 수 있다.

[0131] 추가의 실시양태에 의하면, 본 발명은 촉매가 삼량체화를 촉매화하여 이소시아누레이트 기를 형성하는 상기 개시된 바와 같은 다공성 물질의 제조 방법에 관한 것이다.

[0132] 또 다른 실시양태에 의하면, 본 발명은 성분(a4)가 하나 이상의 3급 아미노 기를 포함하는 상기 개시된 바와 같은 다공성 물질의 제조 방법에 관한 것이다.

[0133] 바람직한 촉매(a4)는 균형을 이룬 블로잉에 대한 겔화의 비를 지녀서 성분(a1)과 물과의 반응이 너무 강하게 촉진되지 않아서 망상조직 구조에 해로운 영향을 초래하며, 동시에 짧은 겔화 시간을 초래하여 탈형(demolding) 시간이 이롭게 짧게 된다. 바람직한 촉매는 동시에 삼량체화에 대하여 상당한 활성을 갖는다. 이는 망상조직 구조의 균질성에 이롭게 영향을 미쳐서 특히 이로온 기계적 성질을 초래한다.

[0134] 촉매는 단량체 빌딩 블록로서 혼입될 수 있거나(혼입 가능한 촉매) 또는 혼입되지 않을 수 있다.

[0135] 성분(a4)로서 바람직한 촉매는 1급, 2급 및 3급 아민, 트리아진 유도체, 우레아 유도체, 유기 금속 화합물, 금속 킬레이트, 유기인 화합물, 특히 포스폴렌의 옥시드, 4급 암모늄 염, 수산화암모늄 및 또한 알칼리 금속 및 알칼리 토금속 수산화물, 알콕시드 및 카르복실레이트로 이루어진 군으로부터 선택된다.

[0136] 추가의 실시양태에 의하면, 본 발명은 상기 개시된 바와 같은 다공성 물질의 제조 방법에 관한 것이다.

[0137] 성분(a4)가 1급, 2급 및 3급 아민, 트리아진 유도체, 금속-유기 화합물, 금속 킬레이트, 포스폴렌의 옥시드, 4급 암모늄 염, 수산화암모늄 및 알칼리 금속 및 알칼리 토금속 수산화물, 알콕시드 및 카르복실레이트로 이루어진 군으로부터 선택된다.

[0138] 적절한 유기인 화합물, 특히 포스폴렌의 옥시드는 예를 들면 1-메틸포스폴렌 옥시드, 3-메틸-1-페닐포스폴렌 옥시드, 1-페닐포스폴렌 옥시드, 3-메틸-1-벤질포스폴렌 옥시드이다.

[0139] 본 발명의 문맥에서, 예를 들면 폴리우레탄 형성을 위한 촉매로서 공지된 우레아 유도체가 사용된다. 적절한 우레아에 기초한 화합물은 우레아 및 우레아 유도체, 예컨대 디메틸 우레아, 디페닐 우레아, 에틸렌 우레아, 프로필렌 우레아, 디히드록시 에틸렌 우레아이다.

[0140] 적절한 촉매(a4)는 바람직하게는 삼량체화 촉매이다. 적절한 삼량체화 촉매는 특히 강염기, 예를 들면 4급 수산화암모늄, 예컨대 알킬 라디칼에서 1 내지 4개의 탄소 원자를 갖는 테트라알킬암모늄 히드록시드 및 벤질트리메틸암모늄 히드록시드, 알칼리 금속 수산화물, 예컨대 칼륨 또는 나트륨의 수산화물 및 알칼리 금속 알콕시드,

예컨대 나트륨 메톡시드, 칼륨 및 나트륨 에톡시드 및 칼륨 이소프로폭시드이다.

- [0141] 추가로 적절한 삼량체화 촉매는 특히 카르복실산의 알칼리 금속 염, 예를 들면 포름산칼륨, 아세트산나트륨, 아세트산칼륨, 아세트산세슘, 아세트산암모늄, 프로피온산칼륨, 소르브산칼륨, 칼륨 2-에틸헥사노에이트, 옥탄산칼륨, 트리플루오로아세트산칼륨, 트리클로로아세트산칼륨, 클로로아세트산나트륨, 디클로로아세트산나트륨, 트리클로로아세트산나트륨, 아디프산칼륨, 벤조산칼륨, 벤조산나트륨, 10 내지 20개의 탄소 원자, 및 임의로 측쇄 OH 기의 포화 및 불포화 장쇄 지방산의 알칼리 금속 염이다.
- [0142] 추가로 적절한 삼량체화 촉매는 특히 N-히드록시알킬 4급 암모늄 카르복실레이트, 예를 들면 트리메틸히드록시프로필암모늄 포르메이트이다.
- [0143] 추가로 적절한 삼량체화 촉매는 특히 1-에틸-3-메틸이미다졸륨 아세테이트(EMIM 아세테이트) 및 1-부틸-3-메틸이미다졸륨 아세테이트(BMIM 아세테이트), 1-에틸-3-메틸이미다졸륨 옥타노에이트(EMIM 옥타노에이트) 및 1-부틸-3-메틸이미다졸륨 옥타노에이트(BMIM 옥타노에이트)이다.
- [0144] 3급 아민은 또한 삼량체화 촉매로서 당업자에게 그 자체로 공지되어 있다. 3급 아민, 즉 하나 이상의 3급 아미노기를 갖는 화합물은 촉매(a4)로서 특히 바람직하다. 삼량체화 촉매로서 뚜렷한 성질을 갖는 적절한 3급 아민은 특히 N,N',N"-트리스(디알킬아미노알킬)-s-헥사히드로트리아진, 예컨대 N,N',N"-트리스(디메틸아미노프로필)-s-헥사히드로트리아진, 트리스(디메틸아미노메틸)페놀이다.
- [0145] 금속-유기 화합물은 당업자에게 겔 촉매로서 그 자체로 공지되어 있다. 주석-유기 화합물, 예컨대 주석 2-에틸헥사노에이트 및 디부틸주석 디라우레이트가 특히 바람직하다.
- [0146] 3급 아민은 또한 당업자에게 겔 촉매로서 그 자체로서 공지되어 있다. 상기 언급한 바와 같이, 3급 아민은 촉매(a4)로서 특히 바람직하다. 겔 촉매로서 우수한 성질을 갖는 적절한 3급 아민은 특히 N,N-디메틸벤질아민, N,N'-디메틸피페라진 및 N,N-디메틸시클로헥실아민, 비스(2-디메틸아미노에틸) 에테르, N,N,N,N,N-펜타메틸디에틸렌트리아민, 메틸이미다졸, 디메틸이미다졸, 아미노프로필이미다졸, 디메틸벤질아민, 1,6-디아자비스클로[5.4.0]운데크-7-엔, 트리에틸아민, 트리에틸렌디아민 (1,4-디아자비스클로[2.2.2]옥탄), 디메틸아미노에탄올아민, 디메틸아미노프로필아민, N,N-디메틸아미노에톡시에탄올, N,N,N-트리메틸아미노에틸에탄올아민, 트리에탄올아민, 디에탄올아민, 트리아소프로판올아민, 디이소프로판올아민, 메틸디에탄올아민 및 부틸디에탄올아민이다.
- [0147] 성분(a4)로서 특히 바람직한 촉매는 디메틸시클로헥실아민, 디메틸피페라진, 비스(2-디메틸아미노에틸) 에테르, N,N,N,N,N-펜타메틸디에틸렌트리아민, 메틸이미다졸, 디메틸이미다졸, 아미노프로필이미다졸, 디메틸벤질아민, 1,6-디아자비스클로[5.4.0]운데크-7-엔, 트리스디메틸아미노프로필헥사히드로트리아진, 트리에틸아민, 트리스(디메틸아미노메틸)페놀, 트리에틸렌디아민 (디아자비스클로[2.2.2]옥탄), 디메틸아미노에탄올아민, 디메틸아미노프로필아민, N,N-디메틸아미노에톡시에탄올, N,N,N-트리메틸아미노에틸에탄올아민, 트리에탄올아민, 디에탄올아민, 트리아소프로판올아민, 디이소프로판올아민, 메틸디에탄올아민, 부틸디에탄올아민으로 이루어진 군으로부터 선택된다.
- [0148] 디메틸시클로헥실아민, 디메틸피페라진, 메틸이미다졸, 디메틸이미다졸, 디메틸벤질아민, 1,6-디아자비스클로[5.4.0]운데크-7-엔, 트리스디메틸아미노프로필헥사히드로트리아진, 트리에틸아민, 트리스(디메틸아미노메틸)페놀, 트리에틸렌디아민 (디아자비스클로[2.2.2]옥탄), 디메틸아미노에탄올아민, 디메틸아미노프로필아민, N,N,N-트리메틸아미노에틸에탄올아민, 트리에탄올아민, 디에탄올아민, 메틸디에탄올아민, 부틸디에탄올아민, 금속 아세틸아세토네이트, 암모늄 에틸헥사노에이트, 금속 아세테이트, 프로피오네이트, 소르베이트, 에틸헥사노에이트, 옥타노에이트 및 벤조에이트가 특히 바람직하다.
- [0149] 그러므로, 추가의 실시양태에 의하면, 본 발명은 성분(a4)가 디메틸시클로헥실아민, 비스(2-디메틸아미노에틸) 에테르, N,N,N,N,N-펜타메틸디에틸렌트리아민, 메틸이미다졸, 디메틸이미다졸, 아미노프로필이미다졸, 디메틸벤질아민, 1,6-디아자비스클로[5.4.0]운데크-7-엔, 트리스디메틸아미노프로필헥사히드로트리아진, 트리에틸아민, 트리스(디메틸아미노메틸)페놀, 트리에틸렌디아민 (디아자비스클로[2.2.2]옥탄), 디메틸아미노에탄올아민, 디메틸아미노프로필아민, N,N-디메틸아미노에톡시에탄올, N,N,N-트리메틸아미노에틸에탄올아민, 트리에탄올아민, 디에탄올아민, 트리아소프로판올아민, 디이소프로판올아민, 메틸디에탄올아민, 부틸디에탄올아민, 금속 아세틸아세토네이트, 암모늄 에틸헥사노에이트 및 금속 아세테이트, 프로피오네이트, 소르베이트, 에틸헥사노에이트, 옥타노에이트 및 벤조에이트로 이루어진 군으로부터 선택되는 상기 개시된 바와 같은 다공성 물질의 제조 방법에 관한 것이다.
- [0150] 본 발명에 의하면, 본 발명의 방법에 상기와 같은 촉매를 사용할 수 있다. 또한, 촉매를 용액의 형태로 사용할

