

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第6930985号
(P6930985)

(45) 発行日 令和3年9月1日 (2021.9.1)

(24) 登録日 令和3年8月16日 (2021.8.16)

(51) Int. Cl.	F I
B 2 9 C 44/22 (2006.01)	B 2 9 C 44/22
C 0 8 J 9/40 (2006.01)	C 0 8 J 9/40 C E S
B 3 2 B 5/32 (2006.01)	C 0 8 J 9/40 C E W
B 2 9 C 67/20 (2006.01)	B 3 2 B 5/32
B 2 9 K 105/04 (2006.01)	B 2 9 C 67/20 R
請求項の数 19 (全 37 頁) 最終頁に続く	

(21) 出願番号	特願2018-539069 (P2018-539069)	(73) 特許権者	391028362
(86) (22) 出願日	平成29年1月26日 (2017.1.26)		ダブリュ.エル.ゴア アンド アソシエ
(65) 公表番号	特表2019-512022 (P2019-512022A)		イツ, インコーポレイティド
(43) 公表日	令和1年5月9日 (2019.5.9)		W. L. GORE & ASSOCIA
(86) 国際出願番号	PCT/US2017/015180		T E S, I N C O R P O R A T E D
(87) 国際公開番号	W02017/132409		アメリカ合衆国, デラウェア 1 9 7 1 1
(87) 国際公開日	平成29年8月3日 (2017.8.3)		, ニューアーク, ペーパー ミル ロード
審査請求日	平成30年8月15日 (2018.8.15)		5 5 5
(31) 優先権主張番号	62/287, 762	(73) 特許権者	506229844
(32) 優先日	平成28年1月27日 (2016.1.27)		アスペン エアロゲルズ, インコーポレイ
(33) 優先権主張国・地域又は機関	米国 (US)		ティド
(31) 優先権主張番号	15/417, 062		アメリカ合衆国, マサチューセッツ 0 1
(32) 優先日	平成29年1月26日 (2017.1.26)		5 3 2, ノースボロー, フォーブス ロー
(33) 優先権主張国・地域又は機関	米国 (US)		ド 3 0, ビルディング ビー
		最終頁に続く	

(54) 【発明の名称】 絶縁構造

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

少なくとも1つの微多孔質層を含むスカフォールドと、
前記微多孔質層の複数の孔を通して伸びる少なくとも1つのモノリシックエーロゲル構造と、
を含み、

前記微多孔質層は、微多孔質フィルムであり、

前記微多孔質層は、300秒以下のガーレー数を含み、

前記少なくとも1つの微多孔質層は、延伸フルオロポリマーフィルム、延伸ポリエチレン (e P E) フィルム、または延伸ポリプロピレン (e P P) フィルムを含む、絶縁構造

10

【請求項 2】

少なくとも1つの微多孔質層および前記微多孔質層に隣接した少なくとも1つの多孔質層を含むスカフォールドと、

モノリシックエーロゲル構造と、

を含む、絶縁構造であって、

前記モノリシックエーロゲル構造の一部は、前記微多孔質層の少なくとも一部を通して伸び、そしてまた、前記隣接した多孔質層の少なくとも一部を通して伸び、

前記微多孔質層は、微多孔質フィルムであり、

前記微多孔質層は、300秒以下のガーレー数を含み、

20

前記少なくとも1つの微多孔質フィルムは、前記多孔質層より小さい孔サイズを有し、
前記少なくとも1つの微多孔質層は、延伸フルオロポリマーフィルム、延伸ポリエチレン（e P E）フィルム、または延伸ポリプロピレン（e P P）フィルムを含む、絶縁構造。

【請求項3】

前記スカフォールドは、多孔質層をさらに含み、および
前記モノリシックエーロゲル構造は、前記多孔質層の複数の孔を通して伸び
前記少なくとも1つの微多孔質フィルムは、前記多孔質層より小さい孔サイズを有し、
請求項1に記載の絶縁構造。

【請求項4】

前記多孔質層および前記微多孔質層は、第1の界面において相互に接触し、および
前記モノリシックエーロゲル構造は、前記第1の界面にわたって伸びる、請求項2または3に記載の絶縁構造。

【請求項5】

前記絶縁構造は、2つの微多孔質層を含み、
前記2つの微多孔質層は、前記多孔質層の反対側上で前記多孔質層に隣接しており、および
前記モノリシックエーロゲル構造は、前記多孔質層および両方の微多孔質層の複数の孔を通して伸びる、請求項3または4に記載の絶縁構造。

【請求項6】

前記多孔質層は、第1の界面における前記2つの微多孔質層の一方に接触し、
前記多孔質層は、第2の界面における前記2つの微多孔質層のもう一方に接触し、および
前記モノリシックエーロゲル構造は、前記第1の界面および第2の界面にわたって伸びる、請求項5に記載の絶縁構造。

【請求項7】

前記多孔質層は、連続気泡フォームを含む、請求項2～6のいずれか一項に記載の絶縁構造。

【請求項8】

前記連続気泡フォームは、網状ガラス質炭素フォーム、ポリウレタンフォーム、メラミンフォーム、ポリイミドフォーム、セラミックフォーム、または金属フォームを含む、請求項7に記載の絶縁構造。

【請求項9】

前記連続気泡フォームは、網状フォームである、請求項7に記載の絶縁構造。

【請求項10】

前記多孔質層は、テキスタイル層を含む、請求項2～9のいずれか一項に記載の絶縁構造。

【請求項11】

前記テキスタイル層は、織物、編物、または不織層を含む、請求項10に記載の絶縁構造。

【請求項12】

前記多孔質層は、300秒以下のガーレー数を有する、請求項2～11のいずれか一項に記載の絶縁構造。

【請求項13】

前記多孔質層は、フィラーを含む、請求項2～12のいずれか一項に記載の絶縁構造。

【請求項14】

前記フィラーは、ガラス微小球、セラミック微小球、またはポリエチレン微小球を含む、請求項13に記載の絶縁構造。

【請求項15】

前記微多孔質層は、0.03 μm ～210 μm の孔サイズを含む、請求項1～14のい

10

20

30

40

50

ずれか一項に記載の絶縁構造。

【請求項 1 6】

前記微多孔質層は、延伸ポリテトラフルオロエチレン（e P T F E）フィルムを含む、請求項 1 ～ 1 5 のいずれか一項に記載の絶縁構造。

【請求項 1 7】

前記 e P T F E フィルムは、ノード、小線維、および前記ノードと小線維との間のボイドを含む微細構造を有し、ならびに前記ボイドは、前記モノリシックエーロゲル構造によって少なくとも部分的に充填されている、請求項 1 6 に記載の絶縁構造。

【請求項 1 8】

前記モノリシックエーロゲル構造は、有機、無機またはハイブリッド有機無機材料を含む、請求項 1 ～ 1 7 のいずれか一項に記載の絶縁構造。

10

【請求項 1 9】

前記モノリシックエーロゲル構造は、シリカ、チタニア、ジルコニア、アルミナ、ハフニウム、イットリア、セリア、カーバイド、窒化物、これらの変形物またはそれらの組み合わせを含む、請求項 1 ～ 1 8 のいずれか一項に記載の絶縁構造。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0 0 0 1】

本願は、2 0 1 6 年 1 月 2 7 日出願の米国仮出願第 6 2 / 2 8 7 , 7 6 2 号明細書および 2 0 1 7 年 1 月 2 6 日出願の米国出願第 1 5 / 4 1 7 , 0 6 2 号明細書の優先権を主張し、参照により本明細書中にそのすべてを取り込む。

20

【0 0 0 2】

本開示は、概して、エーロゲル絶縁材料の分野、および特にスカフォールド内に含まれるエーロゲル材料を含む絶縁材料、関連した複合物構造、およびその製造方法に関する。

【背景技術】

【0 0 0 3】

エーロゲルは、相互接続構造の骨格を含む連続気泡を有するあるクラスの多孔質材料であり、骨格内に一体化された孔の対応するネットワーク、および気体、例えば空気から主になる孔のネットワーク内の間隙相を有する。エーロゲルは、典型的には低密度、高多孔度、高表面積、および小さい孔サイズによって特徴付けられる。エーロゲルは、それらの物理的特性および構造的特性によって他の多孔質材料と区別できる。

30

【0 0 0 4】

エーロゲル材料は、主としてそれらの低密度および非常に多孔質構造により優れた絶縁体である。エーロゲル材料は、典型的には約 1 0 0 n m 未満のスケールの非常に小さい孔を含む。エーロゲル構造は、典型的には壊れやすいが、改善された機械的な性能を達成するように補強されることができ、同時に有益な熱絶縁特性を維持する。エーロゲル材料はまた、多層構造の中へ取り込まれることができるが、しかし、エーロゲル材料は、脆くおよび取扱いが難しい場合がある。低密度エーロゲルの脆性は、生産および処理の間の大幅な厄介な問題を示す場合があり、これはこれらの材料の大スケール製造を著しく制限する場合がある。エーロゲルの脆性はまた、ちり、割れまたは構造的な劣化に関わることによるエーロゲルおよびエーロゲル含有材料の設備および用途を難しくし得る。

40

【0 0 0 5】

米国特許第 6 , 5 4 4 , 6 1 8 号明細書は、(a) 反射表面および反対の表面を有する第 1 の熱反射層、(b) 反射表面および反対の表面を有する第 2 の熱反射層、および (c) 第 1 の熱反射層と第 2 の熱反射層との間に位置する 2 0 μ m 以下の厚さを有する多孔質金属酸化物フィルムを有する絶縁複合物であって、第 1 の熱反射層と第 2 の熱反射層との間に実質的に直接の物理的接触（ヒートブリッジ）がないようになっている、絶縁複合物を記載する。同様に、米国特許出願公開第 2 0 0 3 / 0 0 0 3 2 8 4 号明細書は、少なくとも 1 つのエーロゲル含有層およびポリエチレンテレフタレート繊維を含む少なくとも 1 つの層を有する多層複合物を記載する。米国特許第 6 , 3 1 6 , 0 9 2 号明細書は、フィ

50

ルムに適用されたエーロゲル被膜を教示する。

【0006】

米国特許出願公開第2009/0029147号明細書は、補強されたエーロゲルモノリス、および種々の使用のためのそれらの補強された複合物を提供する。少なくとも1つの連続気泡フォーム構成部分および少なくとも1つのエーロゲルマトリックスを含む可撓性のエーロゲル連続気泡フォーム複合物が提供される。前記可撓性のエーロゲル連続気泡フォーム複合物の連続気泡フォーム構成部分は、50 μm 超の孔サイズを有するか、または連続気泡フォームは、粗気泡フォームである。

【0007】

米国特許出願公開第2007/0173157号明細書は、ポリマーシートに接着剤で固定されているその中に注入されたエーロゲル材料の連続マトリックスを含む少なくとも1つの繊維層を含む絶縁構造を対象にする。エーロゲルは、ポリマーシートが取り付けられている繊維層中に取り込まれる。繊維層は、絶縁構造から漏れ出るちりを減少させるために、材料例えばシリコン、ポリウレタン、またはアクリルでさらに被覆されている。

【0008】

米国特許第7, 118, 801号明細書は、エーロゲル粒子および大気条件で25 mW/mK以下の熱伝導度を有するポリテトラフルオロエチレンバインダーを含む材料を対象にする。フィラー粒子をほとんどまたはまったく与えないことを有する材料は成形可能であるか、または形成可能であり、および、例えば、2つの外側層の間で材料を結合させることによって、構造物、例えばテープまたは複合物に形成されることができる。これらの複合物は、大幅なちりまたは絶縁特性の損失なく、屈曲され、伸ばされ、曲げられることができる。

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0009】

従来技術の教示にもかかわらず、過度のエーロゲルちりが絶縁構造から漏れ出ることを可能にすることなく、良好な絶縁特性を提供するエーロゲル絶縁構造へのニーズが依然ある。

【課題を解決するための手段】

【0010】

範囲となる態様は、このサマリーではなく、請求項によって規定されている。このサマリーは、種々の形態の高レベルの概観であり、および下記の詳細な記載のセクションでさらに記載されている概念のいくつかを紹介する。このサマリーは、請求項に記載された主題の重要または必須の特徴を特定することを目的とせず、また請求項に記載された主題の範囲を決定するために分離して使用されることを目的としない。主題は、全明細書、いずれかのまたはすべての図、およびそれぞれの請求項の適当な部分を参照することによって理解されるであろう。

【0011】

本明細書中に開示されているのは、スカフォールドおよびスカフォールド内のモノリシックエーロゲル構造を含む絶縁構造である。いくつかの態様において、絶縁構造は、多層スカフォールド内に存在するモノリシックエーロゲル構造を有する多層スカフォールドを含む。いくつかの態様において、スカフォールドの層の少なくとも1つは、微多孔質である。

【0012】

本明細書中に提供されているのは、第1の複数の孔を有する少なくとも1つの微多孔質層を有するスカフォールド、および微多孔質層の複数の孔を通して伸びるモノリシックエーロゲル構造を含む絶縁構造である。

【0013】

一態様では、少なくとも1つの微多孔質層を含むスカフォールド、および微多孔質層の複数の孔を通して伸びる少なくとも1つのモノリシックエーロゲル構造を含む絶縁構造が

10

20

30

40

50

提供される。微多孔質層は、微多孔質フィルム、例えば延伸フルオロポリマーフィルム、延伸ポリテトラフルオロエチレン（e P T F E）フィルム、延伸ポリエチレン（e P E）フィルム、または延伸ポリプロピレン（e P P）フィルムである。一態様では、微多孔質層は、 $0.03\text{ }\mu\text{m}\sim 210\text{ }\mu\text{m}$ 、例えば、 $0.03\text{ }\mu\text{m}\sim 15\text{ }\mu\text{m}$ の孔サイズを含む。

