



(19) 대한민국특허청(KR)

(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2024년10월08일

(11) 등록번호 10-2714602

(24) 등록일자 2024년10월02일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

B32B 7/12 (2019.01) B32B 19/00 (2006.01)

C08G 18/20 (2006.01) C08G 18/48 (2006.01)

E04C 2/292 (2006.01) C08G 101/00 (2006.01)

(52) CPC특허분류

B32B 7/12 (2019.01)

B32B 19/00 (2013.01)

(21) 출원번호 10-2020-7025811

(22) 출원일자(국제) 2019년01월30일

심사청구일자 2022년01월28일

(85) 번역문제출일자 2020년09월07일

(65) 공개번호 10-2020-0119281

(43) 공개일자 2020년10월19일

(86) 국제출원번호 PCT/EP2019/052175

(87) 국제공개번호 WO 2019/154677

국제공개일자 2019년08월15일

(30) 우선권주장

18155625.9 2018년02월07일

유럽특허청(EPO)(EP)

(56) 선행기술조사문헌

US20170209897 A1

US20100041295 A1

KR1020080045228 A

KR1020170039265 A

(73) 특허권자

바스프 에스이

독일 67056 루트비히스하펜 암 라인 칼-보쉬-슈트라쎈 38

(72) 발명자

야콥마이어 올라프

독일 49448 램펠르데 엘라스토그란슈트라쎈 60

크로니크 사브리나

독일 49448 램펠르데 엘라스토그란슈트라쎈 60

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

김진희, 김태홍

전체 청구항 수 : 총 18 항

심사관 : 정진수

(54) 발명의 명칭 단열재, 접착제 및 외부층의 복합 부재

(57) 요약

본 발명은 단열재 (B), 접착제 (C) 및 임의로 하나 이상의 외부층 (A)을 포함하는 복합 부재를 제조하는 방법에 관한 것으로, 여기서 단열재 (B)는 접착제 (C)와 결합되고, 접착제 (C)는 폴리이소시아네이트 (a)와, 2 이상의 이소시아네이트-반응성 기를 갖는 폴리올 (b), 물을 포함하는 발포제 (c), 및 임의로 사슬 연장제 (d), 촉매 (e) 및 기타 보조제 (f)를 혼합함으로써 제조 가능한 폴리우레탄 접착제이다. 여기서, 폴리올 (b)은, 폴리에테롤을 포함하고, 폴리에테롤은 각각의 경우에 (b1) 내지 (b3) 성분의 총 중량을 기준으로, 2관능성 출발 분자를 기준으로 120 내지 300 mgKOH/g의 수산기가를 갖고, 알킬렌 옥사이드 함량을 기준으로 에틸렌 옥사이드 함량이 60 내지 100 중량%이고, 1차 OH기의 비율이 50 내지 100 %인, 하나 이상의 폴리알킬렌 옥사이드 (b1) 50 내지 90 중량%; 2관능성 및/또는 3관능성 출발 분자를 기준으로 120 내지 600 mgKOH/g의 수산기가를 갖고, 알킬렌 옥사이드 함량을 기준으로 에틸렌 옥사이드 함량이 0 내지 40 중량%인, 하나 이상의 폴리알킬렌 옥사이드 (b2) 10 내지 50 중량%; 및 2관능성 내지 4관능성 출발 분자를 기준으로 100 내지 800 mgKOH/g의 수산기가를 갖는 하나 이상의 추가의 폴리알킬렌 옥사이드 (b3) 0 내지 30 중량%를 포함한다. 본 발명은 또한, 이러한 공정에 의해 생성될 수 있는 단열재 (B) 및 접착제 (C) 및 임의로 하나 이상의 외부층 (A)으로 형성된 복합 부재 중 하나 및 단열재 (B) 결합용 접착제 (C)의 용도에 관한 것이다.

(52) CPC특허분류

C08G 18/2027 (2013.01)
C08G 18/302 (2013.01)
C08G 18/4812 (2013.01)
C08G 18/4829 (2013.01)
C08G 18/4833 (2013.01)
C09J 11/06 (2013.01)
C09J 175/08 (2013.01)
C09J 5/08 (2013.01)
E04C 2/292 (2013.01)

(72) 발명자

후스코블라 안테

독일 49448 램펠르데 엘라스토그란슈트라쎄 60

렌너 크리스티안

독일 49448 램펠르데 엘라스토그란슈트라쎄 60

훈데만 피터

독일 49448 램펠르데 엘라스토그란슈트라쎄 60

명세서

청구범위

청구항 1

단열재 (B) 및 접착제 (C) 및 임의로 하나 이상의 외부층 (A)을 포함하는 복합 부재를 제조하는 방법으로서,

단열재 (B)는 접착제 (C)와 결합되고,

접착제 (C)는 하기 성분의 혼합에 의해 제조 가능한 폴리우레탄 접착제인 방법:

- (a) 폴리이소시아네이트와,
- (b) 2 이상의 이소시아네이트-반응성 기를 갖는 폴리올,
- (c) 물을 포함하는 발포제, 및 임의로
- (d) 사슬 연장제,
- (e) 촉매, 및
- (f) 기타 보조제,

여기서, 폴리올 (b)은 폴리에테롤을 포함하고, 폴리에테롤은 각각의 경우에 (b1) ~ (b3) 성분의 총 중량을 기준으로, 하기 (b1) ~ (b3)를 포함한다:

(b1) 2관능성 출발 분자를 기준으로 120 내지 300 mgKOH/g의 수산기가를 갖고, 알킬렌 옥사이드 함량을 기준으로 에틸렌 옥사이드 함량이 60 내지 100 중량%이고, 1차 OH기의 비율이 50 내지 100 %인, 하나 이상의 폴리알킬렌 옥사이드 50 내지 90 중량%,

(b2) 2관능성 및/또는 3관능성 출발 분자를 기준으로 120 내지 600 mgKOH/g의 수산기가를 갖고, 알킬렌 옥사이드 함량을 기준으로 에틸렌 옥사이드 함량이 0 내지 40 중량%인, 하나 이상의 폴리알킬렌 옥사이드 10 내지 50 중량%, 및

(b3) 폴리에테롤 (b1) 및 (b2)와 상이하고, 2관능성 내지 4관능성 출발 분자를 기준으로 100 내지 800 mgKOH/g의 수산기가를 갖는, 하나 이상의 추가의 폴리알킬렌 옥사이드 0 내지 30 중량%.

청구항 2

제 1 항에 있어서,

(b1) ~ (b3) 성분의 비율은, 성분 (b)의 총 중량을 기준으로 70 내지 100 중량%인 방법.

청구항 3

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

(b2) 성분은, 오직 3관능성 출발 분자로부터 진행해서만 얻어질 수 있는 것인 방법.

청구항 4

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

(b1) 성분 중의 알킬렌 옥사이드 함량을 기준으로 (b1) 성분의 에틸렌 옥사이드 함량이 100 중량%인 방법.

청구항 5

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

(b2) 성분 중의 알킬렌 옥사이드 함량을 기준으로 (b2) 성분의 프로필렌 옥사이드 함량이 100 중량%인 방법.

청구항 6

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

(b3) 성분이 사용되지 않는 방법.

청구항 7

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

사용되는 발포제는 오직 물이고, 물의 함량은 성분 (b) 내지 (e)의 총 중량을 기준으로 0.3 내지 3 중량%인 방법.

청구항 8

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

사용되는 촉매 (e)가 3차 아민 촉매인 방법.

청구항 9

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

보조제 (f)가 2개의 아미노기를 갖는 증점제를 포함하고, 각각은 1차 또는 2차일 수 있으며, 분자량은 500 g/mol 미만인 방법.

청구항 10

제 9 항에 있어서,

아미노기는 1차 아미노기이고, 아미노기가 방향족 탄소 원자에 결합되어 있는 것인 방법.

청구항 11

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

접착제 (C)는 접착제 (C)의 총 중량을 기준으로 30 내지 70 중량%의 무기 충전제를 포함하는 방법.

청구항 12

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

단열재 (B)는 미네랄울 및/또는 락울(rock wool)인 방법.

청구항 13

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

단열재 (B)가 에어로겔 재료 또는 에어로겔 복합재를 포함하는 것인 방법.

청구항 14

제 13 항에 있어서,

에어로겔 재료는 서로 결합되어 있는 것인 방법.

청구항 15

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

폴리이소시아네이트 (a)는, 2,4'-MDI, 4,4'-MDI, MDI의 고급 다환형 동족체(homolog) 또는 이들 성분의 2 이상의 혼합물로 이루어지는 군에서 선택된 이소시아네이트를 포함하는 것인 방법.

청구항 16

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

외부층 (A) 및 단열재 (B)가 접착제 (C)로 결합되는 것인 방법.

청구항 17

제 1 항 또는 제 2 항에 따른 방법에 의해 얻을 수 있는, 단열재 (B) 및 접착제 (C) 및 임의로 하나 이상의 외부층 (A)을 포함하는 복합 부재.

청구항 18

하기 성분의 혼합에 의해 제조 가능한, 단열재 (B) 결합용 접착제 (C)의 제조 방법:

- (a) 폴리이소시아네이트와,
- (b) 2 이상의 이소시아네이트-반응성 기를 갖는 폴리올,
- (c) 물을 포함하는 발포제, 및 임의로
- (d) 사슬 연장제,
- (e) 촉매, 및
- (f) 기타 보조제,

여기서, 폴리올 (b)은 폴리에테롤을 포함하고, 폴리에테롤은 각각의 경우에 (b1) ~ (b3) 성분의 총 중량을 기준으로, 하기 (b1) ~ (b3)를 포함한다:

(b1) 2관능성 출발 분자를 기준으로 120 내지 300 mgKOH/g의 수산기가를 갖고, 알킬렌 옥사이드 함량을 기준으로 에틸렌 옥사이드 함량이 60 내지 100 중량%이고, 1차 OH기의 비율이 50 내지 100 %인, 하나 이상의 폴리알킬렌 옥사이드 50 내지 90 중량%,

(b2) 2관능성 및/또는 3관능성 출발 분자를 기준으로 120 내지 600 mgKOH/g의 수산기가를 갖고, 알킬렌 옥사이드 함량을 기준으로 에틸렌 옥사이드 함량이 0 내지 40 중량%인, 하나 이상의 폴리알킬렌 옥사이드 10 내지 50 중량%, 및

(b3) 폴리에테롤 (b1) 및 (b2)와 상이하고, 2관능성 내지 4관능성 출발 분자를 기준으로 100 내지 800 mgKOH/g의 수산기가를 갖는, 하나 이상의 추가의 폴리알킬렌 옥사이드 0 내지 30 중량%.

