

(12) 특허협력조약에 의하여 공개된 국제출원

(19) 세계지식재산권기구
국제사무국

(43) 국제공개일
2011년 1월 20일 (20.01.2011)



(10) 국제공개번호
WO 2011/008006 A2

- (51) 국제특허분류:
C01B 33/159 (2006.01) C01B 33/14 (2006.01)
- (21) 국제출원번호: PCT/KR2010/004545
- (22) 국제출원일: 2010년 7월 13일 (13.07.2010)
- (25) 출원언어: 한국어
- (26) 공개언어: 한국어
- (30) 우선권정보:
10-2009-0063749 2009년 7월 13일 (13.07.2009) KR
- (72) 발명자: 겸
- (71) 출원인: 김영일 (KIM, Young-Il) [KR/KR]; 강원도 춘천시 석사동 석사대우아파트 110-112, 200-765 Kangwon-do (KR).
- (74) 대리인: 정주섭 (JUNG, Joo-Seop); 서울시 서초구 서초동 1554-5 한승아스트라 604호, 137-873 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, BR, BW, BY, BZ, CA,

CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, 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, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), 유라시아 (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, 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, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

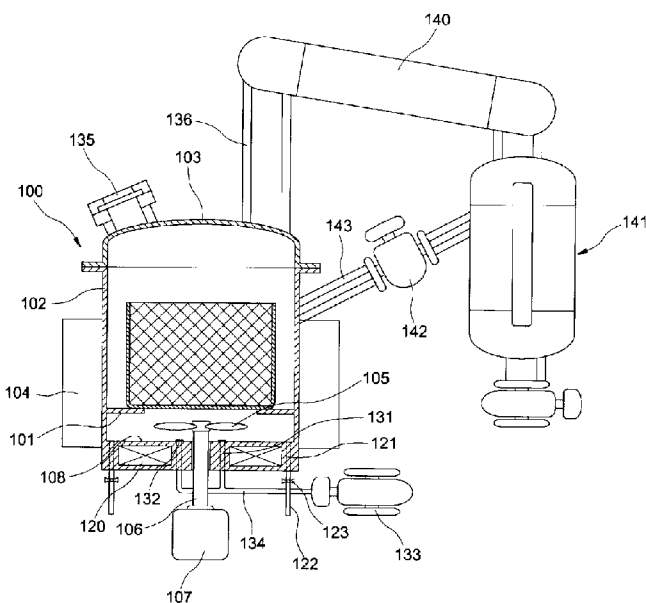
공개:

- 국제조사보고서 없이 공개하며 보고서 접수 후 이를 별도 공개함 (규칙 48.2(g))

(54) Title: METHOD AND APPARATUS FOR PREPARING A HYDROPHOBIC AEROGEL

(54) 발명의 명칭 : 소수성 에어로겔의 제조 방법 및 제조장치

[Fig. 2]



(57) Abstract: The present invention relates to a method and to an apparatus for preparing a hydrophobic aerogel. The method for preparing a hydrophobic aerogel, for the process of reforming a wet gel into a hydrophobic aerogel through a well-known room temperature and atmospheric pressure system, comprises directly inserting a mesh-structured basket into a reactor, injecting the wet gel into the basket, installing an ultrasonic generator in a lower portion of the reactor to radiate ultrasonic waves to the interior of the reactor, and supplying nitrogen from the bottom to the interior of the reactor to promote a reaction and thus reforming the wet gel into a hydrophobic aerogel in a short amount of time. The apparatus for preparing an aerogel comprises a reactor for reforming well-known wet gel into a hydrophobic aerogel, a basket mounted on protrusions formed within the reactor, and an ultrasonic generator and nitrogen injection means installed in the lower portion of the reactor, whereby aerogel can be prepared in a short amount of time, thus achieving economical advantages.

(57) 요약서:

[다음 쪽 계속]



본 발명은 소수성 에어로겔(aerogel)의 제조 방법 및 제조장치에 관한 것으로, 공지의 상온 상압 방법으로 습윤겔(wet-gel)을 소수성으로 개질하는 공정에 있어서, 망상 구조의 바스켓을 반응기 내부에 직접 내삽하고 바스켓 내부에 습윤겔을 투입하며, 반응기 하부에 초음파발생기를 설치하여 초음파를 주사하고, 질소를 하부로부터 투입하여 반응을 촉진시킴으로써 단시간 내에 소수성으로 개질되도록 하는 소수성 에어로겔의 제조방법과, 공지의 습윤겔(wet-gel)을 소수성으로 개질하기 위한 반응기에 있어서 반응기 내부에 단턱을 형성하여 바스켓이 내삽되도록 하고, 반응기 하부에 초음파발생기를 설치하고 질소주입수단을 설치한 에어로겔 제조장치를 사용하여 에어로겔을 단시간내에 제조함으로써 경제성을 갖도록 할 수 있는 효과를 얻을 수 있다.