【0014】

さらなる形態では、スカフォールドは、多孔質層をまた含むことができ、およびモノリシックエーロゲル構造は、多孔質層の複数の孔を通して伸びる。少なくとも1つの微多孔質フィルムは、多孔質層より小さい孔サイズを有する。一態様では、多孔質層は、300秒以下、例えば、50秒以下のガーレー数を有する。多孔質層は、連続気泡フォーム、例えば網状フォームであることができる。適した連続気泡フォームは、網状ガラス質炭素フォーム、ポリウレタンフォーム、メラミンフォーム、ポリイミドフォーム、セラミックフォーム、または金属フォームを含む。他の態様において、多孔質層は、テキスタイル層、例えば織物、不織または編物テキスタイルであることができる。

【0015】

一態様では、モノリシックエーロゲル構造は、有機、無機またはハイブリッド有機無機材料を含む。モノリシックエーロゲル構造は、シリカ、チタニア、ジルコニア、アルミナ、ハフニア、イットリア、セリア、カーバイド、窒化物、それらの変形物またはそれらの組み合わせを含むことができる。一態様では、モノリシックエーロゲル構造は、隣接した微多孔質および多孔質層との間の界面にわたって伸びる。

【0016】

別の態様では、少なくとも1つの微多孔質層を含むスカフォールド、例えば延伸フルオロポリマーフィルム、延伸ポリテトラフルオロエチレン（e P T F E）フィルム、延伸ポリエチレン（e P E）フィルム、または延伸ポリプロピレン（e P P）フィルム、および微多孔質層に隣接している少なくとも1つの多孔質層、例えばフォーム層またはテキスタイル層、およびエーロゲル構造を含む絶縁構造であって、エーロゲル構造の一部は、微多孔質層の少なくとも一部を通して伸びおよびまた隣接した多孔質層の少なくとも一部を通して伸びる、絶縁構造が提供される。

【0017】

一態様では、少なくとも1つの微多孔質層および少なくとも1つの多孔質層を含むスカフォールドと、エーロゲル構造と、を含む絶縁構造であって、少なくとも1つの微多孔質層は多孔質層の少なくとも片側上で多孔質層に隣接しており、エーロゲル構造の一部は、微多孔質層の少なくとも一部を通して伸び、およびまた多孔質層の少なくとも一部を通して伸びており、少なくとも1つの微多孔質層は、延伸ポリエチレン（e P E）フィルムを含む、絶縁構造が提供される。一態様では、e P Eフィルムは、 $0.03\text{ }\mu\text{m}\sim 210\text{ }\mu\text{m}$ 、例えば、 $0.03\text{ }\mu\text{m}\sim 15\text{ }\mu\text{m}$ の孔サイズを含む。

【0018】

さらなる態様では、少なくとも2つの微多孔質層および少なくとも1つの多孔質層を含むスカフォールドと、エーロゲル構造とを含む絶縁構造であって、2つの微多孔質層は、多孔質層の反対側上で多孔質層に隣接しており、エーロゲル構造の一部は、微多孔質層の少なくとも一部を通して伸びおよびまた多孔質層の少なくとも一部を通して伸び、少なくとも2つの微多孔質層は、延伸ポリテトラフルオロエチレン（e P T F E）フィルムを含む、絶縁構造が提供される。一態様では、e P T F Eフィルムは、 $0.03\text{ }\mu\text{m}\sim 210\text{ }\mu\text{m}$ 、例えば、 $0.03\text{ }\mu\text{m}\sim 15\text{ }\mu\text{m}$ の孔サイズを含む。

【図面の簡単な説明】

【0019】

添付図面は、開示のさらなる理解を提供するために含まれており、および態様を具体的に示すために本明細書中に取り込まれおよびその一部を構成する。記載と共に図は、本開示の原理を説明するのに役立つ。本明細書中において参照される添付図面の図は必ずしも実寸ではないが、本開示の種々の形態を具体的に示すように誇張されることができ、およびその点で、図は限定するものと理解されるべきではない。

【0020】

【図1】図1は、本明細書中に開示された態様によって、そこに配置されたモノリシックエーロゲル構造を含む微多孔質層のスcaffoldsの断面図である。

【0021】

【図2】図2は、本明細書中に開示された態様によって、そこに配置されたモノリシックエーロゲル構造を含む微多孔質層および多孔質層のスcaffoldsの断面図である。

【0022】

【図3】図3は、本明細書中に開示された態様によって、そこに配置されたモノリシックエーロゲル構造を含む多孔質層に接着された微多孔質層のスcaffoldsの断面図である。

10

【0023】

【図4】図4は、本明細書中に開示された態様によって、そこに配置されたモノリシックエーロゲル構造を含む微多孔質層および多孔質層のスcaffoldsの断面図である。

【0024】

【図5】図5は、多孔質層に隣接している微多孔質層のスcaffoldsであって、スcaffoldsが、本明細書中に開示された態様によって、そこに配置されたエーロゲル構造を含む、スcaffoldsの走査電子顕微鏡（SEM）画像である。

【0025】

【図6】図6は、多孔質層に隣接している2つの微多孔質層のスcaffoldsであって、スcaffoldsが、本明細書中に開示された態様によって、そこに配置されたエーロゲル構造を含む、スcaffoldsの走査電子顕微鏡（SEM）画像である。

20

【0026】

【図7】図7は、多孔質層に隣接している2つの微多孔質層のスcaffoldsであって、スcaffoldsが本明細書中に開示された態様によって、そこに配置されたエーロゲル構造を含み、およびエーロゲルがスcaffoldsの使用によって多少損傷した、スcaffoldsの走査電子顕微鏡（SEM）画像である。

【0027】

【図8】図8は、コンベアシステムを使用して、エーロゲル前駆体および補強シートから補強されたゲルシートを調製する方法を記載する。

【0028】

30

【図9】図9は、ゲルインロールシステムを使用してエーロゲル前駆体および補強シートから補強されたゲルシートを調製する方法を記載する。

【発明を実施するための形態】

【0029】

当業者は、本開示の種々の形態が、意図した機能を行うように構成された任意の数の方法および装置によって実現できることを容易に理解するであろう。

【0030】

定義

本開示の目的のために、「多孔質」または「多孔質材料」または「多孔質層」は、材料がそれにわたる差圧または差濃度に曝される場合（例えば、ゲル前駆体溶液を導入するプロセスの間）、層を通して流体（液体または気体）を送る能力を有するエーロゲルのための補強材料をいい、および300秒以下のガーレー数によって特徴付けられる。いくつかの態様において、本明細書中に記載された多孔質材料は、50秒以下、10秒以下、または1秒以下のガーレー数によって特徴付けられる。多孔質材料は、0.03 μm 以上の孔サイズによって、特徴付けられる。多孔質の用語は、ボイドの存在を示すが、材料内のボイドの具体的なサイズを示さない。例えば、多孔質は、微多孔質ポリマー材料と連続気泡フォーム材料との両方を含み、および本明細書中に記載された連続気泡フォーム材料は、概して微多孔質材料の孔より大きい孔、およびある場合には実質的により大きい孔を含む。本明細書中に記載された多孔質材料は、エーロゲルのための補強材料であり、したがって「多孔質」および「多孔質材料」は、本明細書中で使用される場合、エーロゲルを含み

40

50

ない。泡立ち点、平均流 (mean flow) 孔サイズ、液体入力 (entry) 圧力、多孔度測定、および SEM、マイクロ CT、または他のイメージングツールを用いた画像分析を含むがこれらに限られない孔サイズを測定するための多くの技術がある。孔の存在は、適切な倍率の使用ありまたはなしで決定でき、および孔を満たす材料を除去することによって任意選択的に決定できる。

【0031】

本開示の目的のために、「微多孔質」は、泡立ち点および 300 秒以下のガーレー数によって示されるような $0.03\text{ }\mu\text{m} \sim 210\text{ }\mu\text{m}$ の範囲の孔サイズによって特徴付けられる多孔質材料をいう。いくつかの態様において、本明細書中に記載された微多孔質材料は、 $0.03 \sim 115\text{ }\mu\text{m}$ 、例えば、 $0.03 \sim 15\text{ }\mu\text{m}$ または $0.03 \sim 0.6\text{ }\mu\text{m}$ の孔サイズを有することができる。いくつかの態様において、本明細書中に記載された微多孔質材料は、50 秒以下、例えば、10 秒以下、または 1 秒以下のガーレー数を有することができる。

10

【0032】

本開示の目的のために、「エーロゲル」または「エーロゲル材料」は、ゲルから形成されており、および相互接続構造の骨格を含み、骨格内に一体化された相互接続された孔の対応するネットワークを備え、分散された間隙媒体として空気などの気体を含む、乾燥した、固体材料をいい、エーロゲルに起因する以下の物理的および構造的な特性（窒素多孔度測定試験 (Nitrogen Porosimetry Testing) による）[(a) 平均細孔直径が約 $2\text{ nm} \sim 100\text{ nm}$ の範囲、(b) 多孔度が少なくとも 80% 以上、および (c) 表面積が少なくとも約 $20\text{ m}^2/\text{g}$ 以上] を特徴とする、固体材料をいう。したがって本開示のエーロゲル材料は、先の定義要素を満たす任意のエーロゲルまたは他の連続気泡化合物を含み、そうでなければ、キセロゲル、クリオゲル、アンビゲル (ambigel)、微多孔質材料などとして分類され得る化合物を含む。

20

【0033】

エーロゲル材料は、さらに (d) 細孔体積が約 2.0 mL/g 以上、好ましくは約 3.0 mL/g 以上、(e) 密度が約 0.50 g/cc 以下、好ましくは約 0.25 g/cc 以下、および (f) 全細孔体積の少なくとも 50% が、孔サイズが $2 \sim 50\text{ nm}$ の孔を有する孔を含む、という追加の特性により特徴付けられるが、エーロゲル材料としての化合物の特性評価のために、これらの追加の特性を満足することは要求されない。

30

【0034】

本開示の目的のために、「モノリシックエーロゲル構造」は、エーロゲル材料または配合物中に含まれるエーロゲルの（質量で）大部分が単一の相互接続されたエーロゲルナノ構造の形態である、エーロゲル材料をいう。モノリシックエーロゲル構造は、単一の相互接続されたゲルまたはエーロゲルナノ構造を有するように最初に形成されたが、非単一のエーロゲルナノ構造にその後に割れたか、割れ目があるかまたはセグメント化したエーロゲル材料を含む。モノリシックエーロゲル構造は、粒子状エーロゲル材料と区別される。用語「粒子状エーロゲル材料」は、エーロゲル材料中に含まれるエーロゲルの（質量で）大部分が粒子状、粒子、粒体、ビーズ、または粉末の形態であり、共に混合されるかまたは圧縮されることができるが、個々の粒子間で相互接続されたエーロゲルナノ構造を有さない、エーロゲル材料をいう。

40

【0035】

本開示の目的のために「スカフォールド」は、別の材料を収容できるボイドを有する任意の固体材料を含む担持構造をいう。本明細書中に記載されたスカフォールドは、エーロゲル材料のための補強材料、または補強相として機能する。例示的なスカフォールド構造は、フォーム、繊維、波形、ハニカム、ノードおよび／または小線維のネットワーク、および補強されたスカフォールド構造を含むがこれらに限られない。本明細書中に記載されたスカフォールドは、フォームおよび不織布を含むことができる。本明細書中に記載されたスカフォールドは、微多孔質材料、例えばポリマーフィルムをまた含むことができる。本明細書中に記載されたスカフォールドは、スカフォールド中のボイド空間内にエーロゲ

50

ルおよび任意選択的に他の材料を収容し、それによってこれらのエーロゲルまたは他の材料を含むか、または包含できるが、スカフォールド中に収容されたエーロゲルまたは他の材料は、スカフォールド自体の一部ではない。本明細書中に記載されたスカフォールドは、単一の補強材料を含むことができ、または、2種または3種以上の異なる補強材料を、例えば層状配置で含むことができる。1つの非限定の例として、本明細書中に記載されたスカフォールドは、ベース層（base layer）（例えばフォームまたはテキスタイルでできた多孔質層）および1つまたは2つ以上の表皮層（facing layer）（例えば微多孔質ポリマーフィルム）を含むことができる。スカフォールドが複数の層を含む場合、隣接した層は、それらの間の界面を画定できる。

【0036】

本開示の文脈内で、用語「表皮層」は、スカフォールドの微多孔質層をいう。いくつかの態様において、表皮層は、フィルムである。表皮層は、多孔質層またはベース層に隣接している。いくつかの態様において、表皮層は、隣接した多孔質層より薄い。本明細書中に記載されたように、表皮層は、スカフォールド中に含まれるエーロゲル中のちりを減少させる。いくつかの態様において、表皮層は、最も外側の層であり、および環境に曝される1つの表面を有することができる。他の態様において、ベース層と反対の表皮層の表面上にさらなる層があることができ、および表皮層は、内側層と理解される。