발명의 설명

기술 분야

[0001]

본 발명은 단열재 (B) 및 접착제 (C) 및 임의로 하나 이상의 외부층 (A)을 포함하는 복합 부재를 제조하는 방법에 관한 것으로, 여기서 단열재 (B)는 접착제 (C)와 결합되고, 접착제 (C)는 폴리이소시아네이트 (a)와 2 이상의 이소시아네이트-반응성 기를 갖는 폴리올 (b), 물을 포함하는 발포제 (c), 및 임의로 사슬 연장제 (d), 촉매 (e) 및 기타 보조제 (f)를 혼합함으로써 제조 가능한 폴리우레탄 접착제이다. 여기서, 폴리올 (b)은, 폴리에테롤을 포함하고, 폴리에테롤은 각각의 경우에 (b1) 내지 (b3) 성분의 총 중량을 기준으로, 2관능성 출발 분자를 기준으로 120 내지 300 mgKOH/g의 수산기가를 갖고, 알킬렌 옥사이드 함량을 기준으로 에틸렌 옥사이드 함량이 60 내지 100 중량%이고, 1차 OH기의 비율이 50 내지 100 %인, 하나 이상의 폴리알킬렌 옥사이드 (b1) 50 내지 90 중량%; 2관능성 및/또는 3관능성 출발 분자를 기준으로 120 내지 600 mgKOH/g의 수산기가를 갖고, 알킬렌 옥사이드 함량을 기준으로 에틸렌 옥사이드 함량이 0 내지 40 중량%인, 하나 이상의 폴리알킬렌 옥사이드 (b2) 10 내지 50 중량%; 및 2관능성 내지 4관능성 출발 분자를 기준으로 100 내지 800 mgKOH/g의 수산기가를 갖는 하나 이상의 추가의 폴리알킬렌 옥사이드 (b3) 0 내지 30 중량%을 포함한다. 본 발명은 또한, 이러한 공정에 의해 제조될 수 있는 단열재 (B) 및 접착제 (C) 및 임의로 하나 이상의 외부층 (A)을 포함하는 복합 부재 중 하나에 관한 것이다.

배경 기술

[0002]

특히 금속성 외부층 및 단열재의 코어로부터 복합 부재의 제조가 공지되어 있다. 특히, 종종 미네랄울(mineral wool) 샌드위치 부재로 지칭되는 미네랄울 코어를 포함하는 패널의 연속 작동 트윈 벨트 시스템에서의 제조는, 현재 점점 더 큰 규모로 실시되고 있다. 이러한 부재, 특히 미네랄울 또는 공지의 에어로겔 재료와 같은 무기 절연 재료를 사용하는 부재의 본질적인 장점은, 건축 요소로서의 유용성 이외에도 화염 노출에 대한 높은 저항

성이다. 미네랄을 샌드위치 부재라고도 하는, 미네랄을 기반 샌드위치 부재는, 특히 매우 높은 수준의 화재 방지가 중요한 매우 다양한 건물의 외관 및 지붕의 형성에 사용된다. 여기에 사용된 외부층은, 코팅된 강판 이외에도 스테인리스 강판, 구리판 또는 알루미늄판을 포함한다. 단일- 또는 2성분의 이소시아네이트계 접착제가, 코어 재료를 서로 또는 금속성 외부층에 결합시키는 데에 유용한 것으로 입증되었다.

[0003] 예를 들어, EP 1896259는 외부층 및 미네랄 절연 재료로부터 샌드위치 부재를 제조하는 것에 대해 기재하고 있고, 외부층 및 절연 재료는 2성분 폴리우레탄 접착제로 결합되어 있다. 실시예에서는, 2성분 폴리우레탄 접착제가 사용되며, 여기서 폴리올 성분으로는 프로필렌 옥사이드계 폴리에테르폴리올, 난연제, 물, 폼(foam) 안정화제 및 아민 촉매의 혼합물이 기재되어 있다. 이 폴리올 성분은 중합제성 디페닐메탄과 반응하여 접착제를 제공한다.

[0004] 가연성에 대한 샌드위치 부재의 높은 저항성에 특히 주의를 기울인다. 예를 들어, 금속 외부층 및 절연 재료로서 무기 절연체가 사용되는 경우, 유일한 가연성 성분은 폴리우레탄 접착제이다. 이러한 이유로, 접착제의 가연성을 감소시키려는 많은 시도가 있었다.

[0005] 예를 들어, WO 2003/051954는 피마자유, 프로필렌 옥사이드계 폴리에테르폴리올, 지방산 함유 폴리에스테르폴리올 및 발포제로서의 물, 촉매 및 난연제와 같은 첨가제를 기초로 한 난연성 폴리우레탄 접착제의 제공을 기재하고 있다. 이들 접착제의 단점은 특히 낮은 접착 효과이다.

[0006] WO 2012/091927은, 피마자유가 방향족 폴리에스테르디올로 대체된 미네랄을 샌드위치 부재 제조용 접착제를 개시하고 있다. 이는 2 내지 4 관능성 및 최대 500 mPas의 점도를 갖는 폴리에테르폴리올과의 혼합물로 사용된다. 이 경우, 약간 개선된 접착성과 함께, 충전된 상태(충전제로서 탄산칼슘 53.55 중량%; 실시예 1)에서 16 MJ/kg의 낮은 발열량 및 충전되지 않은 상태에서 26.0 MJ/kg이 달성된다.

[0007] 에어로겔 재료 또는 에어로겔 복합재의 결합도 알려져 있다. 예를 들어, EP 2665876은 건물 단열에서의 적용을 위한 에어로겔 단열 패널의 제조용 에어로겔 재료 또는 에어로겔 복합재의 다수의 겹의 조립을 위한 접착제로서, 물유리 용액의 사용을 기재하고 있다. 여기서 달성된 횡 인장 강도는 매우 낮으며, 예를 들어 단열 복합재 시스템에서 표준 규격의 사용이 허용되지 않는다.

[0008] 에어로겔 재료 및 임의로 다른 절연 또는 비절연 재료의 하나 이상의 층을 포함하는 내열 복합재 시스템도 공지되어 있다. 이들 복합 부재의 제조를 위해, 단열재, 예를 들어 절연 재료의 각각의 겹 또는 층을 서로 결합하고, 절연 재료와 임의의 존재하는 외부층을 결합할 필요가 있다. 그러나, 이 경우 화염 노출에 대한 저항성은 접착제의 가연성에도 상당히 의존된다. 예를 들어, 본질적으로 불연성인 무기 접착제가 공지되어 있지만, 이들은 종종 단지 불충분한 접착제 특성을 나타낸다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0009] 본 발명의 목적은, 단열재 (B) 및 접착제 (C) 및 임의의 하나 이상의 외부층 (A)으로부터 형성되는 복합 부재를 제공하는 것이다. 이 복합 부재는, 단열재의 결합, 예를 들어, 동일하거나 상이한 단열재 (B)의 다양한 층들 간의 결합, 또는 단열재 (B)와 외부층 (A) 사이의 결합에서 높은 접착력을 나타내며, 사용된 접착제는 낮은 발열량을 갖는다. 복합 부재는 또한 소량의 접착제를 사용하여 제조할 수 있어야 한다.