수 있다. 게다가, 촉매(a4)는 촉매계(CS)와 조합될 수 있다.

- [0151] 용매(B)
- [0152] 본 발명에 의하면, 반응은 용매(B)의 존재하에서 실시된다.
- [0153] 본 발명을 위하여, 용어 용매(B)는 액체 희석제, 즉 협의에서의 용매 및 또한 분산 매체 둘다로서 용매를 포함한다. 혼합물은 특히 진용액, 콜로이드성 용액 또는 분산액, 예를 들면 에멀전 또는 현탁액일 수 있다. 혼합물은 바람직하게는 진용액이다. 용매(B)는 단계 (a)의 조건하에서 액체, 바람직하게는 유기 용매인 화합물이다.
- [0154] 용매(B)는 원칙적으로 임의의 적절한 화합물 또는 복수의 화합물의 혼합물일 수 있으며, 용매(B)는 혼합물이 단계 (a)에서 제공되는 온도 및 압력 조건(간략하게 용해 조건) 하에서 액체이다. 용매(B)의 조성은 유기 겔 전구체를 용해 또는 분산, 바람직하게는 용해시킬 수 있도록 선택된다. 바람직한 용매(B)는 성분(a1) 내지 (a4)를 위한 용매인 것, 즉 반응 조건 하에서 성분(a1) 내지 (a4)를 완전히 용해시키는 것이다.
- [0155] 용매(B)의 존재하에서 반응의 반응 생성물은 초기에 겔이며, 즉 용매(B)에 의하여 팽창되는 점탄성 화학적 망상 조직이다. 단계 (b)에서 형성된 망상조직에 대한 우수한 팽창제인 용매(B)는 일반적으로 미세한 공극 및 작은 평균 공극 직경을 갖는 망상조직을 생성하면서, 단계 (b)로부터 생성된 겔에 대한 불량한 팽창제인 용매(B)는 일반적으로 커다란 평균 공극 직경을 갖는 거친-공극을 갖는 망상조직을 생성한다.
- [0156] 그래서, 용매(B)의 선택은 원하는 공극 크기 분포 및 원하는 다공도에 영향을 미친다. 용매(B)의 선택은 또한 일반적으로 침전된 반응 생성물의 형성으로 인한 침전 또는 응집이 본 발명의 방법의 단계 (b) 도중에 또는 이후에 상당한 정도로 발생되지 않도록 하는 방식으로 생성된다.
- [0157] 적절한 용매(B)를 선택할 경우, 침전된 반응 생성물의 비율은 일반적으로 혼합물의 총 중량을 기준으로 하여 1 중량% 미만이다. 특정한 용매(B) 중에 형성된 침전된 생성물의 양은 반응 혼합물을 겔화점 이전에 적절한 필터에 여과하여 중력에 의하여 측정될 수 있다.
- [0158] 가능한 용매(B)는 이소시아네이트에 기초한 중합체에 대하여 당업계에 공지된 용매이다. 바람직한 용매는 성분 (a1) 내지 (a4)에 대한 용매, 즉 성분(a1) 내지 (a4)의 성분을 반응 조건 하에서 실질적으로 완전히 용해시키는 용매이다. 용매(B)는 성분(a1)에 대하여 바람직하게는 불활성이며, 즉 비반응성이다. 용매(B)는 바람직하게는 모노올(am)과 혼화성이다.
- [0159] 가능한 용매(B)는 예를 들면 케톤, 알데히드, 알킬 알카노에이트, 아미드, 예컨대 포름아미드, N-메틸피롤리돈, N-에틸피롤리돈, 술폰사이드, 예컨대 디메틸 술폰사이드, 지방족 및 시클로지방족 할로겐화 탄화수소, 할로겐화 방향족 화합물 및 불소-함유 에테르이다. 전술한 화합물 중 2종 이상의 혼합물도 마찬가지로 가능하다.
- [0160] 용매(B)로서 추가의 가능성은 아세탈, 특히 디에톡시메탄, 디메톡시메탄 및 1,3-디옥솔란이다.
- [0161] 디알킬 에테르 및 시클릭 에테르도 마찬가지로 용매(B)로서 적절하다. 바람직한 디알킬 에테르는 특히 2 내지 6 개의 탄소 원자를 갖는 것, 특히 메틸 에틸 에테르, 디에틸 에테르, 메틸 프로필 에테르, 메틸 이소프로필 에테르, 프로필 에틸 에테르, 에틸 이소프로필 에테르, 디프로필 에테르, 프로필 이소프로필 에테르, 디이소프로필 에테르, 메틸 부틸 에테르, 메틸 이소부틸 에테르, 메틸 t-부틸 에테르, 에틸 n-부틸 에테르, 에틸 이소부틸 에테르 및 에틸 t-부틸 에테르이다. 바람직한 시클릭 에테르는 특히 테트라히드로푸란, 디옥산 및 테트라히드로피란이다.
- [0162] 알데히드 및/또는 케톤은 용매(B)로서 특히 바람직하다. 용매(B)로서 적절한 알데히드 또는 케톤은 특히 화학식 $R^2-(CO)-R^1$ 에 해당하는 것이며, 여기서 R^1 및 R^2 는 각각 수소 또는, 1, 2, 3, 4, 5, 6 또는 7개의 탄소 원자를 갖는 알킬 기이다. 적절한 알데히드 또는 케톤은 특히 아세트알데히드, 프로피온알데히드, n-부티르알데히드, 이소부티르알데히드, 2-에틸부티르알데히드, 발레르알데히드, 이소펜트알데히드, 2-메틸펜트알데히드, 2-에틸헥스알데히드, 아크롤레인, 메타크롤린, 크로톤알데히드, 푸르푸랄, 아크롤레인 이량체, 메타크롤레인 이량체, 1,2,3,6-테트라히드로벤즈알데히드, 6-메틸-3-시클로헥센알데히드, 시아노아세트알데히드, 에틸 글리옥살레이트, 벤즈알데히드, 아세톤, 디에틸 케톤, 메틸 에틸 케톤, 메틸 이소부틸 케톤, 메틸 n-부틸 케톤, 메틸 펜틸케톤, 디프로필 케톤, 에틸 이소프로필 케톤, 에틸 부틸 케톤, 디이소부틸케톤, 5-메틸-2-아세틸푸란, 2-아세틸푸란, 2-메톡시-4-메틸펜탄-2-온, 5-메틸헵탄-3-온, 2-헵타논, 옥타논, 시클로헥사논, 시클로펜타논 및 아세토폰이다. 전술한 알데히드 및 케톤은 또한 혼합물의 형태로 사용될 수 있다. 치환기당 3개 이하의 탄소 원자를 갖는 알킬 기를 갖는 케톤 및 알데히드가 용매(B)로서 바람직하다.