【0037】

本開示の文脈内で、用語「フォーム（foam）」は、相互接続構造を含み、相互接続された孔または材料中に一体化された独立した孔の集合体の対応するネットワークを有し、および材料の孔内に分散した媒体として気体、例えば空気を含む、材料をいう。いくつかの態様において、本明細書中に記載されたフォームは、300 μm 超の平均孔直径を有する。いくつかの態様において、本明細書中に記載されたフォームは、高分子フォーム、セラミックフォーム、または金属フォームである。あるいは用語「フォーム」は、体積で高比率の気体が気泡の形態で、液体、固体、またはゲル中に分散されている分散液によって形成された多孔質固体を含む材料をいうことができ、この気泡は、しばしば固体粒子または可溶性物質によって安定化される。一般にフォームは、多種多様な方法を用いて作成することができ、例えば、米国特許第6、147、134号明細書、5、889、071号明細書、6、187、831号明細書、および5、229、429号明細書を参照されたい。

【0038】

フォーム骨格内の孔は、「気泡（cell）」と呼ぶこともできる。気泡は、気泡壁または気泡膜によって分けられ、フォーム内に独立した閉じた孔の集まりを形成する。用語「独立気泡フォーム」は、細孔体積の少なくとも50%が、膜または壁によって囲まれた閉じ込められた気泡であるフォーム材料をいう。フォーム内の気泡は、気泡開口部を介して相互接続されて、フォーム内に相互接続された開いた孔（open pore）のネットワークを形成することもできる。用語「連続気泡フォーム」は、細孔体積の少なくとも50%が連続気泡であるフォーム材料をいう。連続気泡フォームは、網状連続気泡フォーム、非網状連続気泡フォーム、またはこれらの組み合わせを含むことができる。網状フォームは、フォーム材料内の気泡膜を除去または穿刺する網状化プロセスによって生成される連続気泡フォームである。網状フォームは、典型的には非網状フォームよりも高濃度の連続気泡を有する。一般にフォーム材料は、完全に1種類の気泡構造（連続気泡または独立気泡）を有してはいない。フォームは、米国特許第6147134号明細書、第5889071号明細書、第6187831号明細書、第5229429号明細書、第4454248号明細書、および米国特許出願第20070213417号明細書に提示されているフォーム製造プロセスを含む広範囲のプロセスを用いて製造することができる。

【0039】

本開示の文脈内で、用語「再結合（rebonded）フォーム」は、フォーム材料（しばしば製造スクラップ）の粒子または小片の集合体を一緒に接着するプロセスから生じるフォームをいう。様々な接着剤および結合プロセスを使用することができ、使用される

10

20

30

40

50

フォームは、再結合の前に粉碎または細断することができる。フォームは、さもないければ無駄になるであろうフォームの使用によって、コストを下げる方法として再結合され得る。再結合されたフォームの典型的な用途は、カーペットの下敷きである。

【0040】

本開示の目的のために、「フィルム」は、ポリマーまたはコポリマーでできた実質的に連続的な、相互接続されたシート状の構造物をいう。フィルムは、本明細書中で使用される場合、膜を含むことができる。フィルムは、本明細書中で使用される場合、複数の層を含むことができる。

【0041】

本開示の文脈内で、用語「革新的な処理および抽出技術」は、ゲルの骨格構造に対して少ない細孔崩壊および少ない収縮を引き起こす様式で、湿潤ゲル材料中の液体間隙層を空気などの気体で置換する方法をいう。周囲圧力による蒸発などの乾燥技術は、しばしば、蒸発または除去される間隙相の液体-蒸気界面で、強い毛細管圧力および他の物質移動制限を招く。液体の蒸発または除去によって生成される強い毛細管力は、ゲル材料内で著しい細孔収縮および骨格崩壊を引き起こし得る。液体間隙相の抽出中に革新的な処理および抽出技術を使用することにより、液相抽出中にゲルの孔および骨格に及ぼす毛細管力の悪影響が低減される。

【0042】

特定の実施態様において、革新的な処理および抽出技術は、湿潤ゲル材料から液体間隙層を抽出するために、臨界近傍流体若しくは超臨界流体、または臨界近傍条件若しくは超臨界条件を使用する。これは、液体または液体混合物の臨界点の近くまたは上のゲルから、液体間隙相を除去することによって達成することができる。共溶媒および溶媒交換を使用して、臨界近傍流体または超臨界流体抽出プロセスを最適化することができる。

【0043】

本開示の文脈内で、用語「骨格」または「骨格構造」は、ゲルまたはエーロゲルの固体構造を形成する相互接続されたオリゴマー、ポリマー、またはコロイド粒子のネットワークをいう。骨格構造を構成するポリマーまたは粒子は、典型的には約100オングストロームの直径を有する。しかし本開示の骨格構造は、ゲルまたはエーロゲル内で固体構造を形成する全ての直径サイズの相互接続されたオリゴマー、ポリマー、またはコロイド粒子のネットワークを含むこともできる。さらに用語「シリカ系エーロゲル」または「シリカ系骨格」は、シリカが、ゲルまたはエーロゲル内で固体骨格構造を形成する少なくとも50重量%のオリゴマー、ポリマー、またはコロイド粒子を含むエーロゲル骨格をいう。

【0044】

本発明の文脈内で、用語「湿潤ゲル」は、相互接続された孔のネットワーク内の移動性間隙層が、主に従来の溶媒などの液相、液体の二酸化炭素などの液化ガス、またはこれらの組み合わせを含むゲルをいう。エーロゲルは典型的には、湿潤ゲル中の移動性間隙液相を空気で置換して乾燥ゲルを生成するために、湿潤ゲルの初期生成、その後の革新的処理および抽出を必要とする。湿潤ゲルの例としては、特に限定されるものではないが、アルコゲル、ヒドロゲル、ケトゲル、カーボノゲル、および当業者に公知の他の任意の湿潤ゲルが挙げられる。

【0045】

本発明の文脈内で、用語「添加剤」または「添加要素」は、エーロゲルの製造前、製造中、または製造後のいずれかに、エーロゲルに添加することができる材料をいう。添加剤は、エーロゲルの望ましい特性を改変または改善するために、またはエーロゲルの望ましくない特性を打ち消すために添加することができる。添加剤は典型的には、ゲル化前またはゲル化中のいずれかでエーロゲル材料に添加される。添加剤の例には、特に限定されるものではないが、マイクロファイバー、充填剤、補強剤、安定剤、増粘剤、弾性化合物、不透明剤、着色若しくは色素形成化合物、放射線吸収化合物、放射線反射化合物、腐食防止剤、熱伝導性成分、相変化材料、pH調節剤、レドックス調節剤、HCN緩和剤、オフガス緩和剤、電導性化合物、電気絶縁化合物、磁性化合物、レーダー遮断成分、硬化剤、

10

20

30

40

50

収縮抑制剤、および当業者に知られている他のエーロゲル添加剤を含む。添加剤の他の例には、煙抑制剤および消火剤が含まれる。公開された米国特許出願第20070272902A1号明細書（段落[0008]および[0010]～[0039]）は、煙抑制剤および消火剤の教示を含み、個別に引用された段落に従って本明細書に取り込まれる。

【0046】

本開示の文脈内で、用語「可撓性の」および「可撓性」は、エーロゲル材料または配合物が、マクロ構造の破壊なしに曲げられるかまたは撓む能力をいう。好ましくは本開示の絶縁構造は、肉眼で見える破壊を伴わずに少なくとも5°、少なくとも25°、少なくとも45°、少なくとも65°、または少なくとも85°曲げることができ、および／または、肉眼で見える破壊を伴わずに4フィート未満、2フィート未満、1フィート未満、6インチ未満、3インチ未満、2インチ未満、1インチ未満、または1/2インチ未満の曲げ半径を有する。同様に用語「高度に可撓性の」または「高い可撓性」は、肉眼で見える破壊を伴わずに、少なくとも90°に曲げることができ、および／または1/2インチ未満の曲げ半径を有するエーロゲル材料または配合物をいう。さらに用語「分類された可撓性の」および「可撓性として分類された」は、ASTM分類基準C1101（ASTM International、West Conshohocken、PA）に従って可撓性として分類できるエーロゲル材料または配合物をいう。

10

【0047】

本発明のエーロゲル材料または配合物は、可撓性、高度に可撓性、および／または分類された可撓性であり得る。本発明のエーロゲル材料または配合物は、ドレープ性であり得る。本発明の文脈内で、用語「ドレープ性の」および「ドレープ性」は、エーロゲル材料または配合物が、肉眼で見える破壊を伴わずに、約4インチ以下の曲率半径で90°以上に曲げられまたは屈曲される能力をいう。本発明のエーロゲル材料または配合物は好ましくは可撓性であり、従ってこの配合物は非剛性であり、3次元の表面または物体に適用およびならうことができるか、または設置または適用を単純化するために様々な形状および構成に予め形成され得るようになっている。

20

【0048】

本開示の文脈内で、用語「弾力性の」および「弾力性」は、エーロゲル材料または配合物が、圧縮、屈曲、または曲げによる変形後に、元の形状または寸法に少なくとも部分的に回復する能力をいう。弾力性は完全でも部分的であってもよく、回復パーセントの観点から表現されてもよい。本開示のエーロゲル材料または配合物は、変形後の元の形状または寸法への回復が、好ましくは25%超、50%超、60%超、70%超、75%超、80%超、85%超、90%超、または95%超の弾力性を有する。同様に用語「分類された弾力性」および「弾力性として分類される」は、ASTM分類標準C1101（ASTM International、West Conshohocken、PA）に従って、弾力的柔軟性として分類され得る本開示のエーロゲル材料または配合物をいう。

30

【0049】

本開示の文脈内で、用語「自己支持性」は、主にエーロゲルの物理的性質および絶縁構造中の任意の補強相に基づいて、可撓性および／または弾力性になるエーロゲル材料または配合物の能力をいう。本開示の自己支持性エーロゲル材料または配合物は、材料に可撓性および／または弾力性を提供する下地基板に依存するコーティングなどの他のエーロゲル材料と区別することができる。

40

【0050】

本開示の文脈内で、用語「収縮」は、1) 乾燥エーロゲル材料または配合物の測定された最終密度とゾルゲル前駆体溶液中の固形分から計算された目標密度との差の、2) ゾルゲル前駆体溶液中の固形分から計算された目標密度、に対する比をいう。収縮率は以下の式により計算することができる：収縮率 = [最終密度 (g/cm³) - 目標密度 (g/cm³)] / [目標密度 (g/cm³)]。好ましくは本開示のエーロゲル材料の収縮率は、50%以下、25%以下、10%以下、8%以下、6%以下、5%以下、4%以下、3%以下、2%以下、1%以下、0.1%以下、約0.01%以下、またはこれらの値の任

50

意の2つの間の範囲である。

【0051】

本開示の文脈内で、用語「熱伝導度」および「TC」は、2つの表面の間で温度差がある、材料または配合物のいずれかの側の2つの表面の間で熱を伝達する材料または配合物の能力の測定値をいう。熱伝導度は、単位時間当たりおよび単位表面積当りで伝達された熱エネルギーを温度差で割ったものとして具体的に測定される。熱伝導度は、 $\text{mW}/\text{m} \times \text{K}$ （ミリワット／メートル×ケルビン）としてSI単位で記録されることができる。材料の熱伝導度は、当該分野で公知の方法により、例えば、特に限定されるものではないが、熱流計装置による定常状態の熱伝達特性の試験方法（ASTM C518、ASTM International、West Conshohocken、PA）、保護熱板装置による定常熱流束測定および熱伝達特性の試験方法（ASTM C177、ASTM International、West Conshohocken、PA）、パイプ断熱材の定常熱伝達特性の試験方法（ASTM C335、ASTM International、West Conshohocken、PA）、薄いヒーターの熱伝導度試験（ASTM C1114、ASTM International、West Conshohocken、PA）、保護されたホットプレートおよび熱流量計法による熱抵抗の測定（EN 12667、British Standards Institution、United Kingdom）、または定常状態熱抵抗および関連特性の測定—保護されたホットプレート装置の決定（ISO 8203、International Organization for Standardization、Switzerland）により決定できる。本開示の文脈内で、熱伝導度の測定値は、特に別の指定がなければ、ASTM C177またはC518基準に従って、約37.5℃の温度で大気圧下約2psiの圧縮で得られる。好ましくは本開示のエーロゲル材料または配合物の熱伝導度は、約50mW/mK以下、約40mW/mK以下、約30mW/mK以下、約25mW/mK以下、約20mW/mK以下、約18mW/mK以下、約16mW/mK以下、約14mW/mK以下、約12mW/mK以下、約10mW/mK以下、約5mW/mK以下、またはこれらの値の任意の2つの間の範囲内である。

【0052】

本開示の文脈内で、用語「密度」は、エーロゲル材料または配合物の単位体積当たりの質量の測定値をいう。用語「密度」は、一般にエーロゲル材料の真密度、および絶縁構造の嵩密度をいう。密度は、典型的には kg/m^3 または g/cc として記録される。エーロゲル材料または配合物の密度は、当該分野で公知の方法、例えば、特に限定されるものではないが、予め形成されたブロックおよびボード型断熱材の寸法および密度の標準試験方法（ASTM C303、ASTM International、West Conshohocken、PA）、ブランケットまたはバット断熱材の厚さおよび密度の標準試験方法（ASTM C167、ASTM International、West Conshohocken、PA）、または予め形成されたパイプ断熱材の見掛け密度の測定（ISO 18098、International Organization for Standardization、Switzerland）により決定することができる。本開示の文脈内で、密度測定値は、特に別の指定がなければ、ASTM C167またはC303基準に従って得られる。好ましくは本開示のエーロゲル材料または配合物の密度は、約0.60g/cc以下、約0.50g/cc以下、約0.40g/cc以下、約0.30g/cc以下、約0.25g/cc以下、約0.20g/cc以下、約0.18g/cc以下、約0.16g/cc以下、約0.14g/cc以下、約0.12g/cc以下、約0.10g/cc以下、約0.05g/cc以下、約0.01g/cc以下、またはこれらの値の任意の2つの間の範囲である。

