

	(19) 대한민국특허청(KR) (12) 공개특허공보(A)	(11) 공개번호 10-2012-0126741 (43) 공개일자 2012년11월21일
(51) 국제특허분류(Int. Cl.) C01B 33/18 (2006.01) C01B 33/158 (2006.01) B01J 20/10 (2006.01) C09C 1/28 (2006.01)		(71) 출원인 인하대학교 산학협력단 인천광역시 남구 인하로 100, 인하대학교 (용현동)
(21) 출원번호 10-2011-0044768		(72) 발명자 황해진 서울특별시 강남구 삼성로64길 5, - 107동 1304호 (대치동, 대치현대아파트)
(22) 출원일자 2011년05월12일 심사청구일자 2011년05월12일		(74) 대리인 한라특허법인

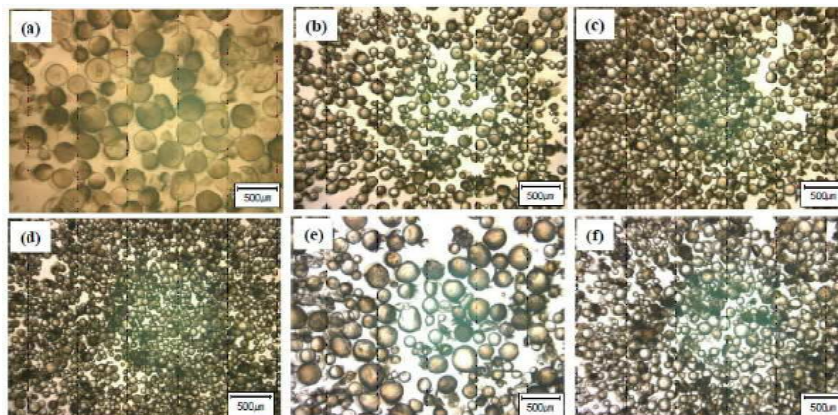
전체 청구항 수 : 총 8 항

(54) 발명의 명칭 구형 실리카 에어로겔 파립의 제조방법

(57) 요약

본 발명은 구형 실리카 에어로겔 파립의 제조방법에 관한 것으로서, 더욱 상세하게는 물유리 용액을 이온교환수지에 투입하여 나트륨 이온이 제거된 실리카졸을 얻는 후, 이를 n-헥산에 계면활성제와 함께 투입하여 n-헥산 용액을 제조하여 이를 특정 속도로 교반하여 실리카졸 액적을 형성한 다음, 습윤겔화 단계, 표면개질 단계 및 건조 단계를 거쳐 구형 실리카 에어로겔 파립을 제조하는 방법에 관한 것이다. 본 발명의 제조방법에 의하면 간단한 공정으로 100 ~ 1000 μm 의 균일한 입자크기를 갖는 구형 실리카 에어로겔 파립을 대량생산할 수 있으며, 제조된 에어로겔 파립은 단열재, 흡착제, 담체, 저유전 코팅막, 반사방지막 등에 유용하게 적용할 수 있다.

대표도 - 도1



이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 2011-0015512

부처명 교육과학기술부

연구사업명 중견연구자지원사업(핵심)

연구과제명 리튬이온전도성 유무기 나노복합 고체 전해질 소재 개발

주관기관 인하대학교

연구기간 2011.05.01 ~ 2014.04.30

특허청구의 범위

청구항 1

물유리 용액을 이온교환수지에 투입하여 나트륨 이온이 제거된 실리카졸을 얻는 단계;
 n-헥산에 상기 실리카졸과 계면활성제를 투입하여 n-헥산/실리카졸 혼합 용액을 제조하는 단계;
 상기 n-헥산 용액을 400 ~ 800 rpm으로 교반하여 실리카졸 액적을 형성하는 단계;
 상기 n-헥산 용액에 암모니아를 첨가하여 실리카졸 액적을 습윤겔화 하는 단계;
 상기 습윤겔을 실릴화제가 함유된 n-헥산 용액에 투입하여 습윤겔 표면을 소수성화 하는 단계; 및
 소수성화된 습윤겔을 건조하는 단계;
 를 포함하는 구형 실리카 에어로겔 과립 제조방법.