- [0163] 추가로 바람직한 용매는 알킬 알카노에이트, 특히 메틸 포르메이트, 메틸 아세테이트, 에틸 포르메이트, 이소프로필 아세테이트, 부틸 아세테이트, 에틸 아세테이트, 글리세린 트리아세테이트 및 에틸 아세토아세테이트이다. 바람직한 할로겐화 용매는 WO 00/24799의 제4면 제12행 내지 제5면 제4행에 기재되어 있다.
- [0164] 추가로 적절한 용매(B)는 유기 카르보네이트, 예컨대 디메틸 카르보네이트, 디에틸 카르보네이트, 에틸렌 카르보네이트, 프로필렌 카르보네이트 또는 부틸렌 카르보네이트이다.
- [0165] 다수의 경우에서, 특히 적절한 용매(B)는 전술한 용매로부터 선택된 2종 이상의 완전 혼화성 화합물을 사용하여 얻는다.
- [0166] 단계 (b)에서 단계 (c)에서의 건조 중에 너무 많이 수축되지 않은 충분히 안정한 겔을 얻기 위하여, 100 중량%인 조성물(A) 및 용매(B)를 포함하는 혼합물 (I)의 총 중량을 기준으로 한 조성물(A)의 비율은 일반적으로 5 중량% 이상이어야 한다. 100 중량%인 조성물(A) 및 용매(B)를 포함하는 혼합물 (I)의 총 중량을 기준으로 한 조성물(A)의 비율은 바람직하게는 6 중량% 이상, 특히 바람직하게는 8 중량% 이상, 특히 10 중량% 이상이다.
- [0167] 다른 한편으로, 제공된 혼합물 중의 조성물(A)의 농도는, 달리 바람직한 성질을 갖는 다공성 물질을 얻지 않으므로 너무 높아서는 안 된다. 일반적으로, 100 중량%인 조성물(A) 및 용매(B)를 포함하는 혼합물 (I)의 총 중량을 기준으로 한 조성물(A)의 비율은 40 중량% 이하이다. 100 중량%인 조성물(A) 및 용매(B)를 포함하는 혼합물 (I)의 총 중량을 기준으로 한 조성물(A)의 비율은 바람직하게는 35 중량% 이하, 특히 바람직하게는 25 중량% 이하, 특히 20 중량% 이하이다.
- [0168] 100 중량%인 조성물(A) 및 용매(B)를 포함하는 혼합물 (I)의 총 중량을 기준으로 한 조성물(A)의 총 비율은 바람직하게는 8 내지 25 중량%, 특히 10 내지 20 중량%, 특히 바람직하게는 12 내지 18 중량%이다. 언급된 범위 내의 출발 물질의 양의 고수는 특히 이로운 공극 구조, 낮은 열 전도율 및 건조 중의 낮은 수축을 갖는 다공성 물질을 생성한다.
- [0169] 반응 전, 사용되는 성분을 혼합하고, 특히 그를 균질하게 혼합하여야 한다. 혼합 부족을 피하기 위하여 혼합 속도는 반응의 속도보다 높아야 한다. 적절한 혼합 방법은 당업자에게 그 자체로 공지되어 있다.
- [0170] 본 발명에 의하면, 용매(B)를 사용한다. 용매(B)는 또한 2종 이상의 용매, 예를 들면 3종 또는 4종의 용매의 혼합물일 수 있다. 적절한 용매는 예를 들면 2종 이상의 케톤의 혼합물, 예를 들면 아세톤 및 디에틸 케톤의 혼합물, 아세톤 및 메틸 에틸 케톤의 혼합물 또는 디에틸 케톤 및 메틸 에틸 케톤의 혼합물이다.
- [0171] 추가로 바람직한 용매는 프로필렌 카르보네이트와 1종 이상의 용매의 혼합물, 예를 들면 프로필렌 카르보네이트 및 디에틸 케톤의 혼합물 또는 프로필렌 카르보네이트와 2종 이상의 케톤의 혼합물, 예를 들면 프로필렌 카르보네이트와 아세톤 및 디에틸 케톤의 혼합물, 프로필렌 카르보네이트와 아세톤 및 메틸 에틸 케톤의 혼합물 또는 프로필렌 카르보네이트와 디에틸 케톤 및 메틸 에틸 케톤의 혼합물이다.
- [0172] 다공성 물질의 바람직한 제조 방법
- [0173] 본 발명의 방법은 적어도
- [0174] (a) 상기 기재된 바와 같은 조성물(A) 및 용매(B)를 포함하는 혼합물을 제공하는 단계,
- [0175] (b) 용매(B)의 존재하에서 성분을 조성물(A) 중에서 반응시켜 겔을 형성하는 단계 및
- [0176] (c) 상기 단계에서 얻은 겔을 건조시키는 단계를 포함한다.
- [0177] 단계 (a) 내지 (c)의 바람직한 실시양태는 하기에서 상세하게 기재될 것이다.
- [0178] 단계 (a)
- [0179] 본 발명에 의하면, 조성물(A) 및 용매(B)를 포함하는 혼합물은 단계 (a)에서 제공된다.
- [0180] 조성물(A)의 성분, 예를 들면 성분(a1) 및 (a2)는 바람직하게는 서로 별도로 각각 용매(B)의 적절한 부분 양으로 제공된다. 별도 제공은 겔화 반응이 혼합 이전에 및 도중에 최적으로 모니터링 또는 제어될 수 있게 된다.
- [0181] 성분(a0) 또는 조성물 (CS), 임의로 (am), (a3) 및 (a4)는 특히 바람직하게는 성분(a2)와의 혼합물로서, 즉 성분(a1)과는 별도로 제공된다.
- [0182] 단계 (a)에서 제공된 혼합물 또는 혼합물들은 또한 추가의 성분으로서 당업자에게 공지된 통상의 보조제를 포함할 수 있다. 예를 들면 계면활성 물질, 난연제, 핵화제, 유백제, 산화 안정화제, 윤활제 및 이형제, 염료 및 안

료, 예를 들면 가수분해, 빛, 열 또는 변색에 대한 안정화제, 무기 및/또는 유기 충전제, 보강 물질 및 살생물제를 들 수 있다.

