

(19) 대한민국특허청(KR)  
(12) 특허공보(B1)(51) Int. Cl.<sup>5</sup>  
F16L 59/00(45) 공고일자 1994년09월24일  
(11) 공고번호 특1994-0008642

(21) 출원번호	특1986-0000866	(65) 공개번호	특1986-0006661
(22) 출원일자	1986년02월07일	(43) 공개일자	1986년09월13일
(30) 우선권주장	699,930 1985년02월08일 미국(US)		
(71) 출원인	제너럴 일렉트릭 캄파니 샘슨 헬프고트 미합중국 뉴욕 12305 웨벡터디 리버 로드 1		
(72) 발명자	로버트 윌리엄 바리토 미합중국 켄터키 40222 루이스빌 카디프 로드 9011 케네스 루이스 다운즈 미합중국 켄터키 40218 루이스빌 골드스미스 레인 1924		
(74) 대리인	이병호, 최달용		

**심사관 : 황성택 (책자공보 제3747호)****(54) 침전 실리카 절연재****요약**

내용 없음.

**명세서**

[발명의 명칭]

침전 실리카 절연재

[발명의 상세한 설명]

발명의 배경

냉장구조용 재료를 포함하는 절연재료의 디자인과 개발은 광범위한 분야이다. 종래로부터 각종 섬유 및 분말 제품을 주요한 절연재료로 사용하기 위한 많은 시스템이 개발되어 왔다. 또 이와 같은 재료를 배기된 쉘(shell) 및 백과, 절연재료의 압축 및, 재료의 배치의 변화 등에 이용하기 위한 많은 방법이 시도되어 왔다. 이전에 개발된 많은 절연재료는 모두 본 발명의 양수인에게 양도된 것으로서, 예로서 에반스(Evans)에게 허여된 미국 특허 제2,768,046호와, 패터슨(Patterson) 2세에게 허여된 미국 특허 제2,867,035호 및 스트롱(Strong) 등에게 허여된 미국 특허 제3,179,549호의 목적으로 상당히 적합한 것으로 밝혀졌다.

상기에서 언급한 바와 같이, 종래 기술은 어떤 컨테이너 형태의 용기에 담겨진 분말 절연재료의 이용에 대해 기술한 것이었다. 예로서, 브룩스(Brooks) 등에게 허여된 미국 특허 제2,989,156호는 밀봉된 두개의 금속판으로 패널이 형성되고, 중심부는 배기되어 팽창된 펄라이트(perlite)으로 충전된 냉동기 및 냉장고용 단열 패널에 대하여 기술한다. 꾸머메어(Kummer methr) 등에게 허여된 미국 특허 제4,399,175호는 외부컨테이너내에 수용된 미분쇄된 절연재료를 가압하여 절연용 슬라브를 형성하는 것에 관해 기술되어 있다. 강체인 외벽 및 가요성인 내벽을 가지며, 상기 벽 사이의 공간에는 분말 절연재료를 채운 절연 시스템은 쉴프(Schilf)에게 허여된 미국 특허 제4,349,051호에 기재되어 있고, 이와 유사한 구조는 매취(Matsch) 등에게 허여된 미국 특허 제3,166,511호에 기재되어 있다. 또한 분말 재료로 충전되고 기밀 밀봉된 금속 쉘은 먼터(Munter)에게 허여된 미국 특허 제2,067,015호 및 제2,164,143호에 기재되어 있다.

절연재료로서 인공적으로 제조된 실리카 재료의 이용에 대해서는, 펠록스-게르바이스(Pelloux-Gervais) 등에게 허여된 미국 특허 제4,159,359호에 기재되어 있다. 상기 특허의 인공적으로 제조된 실리카 재료는 바람직한 실리카 입자를 생산하기 위하여, 실란(silane) 재료를 열처리함으로써 형성된 증발 실리카이다. 합성적으로 제조된 실리카로서, 비교적 값비싼 최종의 증발 실리카를 위한 특수한 변수는 상기 특허의 명세서에 설명되어 있다.

상기 펠록스-게르바이스(Pelloux-Gervais) 등에게 허여된 특허의 한가지 흥미있는 것은, 침전 실리카 분말이 열전도성이 너무 높아서, 절연재료로서는 중요하지 않다는 점이다.