청구항 2

제 1 항에 있어서, 상기 계면활성제는 솔비탄 모노올리에이트, 솔비탄 모노스테아레이트, 솔비탄 모노팔미테이트 및 솔비탄 모노라우레이트 중에서 선택한 1종 이상인 것을 특징으로 하는 구형 실리카 에어로겔 과립 제조방법.

청구항 3

제 1 항에 있어서, 상기 실리카졸과 계면활성제의 부피비는 1 : 0.1 ~ 0.5 인 것을 특징으로 하는 구형 실리카 에어로겔 과립 제조방법.

청구항 4

제 1 항에 있어서, 상기 n-헥산 용액에 암모니아를 첨가할 때 pH를 5 ~ 7로 조절하는 것을 특징으로 하는 구형 실리카 에어로겔 과립 제조방법.

청구항 5

제 1 항에 있어서, 상기 습윤겔에 대한 실릴화제가 함유된 n-헥산 용액의 부피비는 1 : 1 ~ 4인 것을 특징으로 하는 구형 실리카 에어로겔 과립 제조방법.

청구항 6

제 1 항에 있어서, 상기 n-헥산 용액에 대한 실릴화제의 농도는 5 ~ 10 부피%인 것을 특징으로 하는 구형 실리카 에어로겔 과립 제조방법.

청구항 7

제 1 항 내지 제 6 항 중에서 선택된 어느 한 항의 방법으로 제조된, 입자크기가 100 ~ 1000 μm 인 구형 실리카 에어로겔 과립.

청구항 8

제 7 항에 있어서, 상기 실리카 에어로겔은 비표면적이 $650 \sim 750 \text{ m}^2/\text{g}$ 인 것을 특징으로 하는 구형 실리카 에어로겔 과립.

명세서

기술 분야

- [0001] 본 발명은 구형을 갖는 실리카 에어로겔 과립 및 이의 제조방법에 관한 것이다. 실리카 에어로겔은 나노크기의 실리카(SiO_2) 입자가 3차원 망목구조를 형성하고 기공율이 95% 이상의 초다공성 소재로서, 기공율, 비표면적, 기공부피가 매우 크고, 열전도도, 유전상수, 굴절율 등이 매우 낮기 때문에 단열재, 흡착제, 각종 담체, 저유전 코팅막, 반사방지막 등 다양한 분야에 유용하게 적용할 수 있다.

