(12) 특허협력조약에 의하여 공개된 국제출원

(19) 세계지식재산권기구
국제사무국

(43) 국제공개일
2018 년 4 월 19 일 (19.04.2018)

WIPO | PCT

(10) 국제공개번호
WO 2018/070752 A1

(51) 국제특허분류:
C01B 33/158 (2006.01) *F16L 59/02* (2006.01)
F16L 59/14 (2006.01)

(21) 국제출원번호: PCT/KR2017/011119

(22) 국제출원일: 2017 년 10 월 10 일 (10.10.2017)

(25) 출원언어: 한국어

(26) 공개언어: 한국어

(30) 우선권정보:
10-2016-0132167 2016 년 10 월 12 일 (12.10.2016) KR

(71) 출원인: **주식회사 엘지화학 (LG CHEM, LTD.)** [KR/KR]; 07336 서울시 영등포구 여의대로 128, Seoul (KR).

(72) 발명자: **오경실 (OH, Kyoung Shil)**; 34122 대전시 유성구 문지로 188 LG화학 기술연구원 내, Daejeon (KR). **이제균 (LEE, Je Kyun)**; 34122 대전시 유성구 문지로 188 LG화학 기술연구원 내, Daejeon (KR).

(74) 대리인: **특허법인 태평양 (BAE, KIM & LEE IP GROUP)**; 06626 서울시 서초구 강남대로 343, 11층, Seoul (KR).

(81) 지정국 (별도의 표시가 없는 한, 가능한 모든 종류의 국내 권리의 보호를 위하여): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) 지정국 (별도의 표시가 없는 한, 가능한 모든 종류의 역내 권리의 보호를 위하여): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), 유라시아 (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), 유럽 (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

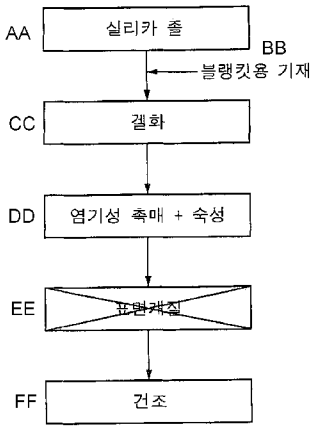
공개:
— 국제조사보고서와 함께 (조약 제21조(3))

WO 2018/070752 A1

(54) Title: AEROGEL BLANKET FOR ULTRA-HIGH TEMPERATURES, METHOD FOR MANUFACTURING SAME AND CONSTRUCTION METHOD THEREOF

(54) 발명의 명칭: 초고온용 에어로겔 블랭킷, 이의 제조방법 및 이의 시공방법

[도1]



AA ... Silica sol
BB ... Blanket base
CC ... Gelation
DD ... Basic catalyst + Maturing
EE ... Surface modification
FF ... Drying

(57) Abstract: The present invention relates to a hydrophilic silica aerogel blanket for ultra-high temperature insulation, a method for manufacturing same and a construction method thereof, and more specifically, provided are a method for manufacturing a hydrophilic aerogel blanket and a hydrophilic aerogel blanket manufactured thereby, the method including adding a basic catalyst in a maturing step, thereby reinforcing a silica gel structure, skipping a surface modification step, thereby enabling the reduction of manufacturing costs by saving processing time and costs, and fundamentally blocking volatile organic compounds (VOCs), thereby enabling the inhibition of a malodor from developing during construction, and provided is a construction method of an aerogel blanket for ultra-high temperature insulation, the method enabling the inhibition of a malodor from developing, and at the same time, enabling the prevention of insulation performance loss due to moisture in the air when constructing an ultra-high temperature pipeline system using the hydrophilic aerogel blanket.

(57) 요약서: 본 발명은 초고온 단열용 친수성 실리카 에어로겔 블랭킷 및 이의 제조방법 및 이의 시공방법에 관한 것으로서, 보다 상세하게는 숙성 단계에서 염기성 촉매를 첨가하여 실리카 겔의 구조를 강화시키고, 표면개질 단계를 생략하여 공정 시간 및 비용을 절약하여 제조 단가를 저감시킬 수 있으며, VOC(volatile organic compound) 를 원천적으로 차단함으로써, 시공 중 악취의 발생을 억제할 수 있는 친수성 에어로겔 블랭킷 제조방법 및 이에 의해 제조된 친수성 에어로겔 블랭킷을 제공하고, 상기 친수성 에어로겔 블랭킷을 이용하여 초고온 배관 설비에의 시공 시 악취 발생 억제와 동시에 공기 중 수분에 의한 단열 성능의 손실을 방지할 수 있는 초고온 단열용 에어로겔 블랭킷의 시공방법을 제공한다.

명세서

발명의 명칭: 초고온용 에어로겔 블랭킷, 이의 제조방법 및 이의 시공방법

기술분야

[1] 관련출원과의 상호인용

[2] 본 출원은 2016년 10월 12일자 한국 특허 출원 제10-2016-0132167호에 기초한 우선권의 이익을 주장하며, 해당 한국 특허 출원의 문헌에 개시된 모든 내용은 본 명세서의 일부로서 포함된다.

[3]

[4] 기술분야

[5] 본 발명은 초고온 단열용 친수성 실리카 에어로겔 블랭킷, 이의 제조방법 및 이의 시공방법에 관한 것이다.

[6]

배경기술

[7] 에어로겔(aerogel)은 90 ~ 99.9 % 정도의 기공율과 1 ~ 100 nm 범위의 기공크기를 갖는 초다공성의 고비표면적(≥500 m^2/g) 물질로서, 뛰어난 초경량/초단열/초저유전 등의 특성을 갖는 재료이기 때문에 에어로겔 소재 개발연구는 물론 투명단열재 및 환경 친화적 고온형 단열재, 고집적 소자용 극저유전 박막, 촉매 및 촉매 담체, 슈퍼 커패시터용 전극, 해수 담수화용 전극 재료로서의 응용연구도 활발히 진행되고 있다.

[8] 에어로겔의 가장 큰 장점은 종래 스티로폼 등의 유기 단열재보다 낮은 0.300 W/m·K 이하의 열전도율을 보이는 슈퍼단열성(super-insulation)인 점과 유기 단열재의 치명적인 약점인 화재 취약성과 화재시 유해가스 발생을 해결할 수 있다는 점이다.

[9] 한편, 이러한 에어로겔은 다공성 구조로 인해 매우 낮은 기계적 강도를 갖기 때문에 기존의 단열섬유인 무기섬유 또는 유기섬유 등의 섬유상 블랭킷에 에어로겔을 함침하여 결합시킨 에어로겔 복합체가 개발되고 있다. 상기 에어로겔 블랭킷은 유연성(flexibility)을 가지고 있어 임의의 크기나 형태로 굽히거나, 접거나 자를 수 있고, 다루기가 용이하여 LNG 선의 단열패널, 공업용 단열재와 우주복, 교통 및 차량, 전력생산용 단열재 등과 같은 공업용으로의 응용뿐 아니라 재킷이나 운동화류 등과 같은 생활용품에도 이용되고 있다.

[10] 에어로겔은 일반적으로 실리카 졸을 제조 단계, 겔화 단계, 숙성(에이징) 단계, 표면개질 단계 및 건조 단계를 통해 제조된다.

[11] 그러나 상기와 같은 종래의 방법으로 제조된 에어로겔 블랭킷은 두 가지 단점이 있다.

[12] 첫째는 에어로겔 블랭킷의 공기 중 수분 흡수에 의한 단열 성능의 손실을

방지하기 위하여 표면개질을 통해 실리카 에어로겔의 표면을 소수화시켜 사용하였으나, 이 경우 제조 시간이 길어지고, 표면 개질제의 높은 원재료비로 인해 제조단가가 높아지는 단점이 있다.

[13] 둘째로, 이러한 소수성 실리카 에어로겔 블랭킷을 500 ℃ 이상의 고온 배관에 곧바로 시공할 경우, VOC(volatile organic compound) 등에 의해 심각한 악취가 발생하여 작업자들의 고통을 유발하는 문제가 있었다.

[14] 이에, 본 발명자들은 상기 문제를 해결하기 위하여 초고온 단열용 친수성 실리카 에어로겔 블랭킷 및 이의 제조방법 및 이의 시공방법을 개발하게 되었다.

[15] [선행기술문헌]

[16] (특허문헌 1) 공개특허공보 10-2016-0100082 (2016.08.23)

[17]

발명의 상세한 설명

기술적 과제

[18] 본 발명은 상기 종래 기술의 문제점을 해결하기 위하여 안출된 것으로서, 본 발명의 해결하고자 하는 과제는 숙성 단계에서 염기성 촉매를 첨가하여 실리카 겔의 구조를 강화시키고, 표면개질 단계를 생략하여 공정 시간 및 비용을 절약하여 제조 단가를 저감시킬 수 있으며, 초고온 배관 설비에의 시공시 VOC(volatile organic compound) 를 원천적으로 차단함으로써, 시공 중 악취의 발생을 억제할 수 있는 친수성 실리카 에어로겔 블랭킷 제조방법을 제공하는 것이다.