발명의 간단한 설명

본 발명에 따라서, 그리고 특히 펠록스-게르바이스 특허의 명세서로부터 놀랍게도 초 절연재료(superior insulating materials)는 침전 실리카를 이용해서 만들어진다는 것이 발견되었다. 증발된 실리카의 절연 특성에 비해 더 우수한 절연 특성을 갖는 것 외에도, 침전 실리카의 단가가 더 저렴하므로, 낮은 단가

에서도 향상된 효능을 발휘한다.

본 발명의 침전 실리카는 본 기술분야에서 잘 알려진 수단인 알칼리성 물유리(water glass)와 무기산의 상호 작용으로 만들어진다. 이렇게 만든 다음 계속해서, 분무 건조 및 밀링과 같은 기계 가공을 하여 바람직한 입자 크기와 표면적을 얻는다.

이와 같이 제조한 침전 실리카는 가열하여 표면의 수분을 제거한다. 가공중에 단지 유지하기 위하여, 실리카를 가열 공정중 미소 기공의 주머니에 두는 것이 유리하다는 것을 종종 알 수 있게 될 것이다.

침전 실리카 분말의 건조에 이어서, 양호하게는 가스의 누출을 방지하기 위하여, 금속 박막층으로 형성되거나 또는 금속이 입혀진 플라스틱 봉입체에 둔다음, 봉입체를 배기시켜 밀봉한다. 만약 침전 실리카가 미소 기공의 주머니에서 건조되었다면, 미소 기공의 주머니는 직접 플라스틱 밀봉체내에 배치될 수 있다. 플라스틱 주머니의 배기중 또는 배기전에 침전 실리카는 압축되어, 낮은 단가에서 충분히 얇은 구조로서 우수한 절연을 갖는 바람직한 밀도로 된다. 압축 및 배기후에, 압축된 침전 실리카를 포함하는 플라스틱 봉입체는 특히 판상 형태로 되어 절연을 필요로 하는 구조, 예로서 냉장고 또는 냉동기의 벽 또는 도어에 용이하게 배치될 수 있게 된다.

본 발명의 재료와 가공법을 사용하는 절연재는 종래 기술의 절연재보다 얇아도 같은 절연효과를 나타내고, 그 두께가 같은 경우에는 부수적인 효과를 제공한다.

#### 양호한 실시예의 설명

이미 언급한 바와 같이, 본 발명의 절연재료는 먼저 알칼리성 규산염을 무기산으로 처리하여 생산된 침전실리카로 제조된다. 상기 생성된 생산품은 분무 건조되어 분쇄된 다음, 가열되어 표면의 수분을 제거한다. 가압 진공되어 균질한 판상 재료로 형성되는 건조된 실리카는 공기와 방수된 주머니내에 배치된다. 상기 재료는 일반적으로 두께가 1.27 내지 2.54cm(0.5 내지 1inch)이고 편평하다. 상기 처리로 생성된 패널의 길이와 폭은 패널이 삽입될 냉동기 또는 냉장고와 같은 설비의 부품 크기에 의해서만 제한된다.

본 발명의 절연재료가 상술한 방식으로 만들어지면, 패널은 대략  $0.05 \text{ BTU-IN/HR.FT}^{20} \text{ F}$  및 이보다 낮은 K값을 갖는 것으로 나타난다. 이러한 범위의 K값은 냉장고와 냉동기의 제조에 바람직한 것으로 종래에 이미 밝혀졌다. 본 발명에 따라서 제조된 절연재료는 더 얇은 벽에 같은 열방산을 유지하고, 따라서 절연된 설비의 부품에 대해 더 작은 외부 치수 또는 더 큰 내부 체적을 제공하거나, 벽의 두께가 같은 경우에는 설비의 더 큰 에너지 효율을 갖는 부품을 제공한다.