배경 기술

- [0002] 일반적으로 실리카 에어로겔은 모노리스(monolith)와 분말(powder) 형태로 제조가 가능하며 분말의 경우 섬유와 복합화하여 에어로겔 블랭킷(blanket) 또는 에어로겔 시트(sheet) 등과 같은 형태의 제품화가 가능하다. 블랭킷 또는 시트의 경우 유연성 때문에 임의의 크기나 형태로 굽히거나 접거나 자를 수 있어 LNG선의 단열패널, 공업용 단열재와 우주복, 교통 및 차량, 전력생산용 단열재 등과 같은 공업용으로는 응용뿐 아니라 재킷이나 운동화류 등과 같은 생활용품에도 적용이 가능하다. 또한 아파트와 같은 주택에서 지붕, 바닥뿐만 아니라 방화문에서 실리카 에어로겔을 사용할 경우 화재 예방에 큰 효과가 있다.
- [0003] 실리카 에어로겔 분말 및 과립은 우선 실리카 습윤겔을 제조하고 이를 기계적으로 분쇄한 뒤 초임계 건조 또는 상압건조하여 제조할 수 있다. 그러나 이와 같은 경우 실리카 습윤겔을 기계적으로 분쇄하는 공정이 포함되기 때문에 일정한 크기를 갖는 에어로겔 분말 또는 과립의 제조가 매우 어렵다는 단점을 가지고 있다.
- [0004] 대한민국 공개특허 제 2010-6076 호에서는 물유리와 상압 건조조건에서 별도의 성형장치, 응집, 압축공정 또는 용매 혹은 과립화 첨가제를 사용하지 않고 소수성화된 에어로겔 과립 제조방법을 제시하였다. 그러나 상기 발명은 먼저 습윤겔을 제조한 뒤 이를 $50 \sim 1000 \text{ rpm}$ 의 교반속도로 분쇄하여 과립을 제조하였기 때문에 과립의 크기가 일정하지 않고 구형의 과립을 제조하기 어려운 단점을 가지고 있다.
- [0005] 대한민국 공개특허 제 2006-133831 호에서는 유동층 베드(fluidized bed) 내에서 $200 \sim 600^\circ\text{C}$ 범위로 온도를 유지하며, 수직 상방과 수평적으로 공기를 주입하여 유동층 베드 내부에 나선형의 빠른 공기 흐름을 형성시켜 유동층 베드 내에서의 연속적인 공정을 이용하여 상압 조건하에서 순도 높은 초경량 실리카 에어로겔 분말을 제조하는 방법을 제시하였다. 그러나 상기에 예시한 종래의 방법에 의해 제조된 과립형 실리카 에어로겔 분말은 과립이라 호칭할 수 없을 정도로 모양이 제 각각이고 깨어진 분말의 형태를 띠고 있고, 또한 입자크기를 작게 하는 데에 한계가 있다.
- [0006] 다른 하나의 방법으로는 실리카졸로부터 액적을 만든 뒤 이 액적을 겔화제가 포함된 용액에 투입하여 용액 내에서 순간적으로 겔화시켜 이를 건조함으로써 실리카 에어로겔 비드(bead)를 제조하는 방법이 있다.
- [0007] 대한민국 공개특허 제 2009-30131 호에서는 균일한 크기 및 형태의 입상형 에어로겔을 제조하기 위해 pH가 4 ~ 6으로 조절된 실리카 습윤겔 형성용액을 습윤겔이 형성되기 직전의 용액상태에서 온도 $70 \sim 90^\circ\text{C}$ 의 기름용액에 액적으로 떨어뜨려서 기름용액 내에서 숙성시켜 보다 고른 입상형태의 습윤겔로 형성하여 과립형 에어로겔 제조방법을 개시하고 있다. 이 경우 비교적 균일한 크기의 비드 형태의 에어로겔의 제조가 가능하다는 장점이 있지만 대량생산에 적합하지 않고 미세한 액적을 제조하기 어렵기 때문에 최종적으로 얻을 수 있는 비드의 크기가 너무 크다는 불리한 점이 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0008] 이에 본 발명자들은 실리카 에어로겔 과립을 제조할 수 있는 방법을 개발하기 위해 노력한 결과, n-헥산에 실리카졸과 계면활성제를 투입한 후, 일정속도로 교반하면 실리카졸 액적을 얻을 수 있으며, 이를 습윤겔화 한 후 표면개질 및 건조과정을 거치면 균일한 입자크기를 갖는 구형 실리카 에어로겔 과립을 얻을 수 있음을 알게 되어 본 발명을 완성하였다. 따라서, 본 발명은 신규한 에어로겔 과립 제조방법의 제공에 그 목적이 있다.

과제의 해결 수단

- [0009] 본 발명은
- [0010] 물유리 용액을 이온교환수지에 투입하여 나트륨 이온이 제거된 실리카졸을 얻는 단계;
- [0011] n-헥산에 상기 실리카졸과 계면활성제를 투입하여 n-헥산/실리카졸 혼합 용액을 제조하는 단계;
- [0012] 상기 n-헥산 용액을 400 ~ 800 rpm으로 교반하여 실리카졸 액적을 형성하는 단계;
- [0013] 상기 n-헥산 용액에 암모니아를 첨가하여 실리카졸 액적을 습윤겔화 하는 단계;
- [0014] 상기 습윤겔을 실리카화제가 함유된 n-헥산 용액에 투입하여 습윤겔 표면을 소수성화 하는 단계; 및
- [0015] 소수성화된 습윤겔을 건조하는 단계;
- [0016] 를 포함하는 구형 실리카 에어로겔 과립 제조방법을 그 특징으로 한다.