[0010] 본 발명의 목적은, 놀랍게도, 단열재 (B) 및 접착제 (C) 및 임의로 하나 이상의 외부층 (A)을 포함하는 복합 부재에 의해 달성되는데, 복합 부재는 단열재 (B)는 접착제 (C)와 결합되고, 접착제 (C)는 폴리이소시아네이트 (a)와 2 이상의 이소시아네이트-반응성 기를 갖는 폴리올 (b), 물을 포함하는 발포제 (c), 및 임의로 사슬 연장제 (d), 촉매 (e) 및 기타 보조제 (f)를 혼합함으로써 제조 가능한 폴리우레탄 접착제이며, 여기서, 폴리올 (b)은, 폴리에테르를 포함하고, 폴리에테롤은 (b1) 내지 (b3) 성분의 총 중량을 기준으로, 2관능성 출발 분자를 기준으로 120 내지 300 mgKOH/g의 수산기량을 갖고, 알킬렌 옥사이드 함량을 기준으로 에틸렌 옥사이드 함량이 60 내지 100 중량%이고, 1차 OH기의 비율이 50 내지 100 %인, 하나 이상의 폴리알킬렌 옥사이드 (b1) 50 내지 90 중량%; 2관능성 및/또는 3관능성 출발 분자를 기준으로 120 내지 600 mgKOH/g의 수산기량을 갖고, 알킬렌 옥사이드 함량을 기준으로 에틸렌 옥사이드 함량이 0 내지 40 중량%인, 하나 이상의 폴리알킬렌 옥사이드 (b2) 10 내지 50 중량%; 및 2관능성 내지 4관능성 출발 분자를 기준으로 100 내지 800 mgKOH/g의 수산기량을 갖는 하나 이상의 추가의 폴리알킬렌 옥사이드 (b3) 0 내지 30 중량%를 포함하는 것인 공정예에 의해 제조 가능한 것이다. 본 발명은 또한, 단열재 (B)가 접착제 (C)와 결합된 본 발명의 복합 부재의 제조 방법에 관한 것이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0011] 본 발명에 따른 복합 부재의 제조를 위해, 단열재 (B), 접착제 (C) 및 임의로 외부층 (A) 이외에 추가 재료가 여기서 사용될 수 있다. 본 발명의 복합 부재는 바람직하게는 단열재 (B), 접착제 (C) 및 임의로 외부층 (A)으로 구성된다.
- [0012] 본 발명의 맥락에서, 단열재 (B)의 결합은 단열재 (B)가 접착제 (C)와 접촉하는 임의의 형태의 결합을 포괄한다. 이것은 서로 다른 겹의 단열재 (B)를 서로 결합시키는 것 및 단열재 (B)를 다른 재료, 예를 들어 외부층 (A) 같은 것과 결합시키는 것 또한 포함할 수 있다.
- [0013] 접착제 (C)의 제조를 위해, 사용되는 폴리이소시아네이트 (a)는, 선행 기술로부터 공지된 임의의 지방족, 방향족 및 방향족 2관능성 또는 다관능성 이소시아네이트 및 이들의 임의의 원하는 혼합물을 포함할 수 있다. 방향족 2관능성 또는 다관능성 이소시아네이트가 바람직하게 사용된다. 예로는, 디페닐메탄 4,4'-, 2,4'- 및 2,2'-다이소시아네이트(MDI), 단량체성 디페닐메탄 다이소시아네이트 및 디페닐메탄 다이소시아네이트의 고급 다환형 동족체(폴리머 MDI)의 혼합물, 테트라메틸렌 다이소시아네이트, 헥사메틸렌 다이소시아네이트(HDI), 이소포론 다이소시아네이트(IPDI), 나프탈렌 1,5-다이소시아네이트(NDI), 톨루엔 2,4,6-트리이소시아네이트 및 톨루엔 2,4- 및 2,6-다이소시아네이트(TDI), 또는 이의 혼합물이다.
- [0014] 톨루엔 2,4-다이소시아네이트, 톨루엔 2,6-다이소시아네이트, 디페닐메탄 2,4'-다이소시아네이트 및 디페닐메탄 4,4'-다이소시아네이트 및 디페닐메탄 다이소시아네이트의 고급 다환형 동족체(중합체 MDI) 및 이들 이소시아네이트의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택된 방향족 이소시아네이트를 사용하는 것이 특히 바람직하다. 사용되는 이소시아네이트는, 특히 디페닐메탄 2,4'-다이소시아네이트, 디페닐메탄 4,4'-다이소시아네이트, 디페닐메탄 다이소시아네이트 고급 다환형 동족체, 또는 2 이상의 이들의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택된 방향족 이소시아네이트이다.
- [0015] 사용되는 2 이상의 이소시아네이트 반응성 기를 갖는 폴리올 (b)은, 폴리우레탄의 제조에서 공지되어 있고, 분자량이 250 g/mol 초과인 이소시아네이트 반응성 화합물일 수 있다. 예를 들어, 폴리에스테르의 알콕시화에 의해 수득될 수 있는, 폴리에스테롤, 폴리에테롤 또는 폴리에테르-폴리에스테롤을 사용하는 것이 바람직하다.
- [0016] 폴리에테르 폴리올 (b)은 공지된 방법, 예를 들어 촉매로서 알칼리금속 수산화물 또는 알칼리금속 알콕사이드와 의 음이온 중합, 또는 촉매로서 오염화안티몬 또는 삼불화붕소 에테레이트와 같은 루이스 산과의 양이온 중합에 의해, 2 내지 8 개의 반응성 수소 원자를 포함하는 하나 이상의 출발 분자를 첨가하여, 알킬렌 라디칼에서 2 내지 4 개의 탄소 원자를 갖는 하나 이상의 알킬렌 옥사이드로부터 제조된다. 또한, 사용되는 촉매는 또한 다중 금속 시안화물 화합물, 소위 DMC 촉매일 수 있다. 적합한 알킬렌 옥사이드의 예는, 테트라하이드로푸란, 1,3-프로필렌 옥사이드, 1,2- 및 2,3-부틸렌 옥사이드이며, 바람직하게는 에틸렌 옥사이드 및 1,2-프로필렌 옥사이드이다. 알킬렌 옥사이드는 개별적으로, 연속적으로는 교대로, 또는 혼합물로서 사용될 수 있다. 1,2-프로필렌 옥사이드, 에틸렌 옥사이드 또는 1,2-프로필렌 옥사이드와 에틸렌 옥사이드의 혼합물을 사용하는 것이 바람직하다.
- [0017] 본 명세서에서 폴리에테르 폴리올 (b)은, 2관능성 출발 분자를 기준으로 120 내지 300 mgKOH/g, 바람직하게는 150 내지 250 mgKOH/g, 특히 바람직하게는 160 내지 200 mgKOH/g의 수산기가를 가지며, 알킬렌 옥사이드 함량을 기준으로 에틸렌 옥사이드 함량이 60 내지 100 중량%, 바람직하게는 70 내지 100 중량%, 특히 바람직하게는 90 내지 100 중량%이고, 특별하게도 오직 에틸렌 옥사이드만을 가지며, 1차 OH기의 비율이 50 내지 100 %, 바람직하게는 90 % 내지 100 %, 특히 100 %인, 하나 이상의 폴리알킬렌 옥사이드 (b1)를 50 내지 90 중량%, 바람직하게는 60 내지 85 중량%, 특히 65 내지 80 중량% 포함한다. 적합한 출발 분자는 바람직하게는 물 또는 2가 및 3가 알코올, 예컨대 에틸렌 글리콜, 프로판-1,2- 또는 -1,3-디올, 디에틸렌 글리콜, 디프로필렌 글리콜 및 부탄-1,4-디올을 포함한다. 성분 (b)는, 추가로, 2관능성 및/또는 3관능성, 바람직하게는 오직 3관능성, 출발 분자를 기준으로 120 내지 600 mgKOH/g, 바람직하게는 150 내지 500 mgKOH/g, 특히 바람직하게는 150 내지 400 mgKOH/g의 수산기가를 가지며, 알킬렌 옥사이드의 함량을 기준으로 에틸렌 옥사이드 함량이 0 내지 40 중량%, 바람직하게는 0 내지 20 중량%이며, 특별하게도 오직 프로필렌 옥사이드만을 갖는 하나 이상의 폴리알킬렌 옥사이드 (b2)를 10 내지 50 중량%, 바람직하게는 15 내지 40 중량%, 특히 바람직하게는 20 내지 35 중량% 포함한다. 적합한 출발 분자는 바람직하게는 물 또는 2가 및 3가 알코올, 예컨대 에틸렌 글리콜, 프로판-1,2- 또는 -1,3-디올, 디에틸렌 글리콜, 디프로필렌 글리콜, 부탄-1,4-디올, 글리세롤 및 트리메틸올 프로판을 포함하고, 바람직하게는 글리세롤을 포함한다.

- [0018] 폴리에테롤 (b1) 및 (b2) 이외에, 각각의 경우에 성분 (b1) 내지 (b3)의 총 중량을 기준으로 0 내지 30 중량%, 바람직하게는 0 내지 15 중량%, 특히 바람직하게는 0 내지 5 중량%의, 폴리에테롤 (b1) 및 (b2)와는 상이한, 하나 이상의 추가의 폴리알킬렌 옥사이드 (b3)가 존재할 수 있다. 이는 바람직하게는 2관능성 내지 4관능성 출발 분자를 기준으로 100 내지 800 mgKOH/g의 수산기가를 갖는다. 매우 바람직한 구체예에서, 폴리에테롤 (b3)은 사용되지 않는다.
- [0019] 폴리에테롤 (b1) 및 (b2) 및 임의로 (b3) 이외에, 폴리우레탄 화학에서 통상적인 추가의 폴리올이 사용될 수 있다. 이들은 분자량이 250 g/mol 초과, 바람직하게는 10,000 g/mol 미만이고, 폴리에테르 폴리올 (b1) 내지 (b3)의 정의에 해당하지 않는 추가의 폴리에테르 폴리올, 및 또한 폴리에스테르 폴리올과, 분자량이 250 g/mol 초과이며 이소시아네이트 반응성 기를 포함하는 다른 화합물, 예컨대 OH기 함유 또는 알콕시화 지방, 예를 들어 피마자유 또는 알콕시화 피마자유, 또는 지방산, 예를 들어 리시놀레산 또는 폴리아민을 포함한다.
- [0020] 폴리올 (b) 중 폴리에테르 폴리올 (b1) 내지 (b3)의 비율은, 성분 (b)의 총 중량을 기준으로 바람직하게는 70 중량% 내지 100 중량%, 특히 바람직하게는 85 중량% 내지 100 중량%, 더 바람직하게는 90 중량% 내지 100 중량% 이고, 더욱 바람직하게는 95 % 내지 100 %이다. 특히, 사용되는 폴리올 (b)은 오직 폴리올 (b1), (b2) 및 임의로 (b3)이다.
- [0021] 적합한 출발 분자는 바람직하게는 물 또는 2가 및 3가 알코올, 예컨대 에틸렌글리콜, 프로판-1,2- 또는 -1,3-디올, 디에틸렌 글리콜, 디프로필렌 글리콜, 부탄-1,4-디올, 글리세롤 및 트리메틸올 프로판을 포함한다.
- [0022] 사용되는 발포제 (c)는 물을 포함하는 발포제이다. 이 경우, 물은 단독으로 또는 추가 발포제와 함께 사용될 수 있다. 발포제 (c) 중의 물의 함량은 발포제 (c)의 총 중량을 기준으로 바람직하게는 40 중량% 초과, 특히 바람직하게는 60 중량% 초과, 매우 특히 바람직하게는 80 중량% 초과이다. 특히, 물이 유일한 발포제로서 사용된다. 물 이외에 다른 발포제가 사용되는 경우, 예를 들어 클로로플루오로카본, 하이드로플루오로카본, 탄화수소, 산 및 액체 또는 용해된 이산화탄소를 사용하는 것이 가능하다. 발포제 (c)는 발포제 (c)의 총 중량을 기준으로 바람직하게는 50 중량% 미만, 보다 바람직하게는 20 중량% 미만, 특히 바람직하게는 10 중량% 미만, 특히 0 중량%의 클로로플루오로카본, 하이드로플루오로카본 및/또는 탄화수소를 포함한다. 추가의 구체예에서, 사용되는 발포제 (c)는 물 및 폼산 및/또는 이산화탄소의 혼합물일 수 있다. 폴리올 성분 중에서 발포제가 보다 용이하게 분산될 수 있도록 하기 위해, 발포제 (c)는 디프로필렌 글리콜과 같은 극성 화합물과 혼합될 수 있다.
- [0023] 발포제 (c)는, 보강제 (f)를 포함하여 성분 (a) 내지 (f)의 반응에 의해 형성되는 폴리우레탄 접착제 (C)의 밀도가 40 내지 800 kg/m³, 바람직하게는 50 내지 200 kg/m³, 특히 바람직하게는 60 내지 120 kg/m³의 범위 내에 있도록 하는 양으로 사용된다. 물의 함량은, 성분 (b) 내지 (e)의 총 중량을 기준으로 바람직하게는 0.3 중량% 내지 3 중량%, 특히 바람직하게는 0.8 중량% 내지 2 중량%이다.
- [0024] 사슬 연장제 및/또는 가교제 (d)는 또한 접착제 (C)의 제조에 임의로 사용될 수 있다. 사슬 연장제 및/또는 가교제의 첨가는 폴리올의 첨가 전, 첨가와 함께 또는 첨가 후에 실시될 수 있다. 사용되는 사슬 연장제 및/또는 가교제는 바람직하게는 250 g/mol 미만, 특히 바람직하게는 60 내지 200 g/mol의 분자량을 갖는 물질이며, 여기서 사슬 연장제는 2 개의 이소시아네이트 반응성 수소 원자를 가지며, 가교제는 3 개의 이소시아네이트 반응성 수소 원자를 갖는다. 이들은 개별적으로 또는 혼합물의 형태로 사용될 수 있다. 사슬 연장제가 사용되는 경우, 프로판-1,3- 및 -1,2-디올, 디프로필렌 글리콜, 트리프로필렌 글리콜 및 부탄-1,3-디올이 특히 바람직하다.
- [0025] 사슬 연장제, 가교제 또는 이들의 혼합물이 사용되는 경우, 이들은 중합체성 이소시아네이트 반응성 화합물 및 사슬 연장제 및/또는 가교제에 대한 폴리이소시아네이트의 중량을 기준으로 편의상 1 내지 30 중량%, 바람직하게는 1.5 내지 20 중량%, 특히 2 내지 10 중량%의 양으로 사용된다; 바람직하게는 사슬 연장제 및/또는 가교제가 사용되지 않는다.
- [0026] 사용되는 촉매 (e)는 이소시아네이트-물 반응 또는 이소시아네이트-폴리올 반응을 가속화시키는 임의의 화합물일 수 있다. 이러한 화합물은 공지되어 있고, 예를 들어 문헌("Kunststoffhandbuch[Plastics Handbook], volume 7, Polyurethane [Polyurethanes]", Carl Hanser Verlag, 3 판 1993, Chapter 3.4.1)에 기재되어 있다. 이들은 아민계 촉매 및 유기 금속 화합물에 기초한 촉매를 포함한다.
- [0027] 유기 금속 화합물에 기초하여 사용될 수 있는 촉매는, 예컨대 유기 주석 화합물, 예를 들어, 주석(II) 아세테이트, 주석(II) 옥토에이트, 주석(II) 에틸헥소에이트 및 주석(II) 라우레이트와 같은 유기 카르복실산의 주석(II)염 및 디부틸주석 디아세테이트, 디부틸주석 디라우레이트, 디부틸주석 말레에이트 및 디옥틸주석 디아세테이트와 같은 유기 카르복실산의 디알킬주석(IV)염, 및 또한 비스무트(III) 네오데카노에이트, 비스무트 2-에틸

헥사노에이트, 및 비스무트 옥타노에이트와 같은 비스무트 카르복실레이트, 또는 칼륨 아세테이트 또는 칼륨 포르메이트와 같은 카르복실산의 알칼리 금속염이다.