본 발명의 침전 실리카는 상술한 바와 같이, 알칼리성 물유리와 무기산의 상호 작용으로 만들어진다. 적합하게는, 알칼리성 물유리는 소다 물유리(sodium water glass)이고, 무기산은 황산이다. 상호 작용에 의해 생성된 백색 침전물은 여과, 세척 및 건조되어, 일단적으로 86 내지 88%의 2산화 규소와 그외의 잔류물의 대부분인 물과, 반응중 생성된 소량의 소금 및 미량의 금속 산화물로 남는다. 조성, 반응비, 반응시간, 온도 및 농도에 따라서 다양한 특성을 갖는 각종 침전 실리카는 상업적으로 유용하다. 백색 침전물의 후속공정은 또한 그 특성에 영향을 미치는데, 후속 공정은 여과, 다수 방법에 의한 건조, 다수 방법에 의한 그라인딩 또는 밀링, 및 분류를 포함한다. 이러한 공정에 의해 영향을 받은 특성중에서 상호 작용과 침전물의 후속 처리 양자는 표면적, 입자크기 및 밀도를 포함한다. 일단적으로, BET 방법(DIN 66 131)으로 측정된 적어도  $150 \text{ m}^2/\text{g}$ 의 표면적은 본 발명에 대하여 유용하다. 또한 사용된 실리카는 일반적으로 중성, 또는 약한 알칼리성(PH 6.0 이상)이어야 한다. 또한 본 발명에 따라서 사용된 침전 실리카의 응집(agglomerate)입자의 크기는 양호하게는 50마이크로미터 이하, 더욱 양호하게는 10마이크로미터 이하다.

본 발명의 절연용 패널을 형성함에 있어서, 먼저 상업적으로 얻어진 침전 실리카를 건조시킨다. 바람직하다면, 실리카는 미소 기공의 주머니내에 배치될 수도 있는데, 상기 주머니는 단지 건조 작업중에 분발 실리카를 유지하는데 도움이 되기 위한 것 뿐이다. 이러한 미소 기공의 재료를 사용하는 것이 바람직하다면, 이들 재료중에서 상품명 "Celgard"로 셀라니스(Celanese)에서 시판하는 폴리 프로필렌을 사용하면 된다. 또한 여과지로서 사용된 종이 종류도 사용할 수 있는데, 일반적으로 공기와 습분은 통과시키지만 미세하게 분쇄된 실리카를 유지하는 어떠한 재료도 사용될 수 있다.

건조 작업중에 미소 기공의 주머니를 사용하는 것의 여부에 관계없이, 온도는 표면의 수분을 제거하기에 충분해야 한다. 일반적으로 이것은 미소 기공의 주머니를 사용할 경우 약  $100^\circ\text{C}$  의미하고, 그 상한선은 미소 기공의 재료가 묻거나 녹아버리거나 또는 손상되지 않는 온도로 한다.

건조 작업에 계속해서, 건조된 실리카는 그 밀도가  $0.16$  내지  $0.32 \text{ g/cm}^3$ (10 내지 20pound/ft<sup>3</sup>), 적합하게는  $0.16$  내지  $0.21 \text{ g/cm}^3$ (10 내지 13pound/ft<sup>3</sup>)인 케이크로 가압되어 제조된다. 본 발명에 따라서 사용되고 상기와 같은 밀도를 갖는 재료는  $0.05 \text{ BTU-IN/HR.FT}^2 \text{ F}$  또는 이보다 낮은 양호한 K계수를 제공한다. 상기 건조된 실리카는 재차 플라스틱 주머니에 넣는데, 상기 주머니는 가스의 누출을 방지하도록 형성된다. 만약 실리카가 미소 기공의 주머니에서 건조됐다면, 미소 기공의 주머니는 단지 플라스틱 봉입체에 넣어진다. 일반적으로 얇은 금속 박층을 이용하거나, 또는 다른 봉입체에서 플라스틱의 하나 또는 그 이상의 층을 금속화함으로써 플라스틱의 하나 또는 그 이상의 층을 금속화함으로써 플라스틱 봉입체에서 가스누출은 방지한다. 예를들면, 본 발명에 따라서 유용한 것으로 밝혀진 플라스틱 봉입체는 폴리 프로필렌과 같은 폴리머의 6개의 층으로 형성되고, 그중 3개의 층은 가스 격막을 제공하기 위하여 알루미늄으로 입혀져 형성된다.

