



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2018년05월21일
 (11) 등록번호 10-1844938
 (24) 등록일자 2018년03월28일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
 C04B 16/06 (2006.01) C04B 14/34 (2006.01)
 C04B 20/00 (2006.01) C04B 22/00 (2006.01)
 C04B 22/04 (2006.01) C04B 40/02 (2006.01)
 C04B 7/02 (2006.01)
 (52) CPC특허분류
 C04B 16/0633 (2013.01)
 C04B 14/34 (2013.01)
 (21) 출원번호 10-2016-0125848
 (22) 출원일자 2016년09월29일
 심사청구일자 2016년09월29일
 (56) 선행기술조사문헌
 KR101603757 B1*
 Yun-Ho La 외, Journal of the Korean Ceramic Society Vol. 52, No. 1, pp. 13~18, 2015.*
 JP2001262769 A*
 *는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자
 (주)에스와이씨
 충청남도 아산시 음봉면 음봉로 471-15
 한국세라믹기술원
 경상남도 진주시 소호로 101 (충무공동, 부속건물 세라믹소재종합지원센터)
 (72) 발명자
 강대구
 충청남도 천안시 서북구 쌍용17길 8 2동 904호 (쌍용동, 쌍용모란아파트)
 추용식
 경기도 광명시 디지털로 64 한신아파트 114동 1002호
 박재완
 경기도 파주시 산남로 161
 (74) 대리인
 정남진

전체 청구항 수 : 총 5 항

심사관 : 문영준

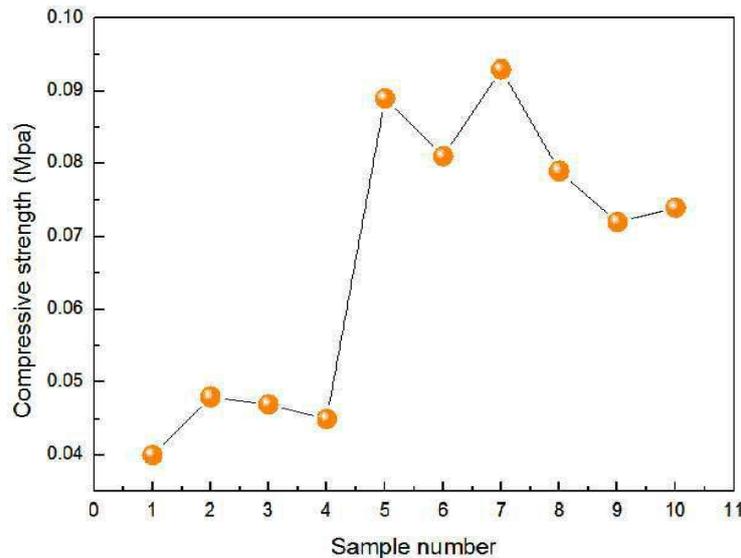
(54) 발명의 명칭 **폴리프로필렌 섬유 혼합 및 양생조건에 의해 강도 개선된 칼슘실리케이트계 무기단열소재 및 이의 제조 방법**

(57) 요약

본 발명은 폴리프로필렌 섬유 혼합 및 양생조건에 의해 강도 개선된 칼슘실리케이트계 무기단열소재 및 이의 제조 방법에 관한 것으로서, 더욱 상세하게는 단열 소재 제조시 PP 섬유를 혼합하여 비중 대비 압축강도를 증가시키고 시멘트의 양생과정을 조절하여 개선된 압축강도를 갖도록 하는 폴리프로필렌 섬유 혼합 및 양생조건에 의해

(뒷면에 계속)

대표도 - 도6



강도 개선된 칼슘실리케이트계 무기단열소재 및 이의 제조 방법에 관한 것이다.

본 발명의 폴리프로필렌 섬유 혼합 및 양생조건에 의해 강도 개선된 칼슘실리케이트계 무기단열소재의 제조 방법의 바람직한 일 실시예는 (a) 보통 포틀랜드 시멘트(OPC) 90wt%, 생석회 5wt%, 무수석고 5wt%로 이뤄지는 100wt%의 출발 원료를 준비하는 단계; (b) 혼합수 130wt%에 PP 섬유를 혼합하여 수화하는 단계; (c) 출발 원료에 알루미늄 분말을 외함로 0.6wt%, 화학혼화제를 외함로 0.06wt% 혼합하여 배합물을 조성하는 단계; (d) PP 섬유가 혼합된 혼합수를 상기 배합물에 섞어 슬러리를 제조하는 단계; 및 (e) 상기 슬러리를 온도 30℃, 습도 40%에서 양생 및 건조하여 경화체를 생성하는 단계;를 포함하여 이루어진다.

(52) CPC특허분류

C04B 20/006 (2013.01)

C04B 22/002 (2013.01)

C04B 22/04 (2013.01)

C04B 40/02 (2013.01)

C04B 7/02 (2013.01)

E04B 1/78 (2013.01)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 1425098313

부처명 중소기업청

연구관리전문기관 중소기업기술정보진흥원

연구사업명 중소기업상용화기술개발

연구과제명 유기단열재 대체를 위한 저가형 칼슘실리케이트계 단열소재 개발

기여율 1/1

주관기관 (주)에스와이씨

연구기간 2015.11.03 ~ 2016.11.02

명세서

청구범위

청구항 1

- (a) 보통 포틀랜드 시멘트(OPC) 90wt%, 생석회 5wt%, 무수석고 5wt%로 이뤄지는 100wt%의 출발 원료를 준비하는 단계;
- (b) 혼합수 130wt%에 직경은 21 μ m이고 길이는 3mm인 PP 섬유를 혼합하여 수화하는 단계;
- (c) 출발 원료에 알루미늄 분말을 외할로 0.6wt%, 화학혼화제를 외할로 0.06wt% 혼합하여 배합물을 조성하는 단계;
- (d) PP 섬유가 혼합된 혼합수를 상기 배합물에 섞어 슬러리를 제조하는 단계; 및
- (e) 상기 슬러리를 온도 30 $^{\circ}$ C, 습도 40%에서 7일 내지 20일 양생 및 건조하여 경화체를 생성하는 단계;를 포함하여 이루어지는 것을 특징으로 하는 폴리프로필렌 섬유 혼합 및 양생조건에 의해 강도 개선된 칼슘실리케이트계 무기단열소재의 제조 방법.

청구항 2

청구항 1에 있어서,

(b) 단계에서,

상기 혼합수에 혼합되는 PP 섬유의 양은 상기 출발 원료에 대해 0.5 ~ 0.7wt%인 것을 특징으로 하는 폴리프로필렌 섬유 혼합 및 양생조건에 의해 강도 개선된 칼슘실리케이트계 무기단열소재의 제조 방법.

청구항 3

삭제

청구항 4

삭제

청구항 5

보통 포틀랜드 시멘트(OPC) 90wt%, 생석회 5wt%, 무수석고 5wt%로 이뤄지는 100wt%의 출발 원료에, 알루미늄 분말을 외할로 0.6wt%, 화학혼화제를 외할로 0.06wt%, 직경은 21 μ m이고 길이는 3mm인 PP 섬유를 혼합하여 수화한 혼합수를 외할로 130wt% 혼합한 슬러리를 온도 30 $^{\circ}$ C, 습도 40%에서 7일 내지 20일 양생 및 건조하여 형성되는 것을 특징으로 하는 폴리프로필렌 섬유 혼합 및 양생조건에 의해 강도 개선된 칼슘실리케이트계 무기단열소재.

청구항 6

청구항 5에 있어서,

상기 혼합수에 혼합되는 PP 섬유의 양은 상기 출발 원료에 대해 0.5 ~ 0.7wt%인 것을 특징으로 하는 폴리프로필렌 섬유 혼합 및 양생조건에 의해 강도 개선된 칼슘실리케이트계 무기단열소재.

청구항 7

삭제

청구항 8

청구항 5에 있어서,

상기 무기단열소재의 압축 강도는 0.81 ~ 0.93MPa인 것을 특징으로 하는 폴리프로필렌 섬유 혼합 및 양생조건에

의해 강도 개선된 칼슘실리케이트계 무기단열소재.

청구항 9

삭제

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 폴리프로필렌 섬유 혼합 및 양생조건에 의해 강도 개선된 칼슘실리케이트계 무기단열소재 및 이의 제조 방법에 관한 것으로서, 더욱 상세하게는 단열 소재 제조시 PP 섬유를 혼합하여 비중 대비 압축강도를 증가시키고 시멘트의 양생과정을 조절하여 개선된 압축강도를 갖도록 하는 폴리프로필렌 섬유 혼합 및 양생조건에 의해 강도 개선된 칼슘실리케이트계 무기단열소재 및 이의 제조 방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 건축소재 중 단열소재는 인간이 생활하는 주거형 건축물에서 외부환경에 영향을 최소한으로 받게 하는 중요한 요소로, 크게 유기 단열소재와 무기 단열소재로 구분할 수 있으며, 유기소재로는 스티로폼, 우레탄폼 등이 있고, 무기소재로는 유리면 및 압면 등이 있다.