발명의 효과

- [0017] 본 발명의 제조방법에 의하면 간단한 공정으로 100 ~ 1000 μm 의 균일한 입자크기를 갖는 구형 실리카 에어로겔 과립을 얻을 수 있다. 따라서, 본 발명에서 제안하는 에어로겔 과립 제조방법은 대량생산에 적합하며, 제조된 에어로겔 과립은 단열재, 흡착제, 담체, 저유전 코팅막, 반사방지막 등에 유용하게 적용할 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [0018] 도 1은 실시예 1 ~ 6에서 제조한 구형 실리카 에어로겔 과립의 광학현미경 사진이다.(실시예 1(a), 실시예 2(b), 실시예 3(c), 실시예 4(d), 실시예 5(e), 실시예 6(f))
- 도 2는 실시예 1 ~ 6에서 제조한 구형 실리카 에어로겔 과립의 전계방출 주사현미경(FESEM) 사진이다.(실시예 1(a), 실시예 2(b), 실시예 3(c), 실시예 4(d), 실시예 5(e), 실시예 6(f))
- 도 3은 실시예 2 ~ 4에서 제조한 구형실리카 에어로겔 과립의 FT-IR 스펙트라 분석결과이다.(실시예 2(b), 실시예 3(c), 실시예 4(d))

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0019] 이하에서는 본 발명을 더욱 자세하게 설명하겠다.
- [0020] 본 발명은 n-헥산에 실리카졸과 계면활성제를 첨가한 후 교반과정을 거쳐 구형의 실리카졸 액적을 제조하고, 이 용액에 암모니아와 같은 겔화촉진제를 첨가하여 구형의 습윤겔을 제조한 다음, 습윤겔에 대하여 용매치환 및 표면개질 과정을 거쳐 구상의 과립형 실리카 에어로겔을 제조하는 방법에 관한 것이다.
- [0021] 먼저, 물유리 용액을 이온교환수지에 투입하여 나트륨 이온이 제거된 실리카졸을 얻는 단계를 수행한다. 상기 물유리 용액은 강산성 이온교환수지가 들어있는 이온교환 칼럼을 통과함으로써 물유리 용액 내의 나트륨 이온과 이온교환수지의 술폰산기(SO_3H)의 수소이온이 치환되어 Si-OH의 실리카졸(silicic acid)을 생성하게 된다.
- 이때 물유리 용액의 투과속도가 빨라질수록 실리카졸의 SiO_2 농도는 비례하여 증가한다. 이는 투과속도가 느려 수지와 접촉하는 시간이 길어질수록 이온교환 과정에서의 물유리 내의 SiO_2 가 더 많이 수지 표면에 흡착

겔화되어 칼럼 내에 잔류되기 때문이다. 얻어진 실리카졸의 pH는 2 ~ 3 인 것이 바람직하다.

[0022] 다음으로, n-헥산에 상기 실리카졸과 계면활성제를 투입하여 n-헥산/실리카졸 혼합 용액을 제조하는 단계를 수행한다. 계면활성제로는 솔비탄 모노올리에이트(sorbitan monooleate), 솔비탄 모노스테아레이트(sorbitan monostearate), 솔비탄 모노팔미테이트(sorbitan monopalmitate) 및 솔비탄 모노라우레이트(sorbitan monolaurate) 중에서 선택한 1종 이상을 사용할 수 있으며, 바람직하기로는 솔리탄 모노올리에이트(span 80)을 사용하는 것이 좋다. 이러한 계면활성제는 n-헥산 내에서 실리카졸 액적을 안정화시키는 역할을 한다. 즉, 계면활성제를 첨가함으로써 액적끼리의 응집을 방지할 수 있다. 이때, 실리카졸과 계면활성제의 부피비는 1 : 0.1 ~ 0.5 인 것이 바람직하는데, 계면활성제의 첨가량이 너무 적으면 균일한 크기의 액적을 형성하기 어려우며, 첨가량이 증가할수록 작고 균일한 크기의 실리카졸 액적을 얻을 수 있으나 과량으로 첨가 시 액적간의 응집 문제가 있을 수 있으므로 상기 범위를 선택한다.