[0028] 사용되는 촉매 (e)는 바람직하게는 아민 촉매, 즉 하나 이상의 3차 질소 원자를 포함하는 하나 이상의 화합물이다. 예로는, 2,3-디메틸-3,4,5,6-테트라하이드로피리미딘과 같은 아미딘, 트리에틸아민, 트리부틸아민, 디메틸벤질아민, N-메틸-, N-에틸-, 및 N-시클로헥실모르폴린, N,N,N',N'-테트라메틸에틸렌디아민, N,N,N',N'-테트라메틸부탄디아민, N,N,N',N'-테트라메틸헥산디아민, 펜타메틸디에틸렌트리아민, 테트라메틸디아미노에틸에테르, 비스(디메틸아미노프로필)우레아, 디메틸피페라진, 1,2-디메틸이미다졸, 1-아자비스클로[3.3.0]옥탄과 같은 3차 아민을 포함하고, 바람직하게는 1,4-디아자비스클로[2.2.2]옥탄을 포함하며, 트리에탄올아민, 트리아소프로판올아민, N-메틸- 및 N-에틸디에탄올아민, 및 디메틸에탄올아민과 같은 알칸올아민 화합물을 포함한다. 이들 3차 아민은 또한 OH, NH 또는 NH₂ 기와 같은 이소시아네이트 반응성 기를 갖는 화합물일 수 있다. 가장 빈번하게 사용되는 촉매 중 일부는 비스(2-디메틸아미노에틸)에테르, N,N,N,N,N-펜타메틸디에틸렌트리아민, N,N,N-트리에틸아미노에톡시에탄올, 디메틸시클로헥실아민, 디메틸벤질아민, 트리에틸아민, 트리에틸렌디아민, 펜타메틸디프로필렌트리아민, 디메틸에탄올아민, N-메틸이미다졸, N-에틸이미다졸, 테트라메틸헥사메틸렌디아민, 트리스(디메틸아미노프로필)헥사하이드로트리아진, 디메틸아미노프로필아민, N-에틸모르폴린, 디아자비스클로노넨 및 디아자비스클로노넨이다. 본 발명의 접착제 (C)로부터 촉매의 낮은 이동 및/또는 VOC 화합물의 낮은 방출이 요구되는 경우, 혼입 가능한 촉매도 사용될 수 있다. 촉매는 또한 완전히 생략될 수 있다.

[0029] 촉매 (e)로서 아민 촉매만을 사용하는 것이 바람직하다. 성분 (b)의 중량을 기준으로 0.001 내지 5 중량%, 특히 0.05 내지 2 중량%의 촉매를 사용하는 것이 바람직하다.

[0030] 사용되는 보조제 (f)는 예를 들어 난연제, 안정화제, 증점제, 충전제 및 기타 첨가제, 예컨대 산화방지제일 수 있다. 적어도 충전제를 사용하는 것이 바람직하다.

[0031] 사용되는 난연제는 일반적으로 종래 기술로부터 알려진 난연제일 수 있다. 적합한 난연제는, 예를 들어 브롬화 에테르(Ixol B 251), 브롬화 알코올, 예컨대 디브로모 네오펜틸알코올, 트리브로모 네오펜틸알코올 및 PHT-4-디올 및 또한 염소화 포스페이트, 예를 들어 트리스(2-클로로에틸)포스페이트, 트리스(2-클로로이소프로필)포스페이트(TCPP), 트리스(1,3-디클로로이소프로필)포스페이트, 트리스(2,3-디브로모프로필)포스페이트 및 테트라키스(2-클로로에틸)에틸렌 디포스페이트, 또는 이들의 혼합물이다.

[0032] 이미 언급된 할로겐-치환 포스페이트 이외에, 적린, 적린 함유 조제물, 팽창성 흑연, 알루미늄옥사이드 수화물, 삼산화 안티몬, 비소 산화물, 암모늄 폴리포스페이트 및 황산 칼슘과 같은 무기 난연제, 또는 멜라민과 같은 시아누르산 유도체, 또는 암모늄 폴리포스페이트 및 멜라민 및 임의로 전분과 같은 2 이상의 난연제의 혼합물을 사용하여, 본 발명에 따라 제조되는 경질 폴리우레탄 발포체를 난연시킬 수 있다. 사용되는 추가의 액체, 할로겐프리(halogen-free) 난연제는 디에틸에탄 포스포네이트(DEEP), 트리에틸 포스페이트(TEP), 디메틸프로필 포스포네이트(DMPP), 디페닐크레실 포스페이트(DPC) 등일 수 있다.

[0033] 본 발명의 목적을 위한 난연제는, 성분 (b) 내지 (e)의 총 중량을 기준으로 바람직하게는 0 % 내지 25 %의 양으로 사용된다.

[0034] "안정화제"는 발포 동안 규칙적인 셀 구조의 형성을 촉진하는 물질을 지칭한다. 실록산-옥시알킬렌 공중합체 및 다른 유기 폴리실록산과 같은 실리콘 함유 폼 안정화제가, 그 예로서 언급될 수 있다. 추가적으로, 지방 알코올, 옥소알코올, 지방 아민, 알킬페놀, 디알킬페놀, 알킬크레졸, 알킬레조르시놀, 나프톨, 알킬나프톨, 나프틸아민, 아닐린, 알킬아닐린, 톨루이딘, 비스페놀 A, 알킬화 비스페놀 A, 폴리비닐알코올의 알콕실화 생성물 및 또한 포름알데히드 및 알킬페놀, 포름알데히드 및 디알킬페놀, 포름알데히드 및 알킬크레졸, 포름알데히드 및 알킬레조르시놀, 포름알데히드 및 아닐린, 포름알데히드 및 톨루이딘, 포름알데히드 및 나프톨, 포름알데히드 및 알킬나프톨 및 또한 포름알데히드 및 비스페놀 A의 축합 생성물의 추가적인 알콕실화 생성물, 또는 이러한 폼 안정화제의 2 이상의 혼합물을 들 수 있다.

[0035] 폼 안정화제는, 성분 (b) 내지 (e)의 총 중량을 기준으로 바람직하게는 0.5 내지 4 중량%, 특히 바람직하게는 0.5 내지 3 중량%의 양으로 사용된다.

[0036] 사용되는 증점제는, 반응 혼합물의 유동성을 유지하면서 성분 (a) 내지 (f)의 혼합 후 반응 혼합물의 점도를 빠르게 증가시키는 물질이다. 이는 분자량이 500 g/mol 미만인 화합물과, 성분 (b)로부터의 화합물의 이소시아네이트 반응성 기보다 이소시아네이트와의 반응에서 더 반응성인 2 개의 이소시아네이트 반응성 기에 의해 달성된다. 일반적으로, 1차 OH기는 2차 OH기보다 반응성이 높고, 아미노기는 OH기보다 반응성이 높다. 증점제는 이소

시아네이트가 증점제와 우선적으로 반응하도록 한다. 이로 인해 분자량이 급격히 증가하여 점도가 급격히 증가하지만, 가교 결합이나 분자의 고 분자량으로 인해 경화로 이어지지는 않는다. 증점제는 바람직하게는 58 내지 350 g/mol, 특히 바람직하게는 100 내지 350 g/mol의 분자량을 갖는다. 이소시아네이트 반응성 기로서, 본 발명에서 증점제는 바람직하게는 2개의 1차 아미노기를 가지며, 이들 각각은 1차 또는 2차 및 지방족 또는 방향족일 수 있다. 특히 바람직한 구체예에서, 1차 아미노기는 방향족 탄소 원자, 바람직하게는 방향족 6원자 고리에 결합된다. 특히, 사용되는 증점제 (d)는 N,N'-비스(3-아미노프로필)에틸렌디아민, 4,4'-메틸렌비스(2-메틸시클로헥실아민), 4,4'-메틸렌비스(2,6-디에틸아닐린), 3-아미노메틸-3,5,5-트리메틸시클로헥실아민, 3,5-디메틸티오-2,4-톨루엔디아민 및 폴리에테르아민이다.

[0037] 충전제, 특히 강화 충전제는 그 자체로 공지된 통상적인 유기 및 무기 충전제를 의미하는 것으로 이해된다. 구체적인 예로는, 규산질 광물과 같은 무기 충전제, 예를 들어 층상 규산염, 예컨대 안티고라이트, 세르펜틴, 호른블렌드, 암피볼, 크리스타일, 탈크; 금속산화물, 예컨대 카올린, 산화알루미늄, 산화티타늄 및 산화철, 금속염, 예컨대 초크, 바라이트, 및 무기 안료, 예컨대 황화카드뮴, 황화아연 및 유리 등이 있다. 카올린(차이나 클레이), 규산알루미늄 및 황산바륨 및 규산알루미늄의 공침전물, 및 천연 및 합성 섬유상 광물, 예컨대 규회석, 및 금속과 특히 유리로 제조되는 다양한 길이의 섬유를 사용하는 것이 바람직하며; 이들은 임의로 크기가 조정될 수 있다. 유용한 유기 충전제의 예에는, 탄소, 멜라민, 로진, 시클로펜타디에닐 수지 및 그래프트 중합체, 및 또한 셀룰로오스 섬유, 폴리아미드 섬유, 폴리아크릴로니트릴 섬유, 폴리우레탄 섬유, 및 방향족 및/또는 지방족 디카르복실산 에스테르로부터 유도된 폴리에스테르 섬유, 및 특히 탄소 섬유가 포함된다.