플라스틱 봉입체의 전체 두께는 가장자리를 통하여 열의 전도가 거의 없을 정도로 충분히 작아야 한다. 일반적으로, 전체 두께는 대략  $0.076$  내지  $0.508 \text{ mm}$ ( $0.003$  내지  $0.02 \text{ inch}$ )이다. 상기 얇은 재료는 실리카를 유지하고 또 재차 필요한 가공을 허락 하기에 충분한 강성을 제공하는 반면에, 이들이 배치될 장치의

평균 수명은 떨어질 것이다. 그러나, 5년 및 그 이상의 평균 수명은 0.076mm(0.003inch) 두께의 봉입체로도 기대할 수 있다.

건조된 실리카를 플라스틱 봉입체에 넣은 후, 상기 봉입체는 배기되고 가열 밀봉 또는 접착 결합과 같은 적당한 어떤 수단으로 밀봉된다. 충전 재료에 따르지만 적합하게는 내부 압력이 10mm.Hg 이하면 좋고, 이보다 약간 높은 압력, 예로써 15mm.Hg의 범위도 괜찮다. 필요한 진공 정도는 상술한 바와 같이 0.05이상으로 되서는 안되는 K계수를 기초로 한다. 필요에 따라 봉입체로부터 공기를 배출시키기 위하여 배기 전에 2산화탄소 또는 질소와 같은 불활성 가스를 사용할 수 있다.

이하에서 본 발명의 실시예를 설명한다. 그러나 이것은 본 발명의 전범위를 어떠한 방식으로 제한하는 것이 아니며, 단지 예로서 고려해야 할 것이다.

#### [실시예 1]

우선 약 300g의 침전 실리카를 미소 기공의 주머니에 장입하여 단열패널을 제조했다. 상기 미소 기공의 주머니는 상품명 "Celgard"로 판매되는 재료로 형성된 것이고, 침전 실리카는 Degussa에 의해 지정 번호 FK-310으로 판매된 것이다. 상기 침전 실리카는 표면적이 BET 방법에 의한 650<sup>m<sup>2</sup></sup>/g, 평균 응집 크기가 5 미크론, 가공 밀도 130g/l, PH 7, DBP 흡수 210 그리고 DIN 53 580에 따라 체질된(sieve) 잔류물이 0.01이다. 침전 실리카를 미소 기공의 봉입체에 넣은 후, 미소 기공의 봉입체의 4번째 면은 가열밀봉된 다음, 패널을 오븐에 넣고 16시간 동안 96°C를 유지했다.

그다음 미소 기공의 주머니내의 건조된 실리카를 배기구로 적합하게 된 금속화된 플라스틱 봉입체에 넣었다. 상술한 바와 같이 사용된 봉입체는 폴리머 피막으로 적층된 6개의 층과, 그중 3개의 알루미늄이 입혀진 층을 가지며, 전체 두께는 0.10mm(0.004inch)였다. 미소 기공의 주머니를 금속화된 플라스틱 밀봉체에 배치한 후, 상기 밀봉체를 배기구만 제외하고 밀봉되며, 상기 패널은 0.7토르의 진공중에서 밀도 0.31g/cm<sup>3</sup>, 두께 1.59cm로 압축된다.

이렇게 해서 얻은 패널은 전도성 측정기에 넣어본 바, 0.066 BTU/HR-FT<sup>2</sup> F의 C를 갖고 0.041 BTU-IN/HR FT<sup>2</sup> F의 K계수를 나타내는 것을 알아냈다.

#### [실시예 2]

절연 특성에 대한 진공의 효과는 최종 제품의 밀도가 0.19g/cm<sup>3</sup>(12pound/ft<sup>3</sup>), 최종 패널의 두께가 1.82cm(0.75inch)인 것을 제외하고는 실시예 1과 같이 제조한 Degussa에서 지정번호 FK 500-LS로 판매하는 다른 침전 실리카를 사용하여 측정했다. 서서히 진공을 누출시키면서 다음과 같은 자료를 얻었다.