명세서

발명의 명칭: 소수성 에어로겔의 제조 방법 및 제조장치 기술분야

- [1] 본 발명은 소수성 에어로겔(aerogel)의 제조 방법 및 제조장치에 관한 것으로, 좀 더 구체적으로는 공지의 상온 상압 방법으로 습윤겔(wet-gel)을 소수성으로 개질하는 공정에 있어서, 망상 구조의 바스켓을 반응기 내부에 직접 내삽하고 바스켓 내부에 습윤겔을 투입하며, 반응기 하부에 초음파발생기를 설치하여 초음파를 주사하고, 질소를 하부로부터 투입하여 반응을 촉진시킴으로써 단시간 내에 소수성으로 개질되도록 하는 소수성 에어로겔의 제조방법과, 공지의 습윤겔(wet-gel)을 소수성으로 개질하기 위한 반응기에 있어서 반응기 내부에 단턱을 형성하여 바스켓이 내삽되도록 하고, 반응기 하부에 초음파발생기를 설치하고 질소주입수단을 설치한 에어로겔 제조장치를 사용하여 에어로겔을 단시간내에 제조함으로써 경제성을 갖는 소수성 에어로겔(aerogel)의 제조 방법 및 제조장치에 관한 것이다.

배경기술

- [2] 에어로겔은 기공율이 90% 이상이고, 비표면적이 수백 내지 1500m²/g 정도인 투명한 극저밀도의 첨단소재이다. 이러한 다공성 에어로겔은 극저유전체, 촉매, 전극소재, 방음재 등의 분야에 응용이 가능하며, 특히 실리카 에어로겔은 높은 투광성과 낮은 열전도도 특성을 갖기 때문에 투명 단열재료의 높은 잠재력을 갖고 있을 뿐만 아니라, 냉장고, 자동차, 항공기 등에 사용될 수 있는 매우 효율적인 초단열재이다.
- [3] 이와 같이 에어로겔은 다양한 산업 분야에서 활용될 수 있는 잠재력을 가지고 있기 때문에, 전세계적으로 첨단 소재 에어로겔에 대한 관심이 높아지고 있다. 그러나, 에어로겔의 상용화를 이루기 위해서는 몇 가지 해결해야 할 문제들이 남아 있다.
- [4] 먼저, 에어로겔은 수분을 흡수하면 겔 구조 특성 및 물성이 저하되기 때문에 에어로겔을 상용화하기 위해서는 에어로겔이 대기 중의 수분을 흡수하는 것을 영구적으로 방지할 수 있는 방안이 요구된다. 이를 위해 현재까지 많은 연구들이 진행되었으며, 그 결과 에어로겔의 표면을 소수화 처리하여 영구적인 소수성을 갖는 에어로겔을 제조하는 다양한 방안들이 제안되었다.
- [5] 예를 들어, WO96/22942호에는 실리카이트 리오겔을 제공한 후 필요하다면 다른 유기 용매(메탄올, 에탄올, 프로판올, 아세톤, 테트라하이드로퓨란 등)로 용매 치환한 다음 이를 적어도 하나의 염소를 포함하지 않는 실릴화제와 반응시킨 후 초임계 건조에 의해 소수성 에어로겔을 제조하는 방법이 개시되어 있고, WO98/23367호에도 역시 물유리와 산을 반응시켜 형성된 리오겔을 물 함량이 5중량% 이하가 되도록 유기용매(알콜(메탄올, 에탄올), 아세톤, 케톤

등)로 용매 치환한 후 실릴화 및 건조 공정을 거쳐 소수성 에어로겔을 제조하는 방법이 개시되어 있다.