[19] 본 발명의 해결하고자 하는 다른 과제는 상기의 제조방법으로 제조된 친수성 실리카 에어로겔 블랭킷을 제공하는 것이다.

[20] 본 발명의 해결하고자 하는 또 다른 과제는 상기의 제조방법으로 제조된 친수성 실리카 에어로겔 블랭킷을 이용하여 초고온 배관 설비에의 시공 시 악취 발생 억제와 동시에 공기 중 수분에 의한 단열 성능의 손실을 방지할 수 있는 에어로겔 블랭킷의 시공방법을 제공하는 것이다.

[21]

과제 해결 수단

[22] 본 발명은 상기와 같은 과제를 해결하기 위한 것으로서,

[23] 1) 실리카 전구체, 알코올 및 산성 수용액을 혼합하여 실리카 졸을 준비하는 단계; 2) 상기 실리카 졸에 염기성 촉매를 첨가한 후 블랭킷용 기재에 침적시키는 단계; 3) 상기 실리카 졸이 블랭킷용 기재에 침적된 상태에서 겔화 반응하는 단계; 4) 상기 겔화 반응 완료 후 제조된 실리카 겔에 염기성 촉매 및 알코올의 혼합 용액을 첨가하여 숙성시키는 단계; 및 5) 상기 숙성된 실리카 겔을 건조시키는 단계를 포함하는 친수성 에어로겔 블랭킷 제조방법을 제공한다.

[24] 또한, 본 발명은 상기 제조방법에 의해 제조된 친수성 에어로겔 블랭킷을 제공한다.

[25] 또한, 본 발명은 1) 배관 설비의 표면에 상기 친수성 에어로겔 블랭킷을 적어도 1층 이상 시공하는 단계; 및 2) 상기 친수성 에어로겔 블랭킷 상에 소수성 에어로겔 블랭킷을 적어도 1층 이상 시공하는 단계를 포함하는 에어로겔 블랭킷 시공방법을 제공한다.

[26]

발명의 효과

[27] 본 발명에 따른 친수성 에어로겔 블랭킷 제조방법은 숙성 단계에서 염기성 촉매를 첨가하여 실리카 겔의 구조를 강화시킬 수 있는 효과가 있다. 이에 표면개질 단계를 거치지 않더라도 건조 공정에서 기공의 수축을 잘 견딜 수 있어, 표면개질 단계를 생략하여 공정 시간 및 비용을 절약하여 제조 단가를 저감시킬 수 있으며, VOC(volatile organic compound) 를 원천적으로 차단함으로써, 시공 중 악취의 발생을 억제할 수 있는 효과가 있다.

[28] 본 발명에 따른 에어로겔 블랭킷의 시공방법은 상기 제조방법에 의해 제조된 친수성 에어로겔 블랭킷을 이용하여 초고온 배관 설비에의 시공 시 악취 발생 억제와 동시에 공기 중 수분에 의한 단열 성능의 손실을 방지할 수 있는 효과가 있다.

[29]

도면의 간단한 설명

[30] 본 명세서에 첨부되는 다음의 도면은 본 발명의 구체적인 실시예를 예시하는 것이며, 전술한 발명의 내용과 함께 본 발명의 기술사상을 더욱 이해시키는 역할을 하는 것이므로, 본 발명은 그러한 도면에 기재된 사항에만 한정되어 해석되어서는 아니된다.

[31] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 친수성 에어로겔 블랭킷의 제조방법을 개략적으로 나타낸 순서도이다.

[32] 도 2는 종래 및 본 발명의 일 실시예에 따른 에어로겔 블랭킷 시공방법을 개략적으로 나타낸 모식도이다.

[33] 도 3은 본 발명의 실시예 및 비교예에 따른 친수성 에어로겔 블랭킷의 난연성 테스트 결과를 나타내는 사진이다.

[34] 도 4는 본 발명의 실시예 및 비교예에 따른 친수성 에어로겔 블랭킷의 열전도도를 나타내는 그래프이다.

[35]

발명의 실시를 위한 형태

[36] 이하, 본 발명에 대한 이해를 돕기 위해 본 발명을 더욱 상세하게 설명한다. 이때, 본 명세서 및 청구범위에 사용된 용어나 단어는 통상적이거나 사전적인 의미로 한정해서 해석되어서는 아니 되며, 발명자는 그 자신의 발명을 가장 최선의 방법으로 설명하기 위해 용어의 개념을 적절하게 정의할 수 있다는 원칙에 입각하여 본 발명의 기술적 사상에 부합하는 의미와 개념으로

해석되어야만 한다.

[37] 도 1의 모식도에서 보는 바와 같이, 본 발명의 일 실시예에 따른 친수성 에어로겔 블랭킷 제조방법은,

[38] 1) 실리카 전구체, 알코올 및 산성 수용액을 혼합하여 실리카 졸을 준비하는 단계; 2) 상기 실리카 졸에 염기성 촉매를 첨가한 후 블랭킷용 기재에 침적시키는 단계; 3) 상기 실리카 졸이 블랭킷용 기재에 침적된 상태에서 겔화 반응하는 단계; 4) 상기 겔화 반응 완료 후 제조된 실리카 겔에 염기성 촉매 및 알코올의 혼합 용액을 첨가하여 숙성시키는 단계; 및 5) 상기 숙성된 실리카 겔을 건조시키는 단계를 포함하는 것을 특징으로 한다.

[39] 실리카 에어로겔 블랭킷(silica aerogel blanket)은 실리카 에어로겔 소재를 블랭킷용 기재로서 섬유 등과 복합화하여 매트리스나 시트 형태로 만든 것을 나타내는 것으로, 유연성이 있어 굽히거나 접거나 또는 자를 수 있는 특징을 가지고 있다. 실리카 에어로겔은 다공성으로 인한 단열 특성을 부여하며, 섬유 등과 같은 블랭킷용 기재는 실리카 에어로겔 블랭킷의 유연성과 기계적인 강도를 강화하는 역할을 한다.

[40] 이러한, 실리카 에어로겔 블랭킷은 기존의 폴리머 단열재인 폴리스티로폼이나 폴리 우레탄폼 보다 내열성 및 단열성이 우수한 신소재로서, 향후 전개되는 에너지 절약 및 환경문제를 해결할 수 있는 첨단소재로 주목을 받고 있으며, 이에 따라, 각종 산업용 설비의 배관이나 공업용로와 같은 보온보냉용 플랜트 시설은 물론, 항공기, 선박, 자동차, 건축 구조물 등의 단열재, 보온재, 또는 불연재로서 유용하게 사용되고 있다.

[41] 한편, 실리카 에어로겔 블랭킷은 실리카 표면의 실라놀기(Si-OH)의 친수성 때문에 공기 중의 물을 흡수하게 되어 열전도율이 점차 높아지는 단점이 있으며, 건조 공정에서 기공 붕괴가 심화되어 스프링 백(spring back) 현상을 기대하기 어려워 메조 포어(meso pore)를 갖는 초 단열 제품을 제조하기 어려운 문제가 있다.

[42] 따라서, 공기 중의 수분 흡수를 억제시켜 낮은 열전도율을 유지하기 위해서는 실리카 에어로겔 표면을 소수성으로 개질하는 단계가 필수적이다.

[43] 그러나, 상기 소수성으로 개질하는 표면개질 단계는 다량의 유기용매와 고가의 소수화제가 사용되며, 상기 표면개질 단계에서 발생되는 부산물의 회수 및 분리 공정이 필수적이기 때문에 에어로겔 블랭킷 제조 공정이 복잡해지고, 시간 및 비용면에서 비경제적인 측면이 많고, 이로 인해 에어로겔 블랭킷의 상업화에 많은 어려움이 있다.

[44] 또한, 상기 표면개질 공정에 의해 표면이 소수화된 소수성 에어로겔 블랭킷은 500 ℃ 이상의 고온 배관에 곧바로 시공할 경우, VOC(volatile organic compound) 등에 의해 심각한 악취가 발생하여 작업자들의 고통을 유발하는 문제가 있었다.

[45] 이에 본 발명은 제조 공정의 단순화를 통한 공정 시간 및 비용의 절약, 악취 발생을 억제하기 위해 에어로겔 블랭킷의 표면개질 단계를 생략할 수 있는

에어로겔 블랭킷 제조방법을 제공한다.

[46]

[47] 이하 상기 본 발명의 친수성 에어로겔 블랭킷 제조방법을 각 단계별로 상세히 설명하기로 한다.

[48]

[49] 단계 1)

[50] 본 발명의 일 실시예에 따른 상기 단계 1)은 실리카 졸을 준비하기 위한 단계로서, 실리카 졸은 실리카 전구체, 알코올 및 산성 수용액을 혼합하여 제조되는 것을 특징으로 한다.