[0038] 무기 및 유기 충전제는 개별적으로 또는 혼합물로 사용될 수 있고, 성분 (b) 내지 (e)의 중량을 기준으로 유리하게는 0 내지 80 중량%, 특히 바람직하게는 20 내지 75 중량%, 특히 40 내지 70 중량%의 양으로 반응 혼합물에 혼입된다.

[0039] 유기 충전제 60 중량%를 갖는 접착제 (C)의 DIN EN ISO 1716에 따른 발열량은, 바람직하게는 20 MJ/kg 이하, 특히 바람직하게는 18 MJ/kg 이하, 특히 15 MJ 이하이다. 또한, 충전제를 사용하지 않는 접착제 (C)의 DIN EN ISO 1716에 따른 발열량은, 30MJ/kg 이하, 특히 바람직하게는 28MJ/kg 이하, 특히 26MJ/kg 이하이다.

[0040] 외부층 (A)로서, 석고 플라스틱보드, 유리 타일, 알루미늄 호일, 알루미늄 시트, 구리 시트 또는 강판, 바람직하게는 알루미늄 호일, 알루미늄 시트 또는 강판, 특히 바람직하게는 강판이 사용될 수 있다. 강판은 예를 들어 통상적인 방식(防蝕) 코팅으로 코팅되거나 코팅되지 않을 수 있다. 이들은 바람직하게 코로나 처리되지 않는다.

[0041] 종래의 샌드위치 부재에서, 단열재는 하부 및 상부 외부층에 의해 둘러싸여 있다. 두 외부층 모두, 제조를 위해 단열재에 결합되어야 한다. 또한, 단열재 (B)는 복수의 층으로 구성될 수 있고, 본 발명의 접착제 (C)와 결합된다. 단열재의 개별 층의 결합을 위해, 및/또는 단열재를 외부층, 예를 들어 상부 외부층에의 결합을 위해, 접착제 (C)가 외부층 또는 단열재에 도포될 수 있다.

[0042] 본 발명의 방법에 사용되는 단열재 (B)의 예는, 시판되는 발포 플라스틱 패널과 같은 유기 단열재, 예컨대 발포 폴리스티렌(EPS, XPS), 발포 PVC, 발포 폴리우레탄 또는 멜라민 수지 발포체이거나, 바람직하게는 종래의 광물 절연 재료와 같은 무기 단열재이다. 이러한 광물 절연 재료는, 바람직하게는 예를 들어 부직포 또는 패널형의, 미네랄울 및/또는 스톤울(stone wool)로 제조된 단열재를 포함한다. 사용되는 단열재 (B)는, 특히 글라스울(glass wool) 또는 스톤울과 같은 미네랄울의 패널이다.

[0043] 본 발명의 하나의 실시 형태에서, 본 발명의 접착제 (C)는, 에어로겔 절연 시스템의 제조에서의 결합에 사용된다. 이들은 에어로겔-함유 재료, 예를 들어 에어로겔 복합재 및/또는 에어로겔의 층과, 에어로겔-비함유 절연 재료 및/또는 비절연 재료의 층, 예컨대 외부층 (A)도 포함한다.

[0044] 에어로겔은, 상호 연결된 구조의 골격을 포함하는 개방 셀을 갖고, 골격에 통합된 상응하는 기공 네트워크를 가지며, 주로 기체, 예를 들어 공기로 이루어지는 기공 네트워크 내에 간극 상을 갖는 다공성 물질의 종류이다. 에어로겔은 일반적으로 저밀도, 고 다공성, 큰 표면적 및 작은 기공 크기를 특징으로 한다. 저밀도 에어로겔 재료는 가장 유용한 고체 절연 재료로 널리 고려되어지고 있다. 에어로겔은, 전도성(낮은 구조 밀도가 고체 골격을 통한 에너지 전달을 위한 구불구불한 경로로 이어짐), 대류(큰 기공 부피 및 매우 작은 기공 크기로 인해 최소 대류로 이어짐), 및 방사선(IR 흡수 또는 산란 도펀트가 에어로겔 매트릭스 전체에 쉽게 분산됨)을 최소화함으로써, 주로 단열재로서 기능한다. 에어로겔은 다음과 같은 광범위한 응용 분야에서 사용될 수 있다: 가열 및 냉각을 위한 절연, 방음, 전자 유전체, 항공, 에너지 저장 및 생성, 및 여과. 에어로겔 재료는 또한, 다양한 단열 및 비절연 응용에 매우 유용한, 많은 다른 흥미로운 음향적, 광학적, 기계적 및 화학적 특성을 나타낸다.

- [0045] 에어로겔은 이의 물리적 및 구조적 특성에 의해 다른 다공성 물질과 구별될 수 있다. 본 개시 내용의 맥락에서, 용어 "에어로겔" 또는 "에어로겔 재료"는 상호 연결된 구조의 골격(겔 또는 에어로겔의 고체 구조를 형성하는 상호 연결된 올리고머, 중합체 또는 콜로이드 입자의 네트워크)을 포함하며, 기본 구조에 통합되고, 분산 간극 매체로서 예를 들어 공기와 같은 가스를 함유하는 상호 연결된 기공의 상응하는 네트워크를 구비하는 겔을 의미한다; 그리고 에어로겔이기 때문에 다음과 같은 물리적 및 구조적 특성(질소 다공도 측정법에 따름)을 특징으로 한다: (a) 약 2 ~ 약 100nm 범위의 평균 기공 직경, (b) 80 % 이상의 다공도, 및 (c) 약 $20 \text{ m}^2/\text{g}$ 이상의 표면적. 본 발명에서 개시된 에어로겔 재료는 결과적으로, 전술한 단락에서 제시된 정의 요소를 만족시키는 모든 에어로겔 또는 다른 개방 셀 조성물을 포함하며, 여기에는 크세로겔(xerogel), 크라이오겔(cryogel), 엠비겔(ambigel), 미세 다공성 물질 등으로 분류될 수 있는 조성물이 포함된다. 에어로겔 재료는 또한 (d) 대략 2.0 ml/g 이상, 바람직하게는 대략 3.0 ml/g 이상의 기공 부피; (e) 대략 $0.50 \text{ g}/\text{cm}^3$ 이하, 바람직하게는 대략 $0.25 \text{ g}/\text{cm}^3$ 이하의 밀도; 그리고 (f) 전체 기공 부피의 50 % 이상이 2 내지 50 nm의 기공 직경을 갖는 기공을 포함하는 것을 추가적인 물리적 특성으로 할 수 있지만; 이러한 추가적인 특성을 만족하는 것은, 에어로겔 재료로서 조성물을 정의하는 데에는 필수적이지는 않다.
- [0046] 에어로겔 재료는 본질적으로 일체형 시트로서, 또는 본질적으로 연속적이고 상호 연결된 구조적 골격과 기공 네트워크를 갖는 재료의 블록으로서 형성될 수 있다. 에어로겔 재료는 함께 결합 또는 압축될 수 있는 입자, 미립자, 과립, 비드 또는 분말 형태의 에어로겔 재료를 포함하는 입자상 에어로겔 재료로서 형성될 수도 있지만, 이들은 각각의 입자 사이에 상호 연결된 구조적 에어로겔 골격과 기공 네트워크가 부족하다.
- [0047] 에어로겔 재료는 이하의 것들을 비롯하여 다양한 복합체에 혼입될 수 있다: 섬유 강화 에어로겔 복합재; 첨가된 원소, 예를 들어 불투명화제를 포함하는 에어로겔 복합재; 에어로겔 입자, 미립자, 과립, 비드 또는 분말이 예를 들어 결합제, 수지, 시멘트, 발포체, 중합체 또는 유사한 고체 재료와 같은 고체 또는 반고체 재료에 혼입된 복합 재료.
- [0048] 에어로겔 재료는 보다 유연하고 보다 견고하며 보다 순응성 있는 복합 제품을 얻기 위해, 다양한 섬유 강화 재료로 섬유 강화될 수 있다. 섬유 강화 재료는, 습식 섬유질 겔 조성물을 제조하기 위해 겔 형성 공정 중 임의의 시점에서 겔에 첨가될 수 있다. 이어서, 습식 겔 조성물을 건조시켜 섬유 강화 에어로겔 복합 제품을 제조할 수 있다. 섬유 강화 재료는 개별 섬유, 직포, 부직포, 충전섬, 직물, 매트 및 펠트의 형태를 취할 수 있다. 섬유 강화제는 유기 섬유 재료, 무기 섬유 재료 또는 이들의 조합으로부터 제조될 수 있다.
- [0049] 바람직한 실시예에서, 부직포 섬유 강화 재료는 상호 연결되거나 혼방된 섬유 강화 재료의 연속 시트로서 에어로겔 재료에 혼입된다. 이 방법은 초기에 겔 전구체 용액을 상호 연결되거나 혼방된 섬유 강화 재료의 연속 시트에 붓거나 함침시킴으로써, 섬유 강화 겔의 연속 시트를 생성하는 단계를 포함한다. 이어서, 시트상 섬유 강화 에어로겔 복합 제품을 생성하기 위해, 섬유 강화 겔 시트로부터 적어도 부분적으로 액체상이 추출될 수 있다.
- [0050] 에어로겔 재료는, 열 전달 방출 성분을 감소시키기 위해 불투명화제를 포함할 수도 있다. 불투명화 화합물 또는 이의 전구체는, 겔 형성 전의 임의의 시점에서 겔 전구체를 포함하는 혼합물 중으로 분산될 수 있다. 불투명화 화합물의 예는, 다음을 포함하지만 이에 제한되지는 않는다: 탄화 붕소[B₄C], 규조토, 망간 페라이트, MnO, NiO, SnO, Ag₂O, Bi₂O₃, 카본 블랙, 산화티타늄, 산화티타늄철, 산화알루미늄, 규산지르코늄, 산화지르코늄, 산화철(II), 산화철(III), 이산화망간, 산화티타늄철(일메나이트), 산화크롬, 카바이드(예컨대, SiC, TiC 또는 WC), 또는 이들의 혼합물. 불투명화 화합물의 전구체의 예로는, TiOSO₄ 또는 TiOCl₂를 포함하지만, 이에 제한되지는 않는다.
- [0051] 본 개시 내용의 에어로겔 재료 및 에어로겔 복합재는 일반적으로, 매우 낮은 열 전도 특성을 포함하는 우수한 단열 특성을 갖는다. 본 개시의 맥락 내에서, 용어 "열 전도율" 및 "TC"는, 두 표면 사이에 온도차가 존재할 때에, 재료 또는 조성물 각각의 두 표면 사이로 열을 전달하는 재료 또는 조성물의 용량의 측정을 지칭한다. 열 전도율은 특히 온도차로 나눈 단위 시간당 및 단위 표면적당 전달된 열 에너지로 측정된다. 일반적으로 SI 단위로 mW/m*K(미터*켈빈 당 밀리وات)로 측정된다. 본 발명의 맥락에서, 열 전도율 측정은, 달리 언급되지 않는 한, 약 37.5 °C의 온도 및 대기압에서 약 2 psi의 압축으로 ASTM C177 규격에 따라 기록된다. 본 발명의 에어로겔 재료 또는 복합재는 바람직하게는 대략 30 mW/m*K 이하, 대략 25 mW/m*K 이하, 대략 20 mW/m*K 이하, 대략 18 mW/m*K 이하, 대략 16 mW/m*K 이하, 대략 14 mW/m*K 이하, 대략 12 mW/m*K 이하, 또는 이들 값 중 임의의 두 값 사이의 범위의 열 전도율을 갖는다.