- [6] 또한, WO97/17288호에는 유기 및/또는 무기산을 사용하여 물유리 수용액으로부터 pH 4 이하인 규산졸을 형성시킨 다음, 0 ~ 30°C에서 산과 물유리의 양이온으로부터 형성된 염을 규산졸로부터 분리하고, 분리된 규산졸에 염기를 가하여 SiO₂ 겔을 중축합한 후 수분함량이 5중량% 이하가 될 때까지 유기용매(지방족 알콜, 에테르, 에스테르, 케톤, 지방족 또는 방향족 탄화수소)로 용매 치환한 다음 실릴화 및 건조를 통해 소수성 에어로겔을 제조하는 방법이 개시되어 있고, WO98/23366호에는 히드로겔이 pH 3 이상에서 생성된 다음 중간처리 단계를 거친 후에 소수성화제와 히드로겔을 혼합해서 표면 변형시킨 다음, 경우에 따라서 양성자성 또는 비양성자성 용제(지방족 알코올, 에테르, 에스테르, 케톤, 지방족 또는 방향족 탄화수소 등) 또는 실릴화제로 세정한 후에 건조시킴으로써, 용매 교환을 행하지 않고도 수행될 수 있는 소수성 에어로겔의 제조방법이 개시되어 있다.

- [7] 그러나, 종래의 소수성 에어로겔 제조방법에 있어서, 용매 교환에 시간이 많이 소요되어 제조 원가가 상승되고, 많은 양의 소수성 에어로겔을 생산할 수 없어 적용에 한계가 있는 단점이 있었다.

발명의 상세한 설명

기술적 과제

- [8] 따라서, 본 발명의 목적은 용매 교환에 시간을 최소화 하여 제조 원가가 낮추고, 소수성 에어로겔을 용이하게 양산할 수 있도록 하는 소수성 에어로겔의 제조방법을 제공하는 데 있다.
- [9] 본 발명의 다른 목적은 상기 목적의 소수성 에어로겔을 용이하게 제조할 수 있는 장치를 제공하는 데 있다.

과제 해결 수단

- [10] 상기 목적들 뿐만 아니라 용이하게 표출될 수 있는 또 다른 목적들을 달성하기 위하여 본 발명에서는 공지의 상온 상압 방법으로 습윤겔(wet-gel)을 소수성으로 개질하는 공정에 있어서, 망상 구조의 바스켓을 반응기 내부에 직접 내삽하고 바스켓 내부에 습윤겔을 투입하며, 반응기 하부에 초음파발생기를 설치하여 초음파를 주사하고, 질소를 하부로부터 투입하여 반응을 촉진시킴으로써 단시간 내에 소수성으로 개질된 소수성 에어로겔을 제조할 수 있고, 공지의 습윤겔(wet-gel)을 소수성으로 개질하기 위한 반응기에 있어서 반응기 내부에 단턱을 형성하여 바스켓이 내삽되도록 하고, 반응기 하부에 초음파발생기를 설치하고 질소주입수단을 설치한 에어로겔 제조장치를 사용하여 에어로겔을 단시간내에 제조함으로써 경제성을 갖도록 할 수 있는 효과를 얻을 수 있었다.

발명의 효과

- [11] 본 발명에 따른 소수성 에어로겔 제조방법 및 제조장치는 공지의 상온 상압

방법으로 습윤겔(wet-gel)을 소수성으로 개질하는 공정에 있어서 용매 교환 반응을 촉진시킴으로써 제조 원가가 낮추고, 소수성 에어로겔을 용이하게 양산할 수 있는 효과가 있다.

도면의 간단한 설명

- [12] 도 1은 소수성 에어로겔의 개략적인 제조 공정도이고,
- [13] 도 2는 본 발명에 따른 소수성 에어로겔 제조장치의 개략도이고,
- [14] 도 3은 2개의 반응기가 하나의 저장조와 연결된 형태의 본 발명에 따른 다른 예의 소수성 에어로겔 제조장치의 개략도이며,
- [15] 도 4는 펄라이트의 소수화를 입증하는 사진이고,
- [16] 도 5는 실리카 미분의 소수화를 입증하는 사진이며,
- [17] 도 6은 하이드로겔의 소수화를 입증하는 사진이다.
- [18] * 도면의 주요 부분에 대한 부호의 설명
- [19] 100 : 반응기 101 : 단턱
- [20] 110 : 바스켓 130 : 초음파발생기
- [21] 130 : 질소주입수단 140 : 응축기