[51] 상기 실리카 졸의 제조에 사용 가능한 실리카 전구체는 실리콘 함유 알콕사이드계 화합물일 수 있으며, 구체적으로는 테트라메틸 오르소실리케이트(tetramethyl orthosilicate; TMOS), 테트라에틸 오르소실리케이트(tetraethyl orthosilicate; TEOS), 메틸트리에틸 오르소실리케이트(methyl triethyl orthosilicate), 디메틸디에틸 오르소실리케이트(dimethyl diethyl orthosilicate), 테트라프로필 오르소실리케이트(tetrapropyl orthosilicate), 테트라이소프로필 오르소실리케이트(tetraisopropyl orthosilicate), 테트라부틸 오르소실리케이트 (tetrabutyl orthosilicate), 테트라세컨드리부틸 오르소실리케이트(tetra secondary butyl orthosilicate), 테트라터셔리부틸 오르소실리케이트 (tetra tertiary butyl orthosilicate), 테트라헥실오르소실리케이트(tetrahexyl orthosilicate), 테트라시클로헥실 오르소실리케이트(tetracyclohexyl orthosilicate), 테트라도데실 오르소실리케이트(tetradodecyl orthosilicate) 등과 같은 테트라알킬 실리케이트일 수 있다. 이 중에서도 보다 구체적으로 본 발명의 경우 상기 실리카 전구체는 테트라에틸 오르소실리케이트(TEOS)일 수 있다.

[52] 상기 실리카 전구체는 실리카 졸 내 포함되는 실리카(SiO_2)의 함량이 0.1 중량% 내지 30 중량%가 되도록 하는 양으로 사용될 수 있다. 상기 실리카의 함량이 0.1 중량% 미만이면 최종 제조되는 블랭킷에서의 실리카 에어로겔의 함량이 지나치게 낮아 목적하는 수준의 단열 효과를 기대할 수 없는 문제가 발생할 수 있으며, 30 중량%를 초과할 경우 과도한 실리카 에어로겔의 형성으로 블랭킷의 기계적 물성, 특히 유연성이 저하될 우려가 있다.

[53] 또한, 본 발명의 실리카 졸의 제조에 사용 가능한 알코올은 구체적으로 메탄올, 에탄올, 이소프로판올, 부탄올 등과 같은 1가 알코올; 또는 글리세롤, 에틸렌글리콜, 프로필렌글리콜, 디에틸렌글리콜, 디프로필렌글리콜, 및 솔비톨 등과 같은 다가 알코올일 수 있으며, 이들 중 어느 하나 또는 둘 이상의 혼합물이 사용될 수 있다. 이 중에서도 물 및 에어로겔과의 혼화성을 고려할 때 메탄올, 에탄올, 이소프로판올, 부탄올 등과 같은 탄소수 1 내지 6의 1가 알코올일 수 있다.

[54] 상기와 같은 알코올(극성 유기 용매)은 최종 제조되는 실리카 에어로겔을

고려하여 적절한 함량으로 사용될 수 있다.

[55] 또한, 본 발명의 실리카 졸의 제조에 사용 가능한 산성 수용액은 이후 실리카 졸의 겔화를 촉진시킬 수 있다. 상기 산성 수용액에 포함되는 산 촉매는 구체적으로 질산, 염산, 아세트산, 황산 및 불산 등과 같은 1 종 이상의 무기산을 포함할 수 있으며, 이후 실리카 졸의 겔화를 촉진시킬 수 있도록 하는 함량으로 사용될 수 있다.

[56]

[57] 단계 2)

[58] 본 발명의 일 실시예에 따른 상기 단계 2)는, 실리카겔 복합체를 위한 준비 단계로서, 상기 실리카 졸에 염기성 촉매를 첨가한 후 블랭킷용 기재에 침적시켜 수행될 수 있다.

[59] 본 발명의 실리카 겔을 제조하기 위하여 사용 가능한 상기 염기성 촉매는 실리카 졸의 pH를 증가시켜 겔화를 촉진하는 역할을 한다.

[60] 상기 염기 촉매로는 수산화나트륨, 수산화칼륨 등의 무기 염기; 또는 수산화암모늄과 같은 유기 염기일 수 있다. 구체적으로 수산화나트륨(NaOH), 수산화칼륨(KOH), 수산화칼슘($Ca(OH)_2$), 수산화암모늄(NH_4OH), 테트라메틸암모늄 히드록시드(TMAH), 테트라에틸암모늄 히드록시드(TEAH), 테트라프로필암모늄 히드록시드(TPAH), 테트라부틸암모늄 히드록시드(TBAH), 메틸아민, 에틸아민, 이소프로필아민, 모노이소프로필아민, 디에틸아민, 디이소프로필아민, 디부틸아민, 트리메틸아민, 트리에틸아민, 트리이소프로필아민, 트리부틸아민, 콜린, 모노에탄올아민, 디에탄올아민, 2-아미노에탄올, 2-(에틸 아미노)에탄올, 2-(메틸 아미노)에탄올, N-메틸 디에탄올아민, 디메틸아미노에탄올, 디에틸아미노에탄올, 니트릴로트리에탄올, 2-(2-아미노에톡시)에탄올, 1-아미노-2-프로판올, 트리에탄올아민, 모노프로판올아민, 디부탄올아민 및 피리딘으로 이루어진 군으로부터 선택되는 1 종 이상일 수 있다.

[61] 상기 염기성 촉매는 실리카 졸의 pH가 4 내지 8 이 되도록 하는 양으로 포함될 수 있다. 상기 실리카 졸의 pH가 상기 범위를 벗어날 경우 겔화가 용이하지 않거나, 겔화 속도가 지나치게 느려져 공정성이 저하될 우려가 있다. 또한, 상기 염기는 고체상으로 투입시 석출될 우려가 있으므로, 상기한 알코올(극성 유기 용매)에 의해 희석된 용액상으로 첨가되는 것이 바람직할 수 있다.

[62]

[63] 단계 3)

[64] 본 발명의 일 실시예에 따른 상기 단계 3)은, 실리카 겔 복합체를 제조하기 위한 것으로서, 실리카 졸이 블랭킷용 기재에 침적된 상태에서 겔화 반응하여 수행될 수 있다.

[65] 본 발명의 일 실시예에 따른 친수성 에어로겔 블랭킷 제조방법의 겔화는 실리카 전구체 물질로부터 망상 구조를 형성시키는 것일 수 있으며, 상기 망상

구조(network structure)는 원자 배열이 1 종 혹은 그 이상의 종류로 되어 있는 어떤 특정한 다각형이 이어진 평면 그물 모양의 구조 또는 특정 다면체의 정점, 모서리, 면 등을 공유하여 3 차원 골격구조를 형성하고 있는 구조를 나타내는 것일 수 있다.

[66] 구체적으로 상기 침적은 블랭킷용 기재를 수용할 수 있는 반응 용기 내에서 이루어질 수 있으며, 상기 반응 용기에 실리카 졸을 붓거나, 실리카 졸이 담긴 반응 용기 내에 블랭킷용 기재를 넣어 적시는 방법으로 침적시킬 수 있다. 이때 블랭킷용 기재와 실리카 졸의 결합을 좋게 하기 위해 블랭킷용 기재를 가볍게 눌러 충분히 침적되도록 할 수 있다. 이후 일정한 압력으로 블랭킷용 기재를 일정 두께로 가압하여 잉여의 실리카 졸을 제거하여 이후의 건조 시간을 줄일 수도 있다.

[67] 상기 본 발명에서 사용 가능한 블랭킷용 기재로는 필름, 시트, 네트, 섬유, 다공질체, 발포체, 부직포체 또는 이들의 2층 이상의 적층체일 수 있다. 또한, 용도에 따라 그 표면에 표면조도가 형성되거나 패턴화된 것일 수도 있다. 보다 구체적으로는 상기 블랭킷용 기재는 블랭킷용 기재 내로 실리카 에어로 겔의 삽입이 용이한 공간 또는 공극을 포함함으로써 단열 성능을 보다 향상시킬 수 있는 섬유일 수 있다. 또, 상기 블랭킷용 기재는 낮은 열전도도를 갖는 것이 바람직할 수 있다.

[68] 구체적으로 상기 블랭킷용 기재는 폴리아미드, 폴리벤즈이미다졸, 폴리아라미드, 아크릴수지, 페놀수지, 폴리에스테르, 폴리에테르에테르케톤(PEEK), 폴리올레핀(예를 들면, 폴리에틸렌, 폴리프로필렌 또는 이들의 공중합체 등), 셀룰로오스, 카본, 면, 모, 마, 부직포, 유리섬유 또는 세라믹울 등일 수 있으며, 보다 구체적으로 상기 블랭킷용 기재는 유리섬유 또는 폴리에틸렌을 포함하는 것일 수 있다.