[0183] 전문한 보조제 및 첨가제에 관한 추가의 정보는 전문 문헌, 예를 들면 문헌[*Plastics Additive Handbook*, 5th edition, H. Zweifel, ed. Hanser Publishers, Munich, 2001]에서 찾아볼 수 있다.

[0184] 단계 (b)

[0185] 본 발명에 의하면, 조성물(A)의 성분의 반응은 용매(B)의 존재하에서 실시되어 단계 (b)에서 겔을 형성한다. 반응을 실시하기 위하여, 단계 (a)에서 제공된 성분의 균질한 혼합물이 우선 생성되어야 한다.

[0186] 단계 (a)에서 제공된 성분의 제공은 통상의 방식으로 실시될 수 있다. 바람직하게는 우수한 및 신속한 혼합을 달성하기 위하여 교반기 또는 또 다른 혼합 디바이스가 사용된다. 혼합 부족을 피하기 위하여 겔화 반응이 겔의 적어도 부분적 형성을 초래하는 동안의 시간에 관하여 균질한 혼합물을 생성하는데 필요한 시간은 짧아야 한다. 기타 혼합 조건은 일반적으로 중요하지는 않으며; 예를 들면 혼합은 0 내지 100°C 및 0.1 내지 10 bar(절대)에서, 특히 예를 들면 실온 및 대기압에서 실시될 수 있다. 균질한 혼합물이 생성된 후, 혼합 장치를 끄는 것이 바람직하다.

[0187] 겔화 반응은 중첨가 반응, 특히 이소시아네이트 기 및 아미노 기의 중첨가이다.

[0188] 본 발명을 위하여, 겔은 액체와 접촉하여 존재하는 중합체에 기초한 가교계(솔보겔 또는 라오겔로서 또는 액체로서 물을 갖는 것: 아쿠아겔 또는 히드로겔로서 공지됨)이다. 여기서, 중합체 상은 연속 3차원 망상조직을 형성한다.

[0189] 본 발명의 방법의 단계 (b)에서, 겔은 일반적으로 휴지하도록, 예를 들면 혼합물이 존재하는 용기, 반응 용기 또는 반응기(이하, 겔화 장치로서 지칭함)를 단순히 방지되도록 하여 형성된다. 혼합물은 바람직하게는 겔화(겔 형성) 중에 더 이상 교반 또는 혼합되지 않는데, 이는 겔 형성을 방해하기 때문이다. 겔화 중에 혼합물을 피복하거나 또는 겔화 장치를 닫는 것이 이로운 것으로 밝혀졌다.

[0190] 겔화는 당업자에게 그 자체로서 공지되어 있으며, 예를 들면 WO 2009/027310의 제21면 제19행 내지 제23면 제13행에 기재되어 있다.

[0191] 단계 (c)

[0192] 본 발명에 의하면, 이전 단계에서 얻은 겔을 단계 (c)에서 건조시킨다.

[0193] 초임계 조건 하에서의 건조는 원칙적으로 바람직하게는 CO₂ 또는, 초임계 건조에 적절한 기타 용매에 의한 용매의 대체 후 가능하다. 그러한 건조는 당업자에게 그 자체로서 공지되어 있다. 초임계 조건은 CO₂ 또는, 겔화 용매의 제거에 사용된 임의의 용매가 초임계 상태로 존재하는 온도 및 압력을 특징으로 한다. 그러한 방식으로, 용매의 제거에 대한 겔 바디의 수축이 감소될 수 있다.

[0194] 그러나, 단순 공정 조건에 관하여, 겔 중에 포함된 액체의 임계 온도 및 임계 압력 미만의 온도 및 압력에서 겔 중에 포함된 액체를 기체 상태로의 전환에 의하여 얻은 겔을 건조시키는 것이 바람직하다.

[0195] 얻은 겔의 건조는 바람직하게는 용매(B)의 임계 온도 및 임계 압력 미만의 온도 및 압력에서 용매(B)를 기체 상태로 전환시켜 실시된다. 따라서, 건조는 바람직하게는 추가의 용매에 의한 사전 대체 없이 반응 중에 존재하는 용매(B)를 제거하여 실시된다.

[0196] 그러한 방법은 마찬가지로 당업자에게 공지되어 있으며, WO 2009/027310의 제26면 제22행 내지 제28면 제36행에 기재되어 있다.

[0197] 추가의 실시양태에 의하면, 본 발명은 단계 c)에 따른 건조가, 겔 중에 포함된 액체의 임계 온도 및 임계 압력 미만의 온도 및 압력에서 겔 중에 포함된 액체를 기체 상태로 전환시켜 실시되는 상기 개시된 바와 같은 다공성 물질의 제조 방법에 관한 것이다.

[0198] 추가의 실시양태에 의하면, 본 발명은 단계 c)에 따른 건조가 초임계 조건 하에서 실시되는 상기 개시된 바와 같은 다공성 물질의 제조 방법에 관한 것이다.

[0199] 다공성 물질의 성질 및 용도

[0200] 본 발명은 추가로 본 발명의 방법에 의하여 얻을 수 있는 다공성 물질을 제공한다. 에어로겔은 본 발명을 위한

다공성 물질로서 바람직하며, 즉 본 발명에 의하여 얻을 수 있는 다공성 물질은 바람직하게는 에어로겔이다.