[0023] 다음으로, 상기 n-헥산 용액을 400 ~ 800 rpm으로 교반하여 실리카졸 액적을 형성하는 단계를 수행한다. 교반속도가 상승할수록 작고 균일한 크기의 실리카졸 액적을 얻을 수 있어 실리카 에어로겔의 크기를 작가 조절할 수 있으나, 800 rpm 보다 교반속도를 상승하여도 증량에 따른 효과상의 실익이 크지 않으므로 상기 범위의 교반속도를 유지하는 것이 바람직하다.

[0024] 다음으로, 상기 n-헥산 용액에 암모니아를 첨가하여 실리카졸 액적을 습윤겔화 하는 단계를 수행한다. 암모니아는 수용액의 형태로 n-헥산 용액에 피펫 등을 이용하여 한방울씩 떨어뜨려 첨가하며, 암모니아를 첨가함으로써 n-헥산 용액의 pH를 상승시키게 된다. 이 때 pH를 5 ~ 7로 조절하는 것이 바람직하며, 이 범위 밖의 경우 겔화시간이 증가하여 실리카 졸 액적간 응집이 일어나 구형의 과립 제조가 곤란한 문제가 있을 수 있다. 더욱 바람직하게는 상기 pH를 6 ~ 6.5로 조절할 수 있다. 상기 범위를 만족 할 경우, 겔화는 10 분 이내에 종료되며, 액적 형태의 실리카 습윤겔을 얻을 수 있다.

[0025] 다음으로, 상기 습윤겔을 실릴화제가 함유된 n-헥산 용액에 투입하여 습윤겔 표면을 소수성화 하는 단계를 수행한다. 상기 실릴화제로는 헥사메틸디실란, 에틸트리에톡시실란, 트리메톡시실란, 트리에틸에톡시실란, 메틸트리메톡시실란, 에틸트리메톡시실란, 트리메틸클로로실란 및 트리에틸클로로실란 중에서 선택한 1종 이상을 사용할 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다. 상기 습윤겔에 대한 실릴화제가 함유된 n-헥산 용액의 부피비는 1 : 1 ~ 4인 것이 바람직하며, 상기 부피비가 1 : 4를 초과할 경우 표면개질 속도가 급격하여 실리카 습윤겔의 형상이 유지되기 어렵고, 부피비가 1 : 1 미만일 경우 표면개질 속도가 느려지고 과립의 밀도가 증가하는 문제가 있을 수 있다. 또한 n-헥산 용액내 실릴화제의 농도는 5 ~ 10 부피%인 것이 바람직하다. 5 부피% 미만인 경우 건조 시 과립의 치밀화가 일어나 기공크기가 작고 다공성 실리카 과립을 제조할 수 없는 문제가 있을 수 있으며, 10 부피%를 초과할 경우 과립의 강도가 낮아 구형이 유지되기 어려운 문제가 있을 수 있다. 이러한 표면 개질 과정은 상온에서 9시간 정도 실시하며, 4 ~ 6 회 정도 반복하는 것이 좋다.

[0026] 이후, 소수성화된 습윤겔을 건조시키면 구형 실리카 에어로겔 과립을 얻을 수 있다. 건조방법은 특별히 한정하지 않으며, 예를 들면 오븐을 이용하여 상압하에서 건조시킬 수 있다.

[0027] 본 발명의 실리카 에어로겔 제조방법에 의하면 계면활성제의 함량과 n-헥산 용액의 교반속도를 조절함으로써 입자크기가 100 ~ 1000 μm 정도이며, 비표면적이 650 ~ 750 m^2/g 인, 작고 균일한 크기의 실리카 에어로겔 과립을 얻을 수 있으며, 이러한 실리카 에어로겔 제조방법은 제조공정이 간단하여 생산성이 우수하다. 제조된 실리카 에어로겔 과립은 에어로겔 과립은 단열재, 흡착제, 담체, 저유전 코팅막, 반사방지막 등에 유용하게 적용할 수 있다.