[69]

[70] 단계 4)

[71] 본 발명의 일 실시예에 따른 상기 단계 4)는, 에어로겔의 구조를 강화시키기 위한 것으로서, 겔화 반응 완료 후 제조된 실리카 겔에 염기성 촉매 및 알코올의 혼합 용액을 첨가하여 숙성시키는 단계에 의하여 수행될 수 있다.

[72] 본 발명의 상기 숙성 단계에 첨가하는 염기성 촉매는 수산화나트륨(NaOH), 수산화칼륨(KOH), 수산화암모늄(NH_4OH), 트리에틸아민, 피리딘을 사용할 수 있으며, 보다 구체적으로 수산화칼륨(KOH) 또는 수산화암모늄(NH_4OH)가 사용될 수 있다.

[73] 상기 숙성은 상기 실리카 겔을 적당한 온도에서 방치하여 화학적 변화가 완전히 이루어지도록 하기 위한 공정으로서, 상기 형성된 망상구조를 더 견고하게 형성시킬 수 있어, 본 발명의 에어로겔 블랭킷의 기계적 안정성을 강화시킬 수 있다.

[74] 본 발명은 상기 숙성 단계에 특정 염기성 촉매를 과량 첨가하므로써, 실리카

겔을 구조적으로 보다 강화시킬 수 있다. 상기 염기성 촉매는 에어로겔 내에 Si-O-Si bonding 을 최대한으로 유도하여 실리카겔의 망상구조를 더욱 견고하게 만들어 이후 수행될 빠른 초임계 건조 공정에서 기공 구조의 유지를 더욱 용이하게 하는 효과가 있다.

[75] 또한, 상기 염기성 촉매는 실리카 겔의 기공구조 강화를 위하여 적절한 함량으로 첨가하여야 하는데, 본 발명의 경우 수산화암모늄의 경우 에탄올 대비 10 내지 20 vol%, 수산화칼륨의 경우 에탄올에 0.05 내지 0.15 g/L 첨가하는 것을 특징으로 한다. 상기 수산화암모늄의 경우 10 vol% 미만으로 소량이거나 20 vol% 초과로 과량일 경우에는, 본 발명이 목적하는 실리카 겔의 기공구조를 강화시킬 수 없어, 별도로 소수화 과정을 거치지 않는 경우 건조 공정에서 기공 구조의 무너짐이 쉽게 일어나 밀도가 증가하고, 단열 성능이 떨어지는 문제가 있을 수 있다.

[76] 상기 수산화칼륨의 경우 에탄올의 0.05 g/L 미만으로 소량 첨가되는 경우도 수산화암모늄과 마찬가지로 본 발명이 목적하는 기공 구조의 강화를 이룰 수 없는 문제가 있을 수 있으며, 0.15 g/L 를 초과하여 과량 첨가되는 경우, 블랭킷용 기재와 실리카 겔의 결합력이 약화되어 다량의 실리카 겔이 떨어져 나와 단열 성능 저하 및 고분진의 문제가 발생할 수 있다.

[77] 또한, 상기 숙성은 최적의 기공 구조 강화를 위하여 적절한 온도 범위에서 수행되어야 한다.

[78] 본 발명의 숙성은 30 내지 70 ℃온도에서 1 내지 10 시간 동안 방치시켜 수행하는 것일 수 있다. 숙성 온도가 30 ℃ 미만인 경우, 숙성 시간이 지나치게 길어져 전체 공정 시간의 증가로 이어져 생산성이 감소하는 문제가 있을 수 있으며, 숙성 온도가 70 ℃ 초과인 경우, 에탄올의 끓는점을 벗어나므로, 증발에 의한 용매의 loss가 커져, 원재료 비용이 증가하는 문제가 있을 수 있다.

[79] 본 발명의 일 실시예에 따르면, 상기 염기성 촉매를 첨가하는 숙성 단계를 거친 본 발명의 실리카 겔 복합체는 표면개질 단계를 거치지 않는 것을 특징으로 한다.

[80] 상기 검토한 바와 같이 본 발명의 친수성 에어로겔 블랭킷은 표면개질 단계를 거치지 않아도 빠른 초임계 건조 공정에서 기공 구조의 수축을 잘 견딜 수 있기 때문이다.

[81] 반면 염기성 촉매 첨가에 의한 숙성 단계를 거치지 않은 실리카 겔 복합체는 실리카 표면의 실라놀기(Si-OH)의 친수성 때문에 건조 공정에서 기공 붕괴를 잘 견딜 수 없어, 표면개질 단계가 필수적으로 필요할 것이다.

[82] 본 발명은 표면개질 단계를 거치지 않는 것을 특징으로 하는 바, 다량의 유기용매와 고가의 소수화제가 필요하지 않아, 제조 단가를 낮출 수 있으며, 표면개질 단계에서 발생되는 부산물의 회수 및 분리 공정이 필요하지 않아, 공정을 단순화시킬 수 있는 효과가 있다.

[83] 또한, 500 ℃ 이상의 고온 배관에의 소수성 에어로겔 블랭킷 시공시 발생하는

심각한 악취의 원인 물질인 VOC(volatile organic compound) 를 감소시킴으로써, 작업성이 개선될 수 있는 효과가 있다. 따라서, 본 발명의 친수성 에어로겔 블랭킷은 500 ℃ 이상의 초고온 단열용인 것을 특징으로 한다.

[84]

[85] 단계 5)

[86] 본 발명의 일 실시예에 따른 상기 단계 5)는, 에어로겔 블랭킷을 제조하기 위한 것으로서, 상기 숙성된 실리카 겔의 기공구조를 그대로 유지하면서 용매를 제거하는 건조 공정을 통해 수행될 수 있으며, 상기 건조 공정으로는 상압 건조 또는 초임계 건조 공정에 의할 수 있다.

[87] 이산화탄소(CO_2)는 상온 및 상압에서는 기체 상태이지만 임계점(supercritical point)이라고 불리는 일정한 온도 및 고압의 한계를 넘으면 증발 과정이 일어나지 않아서 기체와 액체의 구별을 할 수 없는, 임계 상태가 되며, 이 임계 상태에 있는 이산화탄소를 초임계 이산화탄소라고 한다.

[88] 초임계 이산화탄소는 분자의 밀도는 액체에 가깝지만, 점성도는 낮아 기체에 가까운 성질을 가지며, 확산이 빠르고 열전도성이 높아 건조 효율이 높고, 건조 공정 시간을 단축시킬 수 있다.

[89] 본 발명은 상기 염기성 촉매를 첨가하여 숙성시키는 단계를 포함함으로써, 기공 구조가 강화되어 상기 빠른 초임계 건조 공정에서도 기공 구조의 무너짐을 잘 견디어, 저밀도 및 낮은 열전도도를 유지할 수 있다.

[90] 구체적으로, 상기 초임계 건조 공정은 초임계 건조 반응기 안에 숙성된 실리카 겔을 넣은 다음, 액체 상태의 CO_2를 채우고 실리카 에어로겔 내부의 알코올 용매를 CO_2로 치환하는 용매치환 공정을 수행한다. 그 후에 일정 승온 속도, 구체적으로는 0.1 ℃/min 내지 1 ℃/min의 속도로, 40 내지 50 ℃로 승온시킨 후, 이산화탄소가 초임계 상태가 되는 압력 이상의 압력, 구체적으로는 100 bar 내지 150 bar의 압력을 유지하여 이산화탄소의 초임계 상태에서 일정 시간, 구체적으로는 20 분 내지 1 시간 동안 유지한다. 일반적으로 이산화탄소는 31℃의 온도, 73.8 bar의 압력에서 초임계 상태가 된다. 이산화탄소가 초임계 상태가 되는 일정 온도 및 일정 압력에서 2 시간 내지 12 시간, 보다 구체적으로는 2 시간 내지 6 시간 동안 유지한 다음, 서서히 압력을 제거하여 초임계 건조 공정을 완료하여 에어로겔 블랭킷을 제조할 수 있다.

[91] 또한, 상압 건조 공정의 경우, 상압(1±0.3 atm) 하에서 자연건조 등의 통상의 방법에 따라 수행될 수 있다.

[92] 한편, 본 발명의 일 실시예에 따른 제조방법은 상기 건조 전 세척하는 단계를 더 수행할 수 있다. 상기 세척은 반응 중 발생된 불순물(나트륨 이온, 미반응물, 부산물 등) 및 초임계 건조 중 CO_2와 반응하여 탄산암모늄 염을 발생할 수 있는 잔류 암모니아 등을 제거하여, 고순도의 소수성의 실리카 에어로겔을 얻기 위한 것으로 비극성 유기용매를 이용한 희석공정 또는 교환공정으로 수행할 수 있다.

[93] 또한, 본 발명은 본 발명의 제조방법에 의해 제조된 친수성 에어로겔 블랭킷을

제공할 수 있다.