- [0201] 게다가, 본 발명은 상기 개시된 바와 같은 다공성 물질의 제조 방법에 의하여 얻거나 또는 얻을 수 있는 다공성 물질에 관한 것이다. 특히 본 발명은 단계 c)에 따른 건조가 초임계 조건 하에서 실시되는 상기 개시된 바와 같은 다공성 물질의 제조 방법에 의하여 얻거나 또는 얻을 수 있는 다공성 물질에 관한 것이다.
- [0202] 평균 공극 직경은 주사 전자 현미경 및, 공극의 통계적 유의성 개수를 사용하는 후속 화상 분석에 의하여 결정된다. 해당 방법은 당업자에게 공지되어 있다.
- [0203] 다공성 물질의 부피 평균 공극 직경은 바람직하게는 4 미크론 이하이다. 다공성 물질의 부피 평균 공극 직경은 특히 바람직하게는 3 미크론 이하, 매우 특히 바람직하게는 2 미크론 이하, 특히 1 미크론 이하이다.
- [0204] 낮은 열 전도율의 관점에서, 제조의 관점에서 및 충분히 기계적으로 안정한 다공성 물질을 얻기 위하여, 높은 다공도와 조합된 매우 작은 공극 크기가 바람직하기는 하나, 부피 평균 공극 직경에 대한 실제적인 하한이 존재한다. 일반적으로, 부피 평균 공극 직경은 20 nm 이상, 바람직하게는 50 nm 이상이다.
- [0205] 본 발명에 의하여 얻을 수 있는 다공성 물질은 바람직하게는 70 부피% 이상, 특히 70 내지 99 부피%, 특히 바람직하게는 80 부피% 이상, 매우 특히 바람직하게는 85 부피% 이상, 특히 85 내지 95 부피%의 다공도를 갖는다. 부피%의 다공도는 다공성 물질의 총 부피의 명시된 비율이 공극을 포함한다는 것을 의미한다. 매우 높은 다공도가 일반적으로 최소 열 전도율의 관점에서 바람직하기는 하나, 다공성 물질의 기계적 성질 및 가공성에 의하여 다공도에 상한을 부과한다.
- [0206] 조성물(A)의 성분, 예를 들면 성분(a0) 내지 (a3) 및 임의로 (am) 및 (a4)는 촉매가 혼입될 수 있다면 본 발명에 의하여 얻을 수 있는 다공성 물질 중에서 반응성(중합체) 형태로 존재한다. 본 발명에 의한 조성물로 인하여, 단량체 빌딩 블록(a1) 및 (a2)는 다공성 물질 중에서 우레아 결합에 의하여 및/또는 이소시아나이드 결합에 의하여 주로 결합되며, 이소시아나이드 기는 단량체 빌딩 블록(a1)의 이소시아나이드 기의 삼량체화에 의하여 형성된다. 다공성 물질이 추가의 성분을 포함할 경우, 추가의 가능한 결합은 예를 들면 이소시아나이드 기와 알코올 또는 페놀의 반응에 의하여 형성된 우레탄 기이다.
- [0207] 다공성 물질 중의 단량체 빌딩 블록의 결합의 몰%의 결정은 고체 중의 또는 팽창된 상태에서의 NMR 분광학(핵자기 공명)에 의하여 실시된다. 적절한 측정 방법은 당업자에게 공지되어 있다.
- [0208] 본 발명에 의하여 얻을 수 있는 다공성 물질의 밀도는 일반적으로 20 내지 600 g/l, 바람직하게는 50 내지 500 g/l, 특히 바람직하게는 70 내지 200 g/l이다.
- [0209] 본 발명의 방법은 중합체 분말 또는 입자만이 아니라 응집성(coherent) 다공성 물질을 제공한다. 여기서, 생성된 다공성 물질의 3차원 형상은 겔화 장치의 형상에 의하여 결정되는 겔의 형상에 의하여 결정된다. 그래서, 예를 들면 원통형 겔화 용기는 일반적으로 대략 원통형 겔을 산출하며, 그 후 건조되어 원통형 형상을 갖는 다공성 물질을 산출한다.
- [0210] 본 발명에 의하여 얻을 수 있는 다공성 물질은 높은 기계적 안정성과 조합된 낮은 열 전도율, 높은 다공도 및 낮은 밀도를 갖는다. 게다가, 다공성 물질은 작은 평균 공극 크기를 갖는다. 전술한 성질의 조합은 특히 빌딩 소재로서 환기된 상태로의 적용을 위한 단일 분야에서 상기 물질이 절연 물질로서 사용되도록 한다.
- [0211] 본 발명에 의하여 얻을 수 있는 다공성 물질은 이로운 열 성질 및 또한 추가의 이로운 성질, 예컨대 단순 가공성 및 높은 기계적 안정성, 예를 들면 낮은 취성을 갖는다.
- [0212] 당업계에 공지된 물질과 비교하여, 본 발명에 의한 다공성 물질은 감소된 밀도 및 개선된 압축 강도를 갖는다.
- [0213] 본 발명은 또한 상기 개시된 바와 같은 다공성 물질 또는 단열재로서 또는 진공 절연 패널을 위한 상기 개시된 바와 같은 방법에 의하여 얻거나 또는 얻을 수 있는 다공성 물질의 용도에 관한 것이다. 단열재는 예를 들면 빌딩의 내부 또는 외부에서 절연에 사용되는 절연 물질이다. 본 발명에 의한 다공성 물질은 단열 시스템, 예컨대 복합 물질에 이롭게 사용될 수 있다.
- [0214] 추가의 실시양태에 의하면, 본 발명은 다공성 물질이 실내 또는 실외 단열 시스템에 사용되는 상기 개시된 바와 같은 다공성 물질의 용도에 관한 것이다. 추가의 실시양태에 의하면, 본 발명은 또한 다공성 물질이 물 탱크 또는 제빙기 단열 시스템에 사용되는 상기 개시된 바와 같은 다공성 물질의 용도에 관한 것이다.
- [0215] 본 발명은 본원에 정의된 각각의 상호의존성에 의하여 나타낸 바와 같은 실시양태의 특정한 조합을 포함하는 하

기 실시양태를 포함한다.

1. a) (i) 유기 겔을 형성하기에 적절한 성분을 포함하는 조성물(A) 및

(ii) 용매(B)를 포함하는 혼합물(I)을 제공하는 단계;

b) 조성물(A) 중의 성분들을 용매(B)의 존재하에서 반응시켜 겔을 형성하는 단계 및

c) 단계 b)에서 얻은 겔을 건조시키는 단계를 적어도 포함하며, 여기서

조성물(A)가

- 포화 또는 불포화 모노카르복실산의 알칼리 금속 및 알칼리 토금속, 암모늄, 이온성 액체 염으로 이루어진 군으로부터 선택된 촉매 성분(C1) 및

- 촉매 성분(C2)로서 카르복실산을 포함하는 촉매계(CS)를 포함하는, 다공성 물질의 제조 방법.

2. 촉매 성분(C1)이 2 내지 8개의 탄소 원자를 갖는 포화 또는 불포화 모노카르복실산의 알칼리 금속 및 알칼리 토금속, 암모늄, 이온성 액체 염으로 이루어진 군으로부터 선택되는 실시양태 1에 의한 방법.

3. 촉매 성분(C2)가 2 내지 12개의 탄소 원자를 갖는 포화 또는 불포화 모노카르복실산의 군으로부터 선택되는 실시양태 1 또는 2에 의한 방법.

4. 촉매 성분(C1)이 2 내지 8개의 탄소 원자를 갖는 포화 또는 불포화 모노카르복실산의 알칼리 금속 및 알칼리 토금속 염으로 이루어진 군으로부터 선택되며, 촉매 성분(C2)가 2 내지 12개의 탄소 원자를 갖는 포화 또는 불포화 모노카르복실산의 군으로부터 선택되는 실시양태 1에 의한 방법.

5. 촉매계(CS)가 조성물(A) 중에서 조성물(A)의 총 중량을 기준으로 하여 0.1 내지 30 중량% 범위 내의 양으로 존재하는 실시양태 1 또는 2에 의한 방법.

6. 촉매계(CS)가 촉매 성분(C1) 및 (C2)를 1:10 내지 10:1 범위 내의 비로 포함하는 실시양태 4 또는 5에 의한 방법.

7. 조성물(A)가 하나 이상의 모노올(am)을 포함하는 임의의 실시양태 1 내지 6에 의한 방법.

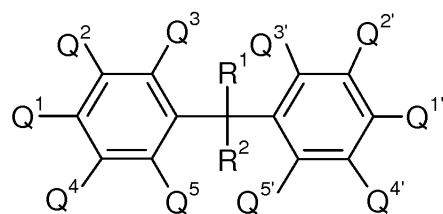
8. 조성물(A)가 하나 이상의 다작용성 이소시아네이트를 성분(a1)로서 포함하는 임의의 실시양태 1 내지 7에 의한 방법.

9. 조성물(A)가 하나 이상의 다작용성 이소시아네이트를 성분(a1)로서 및 하나 이상의 방향족 아민을 성분(a2)로서 포함하며, 물을 성분(a3)으로서 임의로 포함하며, 하나 이상의 추가의 촉매를 성분(a4)로서 임의로 포함하는 임의의 실시양태 1 내지 8에 의한 방법.

10. 하나 이상의 방향족 아민이 다작용성 방향족 아민인 실시양태 9에 의한 방법.