[0003] 국내에서는 가격이 저렴하고 단열성이 우수하기 때문에 유기 단열소재가 더 많이 사용되고 있는데, 인화성이 높기 때문에 화재 발생시 큰 피해를 초래할 수 있다. 이에 정부는 6층 이상 건축물의 단열소재를 준불연성 및 불연성 소재를 사용할 것을 명시하였으며, 따라서 저렴한 무기 단열소재의 개발이 시급한 실정이다.

[0004] 기존 무기단열소재 중 ALC(Autoclaved Lightweight Concrete)는 기포콘크리트를 수열합성과정을 통해 제작된 무기원료를 사용한 건축형 블록으로 시공성이 우수한 불연소재이나, 비중이 0.5g/cm³로 비교적 무겁고, 열전도율은 0.08W/mK로 단열성능도 일반 스티로폼(0.034W/mK)에 비해 많이 떨어진다.

[0005] 이에 반해, 칼슘실리케이트계 무기단열소재는 50~90%의 시멘트와 생석회, 무수석고 등을 혼합수와 혼입하여 제작하는 것으로, ALC와 달리 오토클레이브(Autoclave)와 같은 고온고압의 수열합성이 생략되며, 시멘트를 주원료로 하여 비교적 저렴한 가격의 무기단열소재로, 본 발명의 배경이 되는 기술로는 특허등록 제1416046호 "시멘트계 무기단열소재 및 이의 제조방법"(특허문헌 1)이 있다. 상기 배경기술에서는 '시멘트 70.0 ~ 99.9wt%, 석고 0.1 ~ 30.0wt%, 혼합수 50 ~ 100wt%, 기능성 첨가제 0.1 ~ 5.0wt%, 기포안정제 0.1 ~ 7.0wt%를 혼합하여 시멘트 슬러리를 제조하는 단계; 상기 시멘트 슬러리에 0.1 ~ 5.0wt%의 발수제를 혼합하여 시멘트 슬러리를 발수 처리하는 단계; 50 ~ 100wt% 혼합수 및 0.1 ~ 5.0wt% 기포제로 기포를 제조하는 단계; 발수 처리된 시멘트 슬러리와 기포를 혼합하는 단계; 및 시멘트 슬러리 및 기포 혼합물을 양생하여 경화체를 생성하는 단계에 의해 제조되고, 상기 경화체는 0.05 ~ 0.15g/cm³의 비중 및 0.035 ~ 0.045W/mK의 열전도율을 갖는 시멘트계 무기단열소재'를 제안한다.

[0006] 그러나 상기 배경기술은 칼슘실리케이트계 무기단열 소재는 기포벽이 얇은 다공성 형태이기 압축강도가 작다는 문제점이 있었다.

선행기술문헌

특허문헌

[0007] (특허문헌 0001) 특허등록 제1416046호 "시멘트계 무기단열소재 및 이의 제조방법"

발명의 내용

해결하려는 과제

[0008] 본 발명은 상기와 같은 문제점을 해결하기 위한 것으로, 단열 소재 제조시 PP 섬유를 혼합하여 비중 대비 압축강도가 증진되고 모르타르 제작시 인장 강도가 강화되며 피로에 의한 크랙현상을 줄일 수 있으면서도, 시멘트의 양생과정을 조절하여 개선된 압축강도를 갖도록 하는 양생에 의해 강도가 개선되도록 하는 폴리프로필렌 섬유

혼합 및 양생조건에 의해 강도 개선된 칼슘실리케이트계 무기단열소재 및 이의 제조 방법을 제공하는데 그 목적이 있다.

과제의 해결 수단

- [0009] 본 발명은 (a) 보통 포틀랜드 시멘트(OPC) 90wt%, 생석회 5wt%, 무수석고 5wt%로 이뤄지는 100wt%의 출발 원료를 준비하는 단계; (b) 혼합수 130wt%에 PP 섬유를 혼합하여 수화하는 단계; (c) 출발 원료에 알루미늄 분말을 외할로 0.6wt%, 화학혼화제를 외할로 0.06wt% 혼합하여 배합물을 조성하는 단계; (d) PP 섬유가 혼합된 혼합수를 상기 배합물에 섞어 슬러리를 제조하는 단계; 및 (e) 상기 슬러리를 온도 30℃, 습도 40%에서 양생 및 건조하여 경화체를 생성하는 단계;를 포함하여 이루어지는 것을 특징으로 하는 폴리프로필렌 섬유 혼합 및 양생조건에 의해 강도 개선된 칼슘실리케이트계 무기단열소재의 제조 방법을 제공하고자 한다.
- [0010] 또한, (b) 단계에서, 상기 혼합수에 혼합되는 PP 섬유의 양은 상기 출발 원료에 대해 0.5 ~ 0.7wt%인 것을 특징으로 하는 폴리프로필렌 섬유 혼합 및 양생조건에 의해 강도 개선된 칼슘실리케이트계 무기단열소재의 제조 방법을 제공하고자 한다.
- [0011] 또한, (b) 단계에서, 상기 혼합수에 혼합되는 PP 섬유의 직경은 21 μ m이고 길이는 3mm인 것을 특징으로 하는 폴리프로필렌 섬유 혼합 및 양생조건에 의해 강도 개선된 칼슘실리케이트계 무기단열소재의 제조 방법을 제공하고자 한다.
- [0012] 또한, (e) 단계에서, 양생은 7일 내지 20일 양생하는 것을 특징으로 하는 폴리프로필렌 섬유 혼합 및 양생조건에 의해 강도 개선된 칼슘실리케이트계 무기단열소재의 제조 방법을 제공하고자 한다.
- [0013] 또한, 보통 포틀랜드 시멘트(OPC) 90wt%, 생석회 5wt%, 무수석고 5wt%로 이뤄지는 100wt%의 출발 원료에, 알루미늄 분말을 외할로 0.6wt%, 화학혼화제를 외할로 0.06wt%, PP 섬유를 혼합하여 수화한 혼합수를 외할로 130wt% 혼합한 슬러리를 온도 30℃, 습도 40%에서 양생 및 건조하여 형성되는 것을 특징으로 하는 폴리프로필렌 섬유 혼합 및 양생조건에 의해 강도 개선된 칼슘실리케이트계 무기단열소재를 제공하고자 한다.
- [0014] 또한, 상기 혼합수에 혼합되는 PP 섬유의 양은 상기 출발 원료에 대해 0.5 ~ 0.7wt%인 것을 특징으로 하는 폴리프로필렌 섬유 혼합 및 양생조건에 의해 강도 개선된 칼슘실리케이트계 무기단열소재를 제공하고자 한다.
- [0015] 또한, 상기 혼합수에 혼합되는 PP 섬유의 직경은 21 μ m이고 길이는 3mm인 것을 특징으로 하는 폴리프로필렌 섬유 혼합 및 양생조건에 의해 강도 개선된 칼슘실리케이트계 무기단열소재를 제공하고자 한다.
- [0016] 또한, 상기 단열 소재의 압축 강도는 0.81 ~ 0.93MPa인 것을 특징으로 하는 폴리프로필렌 섬유 혼합 및 양생조건에 의해 강도 개선된 칼슘실리케이트계 무기단열소재를 제공하고자 한다.
- [0017] 또한, 7일 내지 20일 양생하는 것을 특징으로 하는 폴리프로필렌 섬유 혼합 및 양생조건에 의해 강도 개선된 칼슘실리케이트계 무기단열소재를 제공하고자 한다.

발명의 효과

- [0018] 본 발명의 폴리프로필렌 섬유 혼합 및 양생조건에 의해 강도 개선된 칼슘실리케이트계 무기단열소재 및 이의 제조 방법은 단열 소재 제조시 PP 섬유를 혼합하여 비중 대비 압축강도가 증진되고 모르타르 제작시 인장 강도가 강화되며 피로에 의한 크랙현상을 줄일 수 있으면서도, 시멘트의 양생과정을 조절하여 개선된 압축강도를 갖도록 하는 양생에 의해 강도가 개선되도록 하는 매우 유용한 효과가 있다.

도면의 간단한 설명

- [0019] 본 명세서에서 첨부되는 다음의 도면들은 본 발명의 바람직한 실시 예를 예시하는 것이며, 발명의 상세한 설명과 함께 본 발명의 기술사상을 더욱 이해시키는 역할을 하는 것이므로, 본 발명은 첨부한 도면에 기재된 사항에만 한정되어서 해석되어서는 아니 된다.

- 도 1은 본 발명의 출발 원료인 OPC에 대한 XRD 분석결과를 나타내는 그래프이다.
- 도 2는 본 발명의 출발 원료인 무수석고에 대한 XRD 분석결과를 나타내는 그래프이다.
- 도 3은 본 발명의 출발 원료인 생석회에 대한 XRD 분석결과를 나타내는 그래프이다.
- 도 4는 본 발명에 따라 출발 원료 배합 및 혼합 과정을 나타내는 도면이다.

도 5는 본 발명에 따르는 섬유 혼합형 칼슘실리케이트계 무기 단열소재의 섬유 혼합 양에 따르는 시편의 비중을 나타내는 그래프이다.