[0028] 이하, 본 발명을 실시예에 의거하여 더욱 상세히 설명하겠는바, 본 발명이 다음 실시예에 의해 한정되는 것은 아니다.

[실시예]

[실시예 1]

[0031] 물유리(sodium silicate, 영일케미칼, 실리카 함량 28 ~ 30 중량%, $\text{SiO}_2:\text{Na}_2\text{O} = 3.52 : 1$)와 증류수를 희석하여 SiO_2 함량이 8 중량%인 물유리 용액을 제조한 후, 이를 강산성 이온교환 수지(Amberlite, IR 120H, H. Rohm &

Hass co.)에 30 mL/min의 속도로 통과시켜 물유리 용액 내의 나트륨 이온을 제거하여 실리카졸을 제조하였다. 실리카졸 내의 SiO₂ 함량은 약 5.4 중량%이었으며, pH는 약 2.2 였다. 제조한 실리카졸 10 mL와 계면활성제 1 mL를 마이크로 피펫을 이용하여 유리 용기에 담고 n-헥산 40 mL를 투입하여 n-헥산 용액을 제조하였다. 이러한 n-헥산 용액에 마그네틱 바를 넣고 약 1시간 정도 600 rpm으로 교반시켜 실리카졸 액적을 형성하였다. 교반 중에 0.26 mL의 1 M의 NH₄OH 용액을 마이크로 피펫으로 한 방울씩 첨가하여 pH를 약 6 으로 조절하고 약 10 분 동안 액적을 습윤겔화 시켰다. 이후, 트리메틸클로로실란(ACROS社)이 10 부피%로 포함된 n-헥산 용액에 습윤겔을 첨가하고, 9시간에 한번씩 용액을 총 6 회 교체하였다. 표면이 소수성으로 개질된 습윤겔은 80℃ 오븐에서 24시간 동안 상압건조하여 구형 실리카 에어로겔 과립을 얻었다.

[0032] 실시예 2 ~ 4

[0033] 상기 실시예 1과 동일하게 실시하되, 계면활성제의 사용량을 2 mL(실시예 2), 3 mL(실시예 3), 5 mL(실시예 4)로 변경하여 구형 실리카 에어로겔 과립을 제조하였다. 구체적인 계면활성제의 사용량은 표 1과 같다.

[0034] 실시예 5 ~ 6

[0035] 상기 실시예 2과 동일하게 실시하되, n-헥산 용액의 교반속도를 400 rpm(실시예 5), 800 rpm(실시예 6)으로 변경하여 구형 실리카 에어로겔 과립을 제조하였다.

[0036] 물성평가

[0037] 실시예 1 ~ 6에서 제조한 구형 실리카 에어로겔 과립의 탭 밀도(tap density), 기공도(porosity), 기공부피, 평균 기공 지름 및 BET 표면적을 측정하고, 그 결과를 하기 표 1에 나타내었다. 탭 밀도와 기공도는 탭 밀도 측정기(TAP-2S, Logan Instruments Co.社)로 분석하였으며, 기공부피와 평균 기공 지름은 BJH(Barrett-Johner-Halendar) 이론에 의해 계산하였다. BET 표면적은 Micrometrics社의 ASAP 2010 기기를 이용하여 부분압 ($0.01 < p/p_0 < 1$)에 따라 흡착되는 질소 가스의 흡착량으로 분석하였다.