발명의 실시를 위한 최선의 형태

- [22] 본 발명에 따른 소수성 에어로겔의 제조방법은 공지의 상온 상압 방법으로 습윤겔(wet-gel)을 소수성으로 개질하는 공정에 있어서, 망상 구조의 바스켓을 반응기 내부에 직접 내삽하고 바스켓 내부에 습윤겔을 투입하며, 반응기 하부에 초음파발생기를 설치하여 초음파를 주사하고, 질소를 하부로부터 투입하여 반응을 촉진시키는 것으로 특징지워진다.
- [23] 또한, 본 발명에 따른 소수성 에어로겔의 제조 장치는 공지의 습윤겔(wet-gel)을 소수성으로 개질하기 위한 반응기(100)에 있어서 반응기(100) 내부에 단턱(101)을 형성하여 바스켓(110)이 내삽되도록 하고, 반응기(100) 하부에 초음파발생기(120)를 설치하고 질소주입수단(130)을 설치한 것으로 특징지워진다.

발명의 실시를 위한 형태

- [24] 도 2에 도시된 바와 같이 반응기(100)는 몸체(102)와 뚜껑(103)으로 구성되며, 몸체(102)와 뚜껑(103)은 공지의 체결수단(미도시)에 의하여 견고하게 체결 가능하도록 설치된다. 반응기(100) 몸체(102)의 외부에는 가열장치(104)가 장착되고, 몸체(102) 하부로부터 내부로 모터(107)에 연결된 회전축(106)이 삽입되고 교반기(105)가 연결 구성되며, 몸체(102) 하부에는 격벽(108)이 형성되어 있어 격벽(108)에 의하여 형성된 격실 내부에는 초음파 발생기(120)가 내장된다.
- [25] 또한, 반응기(100) 내부로부터 물을 배출하기 위한 배수구(121)가 적어도 1개 이상 구비되며, 반응기(100) 외부로 돌출 형성되는 배수관(122)은 육안으로의 확인이 가능하도록 투명한 것을 사용하고, 배수관(122) 중단에는

조절밸브(123)가 설치된다.

- [26] 뿐만 아니라, 반응기(100) 내부로 질소를 공급하기 위하여 적어도 하나 이상의 송풍구(131), 송풍구 끝단에 설치된 체크밸브(132), 송풍구(131)와 송풍기(133)을 연결하기 위한 송풍관(134)과 송풍기(133)로 구성되는 질소주입수단(130)이 구비되며, 질소탱크(미도시)가 별도로 질소주입수단(130)에 연결 구성된다.
- [27] 한편, 반응기(100)의 뚜껑(103)에는 반응 상태를 확인할 수 있는 확인창(135)이 구비되며, 용매가 증발되는 증류관(136)이 구비된다. 상기 증류관(136)은 응축기(140)와 연결되어 있고, 응축기(140)는 냉동기(미도시)와 연결 구성되며, 응축기(140)는 저장조(141)와 연결되어 있고, 저장조(141)는 개폐밸브(142)가 구비된 공급관(143)에 의하여 반응기(100)와 연결 구성된다.
- [28] 상기와 같이 구성되는 본 발명에 따른 소수성 에어로겔의 제조 장치는 도 3에 도시된 바와 같이 하나의 저장조(141)에 2개 이상의 반응기(100)를 연결 구성하여 사용할 수도 있고, 하나의 응축기(140)와 하나의 저장조(141)에 2개 이상의 반응기(100)를 연결 구성하여 사용할 수도 있다.
- [29] 본 발명에 따른 소수성 에어로겔의 제조 장치를 이용한 에어로겔의 소수화는 우선 비극성 용매로 물과 층을 이루며 혼합되지 않는 용매를 선택해야 하며, 바람직하게는 n-부탄올(n-Butanol), n-펜탄올(n-pentanol), n-헥산(n-hexane) 등이 사용될 수 있다. 여기에, 원료 소재(wet-gel)의 수산화기와 반응하여 영구적인 소수성(hydrophobic)을 부여해 줄 실란 화합물을 원료 소재의 중량대비 5 ~ 10% 첨가해주게 되는 데, 이때 사용되는 실란 화합물은 화학식이 $R_4-n-SiX_n$ (여기서, n은 1 ~ 3의 정수이고, R은 $C_1 - C_{10}$, 바람직하게는 $C_1 - C_5$ 의 알킬 또는 방향족, 헤테로족 알킬 또는 수소이고, X는 F, Cl, Br 또는 I로부터 선택된 할로젠원소이며, 바람직하게는 Cl 혹은 $C_1 - C_{10}$, 바람직하게 $C_1 - C_5$ 의 알콕시 그룹, 알킬그룹 또는 방향족알킬 그룹, 헤테로 방향족 알킬 그룹이다. 또한, 실릴화제로 디실록산을 이용할 수도 있는데, 그 화학식은 $R_3Si-O-SiR_3$ 이다. 여기서, R그룹은 동일하거나 또는 상이하며, $C_1 - C_{10}$, 바람직하게는 $C_1 - C_5$ 의 알킬 또는 방향족알킬, 헤테로 방향족 알킬 또는 수소일 수 있다. 구체적인 예로는 메틸트리메톡시실란, 에틸트리메톡시실란, 헥사메틸디실란, 트리메틸클로로실란, 트리에틸에톡시실란으로 구성되는 그룹으로부터 선택된 최소 일종이 사용될 수 있지만, 반드시 이들로 한정하는 것은 아니다.
- [30] 선택된 용매와 실릴화제의 혼합용매에 불순물 제거 및 실릴화제의 원활한 가수분해를 위해 깨끗이 수세한 원료소재를 담근 후 환류시켜 원료 소재 내외부의 수분을 모두 제거해 주며, 환류 온도는 사용되는 용매의 끓는점 근처에서 행하여지는 것이 효과적이며, 기화된 용매는 냉각관에서 다시 응축하여 수분이 모두 제거될 때까지 환류시킨다.
- [31] 즉, 반응기(100) 내부에 선택된 용매와 실릴화제 및 원료소재를 투입한 후, 가열장치(104)를 이용하여 선택된 용매의 끓는 점 근처로 가온하면서 교반기(106)를 이용하여 교반하여서 환류시키면, 실릴화제의 가수분해와