도 6은 본 발명에 따르는 섬유 혼합형 칼슘실리케이트계 무기 단열소재의 섬유 혼합 양에 따르는 시편의 압축 강도를 나타내는 그래프이다.

도 7은 본 발명에 따르는 섬유 혼합형 칼슘실리케이트계 무기 단열소재 시편 내의 섬유 분포 상태를 나타내는 SEM 사진이다.

도 8 내지 도 10은 각각 실험예 2의 각 실시예를 각각 7일간 양생한 결과를 나타내는 그래프이다.

도 11은 실험예 2의 실시예 1 시편의 양생 일자에 따르는 압축강도를 나타내는 그래프이다.

도 12는 상기 도 11의 1일 양생된 시편의 기공 및 기공벽 상태를 나타내는 SEM 사진이다.

도 13은 상기 도 11의 10일 양생된 시편의 기공 및 기공벽 상태를 나타내는 SEM 사진이다.

도 14는 상기 도 11의 20일 양생된 시편의 기공 및 기공벽 상태를 나타내는 SEM 사진이다.

도 15는 상기 도 11의 30일 양생된 시편의 기공 및 기공벽 상태를 나타내는 SEM 사진이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0020] 아래에서 본 발명은 첨부된 도면에 제시된 실시 예를 참조하여 상세하게 설명이 되지만 제시된 실시 예는 본 발명의 명확한 이해를 위한 예시적인 것으로 본 발명은 이에 제한되지 않는다.

[0021] 이하 바람직한 실시예에 따라 본 발명의 기술적 구성을 상세히 설명하면 다음과 같다.

[0022] 현재 중국과 유럽 등에서 개발되고 있는 CLC(cellular lightweight concrete, 경량 기포 콘크리트) 블록은 시멘트 및 산업부산물을 주원료로 하고 저가의 불연 무기원료를 사용하는 다공성 단열블록으로, 오토클레이브나 고온처리 과정이 없기 때문에 저가로 제조할 수 있는 제품이다.

[0023] 경량 기포 콘크리트 블록들은 선발포 방식(pre-foaming type) 또는 후발포 방식(after-foaming type)의 제조방식을 사용하는데, 선발포 방식은 계면활성제를 주원료로 하는 기포제(일반적으로 30 ~ 50 배의 물로 희석하여 사용)를 고압공기와 함께 기포발생기에 주입하여 기포를 발생시키고, 이것을 시멘트, 무기 바인더, 혼합수를 혼합한 슬러리에 첨가 혼합하여 제조하는 방식이고, 후발포 방식은 시멘트 슬러리 혼합시에 알루미늄 분말, 아연 분말 등의 발포제를 혼합하여 소정의 시간 경과 후 발포제가 알칼리와 화학 반응하여 발생하는 수소가스에 의해 기포를 도입하는 방식이다.

[0024] 본 발명에 따르는 폴리프로필렌 섬유 혼합 및 양생조건에 의해 강도 개선된 칼슘실리케이트계 무기단열소재는 후발포 방식으로 제조하였으며, 단열 소재에 섬유를 혼합하는 경우, 기존의 단열 소재에 비해 비중 및 압축강도에 있어서 얼마나 개선된 특징을 갖는지와, 최적 혼합 비율을 얻기 위해 다음과 같은 실험을 한다.

[0025] 본 발명의 폴리프로필렌 섬유 혼합 및 양생조건에 의해 강도 개선된 칼슘실리케이트계 무기단열소재의 제조 방법은 (a) 보통 포틀랜드 시멘트(OPC) 90wt%, 생석회 5wt%, 무수석고 5wt%로 이뤄지는 100wt%의 출발 원료를 준비하는 단계; (b) 혼합수 130wt%에 PP 섬유를 혼합하여 수화하는 단계; (c) 출발 원료에 알루미늄 분말을 외할로 0.6wt%, 화학산화제를 외할로 0.06wt% 혼합하여 배합물을 조성하는 단계; (d) PP 섬유가 혼합된 혼합수를 상기 배합물에 섞어 슬러리를 제조하는 단계; (e) 슬러리를 대기중에 양생하고 탈형하여 반경화체를 형성하는 단계; 및 (f) 탈형된 반경화체를 상압 증기양생기에 넣어 일정 온도로 3시간 내지 5시간 양생한 후 상온에서 자연 냉각하도록 하여 경화체를 생성하도록 하는 단계;를 포함하여 이루어진다.

[0026] 출발 원료 준비

[0027] 본 발명에 따르는 폴리프로필렌 섬유 혼합 및 양생조건에 의해 강도 개선된 칼슘실리케이트계 무기단열소재를 개발하기 위해, 출발 원료인 분말 원료로는 표 1과 같은 성분을 갖는 1종 보통 포틀랜드 시멘트(OPC), 생석회, 무수석고를 사용하였다. 출발 원료는 슬러리의 침하방지 및 강도 증진, 단열특성 향상 등을 위해 함량 및 입도가 적절히 제어되어야 하며, 본 발명에서는 6시간 분쇄 OPC의 분말도는 10,000cm²/g, 생석회의 분말도는 4,100cm²/g, 무수석고의 분말도는 3,500cm²/g로 조절하였다. 또한, 6시간 분쇄된 OPC는 평균 직경 5.32698μm, 표준편차 2.3431μm의 입도를 갖는다.

표 1

[0028]

	SiO ₂ (%)	CaO(%)	Al ₂ O ₃ (%)	Fe ₂ O ₃ (%)	SO ₃ (%)	MgO(%)	분말도(cm ² /g)
6시간 분쇄 OPC	21.82	62.12	5.86	2.74	2.36	2.73	10000
생석회	1.68	90.38	0.39	0.43	0.70	0.87	4100
무수석고	1.71	39.3	0.45	0.18	53.1	-	3500

[0029]

도 1 내지 도 3에 도시된 바와 같이, OPC의 주성분은 CaO 62.12% SiO₂ 21.82%이었으며, 생석회의 CaO 함량은 90.38%이었으며, 무수석고의 주성분은 CaO 39.32%, SO₃ 53.18% 이며, 바람직하게는, OPC는 진동밀에서 6시간 동안 분쇄하여 사용할 수 있다.

[0030]

본 발명에서는 혼합수에 PP섬유를 혼합하여 수화하도록 하는데, 섬유를 혼합한 칼슘실리케이트계 무기단열소재가 일반적인 칼슘실리케이트계 무기단열소재 대비 어떤 물성과 장점을 갖는지를 알아보기 위하여 아래와 같이 실험을 하였다.

[0031]

<실험예 1>

[0032]

1) 기본 시편 제작

[0033]

섬유를 혼합한 칼슘실리케이트계 무기단열소재가 일반적인 칼슘실리케이트계 무기단열소재 대비 어떤 물성과 장점을 갖는지를 알아보기 위해 표 2의 배합비로 비교예 1(기본 시편)을 제작하여, 압축 강도 증진의 유무와 섬유의 분포상태를 조사한다.

표 2

[0034]

	OPC(wt%)	생석회 (wt%)	무수석고 (wt%)	혼합수 (wt%)	화학혼화제 (wt%)	Al 분말 (wt%)
비교예1(기본시편)	90	5	5	130	0.06	0.6

[0035]

출발 원료 총량은 6시간 분쇄된 시멘트 900g, 생석회 50g, 무수석고 50g으로 구성되어 총 1Kg며, 도 4에서와 같이 출발 원료를 충분히 혼합하기 위해서 플라스틱 원형통에 장입하였다. 출발 원료 장입 원형통은 볼밀대에서 3시간 유지하여 혼합을 완료하였다.

[0036]

혼합이 완료된 출발 원료에 1300g의 혼합수를 투입한 후 진동드릴을 사용하여 3분 동안 혼합하여 슬러리를 제조하는데, 이때 혼합수 온도는 20℃ 이내로 유지한다.

[0037]

출발 원료가 혼합수에 완전하게 풀어져서 혼합되었는지를 확인하고, 화학혼화제 0.6g을 슬러리에 첨가하여 2분 동안 진동드릴로 혼합하였다. 화학혼화제는 기포 분산 기능과 소포 기능(기포의 표면장력을 저하시켜 거대기포를 제거하는 기능)을 동시에 발현하는 것으로, 바람직하게는 독일 Wacker사의 SMK 1311을 사용할 수 있다.

[0038]

마지막으로 발포제인 알루미늄 분말 6g을 슬러리에 첨가한 후 3분 동안 진동드릴로 혼합하였다.

[0039]

제조된 슬러리는 내부 크기가 22인 스티로폼 몰드에 타설하여 실내 온도 30℃, 상대 습도 40%에서 24시간 양생하였으며, 타설 후 10 ~ 30분부터 알루미늄 분말에 의한 발포가 시작되었다. 발포 반응은 슬러리 내부온도뿐만 아니라 실내온도 (외부온도)에 의해서도 좌우되므로, 실내온도를 일정하게 유지하여 실험하였다.

[0040]

이와 같이 제조된 비교예 1(기본 시편)은 0.13g/cm³의 비중과 0.80Mpa의 압축 강도를 갖는다.