[94] 한편, 에어로겔 블랭킷의 단열성은 상기 블랭킷 내 실리카 에어로겔의 함량이 높을수록 증가한다. 그러나, 그 함량이 지나치게 높을 경우 오히려 실리카 에어로겔 자체의 낮은 강도 및 부착력으로 인해 이후 블랭킷 제조시 강도 및 부착력이 저하될 우려가 있으므로, 블랭킷의 용도 등을 고려하여 블랭킷 내 포함되는 실리카 에어로겔의 함량을 적절히 조절하는 것이 바람직하며, 구체적으로, 초고온 단열용인 본 발명의 경우 상기 실리카 에어로겔은 에어로겔 블랭킷의 총 중량에 대하여 20 중량% 내지 80 중량%로 포함될 수 있다.

[95] 또한, 본 발명은 도 2의 모식도에서 보는 바와 같이, 1) 배관 설비의 표면에 본 발명의 제조방법에 의해 제조된 친수성 에어로겔 블랭킷을 적어도 1층 이상 시공하는 단계; 및 2) 상기 친수성 에어로겔 블랭킷 상에 소수성 에어로겔 블랭킷을 적어도 1층 이상 시공하는 단계를 포함하는 에어로겔 블랭킷 시공방법을 제공할 수 있으며, 구체적으로 상기 배관 설비는 500 ℃ 이상의 초고온 배관 설비인 것일 수 있다.

[96] 종래와 같이 소수성의 에어로겔 블랭킷을 500 ℃ 이상의 초고온의 배관 설비에 시공하는 경우, 배관에서 전도되는 열에 의해 소수성 에어로겔 블랭킷에서 악취가 발생하여 작업자들이 고통을 받는 문제가 있었다.

[97] 그러나 본 발명의 에어로겔 블랭킷 시공방법에 의하는 경우, 상기 단계 1)과 같이 상기 본 발명의 제조방법에 의해 제조된 친수성 에어로겔 블랭킷을 상기 배관 설비의 표면에 1 차적으로 시공하여 VOC 에 의한 악취 발생 문제를 원천적으로 차단할 수 있다.

[98] 또한, 상기 단계 2)와 같이 배관 설비의 표면에 시공된 본 발명의 친수성 에어로겔 블랭킷 상에 소수성 에어로겔 블랭킷을 2 차적으로 시공하는 경우, 공기와 맞닿는 최외각 층은 소수성 에어로겔이 시공되게 되어, 공기 중의 수분 흡수에 따른 열전도율의 증가를 방지할 수 있는 효과를 얻을 수 있다.

[99] 한편, 이 경우 소수성 에어로겔 블랭킷을 사용함에도 불구하고 상기 소수성 에어로겔 블랭킷은 초고온의 배관 설비의 표면에 곧바로 시공되지 아니하고, 본 발명의 친수성 에어로겔 블랭킷 상에 시공되므로, 배관에서 전도되는 열이 큰 폭으로 감소하여 악취 발생 문제는 발생하지 않을 수 있다.

[100] 이와 같이 본 발명의 에어로겔 블랭킷 시공방법에 의하는 경우, 악취 발생 억제와 동시에 공기 중 수분에 의한 단열 성능의 손실을 방지할 수 있는 효과를 얻을 수 있다.

[101]

[102] 이하, 본 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자가 용이하게 실시할 수 있도록 본 발명의 실시예에 대하여 상세히 설명한다. 그러나 본 발명은 여러 가지 상이한 형태로 구현될 수 있으며 여기에서 설명하는 실시예에 한정되지 않는다.

[103]

[104] 실시예 1

[105] 테트라에틸오르소실리케이트와 에탄올을 중량비 3:1로 혼합하여 제조한 혼합용액(실리카 함량 = 4 중량%)에, 물에 희석한 염산 용액(농도 = 0.15 %)을 상기 혼합용액의 pH 가 1이 되도록 첨가한 후 혼합하여 알콕사이드 실리카 졸을 제조하였다. 제조한 실리카 졸에 암모니아 촉매를 0.5 부피%의 함량으로 첨가한 후 유리섬유를 침적하고, 겔화시켜 실리카 습윤겔 복합체를 제조하였다. 제조한 실리카 습윤겔 복합체를, 수산화암모늄(NH_4OH, 30 wt% NH_3)과 에탄올의 혼합용액(수산화암모늄의 함량 = 10 vol % of EtOH) 중에 70 ℃의 온도에서 1 시간 동안 방치하여 숙성시켰다. 상기 실리카 습윤겔 복합체를 7.2 L 초임계 추출기(extractor)에 넣고 CO_2를 주입하였다. 이후 추출기 내의 온도를 1 시간에 걸쳐 60 ℃로 승온하고, 50 ℃, 100 bar 에서 초임계 건조하였다. 이때 분리기 하단을 통해 에탄올을 회수하였다. 이후 2 시간 동안에 걸쳐 CO_2 를 배출(venting)하여 친수성 에어로겔 블랭킷을 제조하였다.

[106]

[107] 실시예 2

[108] 상기 실시예 1에서 수산화암모늄(NH_4OH) 대신 염기성 촉매로 수산화칼륨(KOH)을 0.12 g/L of EtOH 사용한 것을 제외하고는, 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 친수성 에어로겔 블랭킷을 제조하였다.

[109]

[110] 실시예 3

[111] 상기 실시예 1에서 수산화암모늄(NH_4OH) 대신 염기성 촉매로 피리딘(Pyridine)을 10 vol % of EtOH 사용한 것을 제외하고는, 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 친수성 에어로겔 블랭킷을 제조하였다.

[112]

[113] 실시예 4

[114] 상기 실시예 1에서 수산화암모늄(NH_4OH) 대신 염기성 촉매로 트리에틸아민(Triethylamine)을 10 vol % of EtOH 사용한 것을 제외하고는, 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 친수성 에어로겔 블랭킷을 제조하였다.

[115]

[116] 실시예 5

[117] 상기 실시예 1에서 수산화암모늄(NH_4OH) 대신 염기성 촉매로 수산화나트륨(NaOH)을 0.12 g/L of EtOH 사용한 것을 제외하고는, 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 친수성 에어로겔 블랭킷을 제조하였다.

[118]

[119] 비교예 1

[120] 상기 실시예 1에서 염기성 촉매를 첨가하지 않고 숙성한 것을 제외하고는, 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 에어로겔 블랭킷을 제조하였다.

[121]

[122] 비교예 2

[123] 상기 실시예 1에서 염기성 촉매를 첨가하지 않고 숙성하고, 헥사메틸디실라잔(HMDS)과 에탄올을 1:19의 부피비로 혼합하여 제조한 표면개질제 용액을 습윤겔에 대하여 90 부피%로 첨가하고 70 ℃ 에서 4 시간 동안 표면개질시켜 소수성 에어로겔 블랭킷을 제조한 것을 제외하고는, 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 에어로겔 블랭킷을 제조하였다.

[124]

[125] 비교예 3

[126] 상기 실시예 1에서 숙성한 뒤, 헥사메틸디실라잔(HMDS)과 에탄올을 1:19의 부피비로 혼합하여 제조한 표면개질제 용액을 습윤겔에 대하여 90 부피%로 첨가하고 70 ℃ 에서 4 시간 동안 표면개질시켜 소수성 에어로겔 블랭킷을 제조한 것을 제외하고는, 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 에어로겔 블랭킷을 제조하였다.

[127]

[128] 비교예 4

[129] 상기 실시예 1에서 수산화암모늄(NH_4OH)을 2 vol % of EtOH 사용한 것을 제외하고는, 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 친수성 에어로겔 블랭킷을 제조하였다.

[130]

[131] 비교예 5

[132] 상기 실시예 1에서 수산화암모늄(NH_4OH)을 30 vol % of EtOH 사용한 것을 제외하고는, 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 친수성 에어로겔 블랭킷을 제조하였다.

[133]

[134] [표1]

	단계 4)의 염기성 촉매 종류	단계 4)의 염기성 촉매 사용량	표면개질 유무	악취 발생 유무	열전도도(mW/mK)
실시예 1	수산화암모늄	10 vol % of EtOH	X	X	20.4
실시예 2	수산화칼륨	0.12 g/L of EtOH	X	X	20.5
실시예 3	피리딘	10 vol % of EtOH	X	X	21.0
실시예 4	트리에틸아민	10 vol % of EtOH	X	X	22.0
실시예 5	수산화나트륨	0.12 g/L of EtOH	X	X	20.6
비교예 1	-	-	X	X	32.0
비교예 2	-	-	O	O	24.0
비교예 3	수산화암모늄	10 vol % of EtOH	O	O	18.5
비교예 4	수산화암모늄	2 vol % of EtOH	X	X	30.0
비교예 5	수산화암모늄	30 vol % of EtOH	X	X	29.0

[135]

[136] 실험예 1: 난연성 및 악취 발생 여부 측정

[137] 상기 실시예 1 및 비교예 3 에서 제조한 에어로겔 블랭킷 샘플에 wire를 접촉시킨 후 wire를 1050 ℃까지 가열하며 연기, 악취 및 그을음 발생 여부를 관찰하였으며, 그 결과를 표 1 및 도 3에 나타내었다.