[표 1]

내부패널 압력 (torr)	열전도성	
	C(BTU/HR FT <sup>2</sup> F)	K(BTU-IN/HR FT <sup>2</sup> F)
0.7	0.049	0.035
2.3	0.050	0.035
3.3	0.054	0.039
4.0	0.055	0.039
5.1	0.056	0.040
6.0	0.057	0.041
6.7	0.60	0.043
7.6	0.061	0.044
8.5	0.062	0.044
9.2	0.064	0.046
10.0	0.066	0.047
12.0	0.068	0.049
13.0	0.070	0.050
14.0	0.071	0.051
15.0	0.071	0.051
16	0.073	0.052
55	0.116	0.083
75	0.132	0.094
200	0.172	0.123
760	0.238	0.170

[실시예 3]

다른 침전 실리카를 실시예 1과 다르게 사용하여 동일한 조건과 재료로 측정했다. 시험 결과는 하기의 표와 같다.

[표 2]

재 료	충전밀도 (LBS/FT <sup>3</sup> )	내부패널 압력(mmHg)	K계수 (BTU-IN/HR FT <sup>2</sup> F)
Degussa			
Sipernat 22LS	11.9	0.16	0.031
Sipernat 22S	15.4	0.05	0.43
Sipernat 50	14.1	0.10	0.054
Sipernat 50S	14.1	0.07	0.051
PPG			
HI-SIL T600	11.8	0.04	0.032
HI-SIL GM	18.2	0.10	0.064
Lo-Vel 39A	17.8	0.095	0.052
Lo-Vel 27	11.7	0.075	0.036

더욱 상세히 설명하면, FK310에 대해 동일한 시험으로서 상기 Sipernat 22S는 BET 표면적이 190, 평균 응집 크기 7, 가공밀도 120g/ℓ, PH 6.3, DBP 흡수 270 및 체질한 잔류물 0.10이다. 상기 Sipernat 22 LS는 BET 표면적 170, 평균 응집 크기 4.5, 가공밀도 80, PH 6.3, DBP 흡수 270 및 체질한 잔류물 0.010이다. 상기 Sipernat50은 BET 표면적 450, 평균 응집 크기 50, 가공밀도 200, PH 7, DBP 흡수 340 및 체질한 잔류물 0.50이다. 상기 Sipernat 50S는 BET 표면적 450, 평균 응집 크기 8, 가공밀도 100, PH 7, DBP 흡수 330 및 체질한 잔류물 0.10이다. 실리카 T600은 평균 응집 크기가 1.4마이크로미터이고, 평균의 최종(ultimate) 입자 크기가 21나노미터이며, 표면적이 150m<sup>2</sup>/g, PH 7.0, 가공된 부피밀도 0.048 내지 0.064g/cm<sup>3</sup>(3 내지 4pound/ft<sup>3</sup>)이다.

본 발명에 따라서, 특히 냉각용도의 장치를 위한 절연재료로서 침전 실리카의 이용에 대해 예시하고 설명했다. 이와 같은 침전 실리카는 여러 종류 예시했으며, 또한 본 발명은 특수한 실시예에 한정되는 것이 아니며 단지 첨부된 특허청구의 범위에 의해 한정된다.

### (57) 청구의 범위

#### 청구항 1

열 절연재료로서 사용하기 위한 침전 실리카 절연체에 있어서, 실리카를 침전시키기 위하여 알칼리성 물 유리와 무기산의 상호 작용과 건조된 미분쇄된 실리카 재료를 형성하도록 건조 작용이 수행되는 미분쇄된 실리카 재료와 상기 건조된 미분쇄의 실리카를 함유하는 가스 및 방수 봉입체를 포함하는 것을 특징으로 하는 열절연재료로서 사용하기 위한 침전 실리카 절연체.

#### 청구항 2

제1항에 있어서, 알칼리성 물유리는 소다 물유리이고, 무기산은 황산인 것을 특징으로 하는 침전 실리카 절연체.

#### 청구항 3

제1항에 있어서, 상기 미분쇄된 침전 실리카는 미소 가공의 주머니에서 건조되는 것을 특징으로 하는 침전 실리카 절연체.