원료소재의 반응에 의하여 원료 소재의 소수화가 진행되며, 용매는 기화되고 물은 하부로 이동된다.

- [32] 기화된 용매는 응축기(140)에서 다시 액상으로 전환되어 저장조(141)로 이송된 후, 개폐밸브(142)가 구비된 공급관(143)에 의하여 반응기(100)로 다시 투입되며, 물은 반응기(100) 하부에 배수구(121)가 적어도 1개 이상 구비된 배수구(121) 및 배수관(122)을 통하여 외부로 배출된다.
- [33] 이때 본 발명에서는 원료소재를 바스켓(110)에 담아 반응기(100)로 투입하여 반응기(100)로의 투입 및 반응 완료 후, 건조실로의 이송이 신속하게 이루어지도록 하되, 바스켓(110)의 내삽으로 인하여 교반기(106)의 작동이 방해되지 않도록 반응기(100) 내부에 단턱(101)을 형성하여 바스켓(110)이 내삽되도록 하였다.
- [34] 또한, 빠른 시간 안에 소수화를 달성하기 위하여(수분을 제거하기 위해) 반응기(100) 내부에 초음파발생기(120)를 이용하여 초음파를 발생시킨다. 반응기(100) 내부에 초음파발생기(120)를 내설시키기 위해서는 몸체(102) 하부에 격벽(108)을 형성하고, 격벽(108)에 의하여 형성된 격실 내부에는 초음파 발생기(120)를 내설한다. 이때 격벽(108)은 용매에 내구성이 강한 재질을 사용하고 초음파의 전달이 용이하도록 3mm 미만의 두께로 형성하는 것이 바람직하다. 격벽(108)의 재질 및 두께는 초음파의 전달 및 반응기 내부의 압력 등의 조건을 고려하여 적절히 변경될 수 있다.
- [35] 뿐만 아니라, 질소주입수단(130)을 이용하여 반응기(100) 내부로 에어버블을 3~5ℓ/min 발생시켜주면 수분의 제거 속도가 현저히 빨라지게 된다. 반응기(100) 내부로 질소를 이용한 에어버블을 공급하기 위하여 적어도 하나 이상의 송풍구(131), 송풍구 끝단에 설치된 체크밸브(132), 송풍구(131)와 송풍기(133)을 연결하기 위한 송풍관(134)과 송풍기(133)로 구성되는 질소주입수단(130)이 구비되며, 질소탱크(미도시)가 별도로 질소주입수단(130)에 연결 구성된다.
- [36] 상기와 같이 반응기(100) 내부로 초음파를 조사하고, 질소를 이용하여 에어버블을 발생시켜주면 수분의 제거 속도가 현저히 빨라지게 되어 소수화가 급격히 빠른 시간 내에 완료됨으로써 저렴하게 에어로젤을 제조할 수 있게 된다.
- [37] 초음파의 조사는 물분자의 클러스터를 5~6개의 분자로 세분화하여 반응성을 향상시키게 되는 것이고, 에어버블은 소수화 반응을 촉진시키는 작용을 하게 된다.
- [38] 소수화가 완료되면 원료 소재를 통상의 건조 장치로 이송하여 건조시켜 소수성 에어로젤을 제조하게 된다. 건조는 100~150℃에서 열풍건조로 행하여지며, 건조 온도가 100℃ 미만일 경우에는 건조속도가 너무 느리므로 바람직하지 않고, 150℃를 초과할 경우에는 소수처리된 실란그룹이 열분해로 인하여 손실될 수 있으므로 바람직하지 않다.
- [39] 제조된 원료소재의 표면은 영구적인 소수성(hydrophobic)으로 치환되며 방습성이 0에 가까운 정도의 소수성이 부여되고 공극율 및 열전도율이 크게