- [0052] 본 개시 내용의 에어로겔 재료 또는 에어로겔 복합재는 일반적으로 매우 낮은 밀도를 갖는다. 본 개시의 맥락에서, 용어 "밀도"는, 단위 부피당 질량의 측정을 지칭한다. 용어 "밀도"는, 일반적으로 에어로겔 재료의 실제 밀도 및 또한 에어로겔 재료의 패키징 밀도와 관련이 있다. 에어로겔 재료 또는 에어로겔 복합재의 밀도는, 달리 언급되지 않는 한 ASTM C167 규격에 따라 결정될 수 있다. 본 발명의 에어로겔 재료 또는 에어로겔 복합재는, 바람직하게는 대략 0.60 g/cm^3 이하, 대략 0.40 g/cm^3 이하, 대략 0.30 g/cm^3 이하, 대략 0.20 g/cm^3 이하, 대략 0.15 g/cm^3 이하, 대략 0.12 g/cm^3 이하, 대략 0.10 g/cm^3 이하, 대략 0.05 g/cm^3 이하, 대략 0.01 g/cm^3 이하, 또는 이들 값 중 임의의 두 값 사이의 범위의 밀도를 갖는다.
- [0053] 에어로겔 재료 또는 에어로겔 복합재는, 친수성(높은 물 흡수성)일 수 있다. 그러나, 본 개시 내용의 에어로겔 재료는 개선된 소수성(낮은 물 흡수성)을 갖도록 변형되었을 수 있다. 본 개시의 맥락에서, 용어 "소수성"은, 에어로겔 재료 또는 에어로겔 조성물의 물을 스며들지 않게 하는 용량의 측정을 지칭한다. 본 개시의 맥락에서, 용어 "소수성"은, 에어로겔 재료 또는 에어로겔 조성물의 물을 스며들지 않게 하는 용량의 측정을 지칭한다. 에어로겔 재료 또는 에어로겔 복합재의 소수성은 액체 물의 흡수율로 표현될 수 있는데, 이는 에어로겔 재료 또는 에어로겔 복합재가 액체 물을 흡수하거나 그렇지 않으면 보유할 가능성이다. 액체 물의 흡수율은, 특정 측정 조건 하에서 액체 물에 노출될 때, 에어로겔 재료 또는 에어로겔 복합재에 의해 흡수되거나 그렇지 않으면 보유되는 물의 백분율(질량 또는 부피 기준)로 표현될 수 있다. 본 개시의 맥락에서, 액체 물의 흡수율의 측정은, 달리 언급되지 않는 한 ASTM C1763 규격에 따라 기록된다. 본 발명의 에어로겔 재료 또는 에어로겔 복합재는 ASTM C1763에 따라 대략 30 질량% 이하, 대략 20 질량% 이하, 대략 15 질량% 이하, 대략 10 질량% 이하, 대략 8 질량% 이하, 대략 3 질량% 이하, 대략 2 질량% 이하, 대략 1 질량% 이하, 대략 0.1 질량% 이하, 또는 이들 값 중 임의의 두 값 사이의 범위의 액체 물의 흡수율을 나타낼 수 있다. 에어로겔 재료 또는 에어로겔 복합재의 소수성은 수증기의 흡수율로 표현될 수 있으며, 이는 에어로겔 재료 또는 에어로겔 복합재가 수증기를 흡수할 가능성의 측정과 관련된다. 수증기의 흡수율은, 특정 측정 조건 하에서 수증기에 노출될 때, 에어로겔 재료 또는 에어로겔 복합재에 의해 흡수되거나 그렇지 않으면 보유되는 물의 백분율(질량 기준)로 표현될 수 있다. 본 개시의 맥락에서, 수증기의 흡수율의 측정은, 달리 언급되지 않는 한 ASTM C1104 규격에 따라 기록된다. 본 개시의 에어로겔 재료 또는 에어로겔 복합재는, 바람직하게는 대략 30 질량% 이하, 대략 20 질량% 이하, 대략 15 질량% 이하, 대략 10 질량% 이하, 대략 8 질량% 이하, 대략 3 질량% 이하, 대략 2 질량% 이하, 대략 1 질량% 이하, 대략 0.1 질량% 이하, 또는 이들 값 중 임의의 두 값 사이의 범위의 수증기의 흡수율을 나타낼 수 있다. 에어로겔 재료 또는 에어로겔 복합재의 소수성은, 재료 표면과의 계면에서의 물방울의 평형 접촉각을 측정함으로써 표현될 수 있다. 본 개시의 에어로겔 재료 또는 에어로겔 복합재는, 대략 130° 이상, 대략 140° 이상, 대략 150° 이상, 대략 160° 이상, 대략 170° 이상, 대략 175° 이상, 또는 이들 값 중 임의의 두 값 사이의 범위의 수접촉각을 나타낼 수 있다.
- [0054] 본 개시의 맥락에서, 용어 "연소 열" 및 "HoC"는, 에어로겔 재료 또는 에어로겔 복합재의 연소시 방출되는 열 에너지의 양의 측정을 지칭한다. 연소 열은 일반적으로 에어로겔 재료의 그램당 방출된 열 에너지의 칼로리(cal/g), 또는 에어로겔 재료 또는 에어로겔 복합재의 킬로그램당 방출되는 열 에너지의 메가줄(MJ/kg)로 측정된다. 본 개시의 맥락에서, 연소 열의 측정은, 달리 언급되지 않는 한 ISO 1716 규격에 필적하는 조건 하에 기록된다. 본 발명의 에어로겔 재료 또는 에어로겔 복합재는 바람직하게는 대략 717 cal/g 이하, 대략 700 cal/g 이하, 대략 650 cal/g 이하, 대략 600 cal/g 이하, 대략 575 cal/g 이하, 대략 550 cal/g 이하, 대략 500 cal/g 이하, 대략 450 cal/g 이하, 대략 400 cal/g 이하, 대략 350 cal/g 이하, 대략 300 cal/g 이하, 대략 250 cal/g 이하, 대략 200 cal/g 이하, 대략 150 cal/g 이하, 대략 100 cal/g 이하, 대략적으로 50 cal/g 이하 이하, 대략 25 cal/g 이하, 대략 10 cal/g 이하, 또는 이들 값 중 임의의 두 값 사이의 연소 열을 나타낼 수 있다.
- [0055] 에어로겔은 상호 연결된 올리고머, 중합체 또는 콜로이드 입자를 일반적으로 포함하는 상호 연결된 구조의 골격으로서 기술된다. 에어로겔 골격은 다음을 포함하는 다양한 전구체 재료로부터 제조될 수 있다: 무기 전구체 재료(예를 들어, 이산화규소계 에어로겔의 제조에 사용되는 전구체); 유기 전구체 재료(예를 들어, 탄소계 에어로겔의 제조에 사용되는 전구체); 하이브리드 무기/유기 전구체 재료; 그리고 이들의 조합. 본 개시의 맥락에서, 용어 "아말감 에어로겔"은, 2 이상의 상이한 겔 전구체의 조합으로부터 제조된 에어로겔을 지칭한다.
- [0056] 무기 에어로겔은 일반적으로 금속산화물 또는 금속알콕사이드 재료로부터 형성된다. 금속산화물 또는 금속알콕사이드 재료는, 산화물을 형성할 수 있는 임의의 금속의 산화물 또는 알콕사이드에 기초할 수 있다. 이러한 금속은, 규소, 알루미늄, 티타늄, 지르코늄, 하프늄, 이트륨, 바나듐, 세륨 등을 포함하지만, 이에 제한되지는 않

는다. 무기 이산화규소 에어로겔은, 통상적으로 이산화규소계 알콕사이드 (예를 들어, 테트라에톡시실란)의 가수 분해 및 축합을 통해, 또는 실리카 또는 물유리(water glass)로부터의 겔 형성을 통해 제조된다. 실리콘 이산화규소계 에어로겔 합성을 위한 다른 관련 무기 전구체 재료는, 다음을 포함하지만, 이에 제한되지는 않는다: 금속 규산염, 예컨대 규산나트륨 또는 규산칼륨, 알콕시실란, 부분 가수 분해된 알콕시실란, 테트라에톡시실란 (TEOS), 부분 가수 분해된 TEOS, TEOS의 축합 중합체, 테트라메톡시실란 (TMOS), 부분 가수 분해된 TMOS, TMOS의 축합 중합체, 테트라-n-프로폭시실란, 부분 가수 분해된 테트라-n-프로폭시실란 및/또는 테트라-n-프로폭시실란의 축합 중합체, 폴리에틸실리케이트, 부분 가수 분해된 폴리에틸실리케이트, 단량체성 알킬알콕시실란, 비스트리알콕시알킬- 또는 -아릴실란, 다면체의 실세스퀴옥산 또는 이들의 조합. 본 발명의 특정 구체예에서, 대략 1.9 내지 2의 물/이산화규소 비율로 가수 분해되는, Silbond H-5(SBH5, Silbond Corp)와 같은 사전 가수 분해된 TEOS가, 상업적으로 이용 가능한 형태로 사용될 수 있거나, 겔화 공정에 혼입되기 전에 추가로 가수 분해될 수 있다. 폴리에틸실리케이트(Silbond 40) 또는 폴리메틸실리케이트와 같이, 부분 가수 분해된 TEOS 또는 TMOS도, 상업적으로 이용 가능한 형태로 사용될 수 있거나, 겔화 공정에 혼입되기 전에 추가로 가수 분해될 수 있다.

[0057] 무기 에어로겔은 겔에 특정한 특성을 부여하거나 이러한 특성, 예를 들어 안정성 및 소수성을 향상시킬 수 있는, 하나 이상의 소수성 그룹, 예를 들어 알킬금속알콕사이드, 시클로알킬금속알콕사이드 및 아릴금속알콕사이드를 포함하는 겔 전구체를 포함할 수도 있다. 무기 이산화규소 에어로겔은 구체적으로 알킬실란 또는 아릴실란과 같은 소수성 전구체를 포함할 수 있다. 소수성 겔 전구체는, 겔 재료의 골격을 형성하기 위해 1차 전구체 재료로서 사용될 수 있다. 그러나, 소수성 겔 전구체는 간단한 금속알콕사이드와 조합하여, 아말감 에어로겔의 형성에서의 공동전구체로서 보통 사용된다. 이산화규소계 에어로겔 합성을 위한 소수성 무기 전구체 재료는 다음을 포함하지만, 이에 제한되지는 않는다: 트리메틸메톡시실란[TMS], 디메틸디메톡시실란[DMS], 메틸트리메톡시실란[MTMS], 트리메틸에톡시실란, 디메틸디에톡시실란[DMDS], 메틸트리에톡시실란[MTES], 에틸트리에톡시실란[ETES], 디에틸디에톡시실란, 에틸트리에톡시실란, 프로필트리메톡시실란, 프로필트리에톡시실란, 페닐트리메톡시실란, 페닐트리에톡시실란[PhTES], 헥사메틸디실라잔 및 헥사에틸디실라잔 등.