【0053】

本開示の文脈内で、用語「疎水性」は、エーロゲル材料または配合物が水をはじく能力の測定値をいう。エーロゲル材料または配合物の疎水性は、液体である水の摂取量によ

て表すことができる。本開示の文脈内で、用語「液体である水の摂取量」は、液体である水を吸収するかまたはそうでなければ保持する、エーロゲル材料または配合物の可能性の測定値をいう。液体である水の摂取は、ある測定条件下で液体である水に曝されたときに、エーロゲル材料または配合物によって吸収されるかまたはそうでなければ保持される水のパーセント（重量パーセントまたは体積パーセント）で表すことができる。エーロゲル材料または配合物の液体である水の摂取量は、当該分野で公知の方法により、例えば、特に限定されるものではないが、繊維ガラス絶縁体の水分保持（撥水性）特性を決定するための標準試験方法（ASTM C1511、ASTM International、West Conshohocken、PA）、断熱材の浸漬による吸水の標準試験方法（ASTM C1763、ASTM International、West Conshohocken、PA）、建築用断熱製品：部分浸漬による短時間吸水の決定（EN 1609、British Standards Institution、United Kingdom）により測定することができる。

10

【0054】

本開示の文脈内で、液体である水の摂取量の測定値は、特に別の指定がなければ、ASTM C1511規格に従って、周囲圧力および温度下で得られる。いくつかの態様において、好ましくは本開示のエーロゲル材料または配合物のASTM C1511による液体である水の摂取量は、約100重量%以下、約80重量%以下、約60重量%以下、約50重量%以下、約40重量%以下、約30重量%以下、約20重量%以下、約15重量%以下、約10重量%以下、約8重量%以下、約3重量%以下、約2重量%以下、約1重量%以下、約0.1重量%以下、またはこれらの値のいずれか2つの間の範囲であることができる。いくつかの態様において、本開示のエーロゲル材料または配合物のASTM C1763による液体である水の摂取量は、約100重量%以下、約80重量%以下、約60重量%以下、約50重量%以下、約40重量%以下、約30重量%以下、約20重量%以下、約15重量%以下、約10重量%以下、約8重量%以下、約3重量%以下、約2重量%以下、約1重量%以下、約0.1重量%以下、またはこれらの値のいずれか2つの間の範囲であることができる。別のエーロゲル材料または配合物と比較して改善された液体である水の摂取量を有するエーロゲル材料または配合物は、参照エーロゲル材料または配合物と比較して、より低いパーセントの液体である水の摂取量／保持量を有するであろう。

20

30

【0055】

エーロゲル材料または配合物の疎水性は、材料の表面との界面における水滴の平衡接触角を測定することによって表すことができる。いくつかの態様において、本開示のエーロゲル材料または配合物の水接触角は、約90°以上、約120°以上、約130°以上、約140°以上、約150°以上、約160°以上、約170°以上、約175°以上、またはこれらの値のうちの任意の2つの間の範囲内である。

【0056】

エーロゲルは相互接続構造の骨格として記載され、これは、最も一般的には、相互接続されたオリゴマー、ポリマー、またはコロイド粒子からなる。エーロゲル骨格は、無機前駆体材料（例えば、シリカ系エーロゲルを製造するのに使用される前駆体）、有機前駆体材料（例えば、炭素系エーロゲルを製造するのに使用される前駆体）、ハイブリッド無機／有機前駆体、およびこれらの組み合わせを含む範囲の前駆体材料から作成することができる。本発明の文脈内で、用語「アマルガムエーロゲル」は、2つ以上の異なるゲル前駆体の組み合わせから生成されるエーロゲルをいう。

40

【0057】

無機エーロゲルは、一般に金属酸化物または金属アルコキシド材料から形成される。金属酸化物または金属アルコキシド材料は、酸化物を形成することができる任意の金属の酸化物またはアルコキシドをベースとすることができる。このような金属には、特に限定されるものではないが、ケイ素、アルミニウム、チタン、ジルコニウム、ハフニウム、イットリウム、バナジウム、セリウムなどが含まれる。無機シリカエーロゲルは、従来、シリ

50

カ系アルコキシド（例えば、テトラエトキシシラン）の加水分解および縮合により、またはケイ酸若しくは水ガラスのゲル化により製造されている。シリカ系エーロゲル合成のための他の関連する無機前駆体材料には、特に限定されるものではないが、ケイ酸ナトリウムまたはケイ酸カリウムなどの金属ケイ酸塩、アルコキシシラン、部分加水分解アルコキシシラン、テトラエトキシシラン（TEOS）、部分加水分解TEOS、TEOSの縮合ポリマー、テトラメトキシシラン（TMOS）、部分加水分解TMOS、TMOSの縮合ポリマー、テトラ-*n*-プロポキシシラン、テトラ-*n*-プロポキシシランの部分加水分解および／または縮合ポリマー、ポリエチル珪酸塩、部分加水分解ポリエチル珪酸塩、モノマーアルキルアルコキシシラン、ビス-トリアルコキシアルキル若しくはアリールシラン、多面体シルセスキオキサン、またはこれらの組み合わせが挙げられる。

10

【0058】

本発明の1つの実施態様において、約1.9～2の水／シリカ比で加水分解されるSilbond H-5（SBH5、Silbond Corp）などの予備加水分解されたTEOSは、市販されているまま使用するか、またはさらに加水分解された後にゲル化プロセスに組み込まれることができる。ポリエチルケイ酸塩（Silbond 40）またはポリメチルケイ酸塩などの部分的に加水分解されたTEOSまたはTMOSも、市販されているまま使用するか、またはさらに加水分解された後にゲル化プロセスに組み込まれることができる。

【0059】

無機エーロゲルはまた、安定性および疎水性などのゲル中にある性質を付与または改善することができるアルキル金属アルコキシド、シクロアルキル金属アルコキシド、およびアリール金属アルコキシドなどの、少なくとも1つの疎水性基を含むゲル前駆体を含むことができる。無機シリカエーロゲルは、具体的にはアルキルシランまたはアリールシランなどの疎水性前駆体を含むことができる。疎水性ゲル前駆体は、ゲル材料の骨格を形成するための第一前駆体材料として使用することができる。しかし疎水性ゲル前駆体は、より一般的にはアマルガムエーロゲルの形成において、単純な金属アルコキシドと組み合わせて共前駆体として使用される。シリカ系エーロゲル合成の疎水性無機前駆体材料には、特に限定されるものではないが、トリメチルメトキシシラン[TMS]、ジメチルジメトキシシラン[DMS]、メチルトリメトキシシラン[MTMS]、トリメチルエトキシシラン、ジメチルジエトキシシラン[DMDS]、メチルトリエトキシシラン[MTEs]、エチルトリエトキシシラン[ETES]、ジエチルジエトキシシラン、エチルトリエトキシシラン、プロピルトリメトキシシラン、プロピルトリエトキシシラン、フェニルトリメトキシシラン、フェニルトリエトキシシラン[PhTES]、ヘキサメチルジシラザン、およびヘキサエチルジシラザンなどが挙げられる。

20

30

【0060】

エーロゲルはまた、疎水性を付与または改善するために処理されてもよい。疎水性処理は、ゾルゲル溶液に、液相抽出前の湿潤ゲルに、または液相抽出後のエーロゲルに適用することができる。疎水性処理は、シリカエーロゲルなどの金属酸化物エーロゲルの製造において、特に一般的である。ゲルの疎水性処理の例は、以下に詳細に、具体的にはシリカ湿潤ゲルを処理する状況で論じられる。しかし、本明細書で提供される具体例および例示は、本発明の範囲を任意の特定のタイプの疎水性処理手順またはエーロゲル基材に限定することを意図するものではない。本発明は、当業者に知られている任意のゲルまたはエーロゲル、ならびにエーロゲルの疎水性処理の関連方法を、湿潤ゲル形態または乾燥エーロゲル形態のいずれかで、含むことができる。

40

【0061】

疎水性処理は、ゲル上のヒドロキシ部分、例えばシリカゲルの骨格上に存在するシラノール基（Si-OH）を疎水化剤の官能基と反応させることによって実施できる。得られる反応は、シラノール基および疎水化剤をシリカゲルの骨格上の疎水性基に転化する。疎水化剤化合物は、 R_NMX_{4-N} （疎水化剤）+MOH（シラノール）→ $MOMR_N$ （疎水性基）+HXの反応により、ゲル上のヒドロキシル基と反応することができる。疎水性

50

処理は、シリカゲルの外側マクロ表面上、およびゲルの多孔質ネットワーク内の内側孔表面上の両方で起こり得る。

【0062】

ゲルは、疎水化剤と、疎水化剤が可溶性でありおよび湿潤ゲル中のゲル溶媒と混和性である任意選択的な疎水性処理溶媒との混合物中に浸漬することができる。メタノール、エタノール、イソプロパノール、キシレン、トルエン、ベンゼン、ジメチルホルムアミド、およびヘキサンなどの溶媒を含む広範囲の疎水性処理溶媒を使用することができる。液状または気体状の疎水化剤をゲルと直接接触させて、疎水性を付与することもできる。

【0063】

疎水性処理プロセスは、疎水化剤が湿潤ゲルに浸透するのを助けるための混合または攪拌を含むことができる。疎水性処理プロセスはまた、処理反応をさらに促進し最適化するために、温度およびpHなどの他の条件を変えることを含むことができる。反応が完了した後、湿潤ゲルを洗浄して未反応の化合物および反応副生成物を除去する。

【0064】

エーロゲルの疎水性処理のための疎水化剤は、一般に、式 R_NMX_{4-N} の化合物であり、ここで、Mは金属であり、Rは、 CH_3 、 CH_2CH_3 、 C_6H_6 、または同様の疎水性アルキル、シクロアルキル、若しくはアリアル部分などの疎水性基であり、Xはハロゲン、通常はClである。疎水化剤の具体例には、特に限定されるものではないが、トリメチルクロロシラン [TMC S]、トリエチルクロロシラン [TEC S]、トリフェニルクロロシラン [TPC S]、ジメチルクロロシラン [DMC S]、ジメチルジクロロシラン [DMD C S] などが含まれる。疎水化剤はまた、式： $Y(R_3M)_2$ であってもよく、ここで、Mは金属であり、YはNHまたはOなどの架橋基であり、Rは、 CH_3 、 CH_2CH_3 、 C_6H_6 などの疎水性基、または同様の疎水性アルキル、シクロアルキル、若しくはアリアル部分である。このような疎水化剤の具体例には、特に限定されるものではないが、ヘキサメチルジシラザン [HMD Z] およびヘキサメチルジシロキサン [HMD S O] が含まれる。疎水化剤はさらに、式 R_NMV_{4-N} の化合物をさらに含むことができ、ここで、Vは、ハロゲン以外の反応性基または離脱基である。このような疎水化剤の具体例には、特に限定されるものではないが、ビニルトリエトキシシランおよびビニルトリメトキシシランが含まれる。

【0065】

有機エーロゲルは、一般に、炭素系ポリマー前駆体から形成される。このようなポリマー材料は、レゾルシノールホルムアルデヒド (RF)、ポリイミド、ポリアクリレート、ポリメチルメタクリレート、アクリレートオリゴマー、ポリオキシアルキレン、ポリウレタン、ポリフェノール、ポリブタジエン、トリアルコキシシリル末端ポリジメチルシロキサン、ポリスチレン、ポリアクリロニトリル、ポリフルフルール、メラミンホルムアルデヒド、クレゾールホルムアルデヒド、フェノールフルフルール、ポリエーテル、ポリオール、ポリイソシアネート、ポリヒドロキシベンゼン、ポリビニルアルコールジアルデヒド、ポリシアヌレート、ポリアクリルアミド、種々のエポキシ、寒天、アガロース、キトサン、およびこれらの組合せを含むがこれらに限定されない。一例として、有機RFエーロゲルは、典型的にはアルカリ条件下でレゾルシノールまたはメラミンとホルムアルデヒドとのゾルゲル重合から製造される。

【0066】

有機／無機ハイブリッドエーロゲルは、主にオルモシル（有機修飾シリカ）エーロゲルからなる。これらのオルモシル材料には、シリカネットワークに共有結合した有機成分が含まれる。オルモシルは、典型的には有機修飾シラン $R-Si(OX)_3$ と従来のアルコキシド前駆体 $Y(OX)_4$ との加水分解および縮合によって形成される。これらの式において、Xは、例えば CH_3 、 C_2H_5 、 C_3H_7 、 C_4H_9 を表すことができ、Yは、例えばSi、Ti、Zr、またはAlを表すことができ、Rは、メチル、エチル、プロピル、ブチル、イソプロピル、メタクリレート、アクリレート、ビニル、エポキシドなどの任意の有機断片であってもよい。オルモシルエーロゲル中の有機成分は、シリカネットワー