[138]

[139] 도 3에서 보는 바와 같이, 염기성 촉매로서 수산화 암모늄을 첨가하여 숙성 단계를 거쳤으나, 표면개질을 한 비교예 3은 연기 및 그을음이 발생하고 악취가 발생하였으며, 불꽃이 나타나는 것을 확인할 수 있었다.

[140] 반면, 상기 비교예 3과 동일한 수산화 암모늄을 첨가하여 숙성 단계를 거쳤으나, 표면개질을 수행하지 않은 실시예 1은 연기, 그을음 및 악취가 발생하지 않은 것을 확인할 수 있었다.

[141] 이는 본 발명의 실시예 1이 표면개질 단계를 거치지 않은 것에 의한 효과로서,

이를 통해 본 발명의 친수성 에어로겔 블랭킷은 VOC 화합물이 저감되어 악취 발생이 억제되고, 난연성이 개선될 수 있음을 알 수 있다.

[142]

[143] 실험예 2: 열전도도 측정

[144] 상기 실시예 1 내지 5 및 비교예 1 내지 5 에서 제조한 에어로겔 블랭킷을 NETZSCH社의 GHP 456장비를 이용하여 GHP(Guarded Hot Plate) 고온 열전도도를 측정하였으며, 그 결과를 표 1 및 도 4에 나타내었다.

[145]

[146] 표 1 에서 보는 바와 같이, 염기성 촉매를 첨가하여 숙성 단계를 수행한 실시예 1 내지 5는 표면개질 단계를 거치지 않았음에도 불구하고, 비교예에 비해 전반적으로 낮은 열전도도를 가져 단열 성능이 우수한 것을 알 수 있었다.

[147] 한편, 비교예 1은 다른 에어로겔 블랭킷에 비해 열전도도가 크게 상승한 것을 알 수 있다. 이는 염기성 촉매를 첨가하지 아니한 채 숙성 단계를 수행하고 표면개질하지 않은 것에 의한 효과로서, 기공 구조를 강화시키지 않은 상태에서 표면개질까지 수행하지 않아 실리카 표면의 실라놀기(Si-OH)의 친수성 때문에 공기 중의 물을 흡수하고, 건조 공정에서 기공 붕괴가 심화되어 나타난 결과에 의한 것이다.

[148] 또한, 비교예 2 역시 염기성 촉매를 첨가하지 아니하고 숙성 단계를 거쳤으나, 비교예 2는 비교예 1과 달리 표면개질 단계를 수행하여 열전도도가 비교예 1에 비해 다소 개선된 모습을 보이고 있다.

[149] 한편, 비교예 3은 염기성 촉매를 첨가하여 숙성 단계를 수행함에 따라 실리카 겔의 구조가 강화되면서도, 표면개질 단계를 추가적으로 거쳐 열전도도가 가장 낮고 단열 성능이 가장 우수한 것을 알 수 있다.

[150] 그러나, 500 ℃ 이상의 초고온에서는 열전도도가 표면개질 단계를 거치지 않은 실시예 1과 동등 그와 유사한 수준으로 급격히 증가하여 실시예 1과 단열 성능의 차이가 크지 않은 반면, 실험예 1 및 도 3 에서 보는 바와 같이, 오히려 난연성 개선 효과 및 악취 저감 효과는 실시예 1 에 비해 떨어지는 것을 알 수 있었다.

[151] 다시 말해, 에어로겔 블랭킷을 초고온 단열용으로 사용하는 경우 비교예 3은 본 발명의 실시예 1 과 단열 성능 면에서 차이는 없으나, 오히려 표면개질 단계를 추가적으로 거침으로써, 공정이 복잡하고 제조 단가가 증가하고 악취 발생의 문제가 있는 바, 초고온 단열용 에어로겔 블랭킷에는 실시예 1 보다 우수하지 않음을 알 수 있다.

[152] 또한, 상기 숙성 단계에 첨가하는 염기성 촉매로 수산화암모늄을 사용하는 경우, 비교예 4 및 5와 같이 에탄올의 2 vol % 또는 30 vol % 로, 지나치게 소량 또는 과량을 첨가하는 경우, 오히려 열전도도가 증가하는 것을 알 수 있었다.

[153] 따라서, 본 발명의 효과를 극대화하기 위해서는 실시예 1과 같이 적정량의 염기성 촉매를 첨가하는 것이 중요한 것을 알 수 있었다.

[154] 이로써, 본 발명의 에어로겔 블랭킷은 숙성 단계에서 특정량의 염기성 촉매를

첨가하고, 표면개질 단계를 거치지 않음으로써, 초고온 단열용으로서 우수한 단열 성능을 확보할 수 있는 동시에 악취 저감 효과를 나타낼 수 있음을 알 수 있었다.

[155]

[156] 전술한 본 발명의 설명은 예시를 위한 것이며, 본 발명이 속하는 기술분야의 통상의 지식을 가진 자는 본 발명의 기술적 사상이나 필수적인 특징을 변경하지 않고서 다른 구체적인 형태로 쉽게 변형이 가능하다는 것을 이해할 수 있을 것이다. 그러므로 이상에서 기술한 실시예들은 모든 면에서 예시적인 것이며 한정적이 아닌 것으로 이해해야만 한다.

청구범위

[청구항 1] 1) 실리카 전구체, 알코올 및 산성 수용액을 혼합하여 실리카 졸을 준비하는 단계;
2) 상기 실리카 졸에 염기성 촉매를 첨가한 후 블랭킷용 기재에 침적시키는 단계;
3) 상기 실리카 졸이 블랭킷용 기재에 침적된 상태에서 겔화 반응하는 단계;
4) 상기 겔화 반응 완료 후 제조된 실리카 겔에 염기성 촉매 및 알코올의 혼합 용액을 첨가하여 숙성시키는 단계; 및
5) 상기 숙성된 실리카 겔을 건조시키는 단계를 포함하는 친수성 에어로겔 블랭킷 제조방법.

[청구항 2] 제1항에 있어서,
상기 단계 2) 및 4)의 염기성 촉매는 수산화나트륨(NaOH), 수산화칼륨(KOH), 수산화칼슘($Ca(OH)_2$), 수산화암모늄(NH_4OH), 테트라메틸암모늄 히드록시드(TMAH), 테트라에틸암모늄 히드록시드(TEAH), 테트라프로필암모늄 히드록시드(TPAH), 테트라부틸암모늄 히드록시드(TBAH), 메틸아민, 에틸아민, 이소프로필아민, 모노이소프로필아민, 디에틸아민, 디이소프로필아민, 디부틸아민, 트리메틸아민, 트리에틸아민(Triethylamine), 트리이소프로필아민, 트리부틸아민, 콜린, 모노에탄올아민, 디에탄올아민, 2-아미노에탄올, 2-(에틸 아미노)에탄올, 2-(메틸 아미노)에탄올, N-메틸 디에탄올아민, 디메틸아미노에탄올, 디에틸아미노에탄올, 니트릴로트리에탄올, 2-(2-아미노에톡시)에탄올, 1-아미노-2-프로판올, 트리에탄올아민, 모노프로판올아민, 디부탄올아민 및 피리딘(Pyridine)으로 이루어진 군으로부터 선택되는 1 종 이상인 것을 특징으로 하는 친수성 에어로겔 블랭킷 제조방법.

[청구항 3] 제1항에 있어서,
상기 단계 4)의 염기성 촉매는 수산화암모늄(NH_4OH), 수산화칼륨(KOH), 피리딘(Pyridine), 트리에틸아민(Triethylamine) 및 수산화나트륨(NaOH)으로 이루어진 군으로부터 선택되는 1 종 이상인 것을 특징으로 하는 친수성 에어로겔 블랭킷 제조방법.

[청구항 4] 제1항에 있어서,
상기 단계 4)의 염기성 촉매는 수산화암모늄 또는 수산화칼륨이고,
상기 수산화암모늄은 알코올 대비 10 내지 20 vol% 이고,
상기 수산화칼륨은 알코올에 0.05 내지 0.15 g/L 를 첨가하는 것을 특징으로 친수성 에어로겔 블랭킷 제조방법.

[청구항 5] 제1항에 있어서,

상기 단계 4)의 숙성은 30 내지 70 ℃에서 수행되는 것을 특징으로 친수성 에어로겔 블랭킷 제조방법.

[청구항 6] 제1항에 있어서,
상기 친수성 에어로겔 블랭킷 제조방법은 표면개질 단계를 거치지 않는 것을 특징으로 하는 친수성 에어로겔 블랭킷 제조방법.

[청구항 7] 제1항에 있어서,
상기 블랭킷용 기재는 필름, 시트, 네트, 섬유, 다공질체, 발포체 및 부직포체로 이루어진 군으로부터 선택되는 1 종 이상인 것을 특징으로 하는 친수성 에어로겔 블랭킷 제조방법.