향상된다.

[40] 본 발명의 소수성 에어로겔 제조장치에 있어서, 가열장치(104)는 반응기의 가열과 냉각이 가능하도록 냉각 기능까지 갖는 것을 사용하는 것이 더욱 효과적이다. 즉, 원료 소재의 투입과 회수시에는 반응기(100) 내부의 온도를 상온으로 냉각시켜야 하므로 가열장치(104)가 냉각 기능을 갖게 되면 반응기(100)의 신속한 냉각이 이루어지게 되므로 에어로겔의 제조 시간을 단축할 수 있게 된다.

[41] 또한, 바스켓(110)은 망상 구조로 제조하여 용매 및 실릴화제와의 접촉이 용이하게 이루어지도록 함과 동시에 물의 배출이 용이하게 이루어지도록 하며, 송풍구(131) 끝단에 체크밸브(132)를 설치하여 물이 질소주입수단(130)으로 유입되지 않도록 한다.

[42] 뿐만 아니라, 가열장치(104)의 온도, 질소 가스의 주입 압력 및 주입량, 저장조(141)로부터의 용매 재투입량 등을 조절하기 위하여 제어기(미도시)가 설치될 수 있으며, 자동 운전을 위하여 다양한 센서가 내장 또는 설치될 수 있다.

[43] 다음의 실시예는 본 발명을 좀 더 상세히 설명하는 것이지만, 본 발명의 범주를 한정하는 것은 아니다.

[44] 실시예 1

[45] 펄라이트 100g, 실리카 미분 100g을 각각 깨끗한 물로 여러번 수세하여 불순물을 제거한 다음, 바스켓(110)에 담아 반응기(110) 내부로 투입하고, n-부탄올(n-butanol) 1ℓ를 넣고 실릴화제로 MTMS(Methyltrimethoxysilane) 5g을 첨가한다.

[46] 반응기(110)의 온도를 110°C로 조정하고 4 ~ 14 μ m대의 초음파와 3~5ℓ/min의 에어버블을 발생시켜준다. 응축기에 응축되어 떨어지는 수분과 n-butanol을 각기 수분은 제거하고 n-butanol은 다시 반응기로 보내주는 방식으로 수분이 모두 제거 될 때까지 환류시켜준다. 6시간 경과 후, 수분이 모두 제거되었으며, 수분이 모두 제거된 뒤 용매에서 펄라이트와 실리카 미분을 꺼내 110°C에서 건조시킨다. 이렇게 처리된 펄라이트와 실리카 미분의 물성을 측정 및 평가하고, 그 결과를 표 1에 기재하였고, 소수화 여부를 확인하기 위하여 미처리 펄라이트와 실리카 미분, 처리 펄라이트와 실리카 미분을 물에 투입하고 12시간 경과 후, 사진을 촬영하여 도 4(좌 : 미처리 펄라이트, 우 : 처리 펄라이트) 및 도 5(좌 : 미처리 실리카 미분, 우 : 처리 실리카 미분)에 도시하였다.

[47] 표 1

	펄라이트		실리카 미분	
	반응전	반응후	반응전	반응후
열전도율(mW/mK)	90 ~ 95	45 ~ 50	90 ~ 100	30 ~ 40
공극율(%)	5 ~ 10	60 ~ 70	5 ~ 10	60 ~ 70
소수화	little	full	none	full

[48] 상기 표 1 및 도 4와 도 5로부터 알 수 있는 바와 같이 실시예 1의 방법으로 처리된 펄라이트와 실리카 미분의 소수성이 우수함을 알 수 있었다.