10

20

30

40

50

ク全体に分散されていても、シリカネットワークに化学的に結合していてもよい。

【0067】

本発明の文脈内で、用語「オルモシル」は、「オルモサー」と呼ばれることもある前述の材料および他の有機修飾セラミックスを包含する。オルモシルはしばしばコーティングとして使用され、ここで、オルモシルフィルムは、例えばゾルゲルプロセスを介して基体材料上に注がれる。本発明の他の有機無機ハイブリッドエーロゲルの例には、特に限定されるものではないが、シリカーポリエーテル、シリカーPMMA、シリカーキトサン、炭化物、窒化物、および上記有機および無機エーロゲル形成化合物の他の組み合わせが含まれる。公開された米国特許出願第20050192367号明細書（段落[0022]～[0038]および[0044]～[0058]）は、そのようなハイブリッド有機無機材料の教示を含み、これは、引用により本明細書に個別に引用されたセクションおよび段落に従って取り込まれる。

10

【0068】

本発明のエーロゲルは、ケイ素アルコキシドから形成される加水分解ケイ酸エステルのアルコール溶液から主として形成される無機シリカエーロゲルを含むことができる。しかし本発明全体は、当業者に公知の任意の他のエーロゲル配合物で実施することができ、いずれか1つの前駆体材料、または前駆体材料のアマルガム混合物に限定されない。

【0069】

機器および方法

本明細書中に開示されているのは、そこに配置されたモノリシックエーロゲル構造を有するスカフォールドを含む絶縁材料である。スカフォールドは、エーロゲル前駆体がスカフォールドに浸透するのに充分多孔質である。しかし、いったんエーロゲル前駆体が硬化すると、スカフォールドは、高いエーロゲルのちり保持を示す。対照的に、無孔質構造は、エーロゲルちりを保持できるであろうが、浸透可能にできないであろう。

20

【0070】

本明細書中に記載された絶縁構造は、衣服、靴、テキスタイル、および他の用途において有用である。いくつかの態様において、本明細書中に記載された絶縁構造は、第1の複数の孔を含む少なくとも1つの微多孔質層を含むスカフォールド、および微多孔質層の複数の孔を通して伸びるモノリシックエーロゲル構造を含む。微多孔質層は、モノリシックエーロゲル構造を収容するスカフォールドである。いくつかの態様において、微多孔質層は、微多孔質フィルムである。いくつかの態様において、微多孔質層またはフィルムは、 $210\text{ }\mu\text{m}$ 未満の孔サイズを有する孔を含む。モノリシックエーロゲル構造は、複数のこれらの孔を通して伸び、その複数の孔は、微多孔質層またはフィルム中の全ての孔のサブセットであることができる。いくつかの態様において、モノリシックエーロゲル構造は、微多孔質層またはフィルムの孔の大部分、または孔の50%超を通して伸びる。すなわち、モノリシックエーロゲル構造は、複数の孔を通して伸びるが、必ずしも微多孔質層の全部を通して伸びるわけではない。例えば、いくつかの態様において、微多孔質層の全部は、微多孔質層中の複数の孔を通してそれぞれの伸びる2つまたは3つ以上のモノリシックエーロゲル構造を含むことができる。代わりに、いくつかの態様において、単一のモノリシックエーロゲル構造は、微多孔質層の全部を通して伸びる。いくつかの態様において、単一のモノリシックエーロゲル構造は、最初微多孔質層の全部を通して伸びるが、長い間にそれぞれが割れてまたは壊れて、微多孔質層の複数の孔を通して伸びる複数のモノリシックエーロゲル構造となる場合がある。それぞれのこれらの態様において、微多孔質層は、複数の孔および複数の孔を通して伸びるモノリシックエーロゲル構造を含む。

30

40

【0071】

本明細書中に記載されたモノリシックエーロゲル構造は、単一の相互接続されたエーロゲルナノ構造である。1つの非限定の例として、モノリシックエーロゲル構造は、ゲル前駆体材料を含む溶液を調製すること、微多孔質層の中へその溶液を導入すること、そして次にその溶液をゲル化、エージング、および／または乾燥させることによって製造できるであろう。これは、単一の相互接続構造を生成できる1つのプロセスである。上記で規定

50

したように、「モノリシックエーロゲル構造」は、本明細書中で使用される場合は、個々のエーロゲル粒子の凝集体を含まない。

【0072】

本明細書中に記載された微多孔質層、または微多孔質フィルムとして有用な材料は、延伸フルオロポリマー、延伸PTFE (e P T F E)、改質PTFEポリマー、TFEコポリマー、延伸ポリプロピレン (e P P)、延伸ポリエチレン (e P E)、および多孔質ポリフッ化ビニリデンを含むがこれらに限られない。有用なe P T F E材料は、ノード、小線維、およびノードと小線維との間のボイドを含む微細構造を有することができる。そうした構造において、ボイドは、モノリシックエーロゲル構造によって少なくとも部分的に充填されることができる。本開示の目的のために、微多孔質層に有用な材料は、微多孔質繊維から作られたテキスタイルまたは繊維層を含まない。

10

【0073】

一態様では、微多孔質層は、フルオロポリマー材料、例えばポリテトラフルオロエチレン (P T F E)、ポリフッ化ビニル (P V F)、ポリフッ化ビニリデン (P V D F)、ペルフルオロアルコキシ (P F A)、フッ素化エチレン-プロピレン (F E P)、ポリクロロトリフルオロエチレン (P C T F E)、エチレンテトラフルオロエチレン (E T F E)、ポリフッ化ビニリデン (P V D F)、エチレンクロロトリフルオロエチレン (E C T F E)、またはコポリマーもしくはそれらの混合物を含む。

【0074】

いくつかの態様において、本明細書中に記載された絶縁構造は、少なくとも1つの微多孔質フィルムおよび少なくとも1つの多孔質層を含むスカフォールドを含む。多孔質層は、典型的には、微多孔質フィルムより厚く、および実質的により厚いことができる。したがって、微多孔質フィルムは、ベース層とも呼ぶことができる多孔質層のための表皮層として機能できる。いくつかの態様において、表皮層は、必ずしも最も外側の層ではない。

20

【0075】

微多孔質フィルム表皮層および多孔質ベース層は、異なる特性を有する必要はないが、しかし、いくつかの態様において、多孔質層は、泡立ち点によって示されるように、微多孔質フィルムより大きいサイズを有する孔を含む。いくつかの態様において多孔質層は、1秒以下のガーレー数を有する。いくつかの態様において、微多孔質フィルムは、300秒以下のガーレー数を有する。いくつかの態様において、微多孔質および多孔質材料の孔のいくつかは、サイズで重複していることができる。多孔質層は、微多孔質フィルムの平均孔サイズより大きい平均孔サイズを有する孔を含むことができる。

30

【0076】

微多孔質フィルムのスカフォールド材料および少なくとも1つの多孔質層は、同じまたは違う材料であることができる。例えば、スカフォールドは、ポリマー材料 (例えばe P T F E、e P P、e P E、または任意の他の適した微多孔質材料) である微多孔質フィルムおよびフォームまたはテキスタイルである多孔質層を含むことができる。一態様では、スカフォールドは、多孔質層の反対の表面上にe P T F Eを含む微多孔質フィルムを有する多孔質フォーム層を含むことができ、およびエーロゲルは、フォーム層とe P T F Eフィルムとの間の界面を通して伸びて、モノリシックエーロゲル構造を形成する。一態様では、スカフォールドは、多孔質フォームの反対の表面上にe P T F Eを含む微多孔質フィルムを有する多孔質不織布層を含むことができ、およびエーロゲルは、不織布とe P T F Eフィルムとの間の界面を通して伸びて、モノリシックエーロゲル構造を形成する。別の態様では、スカフォールドは、多孔質層の反対の表面上にe P Eを含む微多孔質フィルムを有する多孔質フォーム層を含むことができ、およびエーロゲルは、フォーム層とe P Eフィルムとの間の界面を通して伸びて、モノリシックエーロゲル構造を形成する。別の態様では、スカフォールドは、多孔質層の反対の表面上にe P Eを含む微多孔質フィルムを有する多孔質不織布層を含むことができ、およびエーロゲルは、不織布層とe P Eフィルムとの間の界面を通して伸びて、モノリシックエーロゲル構造を形成する。当然のことながら、ポリマー材料の組み合わせは、使用されることができる。

40

50

【0077】

スカフォールドが微多孔質フィルムおよび多孔質層の両方を含む場合、微多孔質フィルムは、表皮層と呼ばれることができ、および多孔質層は、ベース層と呼ばれることができる。多孔質ベース層は、上面および反対側の下面を有することができ、上面および下面の少なくとも1つは微多孔質フィルム表皮層の表面に隣接している。いくつかの態様において、表皮層は、例えば、接着剤を使用して、ベース層に取り付けられている。本明細書中に開示された態様において使用されることができる接着剤の例は、セメント系接着剤、ナトリウムシリケート、ラテックス、感圧接着剤、シリコーン、ポリスチレン、エアロゾル接着剤、ウレタン、アクリレート接着剤、ホットメルト結合システム、3Mから市販されている結合システム、エポキシ、ゴム樹脂接着剤、ポリウレタン接着剤混合物、例えば米国特許第4,532,316号明細書に記載されたものを含むがこれらに限られない。

10

【0078】

表皮層はまた、無機または有機表皮材料をベース層の補強材料に固定するのに適した非接着性材料または技術を使用することによって、ベース層に取り付けることもできる。本発明で使用する可以使用な非接着性材料または技術の例には、特に限定されるものではないが、ヒートシール、超音波縫合、RFシーリング、縫い目または縫い糸、密閉袋、リベットまたはボタン、クランプ、ラップ、または他の非粘着性積層加工材料が挙げられる。好ましい態様では、表皮層は、縫い目またはリベットにより、ベース層に取り付けられている。別の好ましい態様では、表皮層は、超音波縫合または結合によってベース層に取り付けられている。

20

【0079】

表皮層材料（すなわち、微多孔質層またはフィルム）およびベース層材料（すなわち、多孔質層）は両方とも、エーロゲル前駆体流体が補強材料の孔に浸透するのに十分な多孔度を有する。したがって、微多孔質フィルム表皮層は、表皮およびベース材料の中へのエーロゲル前駆体溶液、例えば、ゾルゲル溶液の注入前に多孔質ベース層に取り付けられることができる。材料の多孔度により、エーロゲル前駆体は、ベース層中に直接または表皮層中において表皮層を通してベース層中に注入されることができる。エーロゲル前駆体は、微多孔質表皮層および多孔質ベース層の孔を部分的にまたは全部に充填することができ、生じる乾燥エーロゲル材料が微多孔質表皮層および多孔質ベース層の両方を通して部分的にまたは全体でいたる所にモノリシックエーロゲル構造として存在するようにする。いくつかの態様において、少なくとも表皮層材料は、完成した絶縁構造の使用の間に形成できるエーロゲルちりを保持するのに充分小さい多孔度を有する。

30

【0080】

ある態様において、多孔質ベース層は、連続気泡フォームであることができる。非限定の例として、連続気泡フォームは、網状ガラス質炭素、ポリウレタンフォーム、メラミンフォーム、セラミックフォーム、金属フォーム、ポリイミドフォーム、または別の高分子発フォーム体であることができる。有用なフォームの他の例は、ポリオレフィン、フェノール類、セルロースアセテート、およびポリスチレンでできたフォームを含むがこれらに限られない。いくつかの態様において、フォームは、ポリエーテルポリウレタンフォームである。いくつかの態様において、フォームは、網状形態であることができる。有用な網状フォームの例は、ポリエステルポリウレタンを含むがこれに限られない。本発明において有用なポリウレタンおよびポリエポキシドフォームの例は、米国特許第2117605号明細書、第3094433号明細書、第2739134号明細書、第3112524号明細書、第2789095号明細書、第3129191号明細書、第2811499号明細書、第3171820号明細書、第2831820号明細書、第2920983号明細書、第3342922号明細書、第2926390号明細書、第3386877号明細書、第2936294号明細書、3459274号明細書、2993869号明細書、3504064号明細書、3025200号明細書、3506600号明細書、3055360号明細書、3650993号明細書、3057750号明細書、3860537号明細書、3060137号明細書、4252517号明細書、3075926号明細書、30

40

50

82611号明細書、および3090094号明細書に提示されている。本発明における使用のためのメラミンフォームの例は、米国特許第8546457号明細書、第4666948号明細書、および国際公開第2001/094436号パンフレットに提示されている。フォーム補強材料は、再結合フォームであってもよい。

【0081】

他の態様において、多孔質層は、繊維層、例えば、テキスタイルであることができる。非限定の例として、多孔質層は、織物材料、編物材料、または不織材料であるテキスタイルを含むことができる。テキスタイルは、多孔質であることが業界で知られている。繊維層のための材料の例としては、特に限定されるものではないが、不連続繊維、バッティング、ウェブ、マット、フェルト、またはこれらの組み合わせが挙げられる。繊維補強材料は、特に限定されるものではないが、ポリエステル、ポリオレフィンテレフタレート、ポリ（エチレンナフタレート）、ポリカーボネート（例、レーヨン、ナイロン）、綿（例えばDupont製のライクラ）、炭素（例えばグラファイト）、ポリアクリロニトリル（PAN）、酸化PAN、非炭化熱処理PAN（例えば、SGLカーボンで製造されたもの）、ガラス繊維系材料（例えば、Sガラス、901ガラス、902ガラス、475ガラス、Eガラス）、シリカ系繊維（Saint-Gobain社製Quartzel）、例えば石英、Qフェルト（Johns Manville社製）、サフィル（Saffil社製）、デュラブランケット（Unifrax社製）および他のシリカ繊維、デュラバック（Carborundum社製）、ポリアラミド繊維、例えばケブラー、ノメックス、ソントラ（Dupont社製）、コーネックス（Taijin社製）、ポリオレフィン、例えばチベック（DuPont社製）、ディネマ（DSM社製）、スペクトラ（Honeywell社製）、他のポリプロピレン繊維、例えばタイパー、キサバン（いずれもDuPont社製）、フルオロポリマー、例えばテフロン（DuPont社製）の商品名を有するPTFE、ゴアテックス（W. L. GORE社製）、炭化ケイ素繊維、例えばニカロン（COI Ceramics社製）、セラミック繊維、例えばネクステル（3M社製）、アクリル系ポリマー、羊毛、絹、麻の繊維、皮革、スエード、PBO-ザイロン繊維（Tyobo社製）、液晶材料、例えばベクタン（Hoechst社製）、カンブレル繊維（DuPont社製）、ポリウレタン、ポリアミド、木材繊維、ホウ素、アルミニウム、鉄、ステンレス鋼繊維、および他の熱可塑性樹脂、例えばPEEK、PES、PEI、PEK、PPSを含む広範囲の材料を含み得る。