[0041]

상기의 비교예 1(기본 시편)의 비중 및 압축강도와 비교하기 위하여 실시예에서는 PP섬유를 혼합하도록 하였으며, 각 실시예에서의 PP섬유의 혼합량과 압축 강도 및 비중은 아래 표 3에 나타난 바와 같다.

[0042]

2) PP 섬유 혼합 시편 제작

[0043]

일반적으로 시멘트콘크리트나 모르타르 제작시 인장강도의 강화 및 피로에 의한 크랙을 방지하기 위해 섬유를 혼합하여 사용할 수 있지만, 칼슘실리케이트계 무기단열소재는 기포벽이 얇은 다공성 형태이기 때문에 혼합되는 섬유의 직경이 크거나, 길이가 길 경우 섬유 간의 뭉침 현상으로 인해 기포 형성에 문제가 생길 수 있기 때문에, 직경 21μm, 길이 3mm의 폴리프로필렌(Polypropylene, PP) 섬유를 사용하는 것이 바람직하다.

[0044] 따라서, 본 발명에서는 직경 21 μ m, 길이 3mm의 폴리프로필렌(Polypropylene, PP) 섬유를 사용하여, 섬유 혼합 함량별 압축 강도 및 비중 측정 실험을 진행하였다. PP 섬유 혼합 시편을 제조하는 방법은 다음과 같다.

[0045] 먼저, PP 섬유를 혼합수 130wt%에 넣어 수화시킨다.

[0046] 다음으로, 보통 포틀랜드 시멘트(OPC) 90wt%, 생석회 5wt%, 무수석고 5wt%로 이뤄지는 100wt%의 출발 원료에 알루미늄 분말을 외할로 0.6wt%, 화학 혼화제를 외할로 0.06wt% 혼합하여 배합물을 조성한다. 이때 사용되는 보통 포틀랜드 시멘트는 약 6시간 동안 진동밀에 분쇄하여 고른 입도를 갖도록 한다. 여기에 사용되는 화학 혼화제로는 Wacker 사의 SMK 1311을 사용할 수 있다.

[0047] 배합물에 PP 섬유가 혼합된 혼합수를 섞어 슬러리를 제조한 후, 기본 시편 제조 실험과 동일한 조건과 방식으로 제작한 10개의 시편을 24시간 양생 후 탈형하고, 100 $^{\circ}$ C로 건조하여 경화체를 생성한다.

[0048] PP 섬유는 슬러리 내 분포되어 있다가, 발포가 진행됨에 동시에 시편 내 기포벽에 자리 잡게 된다. 본 실험에서는 표3처럼, 출발 원료 1kg 대비 0.1% ~ 1% 범위까지, 0.1%씩 함량을 증가한 PP섬유의 혼입 함량에 따른 압축 강도 보강 효과를 확인하기 위해 진행되었으며, 섬유 혼합량에 따르는 각각의 시편의 압축 강도 및 비중은 표 3에 나타난 바와 같다.

표 3

구분	비교예	실시예 1	실시예2	실시예3	실시예 4	실시예 5	실시예 6	실시예 7	실시예8	실시예 9	실시예 10
OPC	90										
생석회	5										
무수석고	5										
혼합수	130										
화학혼화제	0.06										
Al 분말	0.6										
PP 섬유	0	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9	1.0
비중 (g/cm ³)	0.13	0.14	0.13	0.14	0.15	0.16	0.15	0.18	0.16	0.16	0.15
압축강도 (Mpa)	0.8	0.4	0.48	0.47	0.45	0.89	0.81	0.93	0.79	0.72	0.74

[0050] 혼합되는 섬유의 길이가 짧아도 혼합량에 의해 점도가 있는 슬러리 내에서는 섬유간의 뭉침 현상이 발생할 수 있지만, 본 발명에 따라 제조된 0.1%에서 1%까지의 PP 혼합 시편 내부에서는 뭉침 현상을 육안으로 확인할 수 없었다. 실시예 1 내지 실시예 10 시편의 비중을 측정한 결과 표 3 및 도 5에 나타난 바와 같이, 1번 시편은 0.14g/cm³, 2번 시편은 0.13g/cm³, 3번 시편은 0.14g/cm³, 4번 시편은 0.15g/cm³, 5번 시편은 0.16g/cm³, 6번 시편은 0.15g/cm³, 7번 시편은 0.18g/cm³, 8번 시편은 0.16g/cm³, 9번 시편은 0.16g/cm³, 10번 시편은 0.15g/cm³로 나타났다.

[0051] 또한, 표 3 및 도 6에 나타난 바와 같이, 압축강도는 시편 1은 0.4MPa, 시편 2는 0.48MPa, 시편 3은 0.47MPa, 시편 4는 0.45MPa, 시편 5는 0.89MPa, 시편 6은 0.81MPa, 시편 7은 0.93MPa, 시편 8은 0.79MPa, 시편 9는 0.72MPa, 시편 10은 0.74MPa로 나타났다.

[0052] 이상과 같은 섬유 혼합 함량에 따르는 비중 및 압축강도 관찰 실험을 통해, 실시예 1 내지 실시예 10의 0.1% ~ 1%의 PP 섬유 혼합에 의한 비중차이는 크게 나타나지 않았으며, 0.5 ~ 0.7%의 PP 섬유를 혼합한 실시예 5 내지 실시예 7의 경우 비교예 1 보다 향상된 압축 강도를 나타냈다. 그런데, 실험 결과에 따르면, PP 섬유를 혼합하지 않은 비교예 1의 기본 시편보다 0.1% ~ 0.4%의 PP 섬유가 혼합된 실시예 1 내지 실시예 4의 압축강도가 더 낮게 나타나는데, 그 원인은 섬유가 시편의 특정 부분에만 분포되어, 압축강도 측정시 섬유 분포가 적은 부분에 대해 측정된 것으로 판단된다.

[0053] 따라서, 혼합수에 혼합되는 PP 섬유의 양은 상기 출발 원료에 대해 0.5 ~ 0.7wt%인 것이 바람직하며, 이때의 섬유 혼합형 칼슘실리케이트계 단열 소재의 압축 강도는 0.81 ~ 0.93MPa의 범위로 나타나는 것을 알 수 있다.

[0054] 도 7은 본 발명에 따르는 섬유 혼합형 칼슘실리케이트계 무기 단열소재 시편 내의 섬유 분포 상태를 나타내는

SEM(Scanning Electron Microscope, 주사 전자 현미경) 사진이다.

[0055] SEM을 통해 시편 내의 섬유들은 기포 벽에서 슬러리와 결합한 형태로 경화되며 기포 벽 외부로 나와 있는 섬유들은 확인할 수 없으나, 시편의 파쇄된 기포 벽과 크랙 사이의 기포 벽의 내면을 확인하여 섬유의 분포상태를 확인할 수 있었다. 결론적으로, 섬유는 슬러리와 결합하여 발포된 기포 벽 내부에서 경화되는데, 이는 시편의 압축 강도를 증진하고 크랙을 방지한다고 판단하였다.

[0056] 이상과 같은 실험을 통해, 6시간 분쇄 opc 90wt%와 생석회 5wt%와 무수석고 5wt%를 구성되는 출발 원료 100wt% 대비 0.5 ~ 0.7wt%의 PP 섬유를 혼합하여 구성된 칼슘실리케이트계 무기단열소재는 PP 섬유를 혼합하지 않은 상기 1차 시편(압축 강도 0.80Mpa)보다 0.01 ~ 0.013MPa 만큼 증가한 압축강도를 갖는 것을 알 수 있다.

[0057] 본 발명에서는 상기와 같이 단열 소재 제조시 PP 섬유를 혼합하여 비중 대비 압축강도가 증진되도록 하고, 시멘트의 양생과정을 조절하여 개선된 압축강도를 갖도록 하는 양생에 의해 강도가 개선되도록 한다.

[0058] 따라서, 주원료로 사용되는 시멘트의 양생과정에 따른 강도특성에 따라 칼슘실리케이트계 무기단열소재의 강도 특성을 파악하기 위하여 아래와 같이 실험을 진행하였다.

[0059] <실험예 2>

[0060] 어느 기간의 칼슘실리케이트계 무기단열소재의 양생이 압축강도 증진에 영향을 미치는지를 알기 위해 표 4와 같은 배합비로 기본 시편을 제작하여, 양생 일자에 따른 압축 강도 증진의 유무를 조사하기 위하여, 비교예는 실내 온도 30℃, 상대 습도 40%에서 24시간 양생한 후 탈형하여 비중과 압축강도를 측정하였고, 실시예는 24시간 양생 후, 탈형하여 각각의 시편을 항온항습기(온도 20℃, 습도 90%), 상온(온도 30℃, 습도 40%), 그리고 건조기(온도 60℃, 습도 5%이하) 3개의 조건에서 7일간 양생하여 비중과 압축강도를 측정하였다.