[49] 실시예 2

[50] 하이드로겔(실리카습윤겔) 1ℓ를 깨끗한 물로 여러번 수세하여 불순물을 제거한 다음, 바스켓(110)에 담아 반응기(110) 내부로 투입하고, n-부탄올(n-butanol) 1ℓ를 넣고 실릴화제로 MTMS(Methyltrimethoxysilane) 5g을 첨가한다.

[51] 반응기(110)의 온도를 110°C로 조정하고 4 ~ 14 μ m대의 초음파와 3~5ℓ/min의 에어버블을 발생시켜준다. 응축기에 응축되어 떨어지는 수분과 n-butanol을 각기 수분은 제거하고 n-butanol은 다시 반응기로 보내주는 방식으로 수분이 모두 제거 될 때까지 환류시켜준다. 6시간 경과 후, 수분이 모두 제거되었으며, 수분이 모두 제거된 뒤 용매에서 하이드로겔을 꺼내 110°C에서 건조시킨다. 이렇게 처리된 하이드로겔의 물성을 측정 및 평가하고, 그 결과를 표 2에 기재하였고, 소수화 여부를 확인하기 위하여 미처리 하이드로겔과 처리 하이드로겔을 물에 투입하고 12시간 경과 후, 사진을 촬영하여 도 6(좌 : 미처리 하이드로겔, 우 : 처리 하이드로겔)에 도시하였다.

[52] 표 2

	펄라이트	
	반응전	반응후
열전도율(mW/mK)	90 ~ 100	10 ~ 15
공극율(%)	5 ~ 10	60 ~ 70
소수화	little	full

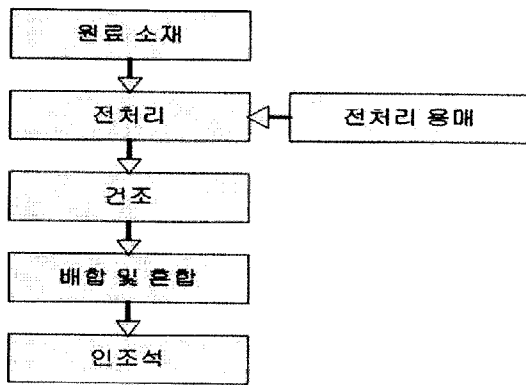
[53]

[54]