【0082】

一態様では、モノリシックエーロゲル構造は、微多孔質フィルムの複数の孔を通して伸び、および多孔質ベース層の少なくとも一部をまた通って伸びている。微多孔質フィルムおよび多孔質ベース層は、多層スカフォールドを形成するように、界面において互いに接触できる。いくつかの態様において、モノリシックエーロゲル構造は、界面にわたって伸びている。

【0083】

本明細書中に記載された絶縁構造は、少なくとも1つの多孔質層および多孔質層のいずれかの側上に1つがある2つの微多孔質フィルムを含むスカフォールドを含む。いくつかの態様において、多孔質層は、上面および反対側の下面を有する。上面は、第1の微多孔質フィルムの表面に隣接していることができ、および下面は、第2の微多孔質フィルムの表面に隣接していることができる。いくつかの態様において、モノリシックエーロゲル構造は、第1の微多孔質フィルムおよび第2の微多孔質フィルムのそれぞれの複数の孔を通して伸び、およびまた多孔質層の少なくとも一部を通して伸びている。第1の微多孔質フィルムおよび多孔質層は、第1の界面において相互に接触でき、一方第2の微多孔質フィルムおよび多孔質層は、第2の界面において相互に接触でき、2つの微多孔質フィルムおよび多孔質層が、多層スカフォールドを形成するようになっている。いくつかの態様において、モノリシックエーロゲル構造は、第1の界面および第2の界面にわたって伸びている。

【0084】

本明細書中に記載された絶縁構造中の微多孔質層および多孔質層の数は、制限されず、および所望の数および順序の層は、絶縁構造のための意図した用途に基づいて当業者によって決定できる。

【0085】

図1を参照すると、絶縁構造100は、モノリシックエーロゲル構造104のためにスカフォールドとして機能する微多孔質フィルム102を有する。微多孔質フィルム102は、複数の孔を含み、およびモノリシックエーロゲル構造104は、これらの孔を通して伸びる。一態様では、モノリシックエーロゲル構造104は、連続的であり、および孔内で接続されている。これは、モノリシックエーロゲル構造104が微多孔質フィルム102の反対側の表面からおよび微多孔質フィルム102の長さおよび幅のいたる所に伸びることを可能にする。エーロゲル材料は、少なくとも部分的に、またはいくつかの態様において完全に、微多孔質フィルム102の孔を充填する。

10

【0086】

微多孔質フィルム102は、エーロゲルちりがそこから解放されることを妨げることができる。解放されたちりは、熱特性を低下させ、および製造問題を起こす。いくつかの態様において、微多孔質フィルム102は、構造層（示されていない）、例えばテキスタイル層に接着またはラミネート加工されることができる。テキスタイル層は、織物、編物または不織材料であることができる。

【0087】

いくつかの態様において、微多孔質フィルム102は、図2に示すように多孔質層108に隣接していることができる。モノリシックエーロゲル構造104は、微多孔質フィルム102および多孔質層108の界面（隣接した表面）にわたって伸びることができる。微多孔質および多孔質層は、モノリシックエーロゲル構造104のためのスカフォールドを作る。

20

【0088】

いくつかの態様において、微多孔質フィルム102は、図3に示すように多孔質層108に隣接することができる。接着剤層106は、微多孔質フィルム102および多孔質層108を接続するように用いられることができる。一態様では、接着剤層106は、ドットまたはラインを含む不連続層である。これは、絶縁構造100を形成する場合に、エーロゲル材料が接着剤層106を通ることを可能にする。接着剤層106は図3に示されているが、当然のことながら、他の態様、例えば図2に示されている態様において、接着剤層106は、任意選択的であることができるかまたは必要でないことができる。モノリシックエーロゲル構造104は、微多孔質フィルム102および多孔質層108の界面（隣接した表面）にわたって伸びることができる。微多孔質および多孔質層は、モノリシックエーロゲル構造104のためのスカフォールドを作る。

30

【0089】

微多孔質フィルム102は、ちりが微多孔質フィルム102から解放されることを防ぐことに加えて多孔質層108から解放されたちりを捕捉できる。典型的には、解放されることができるちりは、エーロゲルからである。

【0090】

微多孔質フィルム102の孔サイズはスカフォールド内にエーロゲルちりを保持するのに充分小さいが、一方微多孔質フィルム102はまた、微多孔質フィルム中の孔を通して流すことによって、微多孔質フィルムおよび多孔質層の両方の中へのエーロゲル前駆体の導入を可能にするのに充分開いている。

40

【0091】

一態様では、エーロゲル材料は、微多孔質フィルム102の表面中へ、微多孔質フィルム102を通して、そして多孔質層108の中へゾルゲルを流すこと、およびゾルゲルを処理してエーロゲル材料を作ることによって形成される。エーロゲル材料は、少なくとも部分的に、またはいくつかの態様において完全に、多孔質層108の孔を充填する。

【0092】

50

図2および図3の絶縁構造100中のそれぞれの層の厚さは変化できるが、ある態様において、多孔質層108は、微多孔質フィルム102より厚く、およびいくつかの態様において、少なくとも2倍厚い。

【0093】

いくつかの態様において、微多孔質フィルム102および／または多孔質層108は、構造層（示されていない）、例えばテキスタイル層に接着されるか、またはラミネート加工されることができる。テキスタイル層は、織物、編物または不織材料であることができる。

【0094】

（例えば、種々の衣服、衣類、靴、およびテキスタイル物品への）絶縁構造100の意図された使用により、多孔質層の反対側の表面上に微多孔質フィルムを有し、解放されたちりをさらに捕捉することおよび減少することは好都合であることができる。図4は、多孔質層108の1つの表面上に微多孔質フィルム102および多孔質層108の反対の表面上に第2の微多孔質フィルム112を有する絶縁構造100を示す。接着剤層106および110は、表面に隣接するように使用されることができる。上記の様に、接着剤層は、不連続であることができ、および他の態様において、接着剤層は、任意選択的であることができる。モノリシックエーロゲル構造104は、微多孔質フィルムと多孔質層との間の両方の界面を通して伸びる。

【0095】

制限なく、微多孔質フィルム102、112の多孔度は、類似または異なることができるが、両者は、多孔質層108の多孔度未満である多孔度を有する。

【0096】

一態様では、モノリシックエーロゲル構造104は、それらの中の孔を少なくとも部分的に充填することによって、微多孔質フィルム102および多孔質層108を通して伸びるが、第2の微多孔質フィルム112の孔を充填しない。

【0097】

図5は、本明細書中に開示された態様による、フォーム多孔質層504に隣接しているePTFE微多孔質フィルム502を含むスカフォールド500を含み、スカフォールド500は、そこに配置されたエーロゲル構造506を含む、絶縁構造の走査電子顕微鏡（SEM）画像である。エーロゲル構造506はフォーム多孔質層504の孔を完全に充填し、および図5に示すように、フォーム多孔質層から目視上区別できない。図5は、ePTFE微多孔質フィルム502の孔を完全に充填し、およびePTFE／フォーム界面にわたって移行しているエーロゲル506を示す。

【0098】

図6は、本明細書中に開示された態様による、スカフォールド600がそこに配置されたエーロゲル構造606を含む、フォーム多孔質層604のいずれかの側上に2つの微多孔質フィルム601、602のスカフォールド600を含む絶縁構造の走査電子顕微鏡（SEM）画像である。エーロゲル構造606は、フォーム多孔質層604の孔を完全に充填し、および図6に示すように、フォーム多孔質層と目視上区別できない。図6は、微多孔質および多孔質層の孔を完全に充填し、および多孔質／微多孔質界面にわたって伸びるエーロゲル606を示す。

【0099】

図7は、本明細書中に開示された態様による、スカフォールド700が、そこに配置されたエーロゲル構造706を含む、多孔質層704のいずれかの側上の2つの微多孔質フィルム701、702のスカフォールド700の走査電子顕微鏡（SEM）画像である。図7は、エーロゲル706がその間に割れたいくらかの使用後のエーロゲルを示す。

【0100】

態様は、複数の層で示されているが、当然のことながら、他の態様は、スカフォールドを形成する微多孔質および多孔質層の追加の層を含むことができる。

方法

10

20

30

40

50

【0101】

多層絶縁構造の生産は、以下のステップ：a) 流体浸透性の表皮層を多孔質ベース材料のシートに取り付けてラミネート加工した補強シートを生成することであって、流体が表皮材料を通して拡散することができるのに充分大きい直径を有する孔または穴を表皮層を含むことと、b) ゲル前駆体溶液を補強シート中に注入することであって、ゲル前駆体溶液の少なくとも一部は表皮層を通過してベース層中に注入され、およびゲル前駆体溶液はゲル前駆体溶液が表皮層を通過し、および補強シートに浸透することを可能にする速度で、ラミネート加工した補強シートと組み合わせられることと、c) ゲル骨格を含むゲル材料の中へゲル前駆体材料を移行させること、とを含むことができる。ゲル前駆体溶液の一部は、表皮層の孔または穴中に保持され、ゲルが表皮層の少なくとも一部中およびまたベース層の少なくとも一部中に伸びるようになっている。得られた製品は、a) 多孔質補強材料および多孔質補強材料内で一体化されたモノリシックエーロゲル構造を含む少なくとも1つのベース層、およびb) 流体浸透性の微多孔質補強材料および流体浸透性の微多孔質表皮材料内で一体化されたモノリシックエーロゲル構造を含む少なくとも1つの表皮層を含む、多層ゲル配合物であり、ベース層のモノリシックエーロゲル構造の少なくとも一部は、表皮層のモノリシックエーロゲル構造の少なくとも一部中においてそれと連続して伸びている。

10

【0102】

絶縁構造の大スケール生産は、コンベアの1つの終端において、ゲル前駆体を連続的な補強シート、例えばポリマー補強シート、繊維補強シート、連続気泡フォーム補強シート、またはそれらの組み合わせと組み合わせて、連続的な補強されたゲルシートを生成させるコンベアに基づくシステムを含むことができる。この補強されたゲルシートは、(好ましくは均一の張力で心棒の周りに) 複数層で巻かれ、および続く化学的処理、エージングおよび乾燥ステップで処理されることができる。分離層は、ゲルシート層間で共に巻かれて、ゲル材料のエージングまたは乾燥を促進すること、例えばエージング剤または乾燥材料のための流路を提供することができる。分離層は、不浸透性(好ましくは1 p s i、5 p s iまたは10 p s iより下の圧力で液体に不浸透性)または浸透性であることができる。浸透層は、穴あきプラスチックシート、メッシュ状材料、穴あき箔、またはその同類のものの形態であることができる。いくつかの態様において、表皮層は、エージング剤または乾燥材料に流路を提供し、追加の分離層がゲル材料のエージングおよび乾燥を必要としないようにする。

20

30

【0103】

図8は、絶縁構造の大スケール生産のためのコンベアに基づくシステム800の1つの態様を具体的に示す。ゲル前駆体溶液810は、混合区画814中で触媒溶液820と混合される。ゲル前駆体溶液810および触媒溶液820の流れは、流量コントローラー830によって制御される。補強材料850は、コンベアシステム840上に提供される。補強材料850は、補強材料のロールからの連続的なシートであることができる。補強材料850はまた、補強材料のセグメントを含むことができる。好ましい態様では、補強材料850は、ポリマー補強材料、繊維補強材料、連続気泡フォーム補強材料、またはそれらの組み合わせである。(ゲル前駆体および触媒を含む) 前駆体溶液は、コンベアベルト840上に吐出され、および補強材料850と組み合わせられる。補強材料がコンベアシステム840によって前進するにつれて、ゲル前駆体溶液中のゲルを形成する前駆体は、ゲル材料中に移行する。生じる補強されたゲルシートは、次の化学的処理、エージングおよび乾燥ステップのために巻かれる。追加の分離層864は、ゲルシート層860の間に共に巻かれることができる。

40

【0104】

絶縁構造の大スケール生産は、通常ゲルインロールプロセスと呼ばれる、半連続的な、バッチ系プロセスを含むことができ、この生産は、以下のステップ：a) 第1の補強材料を含む表皮層を、第2の補強材料のシートに取り付けることであって、流体がそこを通過して拡散できるのに充分大きい直径を有する孔または穴をこの表皮層が含むことと、b) ラ

50

ミネート加工した補強材料を、プリフォームロールとして複数の層に巻くことと、c) ゲル前駆体溶液をプリフォームロールとを組み合わせることを含む。分離層は、プリフォームロール中の補強材料と共に巻かれて、ゲル前駆体溶液、エージング剤、および乾燥材料のための流路を提供できる。好ましい態様では、表皮層は、ゲル前駆体溶液、エージング剤、および乾燥材料のための流路を提供し、追加の分離層が必要ないようにする。いくつかの態様において、第1の補強材料は、微多孔質ポリマー材料を含み、および第2の補強材料は、連続気泡フォーム補強材料を含む。