표 1

구분	실시예 1	실시예 2	실시예 3	실시예 4	실시예 5	실시예 6
계면활성제(mL)	1	2	3	5	2	2
교반속도(rpm)	600	600	600	600	400	800
탭 밀도(g/cm ³)	0.080	0.085	0.070	0.0946	0.086	0.085
기공도(%)	96.4	96.4	96.5	95.7	96.1	96.0
기공부피(cm ³ /g)	3.0	2.90	3.12	2.98	3.29	3.17
평균기공지름(nm)	11.0	11.0	11.6	10.8	12.3	11.9
BET표면적(m ² /g)	700	704	720	693	726	722

[0039] 상기 표 1에서 보이듯이, 탭 밀도, 기공도, 기공부피, 기공지름 및 BET 표면적은 각각 약 0.08 g/cm³, 96%, 3.0 cm³/g, 11 nm, 그리고 700 m²/g을 나타냄을 알 수 있다. 제조된 에어로겔 과립은 매우 높은 기공부피와 BET 표면적을 나타냄을 보여준다. 또한, 계면활성제는 안정되고 균일한 실리카졸 액적을 형성시키며, 계면활성제는 습윤겔화 및 실리카의 연결구조에 영향을 미치지 않았음을 알 수 있다.

[0040] 또한, 상기 실시예 1 ~ 6에서 제조한 구형 실리카 에어로겔 과립의 구조를 광학현미경 및 전계방출 주사전자현미경(FESEM, S-4200, Hitachi社)로 관찰하고 그 결과를 도 1 ~ 2에 나타내었다.

[0041] 도 1은 실시예 1 ~ 6(실시예 1(a), 실시예 2(b), 실시예 3(c), 실시예 4(d), 실시예 5(e), 실시예 6(f))의 광학현미경 관찰 사진이다. (a) ~ (d)의 결과로부터 계면활성제의 사용량이 증가할수록 과립의 크기는 감소함을 알 수 있다. 이는 n-헥산에 분산된 실리카졸 액적의 크기를 계면활성제의 사용량으로 조절할 수 있음을

보이는 결과이다. 또한, (b)와 (e)를 비교할 때, n-헥산 용액의 교반속도 역시 과립 크기에 영향을 미침을 알 수 있으나, 교반속도가 600 rpm 인 (b)와 800 rpm인 (f) 사이에 별다른 차이점이 나타나지 않음에 비추어, 교반속도를 일정속도 이상으로 올리더라도 효과상의 실익은 크지 않음을 알 수 있다.

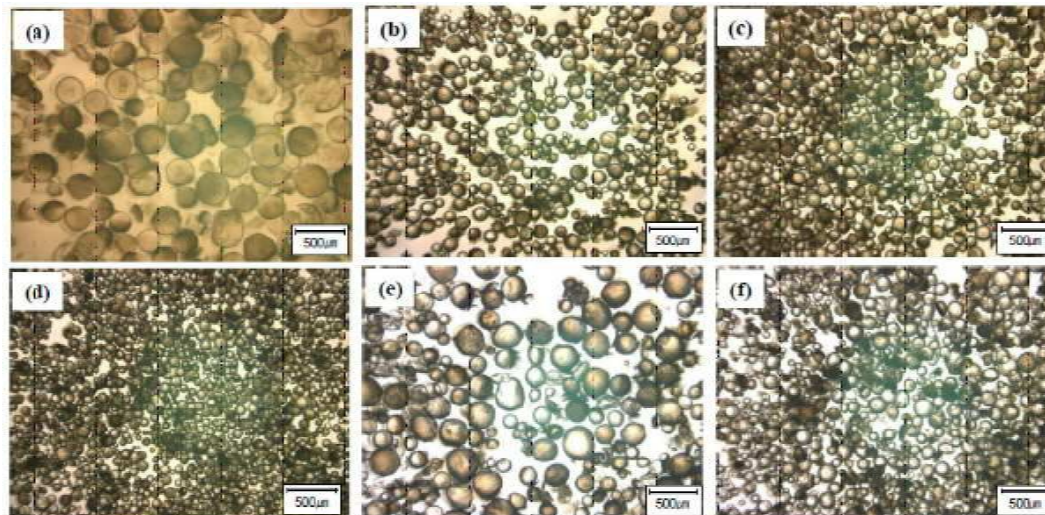
[0042] 도 2는 실시예 2 ~ 6(실시예 2(b), 실시예 3(c), 실시예 4(d), 실시예 5(e), 실시예 6(f))의 전계방출 주사전 자현미경 사진이다. 실시예 2 ~ 6의 모든 실리카 에어로겔 과립은 모두 기공도가 높은 3차원적인 연결구조를 가지고 있으며, 과립 및 기공구조가 균일하게 형성되었음을 알 수 있다.