[0058] 본 발명의 에어로겔 재료는, 바람직하게는 실리콘 알콕사이드로부터 형성된 가수 분해 규산염에스테르의 알코올 용액으로부터 주로 형성된 무기 이산화규소 에어로겔이다.

[0059] 유기 에어로겔은 일반적으로 탄소계 중합체 전구체로부터 형성된다. 이러한 중합체 재료는 다음을 포함하지만 이에 제한되지는 않는다: 레졸시놀-포름알데히드(RF), 폴리이미드, 폴리아크릴레이트, 폴리메틸메타크릴레이트, 아크릴레이트 올리고머, 폴리옥시알킬렌, 폴리우레탄, 폴리페놀, 폴리부타디엔, 트리아콕시실릴-말단 폴리디메틸실록산, 폴리스티렌, 폴리아크릴로니트릴, 폴리푸르푸랄, 멜라민-포름알데히드, 크레졸-포름알데히드, 페놀-푸르푸랄, 폴리에테르, 폴리올, 폴리이소시아네이트, 폴리히드록시벤젠, 폴리비닐알코올디알데히드, 폴리스시아누레이트, 폴리아크릴아미드, 다양한 에폭사이드, 한천, 아가로오스, 알지네이트, 키토산 및 이들의 조합. 예를 들어, 유기 RF 에어로겔은 일반적으로 알칼리 조건 하에서 포름알데히드와, 레졸시놀 또는 멜라민의 졸-겔 중합으로부터 제조된다.

[0060] 결합에 앞서, 폴리우레탄 접착제 (C)의 성분은, 예를 들어 고압 또는 저압 믹서와 같은 폴리우레탄 화학 분야에서 공지된 혼합 장비를 사용하여 혼합된다. 이 경우 2성분 공정을 사용할 수 있다. 이를 위해, 성분들은 일반적으로 이소시아네이트 지수가 80 내지 400, 바람직하게는 90 내지 200, 특히 바람직하게는 100 내지 140의 범위가 되는 비율로 혼합된다.

[0061] 본 발명의 맥락에서, 이소시아네이트 지수는 이소시아네이트기 대 이소시아네이트 반응성 기의 화학량론적 비에 100을 곱한 것을 의미하는 것으로 여기서 이해된다. "이소시아네이트 반응성 기"는 반응 혼합물 중에 존재하는 모든 이소시아네이트 반응성 기를 의미하는 것으로, 화학 발포제는 포함하지만 이소시아네이트기 자체는 포함하지 않는 것으로 여기서 이해된다.

[0062] 본 발명의 맥락에서, 단열재의 결합은 동일한 종류의 단열재끼리의 결합, 및 단열재 (B)와 다른 재료, 예를 들어, 다른 종류의 단열재, 또는 외부층 (A)과 같은 다른 재료와의 결합을 의미하는 것으로 여기서 이해되어야 한다. 외부층 (A)과 단열재 (B), 또는 단열재끼리의 결합은 제한되지 않으며, 불연속적이거나 연속적인 공정으로 수행될 수 있다. 이러한 공정은 공지되어 있다.

[0063] 특히 바람직한 실시예에서, 외부층 (A)은 단열재 (B)에 결합된다. 외부층 (A)과 단열재 (B)의 결합을 위해, 접착제 (C)는 외부층 (A)이나 단열재 (B)에 도포될 수 있다. 접착제 (C)는, 바람직하게는 외부층 (A)에 도포된다. 접착제는 임의의 공지된 도포 방법, 예를 들어 나이프 코팅, 스프레이 또는 회전하는 평평체와 같은 도포 장치

에 의해 도포될 수 있다. 회전하는 평평체를 사용하는 이러한 도포 방법은 예를 들어 EP 1896259에 기재되어 있다. 이는 통상 30 내지 300 g/m², 바람직하게는 40 내지 200 g/m², 특히 50 내지 150 g/m²의 양으로 이루어진다.

[0064] 본 발명의 추가의 실시예에서, 단열재 (B)의 층들은 서로 결합된다. 절연층의 결합에 사용되는 단열재 (B) 층들은, 바람직하게는 에어로겔 재료 또는 에어로겔 복합재 재료이다.

[0065] 에어로겔 복합재는 이전에 이미 다양한 수지 또는 접착제를 사용하여 다른 재료에 결합되어 왔다. 이전에 사용되어 왔던 수지 또는 접착제의 예는 다음을 포함한다: 에폭사이드; 시아노아크릴레이트; 페놀성 열 경화성 수지; 폴리에테르에테르케톤; 카프로락탐; 시멘트계 접착제; 규산염, 예를 들어 규산나트륨 및 규산칼륨; 라텍스; 실리콘; 폴리스티렌; 폴리이미드; 폴리우레아실라잔; 폴리부타디엔; 우레탄; 아크릴레이트 접착제; 및 고무 수지 접착제.

[0066] 그러나, 이전에 사용된 접착제 중 어느 것도, 본 발명의 신규한 재료의 물리적 특성의 조합을 나타내는 다층 에어로겔 복합재 절연 시스템의 제조를 가능하게 하지 못한다. 본 발명의 접착제 (C)를 사용하면 열 전도율, 연소 열 및 횡 인장 강도의 새로운 조합을 갖는 다층 에어로겔 복합재 절연 시스템이 제조된다. 본 발명의 하나의 바람직한 실시예에서, 다층 에어로겔 복합재 절연 시스템은 하기 특성을 나타낸다: 1) 12 내지 25 mW/m²*K, 바람직하게는 14 내지 22 mW/m²*K, 특히 바람직하게는 14 내지 20 mW/m²*K의 열 전도율; 2) 750 cal/g 이하, 바람직하게는 717 cal/g 이하, 특히 바람직하게는 700 cal/g 이하, 특히 바람직하게는 650 cal/g 이하의 연소 열; 및 3) 5 kPa 이상, 바람직하게는 7.5 kPa 이상, 특히 바람직하게는 10 kPa 이상, 특히 바람직하게는 12.5 kPa 이상, 특히 바람직하게는 15 kPa 이상의 횡 인장 강도.

[0067] 본 발명의 접착제 (C)는, 스파툴라, 브러시, 롤러, 닥터 블레이드 또는 유사한 직접 도포 도구 및 기술을 사용하는 것과 같은 직접 도포 방법을 사용하여, 에어로겔 복합재 층의 표면에 도포될 수 있다. 대안적으로, 도포는 예를 들어 접착제를 펌핑, 혼합 및 분무화하도록 설계된 다성분 분무 장치를 사용하는 연속 분무 방법을 사용하는 것과 같은, 분무 또는 에어로졸화 장비를 사용하여 달성될 수 있다. 대안으로서, 전술한 회전 도포 장치가 사용될 수 있다.

[0068] 본 발명의 일 실시예에서, 다층 절연 시스템은, 본 개시의 접착제 (C)를 에어로겔 복합재를 포함하는 하나 이상의 층의 표면에 도포한 후, 에어로겔 복합재 층과 제2 재료층을 결합시킴으로써 제조된다.

[0069] 본 개시 내용의 추가의 실시예에서, 다층 절연 시스템은, 다층 에어로겔 복합재 패널을 형성하기 위하여, 접착제 (C)를 2 이상의 에어로겔 복합재 층의 하나 이상의 표면에 도포하고, 이어서 2 이상의 에어로겔 복합재 층을 결합시킴으로써 제조된다. 다층 에어로겔 복합재 패널은, 추가적인 양의 본 개시의 폴리우레탄 접착제를 사용하여, 외부층 (A)과 같은 추가 층이나 표면에 추가로 접착될 수 있다.

[0070] 본 발명의 바람직한 실시예에서, 다층 절연 시스템은, 다층 에어로겔 복합재 패널을 형성하기 위하여, 에어로겔 복합재를 포함하는 2 이상의 층의 표면에 폴리우레탄 접착제를 도포하고, 이어서 2 이상의 에어로겔 복합재 층을 결합시킴으로써 제조된다. 여기서 에어로겔 복합재 층으로부터 패널을 제조하는데 사용되는 접착제는, 폴리우레탄 접착제 (C)이다. 다층 에어로겔 복합재 패널은 바람직하게는 높은 횡 인장 강도를 갖는다. 본 개시의 맥락에서, 용어 "횡 인장 강도"는, 재료의 가시면에 대해 수직하게 재료의 인장 강도의 측정을 지칭한다. 횡 인장 강도는 일반적으로 kPa로 표시되며, 달리 언급하지 않는 한, EN 1607 규격에 따라 결정될 수 있다. 본 개시의 다층 절연 시스템 또는 패널은 바람직하게는 3 kPa 초과, 5 kPa 초과, 7.5 kPa 초과, 10 kPa 초과, 12.5 kPa 초과, 15 kPa 초과, 또는 이 두 값 사이의 범위의 횡 인장 강도를 갖는다.

[0071] 본 발명의 복합 부재는, 예를 들어 단열재 (B)와 외부층 (A) 사이, 또는 서로 결합된 단열재 (B)의 층 사이에, 매우 높은 접착력을 갖는다. 이들도 또한 매우 높은 내화성을 갖는다. 마지막으로, 소량의 접착제 (C)로도 결합이 우수한 강도를 갖기에 충분하며, 그 결과 복합 부재의 내화성이 종래 기술의 복합 부재에 비하여 더욱 개선된다.