【0105】

図9は、絶縁構造の大スケール生産のための半連続的な、バッチ系システム900の1つの態様を具体的に示す。補強材料のシートは、プリフォームロール920として複数の層に巻かれ、および容器910中に配置されることができる。追加の分離層950は、プリフォームロール920中で補強材料と共にまかれることができる。分離層は、不浸透性（好ましくは1psi、5psiまたは10psiより下の圧力で流体に不浸透性）または浸透性であることができる。浸透層は、穴あきプラスチックシート、またはメッシュ状材料、穴あき箔、またはその同類のものの形態であることができる。ゲル前駆体溶液940は、注入されるかまたはプリフォームロール920の補強材料と組み合わせられる。ゲル前駆体溶液中のゲルを形成する前駆体は、ゲル材料中に移行する。生じた補強されたゲルシートは、その後の化学的処理、エージングおよび乾燥ステップにただちに進められることができる。生じた補強されたゲルシートはまたほどこかれ、そして次にその後の化学的処理、エージングおよび乾燥ステップの前に、異なる分離層と共に再度巻かれることができる。

【0106】

エーロゲルの製造は、一般に以下のステップ：i) ゾルゲル溶液の形成、ii) ゾルゲル溶液からゲルを形成すること、およびiii) 革新的な処理および抽出によってゲル材料から溶媒を抽出して、乾燥エーロゲル材料を得ることを含む。このプロセスは以下により詳細に、特にシリカエーロゲルなどの無機エーロゲルを形成する文脈において、議論される。しかし本明細書で提供される具体例および例示は、本発明を特定のタイプのエーロゲルおよび／または調製方法に限定することを意図するものではない。本発明は、当業者に知られている任意の関連する調製方法によって形成される任意のエーロゲルを含むことができる。

【0107】

無機エーロゲルを形成する第1のステップは、一般に、アルコール系溶媒中で金属アルコキシド前駆体を加水分解および縮合することによるゾルゲル溶液の形成である。無機エーロゲルの形成における主な変数は、ゾルゲル溶液に含まれるアルコキシド前駆体の種類、溶媒の性質、ゾルゲル溶液の処理温度およびpH（これは酸または塩基の添加によって変えることができる）、およびゾルゲル溶液中の前駆体／溶媒／水の比を含む。ゾルゲル溶液を形成する際のこれらの変数の制御は、ゲル材料の「ゾル」状態から「ゲル」状態へのその後の遷移中の、ゲル骨格の成長および凝集の制御を可能にする。得られるエーロゲルの特性は、前駆体溶液のpHおよび反応物のモル比によって影響されるが、本開示では、ゲルの形成を可能にする任意のpHおよび任意のモル比が使用可能である。

【0108】

ゾルゲル溶液は、少なくとも1つのゲル化前駆体を溶媒と組み合わせることによって形成される。ゾルゲル溶液の形成で使用するのに適した溶媒には、1～6個の炭素原子、好ましくは2～4個の炭素原子の低級アルコールが含まれるが、当業者に公知の他の溶媒を使用することができる。有用な溶媒の例としては、特に限定されるものではないが、メタノール、エタノール、イソプロパノール、酢酸エチル、アセト酢酸エチル、アセトン、ジクロロメタン、テトラヒドロフランなどが挙げられる。所望のレベルの分散を達成するために、またはゲル材料の特性を最適化するために、複数の溶媒を合わせることもできる。したがって、ゾルゲルおよびゲル形成ステップのための最適な溶媒の選択は、ゾルゲル溶液に組み込まれる特定の前駆体、充填剤、および添加剤、ならびにゲル化および液相抽出

のための目標処理条件、ならびに最終エーロゲル材料の所望の特性に依存する。

【0109】

水もまた、前駆体溶媒溶液中に存在していてもよい。水は、金属アルコキシド前駆体を金属水酸化物前駆体に加水分解するように作用する。この加水分解反応は、（例としてエタノール溶媒中のTEOSを用いて）： $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4 + 4\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Si}(\text{OH})_4 + 4(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH})$ であり得る。得られる加水分解された金属水酸化物前駆体は、個々の分子としてまたは分子の小さな重合（またはオリゴマー化）コロイドクラスターのいずれかとして、「ゾル」状態で溶媒溶液中に懸濁したままである。例えば、 $\text{Si}(\text{OH})_4$ 前駆体の重合／縮合は、 $2\text{Si}(\text{OH})_4 = (\text{OH})_3\text{Si}-\text{O}-\text{Si}(\text{OH})_3 + \text{H}_2\text{O}$ のように起こり得る。この重合は、重合した（またはオリゴマー化した） SiO_2 （シリカ）分子のコロイドクラスターが形成されるまで続けることができる。

10

【0110】

溶液のpHを制御し、前駆体材料の加水分解および縮合反応を触媒するために、酸および塩基をゾルゲル溶液に取り込むことができる。前駆体反応を触媒し、より低いpHの溶液を得るために、任意の酸を使用することができるが、好ましい酸としては、 HCl 、 H_2SO_4 、 H_3PO_4 、シュウ酸、および酢酸が挙げられる。任意の塩基を同様に用いて、前駆体反応を触媒し、より高いpHの溶液を得ることができ、 NH_4OH を含む塩基が好ましい。

【0111】

ゾルゲル溶液は、追加の共ゲル化前駆体、並びに充填材料および他の添加剤を含むことができる。充填剤材料および他の添加剤は、ゲル形成前またはゲル形成中の任意の時点で、ゾルゲル溶液中に吐出され得る。充填剤材料および他の添加剤はまた、当業者に知られている様々な技術によるゲル化の後に、ゲル材料に取り込まれてもよい。好ましくは、ゲル化前駆体、溶媒、触媒、水、充填剤材料、および他の添加剤を含むゾルゲル溶液は、適切な条件下で効果的なゲル形成が可能な均質な溶液である。

20

【0112】

ゾルゲル溶液が形成され最適化されると、ゾルゲル中のゲル形成成分をゲル材料に移行させることができる。ゲル形成成分をゲル材料に移行させるプロセスは、ゲル材料のゲル点までゲルが凝固する初期ゲル形成ステップを含む。ゲル材料のゲル点は、ゲル化溶液が流動抵抗性を示すか、および／またはその体積全体にわたって実質的に連続したポリマー骨格を形成する点として見るることができる。ある範囲のゲル形成技術が当業者に知られている。例としては、特に限定されるものではないが、混合物を十分な時間静止状態に維持すること、溶液のpHを調整すること、溶液の温度を調節すること、混合物（紫外線、可視光線、赤外線、マイクロ波、超音波、粒子線、電磁波）にエネルギーの形態を向けること、またはこれらの組み合わせが挙げられる。

30

【0113】

ゲル形成成分をゲル材料に移行させるプロセスはまた、液相抽出前のエージングステップ（硬化ともいう）を含むことができる。ゲル材料がそのゲル点に達した後にエージングすると、ネットワーク内の架橋の数を増やすことによってゲルの骨格をさらに補強することができる。ゲルエージングの持続時間は、得られるエーロゲル材料内の様々な特性を制御するように調整することができる。このエージング手順は、液相抽出中の潜在的な体積損失および収縮を防止するのに有用であり得る。エージングは、長期間静止状態でゲルを（抽出前に）維持すること、高温でゲルを維持すること、架橋結合促進化合物を添加すること、またはこれらの任意の組合せを含む。エージングの好ましい温度は、通常、約10℃～約100℃の間である。ゲル材料のエージングは、典型的には湿潤ゲル材料の液相抽出まで続く。

40

【0114】

ゲル形成材料をゲル材料に移行させるための時間は、初期ゲル形成の持続時間（ゲル化の開始からゲル点まで）、および液相抽出前のゲル材料のその後の硬化およびエージングの持続時間（ゲル点から液相抽出の開始まで）の両方を含む。ゲル形成材料をゲル材料に

50

移行させるための全時間は、典型的には約1分～数日間、好ましくは約30時間以下、約24時間以下、約15時間以下、約10時間以下、約6時間以下、約4時間以下、約2時間以下、約1時間以下、約30分以下、または約15分以下である。

【0115】

得られたゲル材料は、適切な二次溶媒中で洗浄して、湿潤ゲル中に存在する一次反応溶媒を置換することができる。このような二次溶媒は、1個以上の脂肪族炭素原子を有する直鎖状一価アルコール、2個以上の炭素原子を有する二価アルコール、分枝アルコール、環式アルコール、脂環式アルコール、芳香族アルコール、多価アルコール、エーテル、ケトン、環状エーテル、またはそれらの誘導体であり得る。

【0116】

一旦、ゲル材料が形成され、処理されると、ゲルの液相は、革新的な処理および抽出技術を含む抽出方法を用いて、湿潤ゲルから少なくとも部分的に抽出されてエーロゲル材料を形成することができる。液相抽出は、他の因子の中でも、多孔度および密度などのエーロゲルの特性ならびに熱伝導度などの関連特性を設計する上で重要な役割を果たす。一般に、エーロゲルは、湿潤ゲルの多孔質ネットワークおよび骨格に低い収縮を引き起こすような方法で、液相がゲルから抽出される場合に、得られる。

【0117】

エーロゲルは一般に、液体移動相の臨界点の近くまたは上の温度および圧力で、ゲル材料から液体移動相を除去することによって形成される。臨界点に達する（臨界近傍）かまたは超える（超臨界的）（すなわち、システムの圧力および温度がそれぞれ臨界圧力および臨界温度以上である）と、液相または蒸気相とは異なる新しい超臨界相が流体中に現れる。次に液体－蒸気界面、毛細管圧力、または液体－蒸気境界に典型的に関連する任意の関連物質移動制限を導入することなく、溶媒を除去することができる。さらに超臨界相は、一般に有機溶媒との混和性がより高く、したがって、より良好な抽出のための能力を有する。超臨界流体乾燥プロセスを最適化するために、共溶媒および溶媒交換も一般的に使用される。

【0118】

蒸発または抽出が超臨界点より下で起こる場合、液体蒸発によって生成される強い毛細管力は、ゲル材料内で収縮および孔崩壊を引き起こす場合がある。溶媒抽出プロセスの間に臨界圧力および温度の近傍またはより上で移動相を維持することは、このような毛細管力の負の影響を低減する。本発明のいくつかの態様において、溶媒系の臨界点の直ぐ下の臨界近傍条件の使用は、十分に低い収縮率を有するエーロゲル材料または配合物の製造を可能にし、したがって商業的に使用可能な最終生成物を生成する。

【0119】

エーロゲルの乾燥時の超臨界流体の使用におけるある範囲の異なるアプローチを含むいくつかの追加のエーロゲル抽出技術が、当該技術分野において知られている。例えば、Kistler (J. Phys. Chem. (1932) 36: 52-64) は、ゲル溶媒がその臨界圧力および温度より上に維持され、それによって蒸発毛細管力を減少し、ゲルネットワークの構造的完全性が維持される単純な超臨界抽出プロセスを記載している。米国特許第4,610,863号明細書は、ゲル溶媒が液体二酸化炭素と交換し、続いて二酸化炭素が超臨界状態にある条件下で抽出される抽出方法を記載している。米国特許第6,670,402号明細書は、（液体というよりむしろ）超臨界の二酸化炭素を、実質的に超臨界条件以上に予備加熱され予備加圧された抽出器に注入することによる、迅速な溶媒交換を介して、ゲルから液相を抽出し、それによりエーロゲルを生成することを教示する。米国特許第5,962,539号明細書は、有機溶媒中でゾルゲル状であるポリマー材料からエーロゲルを得る方法であって、有機溶媒を、ポリマー分解温度より低い臨界温度を有する流体と交換し、次に流体／ゾルゲルを超臨界抽出することによる方法を記載する。米国特許第6,315,971号明細書は、乾燥中のゲルの収縮を減少させるのに十分な乾燥条件下で、ゲル固体を含む湿潤ゲルと乾燥剤とを乾燥させて、乾燥剤を除去することを含むゲル配合物の製造方法を開示している。米国特許第5,420,168号明細書は、レ

10

20

30

40

50

ゾルシノール／ホルムアルデヒドエーロゲルを、簡単な空気乾燥手順を用いて製造することができる方法を記載している。米国特許第5565142号明細書には、周囲条件での乾燥または亜臨界状態での抽出の間に、ゲル骨格および孔が崩壊に耐えることができるように、ゲル表面がより強くかつより疎水性になるように改質される乾燥技術が記載されている。エーロゲル材料から液相を抽出する他の例は、米国特許第5275796号および5395805号明細書に見いだすことができる。

【0120】

湿潤ゲルから液相を抽出する1つの好適な態様は、二酸化炭素の超臨界条件を使用し、例えば、ゲルの孔ネットワーク中に存在する第一溶媒を液体二酸化炭素で最初に実質的に交換することと、次に、二酸化炭素の臨界温度（約31.06℃）を超えて湿潤ゲルを加熱し（典型的にはオートクレーブ中で）、系の圧力を二酸化炭素の臨界圧力（約1070 psig）よりも高い圧力に上昇させることとを含む。ゲル材料の周りの圧力は、ゲルからの超臨界二酸化炭素流体の除去を容易にするために、わずかに変動することができる。二酸化炭素は、抽出システムを通して再循環させて、湿潤ゲルから一次溶媒を連続的に除去することができる。最後に、温度および圧力がゆっくりと周囲条件に戻り、乾燥エーロゲル材料を生成する。二酸化炭素はまた超臨界状態に前処理した後、抽出チャンバに注入することもできる。