[청구항 8] 제1항에 있어서,
상기 건조는 초임계 건조 또는 상압 건조 공정에 의해 수행되는 것을 특징으로 하는 친수성 에어로겔 블랭킷 제조방법.

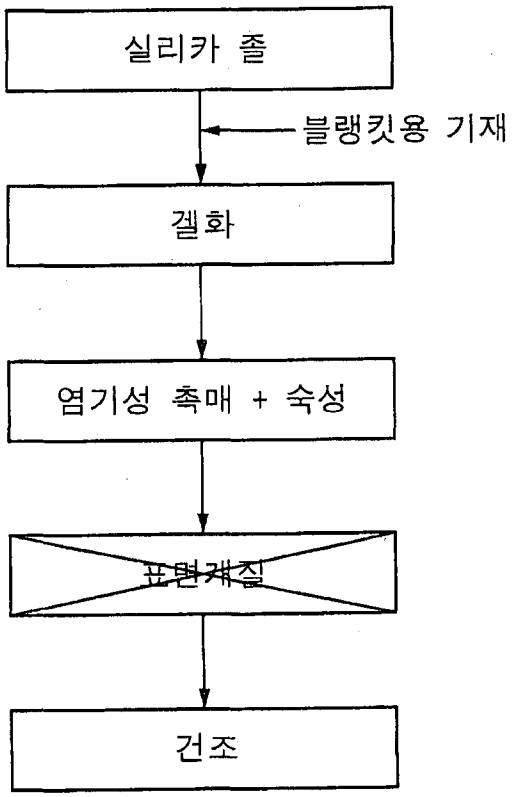
[청구항 9] 제1항에 있어서,
상기 친수성 에어로겔 블랭킷은 500 ℃ 이상의 초고온 단열용인 것을 특징으로 하는 친수성 에어로겔 블랭킷 제조방법.

[청구항 10] 제1항 내지 제9항 중 어느 한 항에 의해 제조된 친수성 에어로겔 블랭킷.

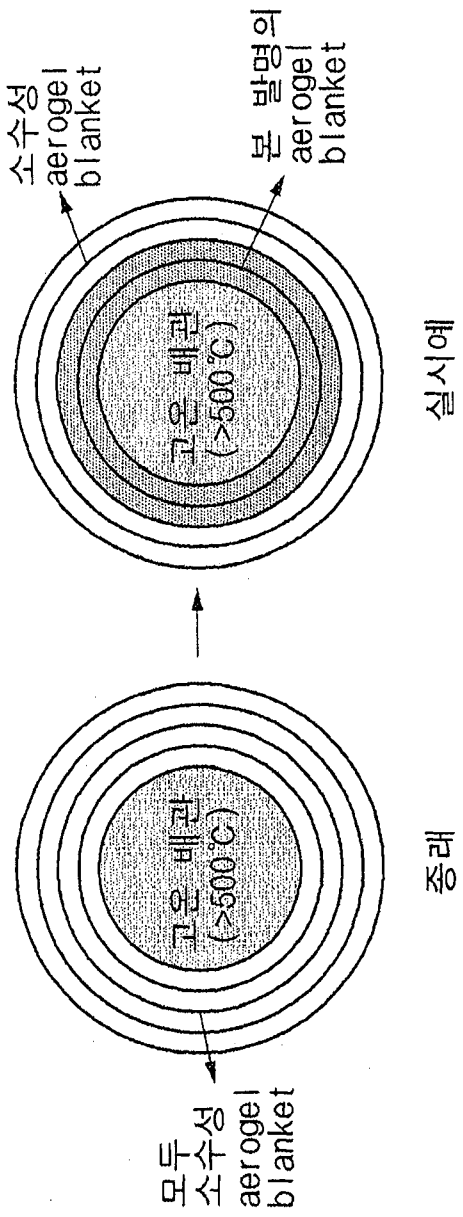
[청구항 11] 1) 배관 설비의 표면에 상기 제10항의 친수성 에어로겔 블랭킷을 적어도 1층 이상 시공하는 단계; 및
2) 상기 친수성 에어로겔 블랭킷 상에 소수성 에어로겔 블랭킷을 적어도 1층 이상 시공하는 단계를 포함하는 에어로겔 블랭킷 시공방법.

[청구항 12] 제11항에 있어서,
상기 배관 설비는 500 ℃ 이상의 초고온 배관 설비인 것을 특징으로 하는 에어로겔 블랭킷 시공방법.

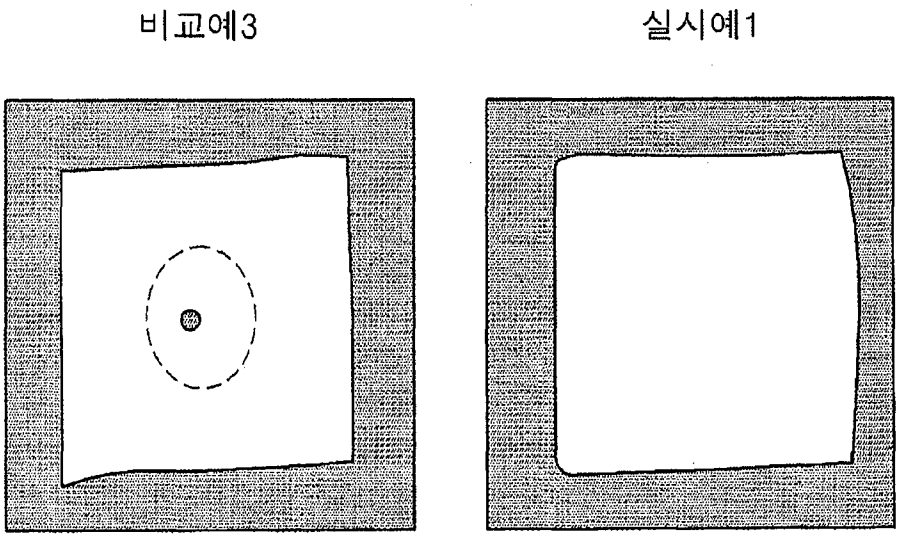
[도1]



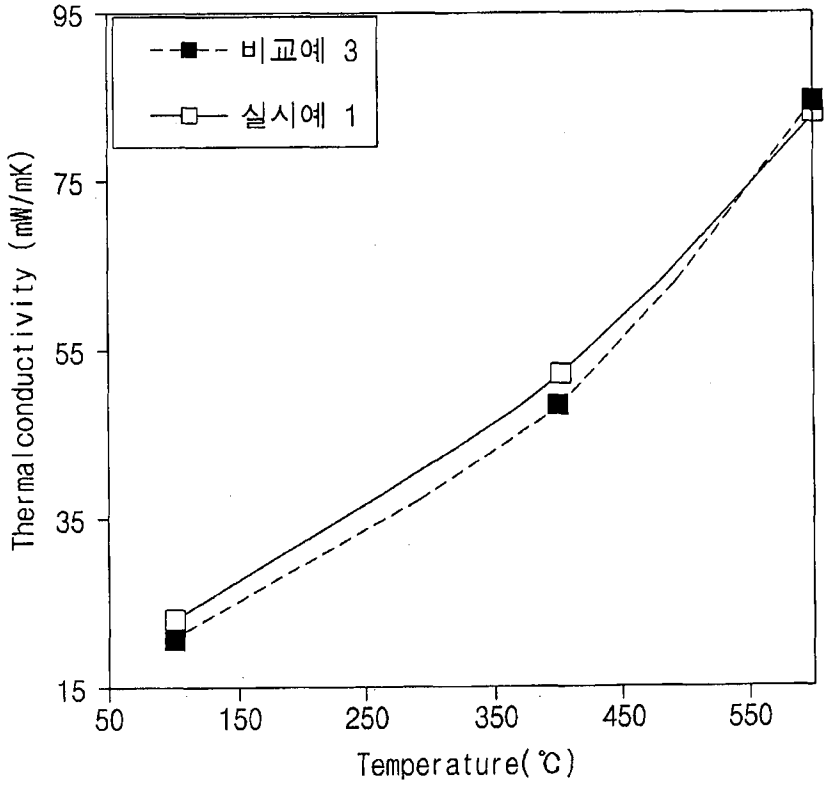
[도2]


종래
고온 배관
(>500℃)
모두
소수성
aerogel
blanket
실시예
고온 배관
(>500℃)
소수성
aerogel
blanket
본 발명의
aerogel
blanket

[도3]


비교예3
실시예1

[도4]


95
75
55
35
15
비교예 3
실시예 1
Thermalconductivity (mW/mK)
50
150
250
350
450
550
Temperature(℃)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/KR2017/011119

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C01B 33/158(2006.01)i, F16L 59/14(2006.01)i, F16L 59/02(2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C01B 33/158; C01B 33/157; F16L 59/02; B01J 13/00; F16L 59/04; C01B 33/16; B32B 27/18; F16L 59/06; F16L 59/14