[0061] 1) 기본 시편 제작

표 4

	OPC(wt%)	생석회 (wt%)	무수석고 (wt%)	혼합수 (wt%)	화학혼화제 (wt%)	Al 분말 (wt%)
비교예	90	5	5	130	0.06	0.6

[0063] 출발 원료 총량은 6시간 분쇄된 시멘트 900g, 생석회 50g, 무수석고 50g으로 구성되어 총 1Kg이다. 혼합이 완료된 출발 원료에 1300g의 혼합수를 투입한 후 혼합하여 슬러리를 제조하는데, 이때 혼합수 온도는 20℃ 이내로 유지한다.

[0064] 다음으로, 출발 원료가 혼합수에 완전하게 풀어져서 혼합되었는지를 확인하고, 화학혼화제 0.6g을 슬러리에 첨가하여 2분 동안 전동드릴로 혼합하였다. 화학혼화제는 기포 분산 기능과 소포 기능(기포의 표면장력을 저하시켜 거대기포를 제거하는 기능)을 동시에 발현하는 것으로, 바람직하게는 독일 Wacker사의 SMK 1311을 사용할 수 있다.

[0065] 마지막으로 발포제인 알루미늄 분말 6g을 슬러리에 첨가한 후 혼합한 후, 스티로폼 몰드에 타설하여 실내 온도 30℃, 상대 습도 40%에서 24시간 양생한 후 탈형한다. 이렇게 제조된 기본 시편은 0.13g ~ 0.14/cm³의 비중과 0.047 ~ 0.049W/mK의 열전도율을 가져 본 실험의 정량적 목표에 도달하였으나, 압축강도는 0.07~ 0.80Mpa로 목표치에 미달하는 결과를 나타내었다. 따라서 시편 강도의 증진을 위해 양생기간을 증가시키는 방법을 실험하였다.

[0066] 2) 양생 시간에 따른 압축 강도 관찰 실험

[0067] 본 발명에 따라 양생 조건 실험에 사용될 시편은 비교예의 기본 시편과 출발원료 배합조건은 동일하지만, 혼합되는 Al 분말과 혼합수의 양을 표 5과 같이 달리하여 비중이 다른 3 종류의 슬러리를 45cm * 30 cm * 37cm의 대형 스트리폼 몰드에 각각 타설, 탈형 및 양생하여 실시예 1 내지 실시예 3 3개의 시편을 제조하였다.

표 5

구분	실시예 1	실시예 2	실시예 3
6시간 분쇄 시멘트(wt%)	90		
생석회(wt%)	5		

무수석고(wt%)	5		
혼합수(wt%)	130	75	80
화학혼화제(wt%)	0.06		
Al 분말(wt%)	0.6	0.2	0.3

- [0069] 몰드의 3 종류의 시편을 24시간 양생 후, 탈형하여, 각각의 시편을 좌, 우, 가운데로 3 등분하여 항온항습기(온도 20℃, 습도 90%), 상온(온도 30℃, 습도 40%), 그리고 건조기(온도 60℃, 습도 5%이하) 3개의 조건에서 7일간 양생하여 강도를 측정하였다.
- [0070] 도 8 내지 도 10은 각각 실험에 2의 각 실시예를 각각 7일간 양생한 결과를 나타내는 그래프이다.
- [0071] 도 8은 시멘트 90wt%, 생석회 5wt%, 무수석고 5wt%로 구성된 100wt%의 출발원료에 혼합수 130wt%, 화학혼화제 0.06wt%, Al 분말 0.6wt%를 혼합하여 제조된 실시예 1의 시편을 3등분하여(이하, 시편 1-1, 시편 1-2, 시편 1-3로 부름), 시편 1-1을 온도 20℃, 습도 90%의 항온항습기에서 7일간 양생하고, 시편 1-2는 상온(온도 30℃, 습도 40%)에서 7일간 양생하고, 시편 1-3은 온도 60℃, 습도 5%이하인 건조기에서 7일간 양생한 결과, 시편 1-1은 비중 0.23g/cm³, 압축강도 2.06MPa이고, 시편 1-2는 비중 0.22g/cm³, 압축강도 2.16MPa이고, 시편 1-3은 비중 0.21g/cm³, 압축강도 1.49MPa로 나타났다.
- [0072] 도 9는 시멘트 90wt%, 생석회 5wt%, 무수석고 5wt%로 구성된 100wt%의 출발원료에 혼합수 75wt%, 화학혼화제 0.06wt%, Al 분말 0.2wt%를 혼합하여 제조된 실시예 2의 시편을 3등분하여(이하, 시편 2-1, 시편 2-2, 시편 2-3로 부름), 시편 2-1을 온도 20℃, 습도 90%의 항온항습기에서 7일간 양생하고, 시편 2-2는 상온(온도 30℃, 습도 40%)에서 7일간 양생하고, 시편 2-3은 온도 60℃, 습도 5%이하인 건조기에서 7일간 양생한 결과를 나타내는 그래프이다. 시편 2-1은 비중 0.14g/cm³, 압축 강도 0.9MPa이고, 시편 2-2는 비중 0.21g/cm³, 압축강도 2.2MPa이고, 시편 2-3은 비중 0.20g/cm³, 압축강도 1.0MPa로 나타났다.
- [0073] 도 10은 시멘트 90wt%, 생석회 5wt%, 무수석고 5wt%로 구성된 100wt%의 출발원료에 혼합수 80wt%, 화학혼화제 0.06wt%, Al 분말 0.3wt%를 혼합하여 제조된 실시예 3의 시편을 3등분하여(이하, 시편 3-1, 시편 3-2, 시편 3-3로 부름), 시편 3-1을 온도 20℃, 습도 90%의 항온항습기에서 7일간 양생하고, 시편 3-2는 상온(온도 30℃, 습도 40%)에서 7일간 양생하고, 시편 3-3은 온도 60℃, 습도 5%이하인 건조기에서 7일간 양생한 결과를 나타내는 그래프이다. 시편 3-1은 비중 0.12g/cm³, 압축 강도 0.72MPa이고, 시편 3-2는 비중 0.121g/cm³, 압축강도 0.95MPa이고, 시편 3-3은 비중 0.11g/cm³, 압축강도 0.78MPa로 나타났다.
- [0074] 이상과 같이, 비중이 다른 3 종류의 시편을 각각 3등분하여 7일간 양생한 실험 결과, 3종류의 온도 조건 중 실시예 1의 상온(온도 30℃, 습도 40%)에서 양생한 시편의 압축강도가 가장 우수한 것을 알 수 있다.
- [0075] **3) 장기 양생 실험**
- [0076] 본 발명에 따라 제조된 칼슘실리케이트계 무기단열소재의 장기 양생에 따르는 압축 강도 변화를 관찰하기 위해 실시예 1의 배합틀에 따르는 시편을 30개 제작하여 매일 시편의 강도를 측정하였다.
- [0077] 즉, 시멘트 90wt%, 생석회 5wt%, 무수석고 5wt%로 구성된 100wt%의 출발원료에 혼합수 130wt%, 화학혼화제 0.06wt%, Al 분말 0.6wt%의 배합틀로 시편 30개를 동일한 배합 조건과 실험실 조건에서 제작하여, 온도 30℃, 습도 40%에서 양생하였다.
- [0078] 1번 시편은 1일간 양생하여, 탈형한 후, 압축강도 측정에 적합한 형태로 컷팅한 후 100℃로 건조하여 비중과 압축강도를 측정하였다, 2번 시편은 2일간 양생하고, 3번 시편은 3일간 양생하고, 30번 시편은 30일간 양생하는 방식으로 각각의 시편을 24시간의 차이를 갖도록 양생한 후, 탈형한 후, 압축강도 측정에 적합한 형태로 컷팅한 후 100℃로 건조하여 비중과 압축강도를 측정하였다,
- [0079] 도 11은 실험에 2의 실시예 1 시편의 양생 일자에 따르는 압축강도를 나타내는 그래프이다.
- [0080] 도 11에 도시된 바와 같이, 1일(24시간)에서 7일(168시간)까지 양생된 시편의 비중은 0.125~0.131g/cm³이었으며, 압축강도는 0.082~0.13MPa 범위이고, 7일에서 20일 양생된 시편은 비중 0.125~0.148g/cm³, 압축강도 0.13~0.21MPa으로, 양생일이 증가할수록 압축강도도 증가함을 알 수 있으며, 20일 이후에는 비중 및 압축강도의 변화가 거의 일어나지 않는 것을 알 수 있다.
- [0081] 따라서, 본 발명에서는 7일에서 20일 정도 양생하는 것이 바람직하다.

[0082] 도 12는 상기 도 11의 1일 양생된 시편의 기공 및 기공벽 상태를 나타내는 SEM 사진이고, 도 13은 상기 도 11의 10일 양생된 시편의 기공 및 기공벽 상태를 나타내는 SEM 사진이며, 도 14는 상기 도 11의 20일 양생된 시편의 기공 및 기공벽 상태를 나타내는 SEM 사진이고, 도 15는 상기 도 11의 30일 양생된 시편의 기공 및 기공벽 상태를 나타내는 SEM 사진으로, 우측에서 좌측으로 갈수록 증가된 배율로 관찰한 사진이다.