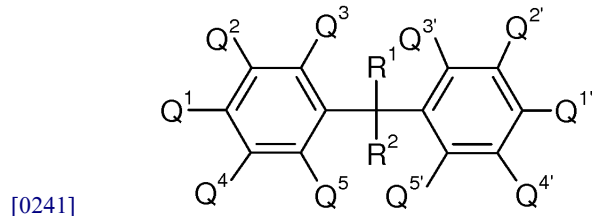
11. 하나 이상의 방향족 아민(a2)가 하기 화학식 (I)을 갖는 실시양태 9 또는 10에 의한 방법:

<화학식 (I)>



상기 식에서, R¹ 및 R²는 동일하거나 또는 상이할 수 있으며, 각각 수소 및, 1 내지 6개의 탄소 원자를 갖는 선형 또는 분지형 알킬 기로부터 독립적으로 선택되며, 모든 치환기 Q¹ 내지 Q⁵ 및 Q^{1'} 내지 Q^{5'}는 동일하거나 또는 상이하며, 각각 수소, 1급 아미노 기 및 1 내지 12개의 탄소 원자를 갖는 선형 또는 분지형 알킬 기로부터 독립적으로 선택되며, 여기서 알킬 기는 추가의 작용기를 지닐 수 있으나, 단 화학식 (I)을 갖는 화합물은 2개 이상의 1급 아미노 기를 포함하며, 여기서 Q¹, Q³ 및 Q⁵ 중 하나 이상이 1급 아미노 기이며, Q^{1'}, Q^{3'} 및 Q^{5'} 중 하나 이상이 1급 아미노 기이다.

- [0236] 12. 조성물(A)가 각각의 경우에서 성분(a0) 내지 (a4)의 총 중량을 기준으로 하여
- [0237] (a0) 0.1 내지 30 중량%의 촉매계(CS),
- [0238] (a1) 25 내지 94.9 중량%의 하나 이상의 다작용성 이소시아네이트 및
- [0239] (a2) 0.1 내지 30 중량%의 하기 화학식 (I)을 갖는 하나 이상의 다작용성 방향족 아민:
- [0240] <화학식 (I)>



[0242] 상기 식에서, R¹ 및 R²는 동일하거나 또는 상이할 수 있으며, 각각 수소 및, 1 내지 6개의 탄소 원자를 갖는 선형 또는 분지형 알킬 기로부터 독립적으로 선택되며, 모든 치환기 Q¹ 내지 Q⁵ 및 Q^{1'} 내지 Q^{5'}는 동일하거나 또는 상이하며, 각각 수소, 1급 아미노 기 및 1 내지 12개의 탄소 원자를 갖는 선형 또는 분지형 알킬 기로부터 독립적으로 선택되며, 여기서 알킬 기는 추가의 작용기를 지닐 수 있으나, 단 화학식 (I)을 갖는 화합물은 2개 이상의 1급 아미노 기를 포함하며, 여기서 Q¹, Q³ 및 Q⁵ 중 하나 이상이 1급 아미노 기이며, Q^{1'}, Q^{3'} 및 Q^{5'} 중 하나 이상이 1급 아미노 기임,

- [0243] (a3) 0 내지 15 중량%의 물 및
- [0244] (a4) 0 내지 29.9 중량%의 하나 이상의 추가의 촉매를 포함하며,
- [0245] 여기서 성분(a0) 내지 (a4)의 중량%는 100 중량%까지 첨가되며, 여기서 성분(a0) 및 (a4)의 합은 성분(a0) 내지 (a4)의 총 중량을 기준으로 하여 0.1 내지 30 중량% 범위 내인 임의의 실시양태 1 내지 11에 의한 방법.

[0246] 13. 아민 성분(a2)가 3,3',5,5'-테트라알킬-4,4'-디아미노디페닐메탄, 3,3',5,5'-테트라알킬-2,2'-디아미노디페닐메탄 및 3,3',5,5'-테트라알킬-2,4'-디아미노디페닐메탄으로 이루어진 군으로부터 선택된 하나 이상의 화합물을 포함하며, 여기서 3,3',5 및 5' 위치에서의 알킬 기는 동일하거나 또는 상이할 수 있으며, 1 내지 12개의 탄소 원자를 가지며, 추가의 작용기를 가질 수 있는 선형 또는 분지형 알킬 기로부터 독립적으로 선택되는 임의의 실시양태 9 내지 12에 의한 방법.

[0247] 14. 성분(a4)가 삼량체화를 촉매화하여 이소시아누레이트 기를 형성하는 임의의 실시양태 8 내지 13에 의한 방법.

[0248] 15. 성분(a4)가 하나 이상의 3급 아미노 기를 포함하는 임의의 실시양태 9 내지 14에 의한 방법.

[0249] 16. 물을 사용하지 않는 임의의 실시양태 1 내지 15에 의한 방법.

[0250] 17. 단계 c)에 따른 건조가 겔 중에 포함된 액체의 임계 온도 및 임계 압력 미만의 온도 및 압력에서 겔 중에 포함된 액체를 기체 상태로 전환시켜 실시되는 임의의 실시양태 1 내지 16에 의한 방법.

[0251] 18. 단계 c)에 따른 건조가 초임계 조건 하에서 실시되는 임의의 실시양태 1 내지 16에 의한 방법.

[0252] 19. 임의의 실시양태 1 내지 18에 의한 방법에 의하여 얻거나 또는 얻을 수 있는 다공성 물질.

[0253] 20. 단열재로서 또는 진공 절연 패널을 위한 실시양태 19에 의한 다공성 물질 또는 임의의 실시양태 1 내지 18에 의한 방법에 의하여 얻거나 또는 얻을 수 있는 다공성 물질의 용도.

[0254] 21. 다공성 물질이 실내 또는 실외 단열 시스템에 사용되는 실시양태 20에 의한 용도.

[0255] 22. 다공성 물질이 물 탱크 또는 제빙기 단열 시스템에 사용되는 실시양태 20에 의한 용도.

[0256] 본 발명을 예시하기 위하여 실시예를 하기에서 사용할 것이다.

[0257] 실시예

- [0258] 1. 방법
- [0259] 1.1 열 전도율의 측정
- [0260] 열 전도율은 DIN EN 12667에 따라 헤스토(Hesto)로부터의 열류계(람다 콘트롤(Lambda Control)A50)를 사용하여 측정하였다.
- [0261] 1.2 초임계 이산화탄소를 사용한 용매 추출
- [0262] 1개 또는 수개의 겔 모노리스를 25 ℓ 부피의 오토클레이브 내의 샘플 트레이에 두었다. 초임계 이산화탄소(scCO₂)로 충전시킨 후, scCO₂를 오토클레이브를 통하여 24 시간 동안 (20 kg/h) 흘러보내어 겔화 용매를 제거(건조)하였다. 이산화탄소를 초임계 상태로 유지하기 위하여 공정 압력은 120 및 130 bar 사이에서 및 공정 온도는 45℃에서 유지하였다.
- [0263] 공정의 중반에, 시스템을 45℃의 온도에서 유지하면서 압력을 정상의 대기압으로 제어된 방식으로 감소시켰다. 오토클레이브를 열고, 얻은 다공성 모노리스를 제거하였다.
- [0264] 1.3 압축 강도 및 E 탄성률의 측정
- [0265] 압축 강도 및 탄성률은 DIN 53421에 따라 10% 변형율로 측정하였다.
- [0266] 2. 물질
- [0267] 성분 a1: ASTM D-5155-96 A에 따라 100 g당 30.9 g의 NCO 함유량, 약 3의 작용가 및 DIN 53018에 따른 25℃에서의 2,100 mPa·s의 점도를 갖는 올리고머성 MDI (루프라나트 M200)(이하 "M200")
- [0268] 성분 a2: 3,3',5,5'-테트라에틸-4,4'디아미노디페닐메탄(이하 "MDEA")
- [0269] 촉매: 댁코(Dabco) K15 (디에틸렌 글리콜 중에 용해된 칼륨 에틸헥사노에이트(85%))
- [0270] 모노에틸렌 글리콜 중에 용해된 소르브산칼륨(20%)
- [0271] 테트라에틸렌 글리콜 중에 용해된 아세트산칼륨(20%)
- [0272] 모노에틸렌 글리콜 중에 용해된 벤조산칼륨(20%)
- [0273] 부틸디에탄올아민
- [0274] 카르복실산: 프로피온산
- [0275] 아세트산
- [0276] 3. 실시예
- [0277] 모든 실시예에 대한 열 전도율 값은 하기 표 1에 제시한다. 게다가, 압축 강도 및 밀도에 관한 데이터는 수개의 실시예에 포함된다.
- [0278] 3.1 실시예 1(비교용)
- [0279] 폴리프로필렌 용기 내에서, 48 g M200을 220 g MEK 중에서 20℃에서 교반하여 맑은 용액을 얻었다. 유사하게, 8 g MDEA, 1 g K소르베이트 용액을 220 g MEK 중에 용해시켜 제2의 용액을 얻었다. 한 용액을 다른 용액에 부어서 용액을 직사각형 용기(20×20 cm×5 cm 높이) 내에서 합하여 저 점도의 균질한 혼합물을 얻었다. 용기를 뚜껑으로 닫고, 혼합물을 실온에서 24 시간 동안 겔화시켰다. 생성된 모노리식 겔 슬라브를 25 ℓ 오토클레이브 내에서 scCO₂를 사용한 용매 추출을 통하여 건조시켜 다공성 물질을 얻었다.
- [0280] 압축 강도는 DIN 53421에 따라 10% 변형율로 측정하였다.
- [0281] 탄성률은 6.68 N/mm²이었다.
- [0282] 3.2 실시예 2
- [0283] 폴리프로필렌 용기 내에서, 48 g M200을 220 g MEK 중에서 20℃에서 교반하여 맑은 용액을 얻었다. 유사하게, 8 g MDEA, 1 g K소르베이트 용액 및 0.8 g 아세트산을 220 g MEK 중에 용해시켜 제2의 용액을 얻었다. 한 용액을 다른 용액에 부어서 용액을 직사각형 용기(20×20 cm×5 cm 높이) 내에서 합하여 저 점도의 균질한 혼합물을 얻었다. 용기를 뚜껑으로 닫고, 혼합물을 실온에서 24 시간 동안 겔화시켰다. 생성된 모노리식 겔 슬라브를 25 ℓ