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched
Korean Utility models and applications for Utility models: IPC as above
Japanese Utility models and applications for Utility models: IPC as above

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

eKOMPASS (KIPO internal) & Keywords: silica precursor, alcohol, acidic aqueous solution, silica sol, silica gel, alkaline catalyst, blanket substrate, deposition, gelation reaction, maturation, aerogel blanket

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	CN 103833041 A (UNIVERSITY OF SCIENCE AND TECHNOLOGY OF CHINA) 04 June 2014 See abstract; and claims 1-5, 8-9.	1-3,5-9
A		4,10-12
Y	CN 102515181 A (AEROSPACE RESEARCH INSTITUTE OF SPECIAL MATERIAL AND PROCESS TECHNOLOGY) 27 June 2012 See abstract; paragraphs [0006]-[0029]; and claims 1-2, 4-5.	1-3,5-9
Y	KR 10-2016-0100082 A (LG CHEM, LTD.) 23 August 2016 See claims 1, 11, 17, 25.	1-3,5-9
X	KR 10-1299347 B1 (ASPEN AEROGELS, INC.) 22 August 2013 See paragraphs [0014], [0027]-[0028], [0033]-[0034], [0053]; and claims 1, 4.	10-12
A	KR 10-2015-0089319 A (JEONGYANG SG CO., LTD.) 05 August 2015 See the entire document.	1-12

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☒ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed
"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
16 JANUARY 2018 (16.01.2018)	**16 JANUARY 2018 (16.01.2018)**

Name and mailing address of the ISA/KR	Authorized officer
Korean Intellectual Property Office Government Complex-Daejeon, 189 Seonsa-ro, Daejeon 302-701, Republic of Korea Facsimile No. +82-42-481-8578	Telephone No.

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (January 2015)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.
PCT/KR2017/011119

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member	Publication date
CN 103833041 A	04/06/2014	CN 103833041 B	17/08/2016
CN 102515181 A	27/06/2012	CN 102515181 B	22/04/2015
		CN 104787771 A	22/07/2015
		CN 104787771 B	11/07/2017
KR 10-2016-0100082 A	23/08/2016	CN 107208355 A	26/09/2017
		KR 10-1789371 B1	23/10/2017
		WO 2016-129874 A1	18/08/2016
KR 10-1299347 B1	22/08/2013	CA 2572395 A1	05/01/2006
		CA 2572395 C	24/12/2013
		CN 101010187 A	01/08/2007
		DK 1919701 T3	19/11/2012
		EP 1919701 A2	14/05/2008
		EP 1919701 B1	08/08/2012
		ES 2392644 T3	12/12/2012
		IL 180415 A	03/06/2007
		JP 2008-505261 A	21/02/2008
		KR 10-2007-0052269 A	21/05/2007
		PT 1919701 E	19/11/2012
		SI 1919701 T1	29/03/2013
		US 2007-0004306 A1	04/01/2007
		US 2011-0252739 A1	20/10/2011
		US 7833916 B2	16/11/2010
		WO 2006-002440 A2	05/01/2006
		WO 2006-002440 A3	16/03/2006
KR 10-2015-0089319 A	05/08/2015	KR 10-1558502 B1	12/10/2015

국제조사보고서

국제출원번호
PCT/KR2017/011119

A. 발명이 속하는 기술분류(국제특허분류(IPC))

C01B 33/158(2006.01)i, F16L 59/14(2006.01)i, F16L 59/02(2006.01)i

B. 조사된 분야

조사된 최소문헌(국제특허분류를 기재)
C01B 33/158; C01B 33/157; F16L 59/02; B01J 13/00; F16L 59/04; C01B 33/16; B32B 27/18; F16L 59/06; F16L 59/14

조사된 기술분야에 속하는 최소문헌 이외의 문헌
한국등록실용신안공보 및 한국공개실용신안공보: 조사된 최소문헌란에 기재된 IPC
일본등록실용신안공보 및 일본공개실용신안공보: 조사된 최소문헌란에 기재된 IPC

국제조사에 이용된 전산 데이터베이스(데이터베이스의 명칭 및 검색어(해당하는 경우))
eKOMPASS(특허청 내부 검색시스템) & 키워드: 실리카 전구체, 알코올, 산성 수용액, 실리카 졸, 실리카 겔, 염기성 촉매, 블랭킷용 기재, 침적, 겔화 반응, 숙성, 에어로겔 블랭킷

C. 관련 문헌

카테고리*	인용문헌명 및 관련 구절(해당하는 경우)의 기재	관련 청구항
Y	CN 103833041 A (UNIVERSITY OF SCIENCE AND TECHNOLOGY OF CHINA) 2014.06.04 요약; 및 청구항 1-5, 8-9 참조.	1-3,5-9
A		4,10-12
Y	CN 102515181 A (AEROSPACE RESEARCH INSTITUTE OF SPECIAL MATERIAL AND PROCESS TECHNOLOGY) 2012.06.27 요약; 단락 [0006]-[0029]; 및 청구항 1-2, 4-5 참조.	1-3,5-9
Y	KR 10-2016-0100082 A (주식회사 엘지화학) 2016.08.23 청구항 1, 11, 17, 25 참조.	1-3,5-9
X	KR 10-1299347 B1 (아스펜 에어로겔, 인코포레이티드) 2013.08.22 단락 [0014], [0027]-[0028], [0033]-[0034], [0053]; 및 청구항 1, 4 참조.	10-12
A	KR 10-2015-0089319 A (주식회사정양에스지) 2015.08.05 전체 문헌 참조.	1-12

☐ 추가 문헌이 C(계속)에 기재되어 있습니다.

☒ 대응특허에 관한 별지를 참조하십시오.

* 인용된 문헌의 특별 카테고리:

"A" 특별히 관련이 없는 것으로 보이는 일반적인 기술수준을 정의한 문헌

"E" 국제출원일보다 빠른 출원일 또는 우선일을 가지나 국제출원일 이후에 공개된 선출원 또는 특허 문헌

"L" 우선권 주장에 의문을 제기하는 문헌 또는 다른 인용문헌의 공개일 또는 다른 특별한 이유(이유를 명시)를 밝히기 위하여 인용된 문헌

"O" 구두 개시, 사용, 전시 또는 기타 수단을 언급하고 있는 문헌

"P" 우선일 이후에 공개되었으나 국제출원일 이전에 공개된 문헌

"T" 국제출원일 또는 우선일 후에 공개된 문헌으로, 출원과 상충하지 않으며 발명의 기초가 되는 원리나 이론을 이해하기 위해 인용된 문헌

"X" 특별한 관련이 있는 문헌. 해당 문헌 하나만으로 청구된 발명의 신규성 또는 진보성이 없는 것으로 본다.

"Y" 특별한 관련이 있는 문헌. 해당 문헌이 하나 이상의 다른 문헌과 조합하는 경우로 그 조합이 당업자에게 자명한 경우 청구된 발명은 진보성이 없는 것으로 본다.

"&" 동일한 대응특허문헌에 속하는 문헌

국제조사의 실제 완료일	국제조사보고서 발송일
2018년 01월 16일 (16.01.2018)	2018년 01월 16일 (16.01.2018)

ISA/KR의 명칭 및 우편주소
대한민국 특허청
(35208) 대전광역시 서구 청사로 189,
4동 (둔산동, 정부대전청사)
팩스 번호 +82-42-481-8578

심사관
김선희
전화번호 +82-42-481-5405

국제조사보고서
대응특허에 관한 정보

국제출원번호
PCT/KR2017/011119

국제조사보고서에서 인용된 특허문헌	공개일	대응특허문헌	공개일
CN 103833041 A	2014/06/04	CN 103833041 B	2016/08/17
CN 102515181 A	2012/06/27	CN 102515181 B	2015/04/22
		CN 104787771 A	2015/07/22
		CN 104787771 B	2017/07/11
KR 10-2016-0100082 A	2016/08/23	CN 107208355 A	2017/09/26
		KR 10-1789371 B1	2017/10/23
		WO 2016-129874 A1	2016/08/18
KR 10-1299347 B1	2013/08/22	CA 2572395 A1	2006/01/05
		CA 2572395 C	2013/12/24
		CN 101010187 A	2007/08/01
		DK 1919701 T3	2012/11/19
		EP 1919701 A2	2008/05/14
		EP 1919701 B1	2012/08/08
		ES 2392644 T3	2012/12/12
		IL 180415 A	2007/06/03
		JP 2008-505261 A	2008/02/21
		KR 10-2007-0052269 A	2007/05/21
		PT 1919701 E	2012/11/19
		SI 1919701 T1	2013/03/29
		US 2007-0004306 A1	2007/01/04
		US 2011-0252739 A1	2011/10/20
		US 7833916 B2	2010/11/16
		WO 2006-002440 A2	2006/01/05
		WO 2006-002440 A3	2006/03/16
KR 10-2015-0089319 A	2015/08/05	KR 10-1558502 B1	2015/10/12