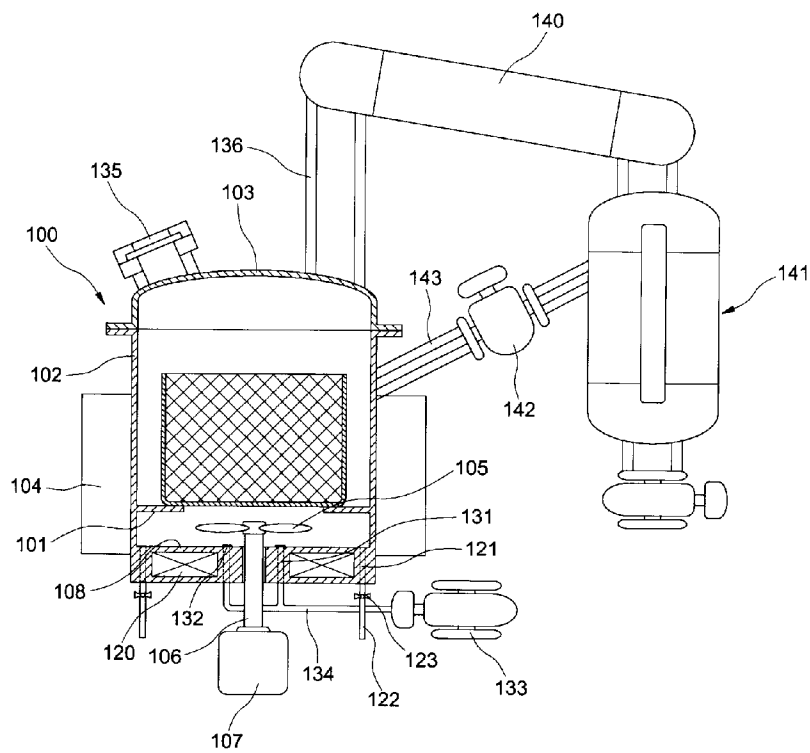
청구범위

- [청구항 1] 공지의 상온 상압 방법으로 습윤겔(wet-gel)을 소수성으로 개질하는 공정에 있어서, 망상 구조의 바스켓을 반응기 내부에 직접 내삽하고 바스켓 내부에 습윤겔을 투입하며, 반응기 하부에 초음파발생기를 설치하여 초음파를 조사하고, 질소를 하부로부터 투입하여 반응을 촉진시키는 것을 특징으로 하는 소수성 에어로겔의 제조방법.
- [청구항 2] 공지의 습윤겔(wet-gel)을 소수성으로 개질하기 위한 반응기(100)에 있어서, 반응기(100) 내부에 단턱(101)을 형성하여 바스켓(110)이 내삽되도록 하고, 반응기(100) 하부에 초음파발생기(120)를 설치하고 질소주입수단(130)을 설치한 것을 특징으로 하는 소수성 에어로겔의 제조 장치.
- [청구항 3] 청구항 2에 있어서, 초음파 발생기(120)는 몸체(102) 하부에 격벽(108)을 형성하고, 격벽(108)에 의하여 형성된 격실 내부에 내장되도록 한 것을 특징으로 하는 소수성 에어로겔의 제조 장치.

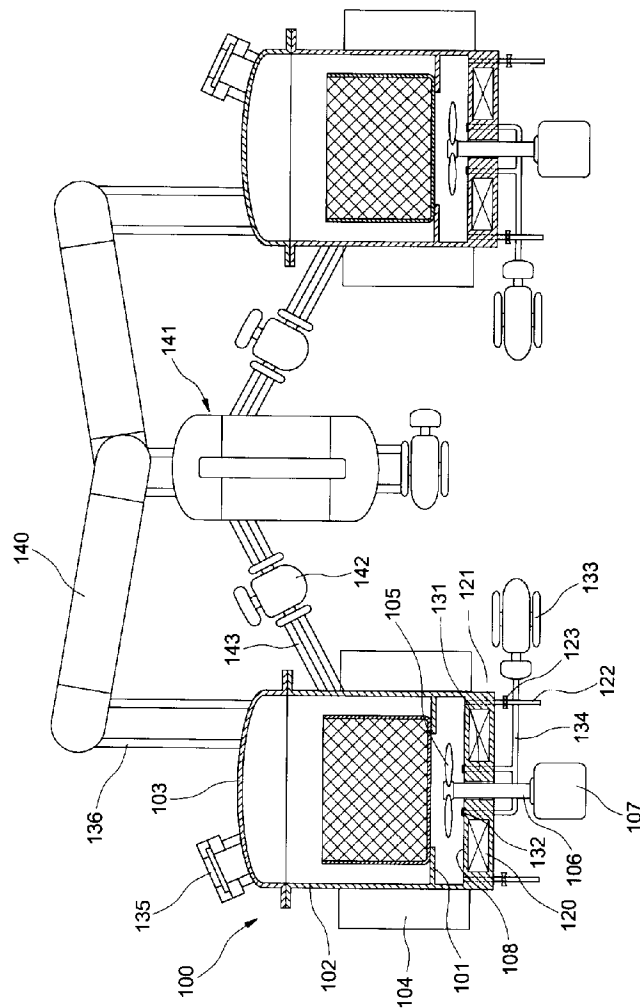
[Fig. 1]



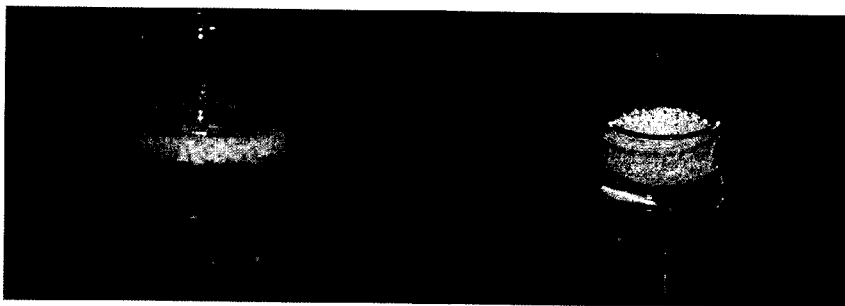
[Fig. 2]



[Fig. 3]



[Fig. 4]



[Fig. 5]



[Fig. 6]