오토클레이브 내에서 scCO_2 를 사용한 용매 추출을 통하여 건조시켜 다공성 물질을 얻었다.

- [0284] 압축 강도는 DIN 53421에 따라 10% 변형율로 측정하였다.
- [0285] 탄성률은 9.56 N/mm²이었다.
- [0286] 3.3 실시예 3(비교용)
- [0287] 폴리프로필렌 용기 내에서, 48 g M200을 220 g MEK 중에서 20℃에서 교반하여 맑은 용액을 얻었다. 유사하게, 8 g MDEA, 1 g K소르베이트 용액 및 6 g 부탄올을 220 g MEK 중에 용해시켜 제2의 용액을 얻었다. 한 용액을 다른 용액에 부어서 용액을 직사각형 용기(20×20 cm×5 cm 높이) 내에서 합하여 저 점도의 균질한 혼합물을 얻었다. 용기를 뚜껑으로 닫고, 혼합물을 실온에서 24 시간 동안 겔화시켰다. 생성된 모노리식 겔 슬라브를 25 ℓ 오토클레이브 내에서 scCO_2 를 사용한 용매 추출을 통하여 건조시켜 다공성 물질을 얻었다.
- [0288] 압축 강도는 DIN 53421에 따라 10% 변형율로 측정하였다.
- [0289] 탄성률은 8.32 N/mm²이었다.
- [0290] 3.4 실시예 4
- [0291] 폴리프로필렌 용기 내에서, 48 g M200을 220 g MEK 중에서 20℃에서 교반하여 맑은 용액을 얻었다. 유사하게, 8 g MDEA, 1 g K소르베이트 용액, 6 g 부탄올 및 1 g 프로피온산을 220 g MEK 중에 용해시켜 제2의 용액을 얻었다. 한 용액을 다른 용액에 부어서 용액을 직사각형 용기(20×20 cm×5 cm 높이) 내에서 합하여 저 점도의 균질한 혼합물을 얻었다. 용기를 뚜껑으로 닫고, 혼합물을 실온에서 24 시간 동안 겔화시켰다. 생성된 모노리식 겔 슬라브를 25 ℓ 오토클레이브 내에서 scCO_2 를 사용한 용매 추출을 통하여 건조시켜 다공성 물질을 얻었다.
- [0292] 압축 강도는 DIN 53421에 따라 10% 변형율로 측정하였다.
- [0293] 탄성률은 8.55 N/mm²이었다.
- [0294] 3.5 실시예 5
- [0295] 폴리프로필렌 용기 내에서, 48 g M200을 220 g MEK 중에서 20℃에서 교반하여 맑은 용액을 얻었다. 유사하게, 8 g MDEA, 1 g K소르베이트 용액, 4 g BDeoA, 6 g 부탄올 및 1 g 프로피온산을 220 g MEK 중에 용해시켜 제2의 용액을 얻었다. 한 용액을 다른 용액에 부어서 용액을 직사각형 용기(20×20 cm×5 cm 높이) 내에서 합하여 저 점도의 균질한 혼합물을 얻었다. 용기를 뚜껑으로 닫고, 혼합물을 실온에서 24 시간 동안 겔화시켰다. 생성된 모노리식 겔 슬라브를 25 ℓ 오토클레이브 내에서 scCO_2 를 사용한 용매 추출을 통하여 건조시켜 다공성 물질을 얻었다.
- [0296] 압축 강도는 DIN 53421에 따라 10% 변형율로 측정하였다.
- [0297] 탄성률은 14.52 N/mm²이었다.
- [0298] 3.6 실시예 6(비교용)
- [0299] 폴리프로필렌 용기 내에서, 48 g M200을 220 g MEK 중에서 20℃에서 교반하여 맑은 용액을 얻었다. 유사하게, 8 g MDEA, 4 g K아세테이트 용액 및 4 g 물을 220 g MEK 중에 용해시켜 제2의 용액을 얻었다. 한 용액을 다른 용액에 부어서 용액을 직사각형 용기(20×20 cm×5 cm 높이) 내에서 합하고, 용해되지 않은 입자를 침전시켰다.
- [0300] 3.7 실시예 7
- [0301] 폴리프로필렌 용기 내에서, 48 g M200을 220 g MEK 중에서 20℃에서 교반하여 맑은 용액을 얻었다. 유사하게, 8 g MDEA, 4 g K아세테이트 용액 및 4 g 물 및 1 g 아세트산을 220 g MEK 중에 용해시켜 제2의 용액을 얻었다. 한 용액을 다른 용액에 부어서 용액을 직사각형 용기(20×20 cm×5 cm 높이) 내에서 합하여 저 점도의 균질한 혼합물을 얻었다. 용기를 뚜껑으로 닫고, 혼합물을 실온에서 24 시간 동안 겔화시켰다. 생성된 모노리식 겔 슬라브를 25 ℓ 오토클레이브 내에서 scCO_2 를 사용한 용매 추출을 통하여 건조시켜 다공성 물질을 얻었다.
- [0302] 압축 강도는 DIN 53421에 따라 10% 변형율로 측정하였다.
- [0303] 탄성률은 13.59 N/mm²이었다.