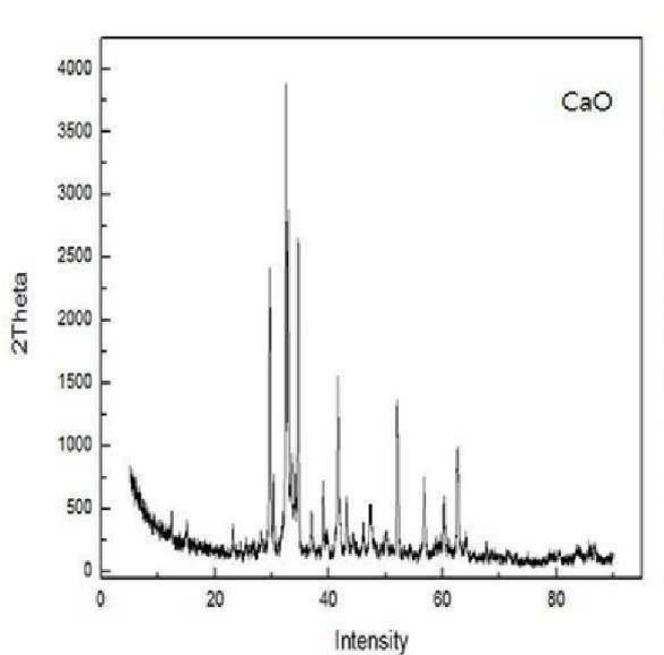
[0083] 도 12 내지 도 15에 도시된 바와 같이, 오래 양생 될수록 하얀색인 침상 형태의 에트링자이트가 증가하는 것을 알 수 있다.

[0084] 상기와 같은 본 발명의 폴리프로필렌 섬유 혼합 및 양생조건에 의해 강도 개선된 칼슘실리케이트계 무기단열소재 및 이의 제조 방법은 단열 소재 제조시 PP 섬유를 혼합하여 비중 대비 압축강도가 증진되고 모르타르 제작시 인장 강도가 강화되며 피로에 의한 크랙현상을 줄일 수 있으면서도, 시멘트의 양생과정을 조절하여 개선된 압축 강도를 갖도록 하는 양생에 의해 강도가 개선되도록 하는 매우 유용한 효과가 있다.

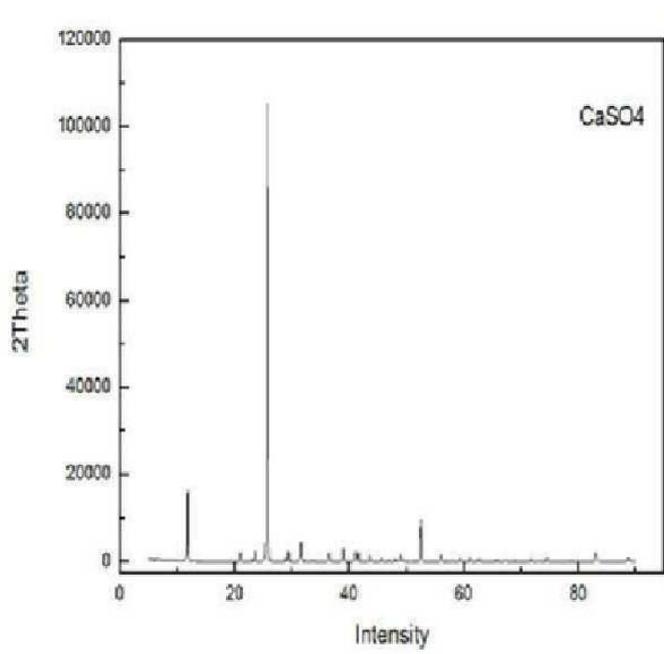
[0085] 지금까지 본 발명은 제시된 실시 예를 참조하여 상세하게 설명이 되었지만 이 분야에서 통상의 지식을 가진 자는 제시된 실시 예를 참조하여 본 발명의 기술적 사상을 벗어나지 않는 범위에서 다양한 변형 및 수정 발명을 만들 수 있을 것이다. 본 발명은 이와 같은 변형 및 수정 발명에 의하여 제한되지 않으며 다만 아래에 첨부된 청구범위에 의하여 제한된다.