#### 청구항 4

제3항에 있어서, 상기 미소 가공의 주머니는 상기 가스 및 방수 밀봉체내에 배치되는 것을 특징으로 하는 침전 실리카 절연체.

#### 청구항 5

제1항에 있어서, 건조된 미분쇄의 실리카를 함유하는 상기 가스 및 방수 밀봉체는 0.16 내지 0.32g/cm<sup>3</sup>(10 내지 20lb/ft<sup>3</sup>)의 밀도로 압축되는 것을 특징으로 하는 침전 실리카 절연체.

#### 청구항 6

제5항에 있어서, 상기 밀도는 0.16 내지 0.21g/cm<sup>3</sup>(10 내지 13lb/ft<sup>3</sup>)인 것을 특징으로 하는 침전실리카 절연재.

#### 청구항 7

절연재료의 제조 방법에 있어서, 알칼리성 물유리와 무기산을 상호 작용시켜 미분쇄된 실리카를 침전시키는 단계와, 미분쇄된 침전 실리카를 표면의 수분을 제거하기에 충분한 온도에서 건조시키는 단계와, 건조된 침전 실리카를 0.16 내지 0.32g/cm<sup>3</sup>(10 내지 20pounds/ft<sup>3</sup>)의 밀도로 압축시키는 단계와, 상기 건조된 실리카를 배기구를 갖는 가스 및 방수 봉입체에 배치시키는 단계와, 상기 가스 및 방수 밀봉체를 배기시키는 단계 및, 가스 및 방수 밀봉체에 대해 배기구를 밀봉하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 절연재료의 제조 방법.

#### 청구항 8

제7항에 있어서, 상기 알칼리성 물유리는 소다 물유리이고, 무기산은 황산인 것을 특징으로 하는 절연재료의 제조 방법.

#### 청구항 9

제7항에 있어서, 상기 침전 실리카는 미소 기공의 주머니에서 건조되는 것을 특징으로 하는 절연재료의 제조 방법.

#### 청구항 10

제7항에 있어서, 상기 가스 및 방수 봉입체는 금속층을 갖는 플라스틱으로 형성된 다층 구조인 것을 특징으로 하는 절연재료의 제조 방법.

#### 청구항 11

제7항에 있어서, 상기 건조 온도는 100℃ 정도인 것을 특징으로 하는 절연재료의 제조 방법.

#### 청구항 12

제10항에 있어서, 상기 금속층중 적어도 하나는 알루미늄이 입혀진 플라스틱층인 것을 특징으로 하는 절연재료의 제조 방법.

#### 청구항 13

제10항에 있어서, 상기 적어도 하나의 플라스틱층은 폴리프로필렌으로 구성된 것을 특징으로 하는 절연재료의 제조 방법.

#### 청구항 14

제10항에 있어서, 상기 층의 적어도 하나는 알루미늄 박층인 것을 특징으로 하는 절연재료의 제조 방법.

#### 청구항 15

제7항에 있어서, 상기 배기는 15토르 이하의 내부 압력에서 행하여지는 것을 특징으로 하는 절연재료의 제조 방법.

#### 청구항 16

미분쇄된 침전 실리카를 포함하는 것을 특징으로 하는 절연재료.

#### 청구항 17

제16항에 있어서, 침전물은 알칼리성 물유리와 무기산의 상호 작용으로 형성된 것을 특징으로 하는 절연재료.

#### 청구항 18

제17항에 있어서, 상기 물유리는 소다 물유리이고, 무기산은 황산인 것을 특징으로 하는 절연재료.

#### 청구항 19

제16항에 있어서, 상기 응집된 입자 크기는 50마이크로미터 이하인 것을 특징으로 하는 절연재료.

#### 청구항 20

제16항에 있어서, 상기 미분쇄된 실리카는 0.16 내지 0.32g/cm<sup>3</sup>(10 내지 20pounds/ft<sup>3</sup>)의 밀도로 압축되는 것을 특징으로 하는 절연재료.

#### 청구항 21

제20항에 있어서, 상기 밀도는 0.16 내지 0.21g/cm<sup>3</sup>(10 내지 13pounds/ft<sup>3</sup>)인 것을 특징으로 하는 절연재료.