[0072] 본 발명은 하기 실시예에 기초하여 설명된다:

[0073] 다음의 공급 원료가 사용되었다:

[0074] 폴리올 1: 폴리프로필렌 옥사이드 트리올, OH 가 400 mgKOH/g

[0075] 폴리올 2: 폴리프로필렌 옥사이드 디올, OH 가 190 mgKOH/g

[0076] 폴리올 3: 폴리프로필렌 옥사이드 트리올, OH 가 160 mgKOH/g

- [0077] 폴리올 4: 스테판으로부터의 방향족 폴리에스테롤, OH 가 315 mgKOH/g이고, OH 작용기가 2.0(PS-3152)임
- [0078] 폴리올 5: 폴리에틸렌 옥사이드 디올, OH 가 190 mgKOH/g
- [0079] 아민 촉매: 트리에틸렌디아민, 디프로필렌 글리콜 중 33 %
- [0080] 충전제: Omya 및 Evonik Industries의 탄산칼슘 입자와 실리카 입자의 조합, 중량 비 98.8 % 탄산칼슘 대 1.2 % 실리카
- [0081] 안정화제: 규소 안정화제
- [0082] 분산제 : Omya 및 Evonik Industries의 탄산칼슘 입자와 실리카 입자의 분산제 조합, 중량 비 98.8 %의 탄산칼슘 및 1.2 % 실리카
- [0083] 이소시아네이트: 25 °C에서 약 200 mPas 점도를 갖는 MDI 및 MDI의 고급 다환형 동족체의 혼합물.
- [0084] 접착제를 표 1에 따라 제조하고, 이들의 경화 거동을 실온에서 비커 시험을 사용하여 분석하고 결정하였다. 이를 위해, 폴리올 성분을 표에 따라 제조하고, 이소시아네이트 지수 110로 이소시아네이트와 혼합하였다. 성분 (b)-(f)를 혼합한 직후 점도를 측정하였다.
- [0085] 인장 강도 및 탄성 계수를 결정하기 위해, 전기 가열된 입방 몰드(100 x 100 x 95.5 mm)에서, 치수가 100 x 100 x 95 mm인 미네랄을 입방체를, 강철로 제조되고 치수가 100 x 100 x 0.7 mm인 금속 외부층과 반대 측에 결합시켜, 샌드위치 입방체를 만들었다. 이를 위하여, 제제가 균질화 직후 닥터 블레이드를 사용하여 2 개의 금속 시트의 표면에 도포되고, 도포 레이트는 칭량에 의해 결정된다. 제1 금속 시트는 몰드에 즉시 배치되고, 습윤면이 위를 향하게 하여 40 °C로 가열된다. 이어서, 미네랄을 및 그 후 습윤 표면이 아래쪽을 향한 제2 금속 시트를 몰드에 넣고 몰드를 닫는다. A 및 B 성분의 혼합 시작으로부터 5 분 후, 샌드위치 입방체가 탈형된다. 테스트 시리즈 당 2 개의 샌드위치 입방체가 제조된다.
- [0086] 24 시간 후, 입방체는 금속 외부층과 평행한 2 cm 거리에서 절단되어, 입방체 당 각각 100 x 100 x 20 mm의 치수를 갖는 2 개의 시험 샘플이 얻어진다. 각각의 경우에, 시험 시리즈 당 4 개의 시험 샘플이 시험되었다; 표에 보고된 값은 4 개의 측정의 평균 값이다.
- [0087] 외부층에 수직인 인장 시험은 EN 1607에 따라 Zwick GmbH & Co.의 Z 1474 범용 시험기를 사용하여, 시험 샘플에 50 N의 예비 힘을 가하고 그 후에, 1 mm/min의 시험 속도로 파단이 발생할 때까지의 힘을 결정함으로써 수행된다. 시험 샘플은, 시험기에 부착된 지지대(크로스헤드)에 콤팩트한 2성분 폴리우레탄 접착제를 과잉 사용하여 결합하고, 실온에서 최소 12 시간 동안 경화한다.
- [0088] 브레이크의 개별적인 외관을 시각적으로 평가하였다. 이는 표 2의 분류에 따라 수행된다. 표 1은, 개별 육안 평가의 평균값을 보고한다. 달리 언급되지 않는 한, 수치는 중량부 기준이다.

표 1

	복합부재 1	복합부재 2	복합부재 3	복합부재 4	복합부재 5	복합부재 6	실시예 1	실시예 2
피마자유	24.5	62						
폴리올 1	13.4	34	13.15	34			13.4	34
폴리올 2			24.1	62				
폴리올 3					16.25	42		
폴리올 4					21	54		
폴리올 5							24.5	62
아민 촉매	1.3	2.5	0.95	1.05	0.55	1.05	0.4	0.55
안정화제	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
물	0.93	1.75	1.0	0.95	1.2	2.1	1.0	2.0
충전제	60.75		60.75		60.75		60.75	
분산제	1.0		1.0		1.0		1.0	
이소시아 네이트	42.6	97.7	43.4	95.5	46.1	101.3	44.2	100.9
지수	110	110	110	110	110	110	110	110
점도 [mPas] 20°C	7056	698	5869	215	42 ⁷⁶ ₀	246	9366	199
출발 시간[s]	16	20	15	16	22	28	15	23
겔 시간 [s]	62	62	63	65	62	60	55	62
밀도 [g/l]	79.2	59.2	78.3	57.5	80.6	62.3	83.4	56.2
도포 레이트 [g/m ²]	180	126	159	137	189	126	131	116
인장 강도 [N/mm ²]	0.06	0.15	0.11	0.19	0.18	0.18	0.24	0.18
탄성 계수 [N/mm ²]	4.9	6.28	6.4	7.63	8.6	6.28	8.1	6.80
발열량 [MJ/kg]	17.74 ₀	31.59 ₂	16.32 ₄	29.14 ₁	15.67 ₀	27.87 ₅	15.27 ₈	25.33 ₆
육안 평가	4.0	2.0	3.4	3.5	2.9	2.5	2.6	2.5

[0089]

표 2

평가	코멘트
1.0 - 1.9	고정용 접착제/미네랄울의 광범위한 층은 완전히 손상이 없음
2.0 - 2.9	고정용 접착제/미네랄울의 잔여물은 거의 완전히 손상이 없음
3.0 - 3.9	광범위하고 두꺼운 미네랄울 층
4.0 - 4.9	금속 외부층을 식별가능한 얇은 미네랄울 층
5.0 - 5.9	미네랄울이 부착되어 있지 않은 금속 외부층의 작은 영역
6.0	미네랄울이 부착되어 있지 않은 금속 외부층의 큰 영역

[0090]

- [0091] 사용된 폴리올의 조합에 의해 접착제의 도포 레이트가, 공지의 폴리올의 조합에 비하여 감소될 수 있는 동시에, 우수한 인장 강도와 브레이크 외형의 뛰어난 육안 평가에 의해 명백하게 접착력이 더 개선되는 것이, 보고된 값으로부터 명확하다. 본 발명의 폴리우레탄 접착제는 또한 허용 가능한 점도 및 우수한 화재 거동을 나타낸다.
- [0092] 실시예 3
- [0093] 다층 라미네이트는 실시예 1로부터 얻어진 접착제를 사용하여 제조된다. 이를 위해, 스페이스로프트 A2 에어로겔 복합재(Aspen Aerogels, Inc.의 공칭 두께가 10 mm인 저가연성 에어로겔 단열재)의 복수의 조각이 제공된다. 이어서, 실시예 1의 접착제를 100 g/m²의 하중으로 직접 도포 방법(주걱, 브러시, 롤러, 닥터 블레이드 등)을 사용하여 개별 스페이스로프트 A2 조각의 상부 표면에 도포한다. 그러나, 대안적으로, 2성분 PU 접착제의 도포는, 고형분 함량이 100 %인 접착제를 펌핑, 혼합 및 분무하도록 설계된 다성분 분무 장치를 사용하는 연속 분무 방법을 사용해서도 달성될 수 있다. 그런 다음, 직접 방법 또는 분무 방법을 통해 2성분 혼합물로 코팅된 개별 Spaceloft A2 쿠폰을 조립하여 다층 패넌을 제조하고, 최대 2.5 psi의 하중으로 압축하고, 방치하여 실온에서 60 분이 넘지 않는 시간 동안 경화시킨다.
- [0094] 이러한 방식으로 제조된 20 mm Spaceloft A2 패넌은 12 kPa의 횡 인장 강도를 나타내며, 주로 기관 파손 및 접착층의 파손이 없음을 나타낸다. 공칭 접착 중량 100 g/m²을 갖도록 제조된 패넌은, 기본 에어로겔 단열 블랭킷과 비교하여 10 % 이하의 열 전도율 증가를 나타내며, 열 전도율은 12 ~ 25 mW/m²*K이며, 특히 바람직하게는 14 ~ 20 mW/m²*K이다.
- [0095] 비교예 7
- [0096] 불연성 에어로겔 기반 절연 블랭킷인 Spaceloft A2의 다층 라미네이트는, 무기 접착제를 사용하여 제조되었다. 구체적으로, 20 x 20 mm 크기의 10 mm 두께의 절연 샘플의 시리즈가, 20 내지 50 mm 두께의 일체형 절연 라미네이트를 형성하기 위해, 희석된 규산칼륨(Kasil 1) 접착제를 각 층 사이의 계면에 도포함으로써, 결합되었다. 규산염계 접착제를 표준 HVLP 분무 또는 직접 도포 방법을 사용하여 복합재 에어로겔의 표면에 도포하였다. 최종 패넌의 접합 강도를 향상시키기 위해, 습식 접착제와 조립된 패넌을 2.5 psi 이하의 하중으로 1축 압축 하에 경화시켰다. 수성 규산염 접착제의 경화에 영향을 주기 위해, 복합재 에어로겔 및 습윤 접착제의 다층 유닛을, 압력 하에서 120 °C의 대류식 오븐에서 최소 12 시간 동안 건조되도록 두었다. 대안적으로, 규산염 접착제의 경화 및 건조는 유전체 가열을 사용하여 20 분 내에 수행될 수 있다.
- [0097] 이러한 방식으로 제조된 Spaceloft A2 패넌의 횡 인장 강도는, 이하 공칭 건조 접착제 질량의 함수로서 나타낸다. 다층 패넌은, 불행히도 EN 1607에 따라 외벽 단열 마감 시스템(EIFS)에 사용하기 위해 ETAG 004에서 권장되는 것보다, 현저히 낮은 횡 인장 강도 값을 나타낸다.

표 3

규산칼륨을 사용하여 결합된 스페이스로프트 A2 다층 라미네이트의 횡 인장 강도

규산칼륨 (g/m ²)	횡 인장 강도(kPa)
25	1.8
50	3.1
75	2.5
100	2.8
150	3.5
200	4.3

- [0098]
- [0099] 25 내지 200 g/m²의 건조 하중에서 규산칼륨을 사용하여 제조된 스페이스로프트 A2의 20 mm 패넌의 열 전도율을 측정하였다. 다층 라미네이트에 대한 결과로서 얻어진 열 전도율 값은, 기본 절연 블랭킷에서 관찰된 값과 대비하여 10 % 이하로 상승하였다. 50 g/m²의 공칭 건조 접착제 질량을 사용하여 제조된 스페이스로프트 A2의 20 mm 결합 패넌의 연소열 값도, ISO 1716에 기재된 방법에 의해 결정되었다. 이러한 방식으로 제조된 패넌은, 2.2 MJ/kg의 평균 연소열(전체로서 복합재에 대해)을 나타내고, 이 값은 기본 절연 블랭킷에 대해 측정된 값 이하이

다.