도면

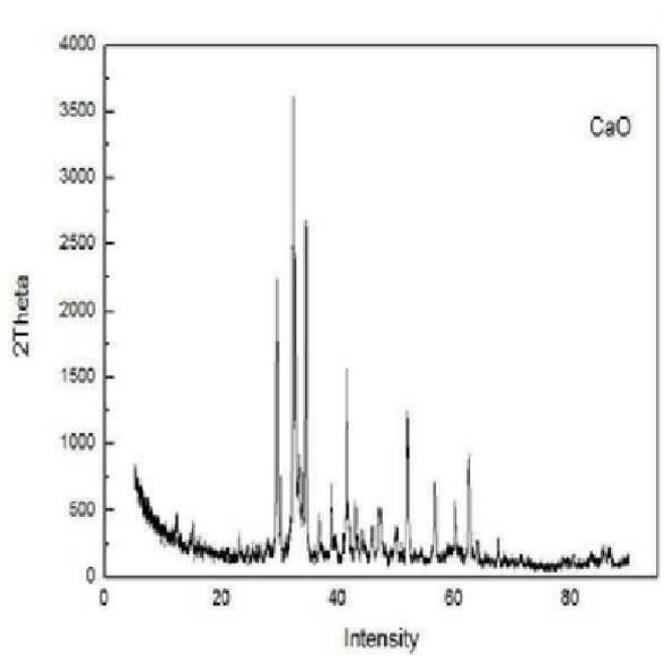
도면1



도면2



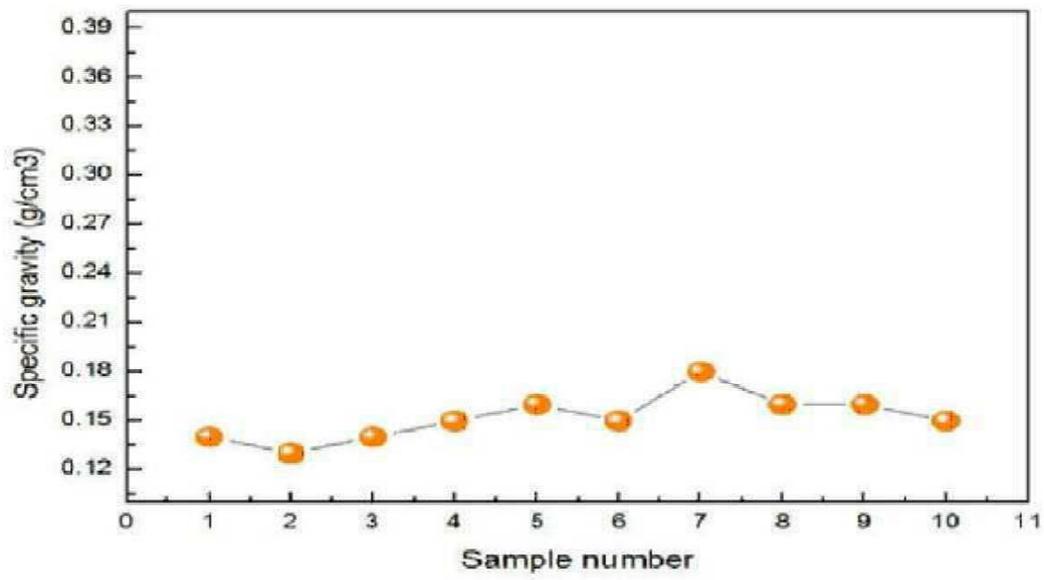
도면3



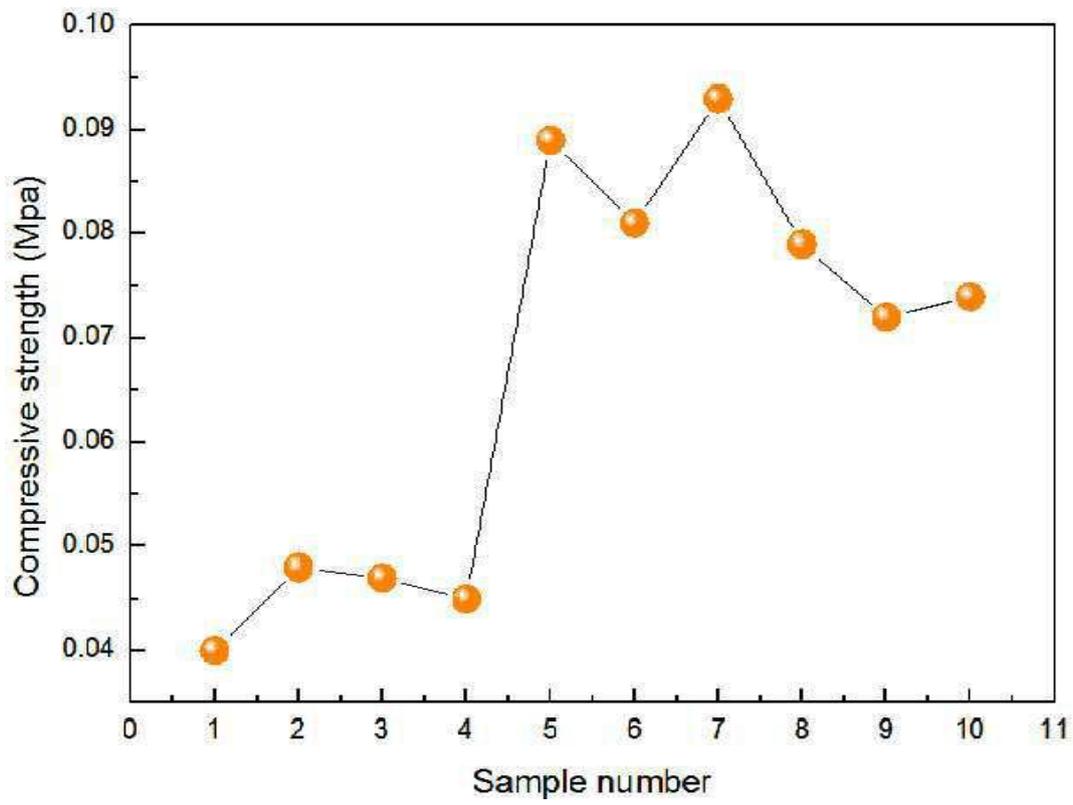
도면4



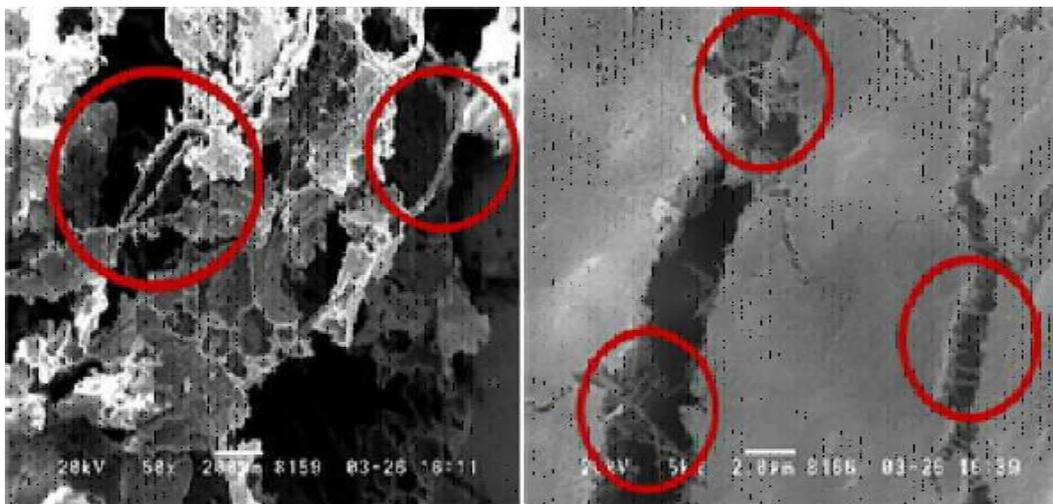
도면5



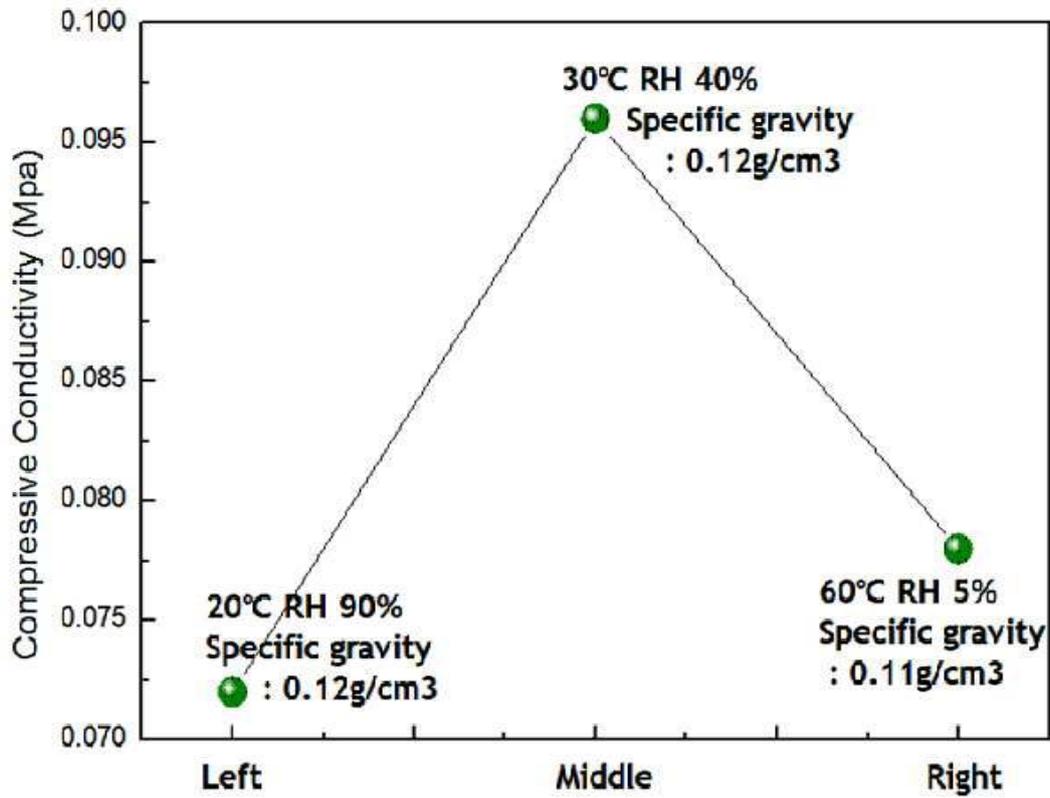
도면6



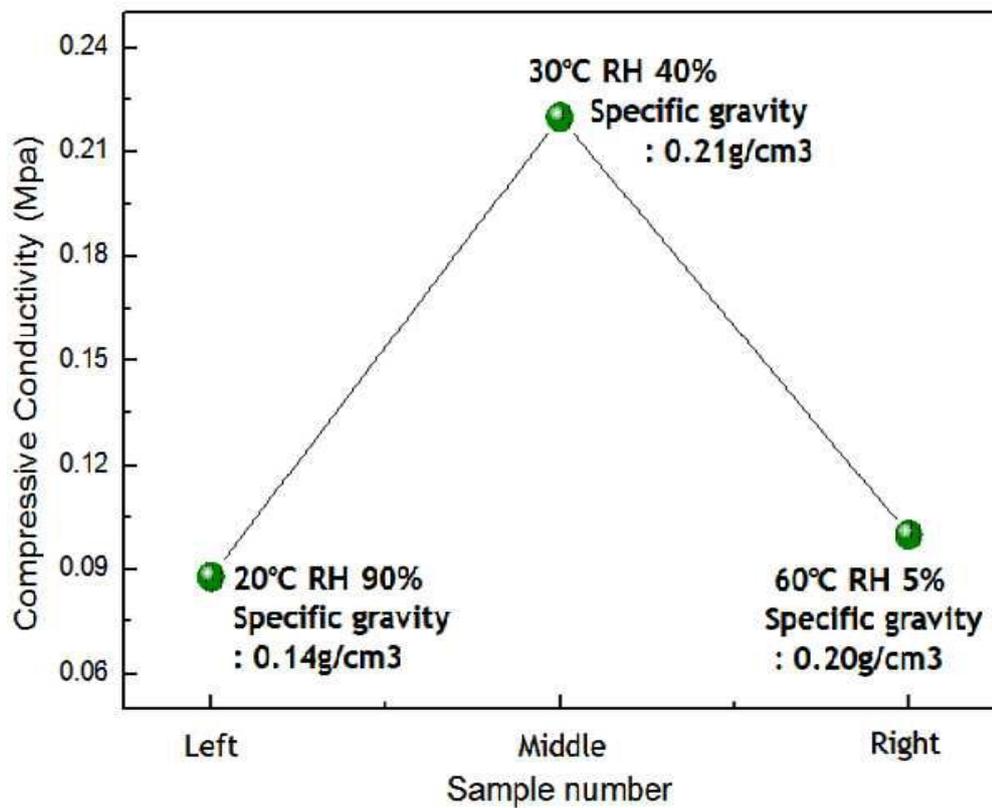
도면7



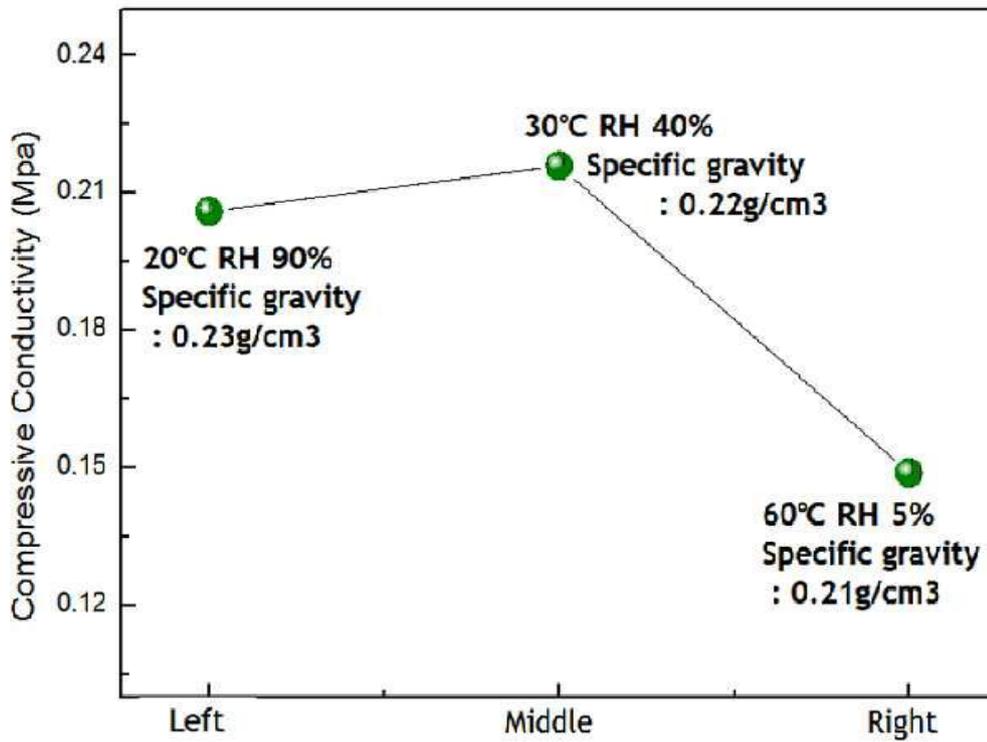
도면8



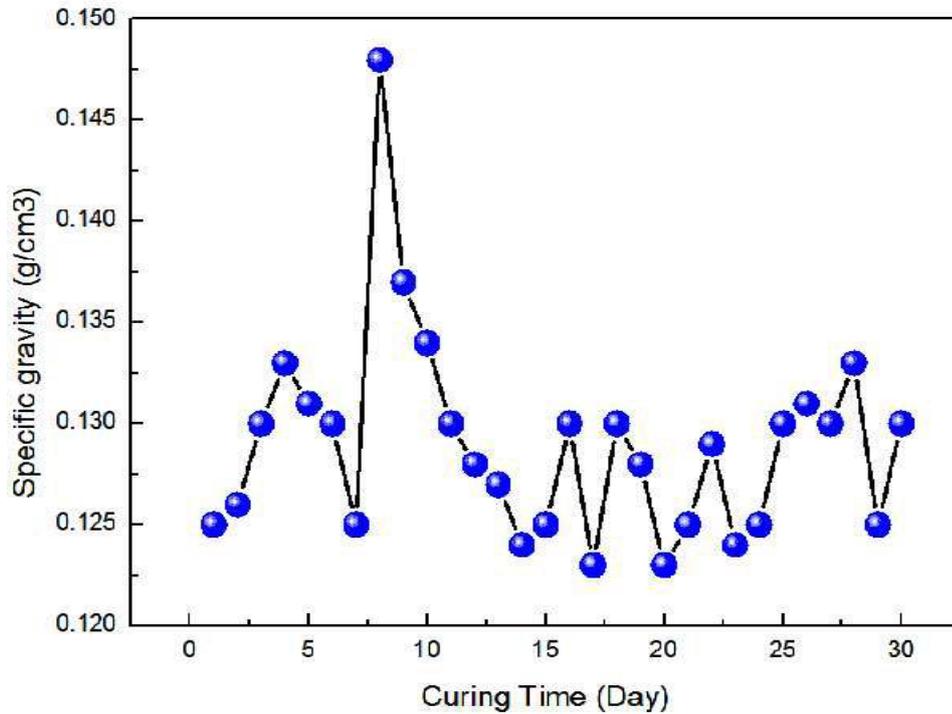