[0043] 또한, 제조한 실시예 2 ~ 4(실시예 2(b), 실시예 3(c), 실시예 4(d))의 구형 실리카 에어로겔 과립의 FT-IR 스펙트라를 FT-IR 분광기(FTS-165, Bio-Rad社)를 사용하여 $400 \sim 4000 \text{ cm}^{-1}$ 의 파수(wave number)에서 분석하고, 이의 결과를 도 3에 나타내었다.

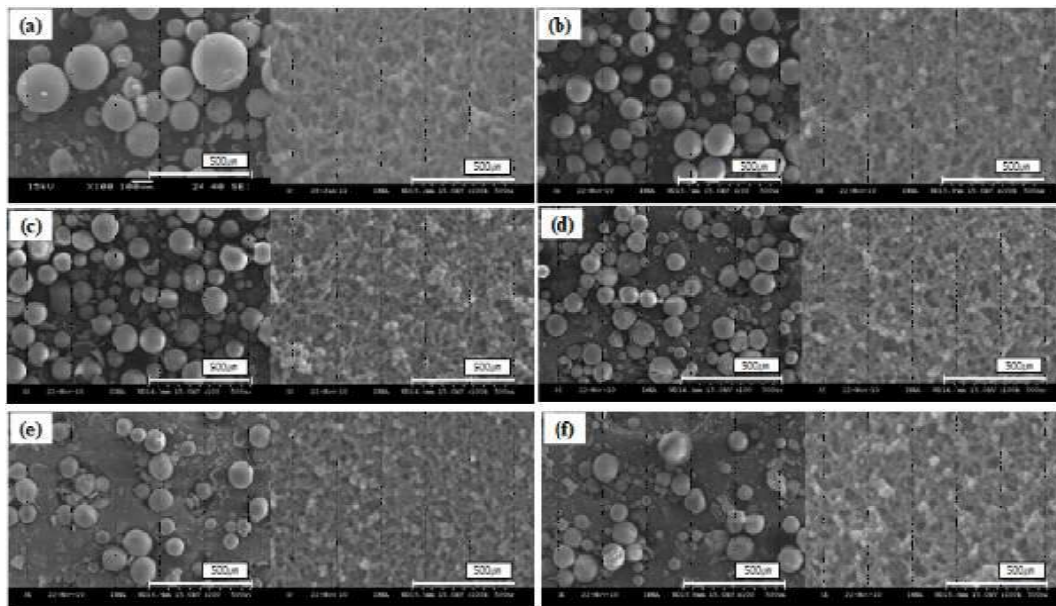
[0044] 표면을 소수성화하는 표면개질 과정을 통해 습윤겔 표면의 Si-OH 그룹이 트리메틸클로로실란의 Si-(CH₃)₃ 그룹과 반응하여 소수성인 Si-O-Si(CH₃)₃ 그룹을 형성하였음을 도 3으로부터 알 수 있다. 1100, 1220, 800, 그리고 460 cm^{-1} 부근에서 나타나는 흡수피크는 Si-O-Si 의 실리카 에어로겔 네트워크 구조를 나타낸다. 2900, 1260, 그리고 850 cm^{-1} 부근에서 나타나는 흡수피크는 트리메틸클로로실란에 의해 개질된 Si-CH₃ 말단을 나타낸다. Si-CH₃ 그룹의 피크는 표면개질제의 함량 변화에 영향을 받지 아니하였다. 이는 표면개질제가 에어로겔의 소수성화 과정에 영향을 미치지 않음을 보이는 결과이다. 또한, 도 3에서는 Si-OH 결합에 의한 흡수피크가 나타나지 않았는데, 이는 트리메틸클로로실란에 의해 에어로겔의 표면이 완벽하게 소수성화 되었음을 보여준다.

도면

도면1



도면2



도면3