- [0304] 3.8 실시예 8
- [0305] 폴리프로필렌 용기 내에서, 48 g M200을 220 g MEK 중에서 20℃에서 교반하여 맑은 용액을 얻었다. 유사하게, 8 g MDEA, 1 g K아세테이트 용액 및 1 g 아세트산을 220 g MEK 중에 용해시켜 제2의 용액을 얻었다. 한 용액을 다른 용액에 부어서 용액을 직사각형 용기(20×20 cm×5 cm 높이) 내에서 합하여 저 점도의 균질한 혼합물을 얻었다. 용기를 뚜껑으로 닫고, 혼합물을 실온에서 24 시간 동안 겔화시켰다. 생성된 모노리식 겔 슬라브를 25 ℓ 오토클레이브 내에서 scCO₂를 사용한 용매 추출을 통하여 건조시켜 다공성 물질을 얻었다.
- [0306] 압축 강도는 DIN 53421에 따라 10% 변형율로 측정하였다.
- [0307] 탄성률은 13.80 N/mm²이었다.
- [0308] 3.9 실시예 9(비교용)
- [0309] 폴리프로필렌 용기 내에서, 48 g M200을 220 g MEK 중에서 20℃에서 교반하여 맑은 용액을 얻었다. 유사하게, 8 g MDEA, 1 g K15를 220 g MEK 중에 용해시켜 제2의 용액을 얻었다. 한 용액을 다른 용액에 부어서 용액을 직사각형 용기(20×20 cm×5 cm 높이) 내에서 합하여 저 점도의 균질한 혼합물을 얻었다. 용기를 뚜껑으로 닫고, 혼합물을 실온에서 24 시간 동안 겔화시켰다. 생성된 모노리식 겔 슬라브를 취급시 부순 후, 차후에는 초임계 건조시키지 않았다.
- [0310] 3.10 실시예 10
- [0311] 폴리프로필렌 용기 내에서, 48 g M200을 220 g MEK 중에서 20℃에서 교반하여 맑은 용액을 얻었다. 유사하게, 8 g MDEA, 1 g K15 및 1 g 프로피온산을 220 g MEK 중에 용해시켜 제2의 용액을 얻었다. 한 용액을 다른 용액에 부어서 용액을 직사각형 용기(20×20 cm×5 cm 높이) 내에서 합하여 저 점도의 균질한 혼합물을 얻었다. 용기를 뚜껑으로 닫고, 혼합물을 실온에서 24 시간 동안 겔화시켰다. 생성된 모노리식 겔 슬라브를 25 ℓ 오토클레이브 내에서 scCO₂를 사용한 용매 추출을 통하여 건조시켜 다공성 물질을 얻었다.
- [0312] 압축 강도는 DIN EN ISO 844에 따라 6.6% 변형율로 측정하였다.
- [0313] 탄성률은 16.52 N/mm²이었다.
- [0314] 3.11 실시예 11(비교용)
- [0315] 폴리프로필렌 용기 내에서, 48 g M200을 220 g MEK 중에서 20℃에서 교반하여 맑은 용액을 얻었다. 유사하게, 8 g MDEA, 4 g K벤조에이트 용액을 220 g MEK 중에 용해시켜 제2의 용액을 얻었다. 한 용액을 다른 용액에 부어서 용액을 직사각형 용기(20×20 cm×5 cm 높이) 내에서 합하여 저 점도의 균질한 혼합물을 얻었다. 용기를 뚜껑으로 닫고, 혼합물을 실온에서 24 시간 동안 겔화시켰다. 생성된 모노리식 겔 슬라브를 25 ℓ 오토클레이브 내에서 scCO₂를 사용한 용매 추출을 통하여 건조시켜 다공성 물질을 얻었다.
- [0316] 압축 강도는 DIN EN ISO 844에 따라 5.7% 변형율로 측정하였다.
- [0317] 탄성률은 16.63 N/mm²이었다.
- [0318] 3.12 실시예 12
- [0319] 폴리프로필렌 용기 내에서, 48 g M200을 220 g MEK 중에서 20℃에서 교반하여 맑은 용액을 얻었다. 유사하게, 8 g MDEA, 4 g K벤조에이트 용액 및 1 g 아세트산을 220 g MEK 중에 용해시켜 제2의 용액을 얻었다. 한 용액을 다른 용액에 부어서 용액을 직사각형 용기(20×20 cm×5 cm 높이) 내에서 합하여 저 점도의 균질한 혼합물을 얻었다. 용기를 뚜껑으로 닫고, 혼합물을 실온에서 24 시간 동안 겔화시켰다. 생성된 모노리식 겔 슬라브를 25 ℓ 오토클레이브 내에서 scCO₂를 사용한 용매 추출을 통하여 건조시켜 다공성 물질을 얻었다.
- [0320] 압축 강도는 DIN EN ISO 844에 따라 6.3% 변형율로 측정하였다.
- [0321] 탄성률은 12.52 N/mm²이었다.
- [0322] 3.13 실시예 13
- [0323] 폴리프로필렌 용기 내에서, 48 g M200을 220 g MEK 중에서 20℃에서 교반하여 맑은 용액을 얻었다. 유사하게, 8 g MDEA, 4 g K벤조에이트 용액 및 1 g 프로피온산을 220 g MEK 중에 용해시켜 제2의 용액을 얻었다. 한 용액을 다른 용액에 부어서 용액을 직사각형 용기(20×20 cm×5 cm 높이) 내에서 합하여 저 점도의 균질한 혼합물을 얻

었다. 용기를 뚜껑으로 닫고, 혼합물을 실온에서 24 시간 동안 겔화시켰다. 생성된 모노리식 겔 슬라브를 25 l 오토클레이브 내에서 scCO₂를 사용한 용매 추출을 통하여 건조시켜 다공성 물질을 얻었다.

[0324] 압축 강도는 DIN EN ISO 844에 따라 6.0% 변형율로 측정하였다.

[0325] 탄성률은 12.75 N/mm²이었다.

[0326] 4. 결과

[표 1] 결과

| | 밀도 [kg/m ³] | 열 전도도 [mW/m ² *K] (p=1 bar, T=10°C) | 압축 강도 [kPa] |
|---|----------------------------|--|----------------|
| 실시예 1 (비교용) (8g MDEA, 1g K 소르베이트 용액) | 105 | 18.9 | 338 |
| 실시예 2 (8g MDEA, 1g K 소르베이트 용액) + 아세트산 | 107 | 18.5 | 353 |
| 실시예 3 (비교용) 8g MDEA, 1g K 소르베이트 용액, 6g 부탄올) | 121 | 18.5 | 561 |
| 실시예 4 8g MDEA, 1g K 소르베이트 용액, 6g 부탄올 + 프로피온산) | 121 | 17.8 | 598 |
| 실시예 5 8g MDEA, 1g K 소르베이트 용액, 6g BDeoA + 프로피온산) | 130 | 17.9 | 635 |
| 실시예 6 (비교용) (8g MDEA, 4g K 아세테이트 용액, 물) | | 용해되지 않은 입자의 침전 | |
| 실시예 7 (8g MDEA, 1g K 아세테이트 용액, 물) + 아세트산 | 111 | 18.8 | 484 |
| 실시예 8 (8g MDEA, 1g K 아세테이트 용액) + 아세트산 | 117 | 18.2 | 571 |
| 실시예 9 (비교용) (8g MDEA, 1g K15,) | | 부서진 젖은 겔 | |
| 실시예 10 (8g MDEA, 1g K15) + 프로피온산 | 117 | 18.1 | 443 |
| 실시예 11 (8g MDEA, 4g K 벤조에이트 용액) | 123 | 18.5 | 538 |
| 실시예 12 (8g MDEA, 4g K 벤조에이트 용액) + 아세트산 | 121 | 18.0 | 477 |
| 실시예 13 (8g MDEA, 4g K 벤조에이트 용액) + 프로피온산 | 121 | 18.0 | 509 |

[0327]

[0328] 5. 약어

[0329] H₂O: 물

[0330] K15: 뎁코 K15(PUR 촉매)

[0331] K소르베이트 용액: 모노에틸렌 글리콜 중에 용해된 소르브산칼륨

[0332] K아세테이트 용액: 테트라에틸렌 글리콜 중에 용해된 아세트산칼륨

- [0333] K벤조에이트 용액: 모노에틸렌 글리콜 중에 용해된 벤조산칼륨
- [0334] M200: 루프라네이트(Lupranate) M200(폴리이소시아네이트)
- [0335] MEK: 메틸 에틸 케톤
- [0336] MDEA: 4,4'-메틸렌-비스(2,6-디에틸아닐린)