도면9



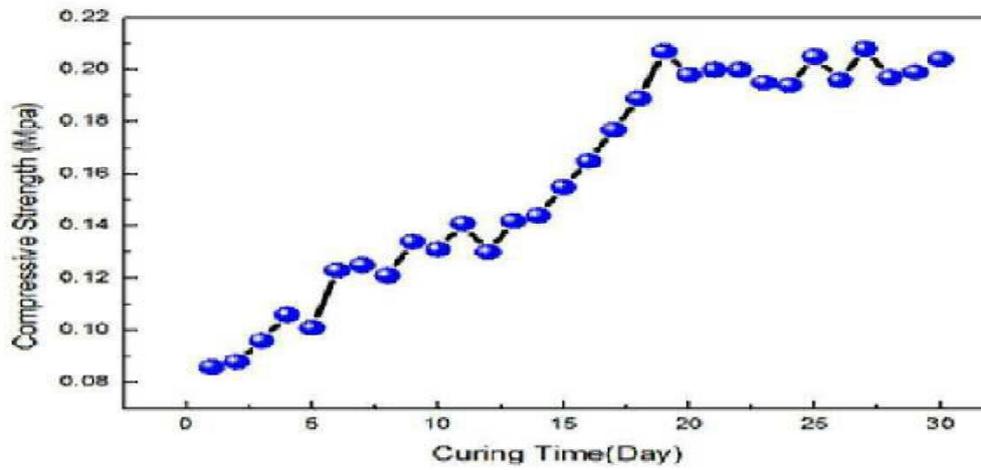
도면10



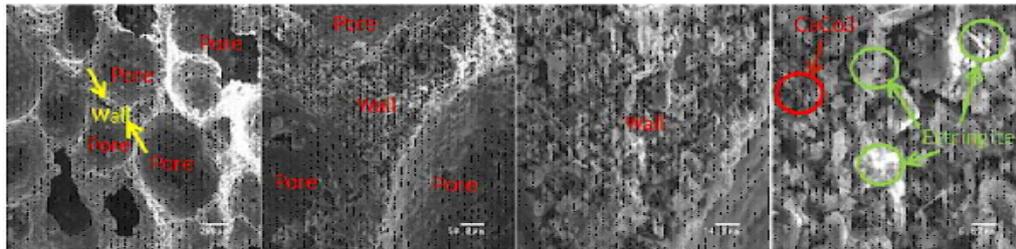
도면11a



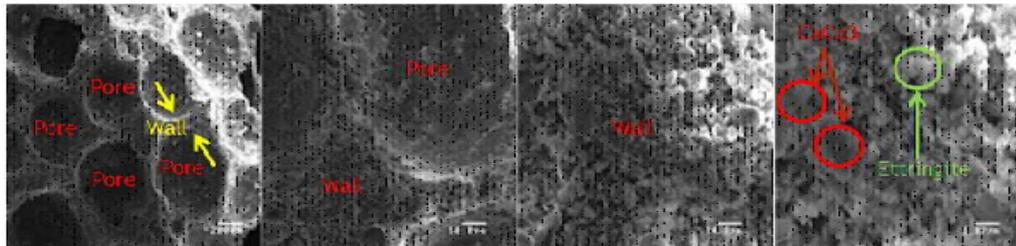
도면11b



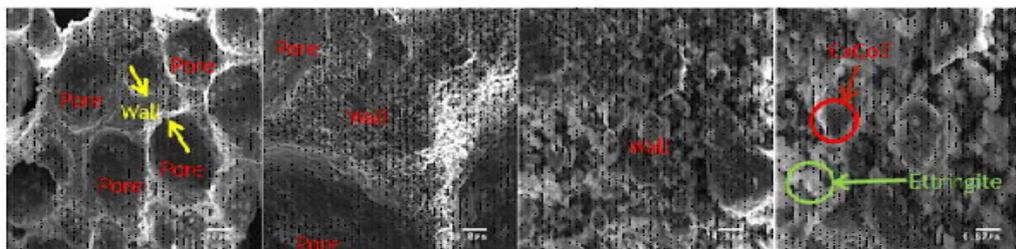
도면12



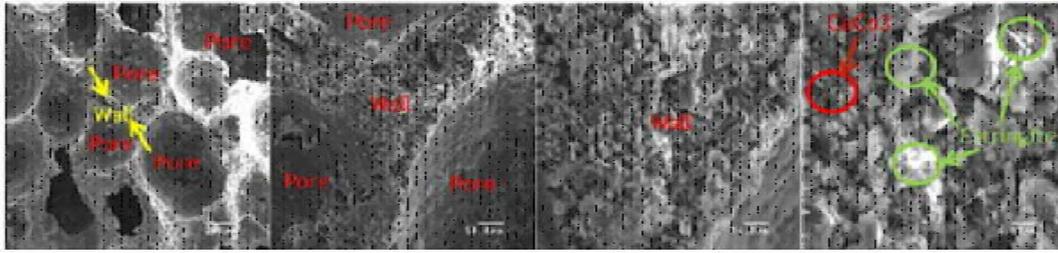
도면13



도면14



도면15



【심사관 직권보정사항】

【직권보정 1】

【보정항목】 청구범위

【보정세부항목】 청구항 8, 2째줄

【변경전】

상기 단열 소재

【변경후】

상기 무기단열소재