10

【0121】

エーロゲルを形成する代替方法の一例は、水中の塩基性金属酸化物前駆体（例えばケイ酸ナトリウム）を酸性化して、ヒドロゲルを作成することを含む。塩副産物は、イオン交換によって、および／またはその後に形成されたゲルを水で洗浄することによって、ケイ酸前駆体から除去することができる。ゲルの孔から水を除去することは、エタノール、メタノール、またはアセトンなどの極性有機溶媒との交換によって行うことができる。次に、ゲル中の液相は、革新的な処理および抽出技術を用いて少なくとも部分的に抽出される。

20

【0122】

エーロゲルを形成する代替方法の別の例は、溶媒／孔界面での損傷性の毛細管圧力を、表面ヒドロキシル基の疎水性トリメチルシリルエーテルへの転化を介する湿潤ゲル状態のマトリックス材料の化学修飾により低減させることを含み、それにより溶媒の臨界点より下の温度および圧力で、ゲル材料からの液相抽出を可能にする。

30

【0123】

エーロゲル材料または配合物の大規模製造は、大規模なゲル材料の連続的生成に関連する難しさ、ならびに革新的な処理および抽出技術を用いる大量のゲル材料からの液相抽出に関連する難しさによって、複雑になり得る。本開示のエーロゲル材料または配合物は、好ましくは、大規模な生産に適応している。特定の態様において、本開示のゲル材料は、連続鋳造およびゲル化プロセスによって大規模に製造することができる。特定の態様において、本開示のエーロゲル材料または配合物は、大規模な抽出容器の使用を必要として、大規模で製造される。本開示の大規模抽出容器は、約0.1 m³以上、約0.25 m³以上、約0.5 m³以上、または約0.75 m³以上の容積を有する抽出容器を含むことができる。

40

【0124】

本発明の補強エーロゲル複合物は、パネル仕上げ、パイププレフォーム、ハーフシェルプレフォーム、エルボー、ジョイント、および、断熱材を工業的および商業的用途に適用する際に通常必要とされる他の形状を含む、三次元形状の範囲に成形することができる。1つの態様において、補強材料は、ゲル前駆体材料が注入される前に所望の形状に形成される。ゲル材料は、プリフォームがその形状を維持することができるように処理され、それによって、所望の形状の補強エーロゲルプリフォームが得られる。成形されたエーロゲルプリフォームを形成するこの技術は、様々な形状および構造のゲル材料を処理するのに必要な困難さのために、困難で非効率的であり得る。

【0125】

50

1つの態様において、補強ゲル複合物は、最初はシート形態であり、ゲル材料のゲル化後またはゲル材料のゲル化およびその後の乾燥後に、所望の3次元形状に加工される。好適な態様において、補強エーロゲル材料のシートは所望の温度に加熱され、所望の形状に成形され、次に冷却される。補強エーロゲル材料を成形するこの技術は、フォーム補強材料で特に有効である。好適な態様において、フォーム補強材料を含む補強エーロゲル材料のシートは所望の温度に加熱され、所望の形状に成形され、次に冷却される。エーロゲル材料を加熱するための所望の温度は、フォーム補強材料の軟化点より高く、補強材料の最高使用温度より低く、エーロゲル材料の自己加熱温度より低いことが好ましい。所望の温度は、補強材料が所望の形状に形成されるのに十分なほど柔らかく可撓性であるが、成形プロセス中にエーロゲル材料を支持するのに十分に安定していることが好ましい。したがってエーロゲル材料を加熱するための所望の温度は、使用される補強材料およびエーロゲル材料の種類に依存して変化するであろう。1つの態様において、所望の温度は、50℃～200℃、75℃～200℃、100℃～175℃、120℃～160℃、または約150℃である。

10

【0126】

1つの態様において、補強ゲル複合物は、最初はブロックまたは成形形態であり、ゲル材料のゲル化後またはゲル材料のゲル化でかつその後の乾燥後に、所望の3次元形状に加工される。1つの態様において、補強エーロゲル材料のブロックは、補強材料とゲル前駆体がある形状の型内で合わせることによって形成される。型内の材料はゲル化され、次に乾燥されて、成形されたエーロゲル複合物を生成する。好適な態様において、補強エーロゲル材料のブロックが製造され、次に所望の形状に切断または旋盤加工される。別の好適な態様において、補強エーロゲル材料のブロックが製造され、次にスカイビング機械または装置を使用して個々の誘導シートに切断される。

20

【0127】

絶縁構造はまた、熱伝導の放射性成分 (radiative component) を減らすように乳濁剤を含むことができる。ゲル形成前の任意の時点において、乳白 (opacifying) 化合物またはそれらの前駆体は、ゲル前駆体を含む混合物中に分散されることができる。乳白化合物の例は、炭化ほう素 [B₄C]、珪藻土、マンガンフェライト、MnO、NiO、SnO、Ag₂O、Bi₂O₃、カーボンブラック、酸化チタン、酸化鉄チタン、ジルコニウムシリケート、酸化ジルコニウム、酸化鉄 (I)、酸化鉄 (III)、二酸化マンガ、酸化鉄チタン (ilmenite)、酸化クロム、カーバイド (例えば SiC、TiC または WC)、またはそれらの混合物を含むがこれらに限られない。乳白化合物前駆体の例は、TiOSO₄ または TiOCl₂ を含むがこれらに限られない。

30

【0128】

本発明の態様は、本明細書中に記載された、処理、抽出および処理技術、ならびに本明細書中で規定されたエーロゲル、エーロゲルー状材料、および絶縁構造を生産するための当業者に公知の他の処理、抽出および処理技術のいずれかを使用して、行うことができる。

【0129】

本発明のエーロゲル材料および配合物は、絶縁材料として非常に効果的であることが示された。しかし、本発明の方法および材料の適用は、絶縁に関連する用途に限定することを意図しない。本発明の方法および材料は、本発明の材料および方法によって提供される特性または手順の独自の組み合わせから利益を受けるであろう任意のシステムまたは用途に適用できる。用途は、絶縁 (衣料、靴、建物、配管、または工業用装置を含む)、熱障壁およびパネル (耐火障壁およびパネルを含む)、音響障壁、電子、ショック衝撃隔離器、および化学的触媒作用を含むがこれらに限られない。本発明の複合物を利用する用途は、単一層または複数層の複合物を使用することができ、および例えば、それらのあるサイズに切断することを通して、本発明の複合物を機械的に変えることができる。

40

【実施例】

50

【0130】

実験

以下の例は、本発明の種々の非限定の態様および特性を提供する。ある方法および装置は下記のようなものであるが、当業者によって適すると決定される他の方法または装置を代わりに利用できる。

【0131】

密度

膜材料の密度は、以下の式： $\rho = m / w \times l \times t$ （式中、 ρ = 密度（g / cc）、 m = 質量（g）、 w = 幅（1.5 cm）、 l = 長さ（16.5 cm）、および t = 厚さ（cm））を使用して計算される。

10

【0132】

化学天秤モデルを用いて質量を測定し、およびミットヨ社の547-400S厚さゲージを用いて厚さを測定した。しかし、質量および厚さの測定のための任意の適した手段を使用できる。

ガーリー（Gurley）

Gurley 空気流れ試験（ガーリーモデル4340オートマチックデンソメーター）は、12.4 cmの水圧力で6.45 cm²の試料を流れて通る100 cm³の空気当たりの秒での時間を測定する。

【0133】

Frazier 数

20

直径で5.5インチ（14 cm）、または面積で23.76平方インチ（153.3平方cm）の円形のガスケットの付いたフランジのある治具で試験試料をクランプすることによって、通気性を測定した。試料治具の上流側を、乾燥圧縮空気の供給源とラインで流量計に接続した。試料治具の下流側は、雰囲気解放されていた。

【0134】

試料の上流側に0.5インチ（1.27 cm）の空気圧力の水を適用すること、およびインライン流量計（浮子式ロータメーター）を通過する空気の流量を記録することによって、試験を行った。

【0135】

0.5インチ（1.27 cm）の水圧力における、空気／分／平方メートルの試料での、立方メートルの単位を有するFrazier数に関して、2つの試料の平均での結果を報告する。

30

【0136】

（膜の）マトリックス引っ張り強度

ダイパンチを使用して、ePTFE膜から165 mm長×15 mm幅の長方形試料を切り出すことによって、試料を調製した。膜を切断台上に置いて、試料が切断される範囲においてシワがないようにした。次に165 mm×15 mmのダイを膜（概して織物の200 mmの中心）の上に置き、その長軸が試験される方向と平行になるようにした。いったんダイを位置合わせすると、膜織物にかけて切断するように圧力を掛けた。この圧力を取り除くと、張力試験に影響を与えることができる端の欠陥がないことを確かにするように、試験のための長方形の試料を点検した。縦方向で少なくとも3つ試料および横方向で3つの試料をこのように調製した。いったん試料が調製されると、化学天秤を使用してそれらの質量およびミットヨ製547-400S厚さゲージを使用してそれらの厚さを決定するためにそれらの試料を測定した。厚さを測定するための任意の適した手段を使用できることに留意のこと。その後インストロン5500引張試験機を使用してその張力特性を決定するために、それぞれの試料を測定した。試料を引張試験機中に挿入し、およびインストロンカタログ2702-015（ゴムで被覆したフェースプレート）および2702-016（のこぎり状のフェースプレート）のグリッププレートを使用して保持して、試料のそれぞれの終端が1つのゴムで被覆されたフェースプレートと1つののこぎり状のフェースプレートとの間に保持されるようにした。グリッププレートに掛けた圧力は約552

40

50

kPaであった。グリップ間のゲージ長を50mmに設定し、およびクロスヘッド速度（引張速度）を、200mm／分の速度に設定した。500N荷重セルをこれらの測定を行うために使用し、およびデータを50点／秒の割合で収集した。実験室温度は、比較できる結果を確かにするために、20～22.2℃の間であった。最終的に、もし試料がたまたまグリップ界面で破壊すると、データを廃棄した。膜織物を特徴づけるために、縦方向で少なくとも3つ試料および横方向で3つの試料を（グリップから抜けたり、またはグリップで破壊したりすることなく）成功裏に引っ張った。

【0137】

マトリックス引っ張り強度を算出するために以下の式：

$$M T S = F_{m a x} \times (\rho_o \times l \div 100 \times m)$$

10

（式中、MTS=MPaでのマトリックス引っ張り強度、 F_{max} = 試験の間に測定された最大の荷重（ニュートン）、 ρ_o = PTFEの密度（2.2グラム／cc）、 l = 試料長さ（cm）、および m = 試料の質量（グラム））を使用した。

【0138】

泡立ち点

毛管流ポロメーター（Quantachrome Instruments, Boynton Beach, Floridaからのモデル3Gzh）を使用してASTM F316-03の一般的な教示にしたがって、泡立ち点を測定した。試料膜を、試料チャンバー中に配置し、および（Porous Materials Inc. から入手可能な）20.1ダイン／cmの表面張力を有するSilwicksシリコン流体で湿潤させた。試料チャンバーの底クランプは、試料を支えるために使用される2.54cmの直径、0.159cmの厚さの多孔質金属ディスクインサート（Quantachrome部品番号75461ステンレススチールフィルター）を有していた。3GWinソフトウェアバージョン2.1を使用して、すぐ下の表中で特定したようにパラメーターを設定した。泡立ち点圧力として示された値は、2つの測定の平均である。

20

【0139】

泡立ち点圧力を以下の式：

$$D_{B P} = 4 \gamma^l \cos \theta / P_{B P}$$

（式中、 D_{BP} は、孔サイズであり、 γ^l は、液体の表面張力であり、 θ は、材料表面の流体の接触角であり、および P_{BP} は、泡立ち点圧力である。）を使用して孔サイズに変換した。泡立ち点測定において使用された液体は、試料の表面を湿潤させることが当業者に理解される。

30

【表 1】

泡立ち点器具の設定

パラメーター	
実行設定	
開始圧力	2. 1 2 p s i g
終了圧力	8 5. 7 4 p s i g
試料面積	3. 1 4 c m ²
実行の種類	湿潤のみ
データ点数	2 5 6
圧力制御	
通常平衡使用	あり
T o l 使用	なし
時間使用	なし
速度使用	なし
低流れセンサー使用	なし
タイムアウト	N A
平衡時間 (E q u i l T i m e)	N A
実行速度 (R u n R a t e)	N A
圧力耐性 (P r e s s u r e T o l e r a n c e)	N A
流れ耐性	N A
スムージング	
移動平均使用	なし
湿潤間隔移動平均	N A
乾燥間隔移動平均	N A
回帰 (L o w e s s) 乾燥	0. 0 5 0
回帰湿潤	0. 0 5 0
回帰流れ	0. 0 5 0
回帰数	0. 1 0 0
最小サイズ閾値	0. 9 8
泡立ち点パラメーター	
B p A u t o 使用	あり
B p 閾値 (L / 分) 使用	なし
B p 閾値 (A b s / c m ²) 使用	なし
B p 閾値数使用	なし
B p A u t o 耐性 (マニュアル)	1 %
B p 閾値値 (マニュアル)	N A
B p 閾値 (a b s / c m ²) 値	0

【0 1 4 0】

複合物密度

A S T M C 3 0 3 中に記載された一般的な教示に従って体積決定とともに、密度決定を、標準化学天秤を使用して質量測定で決定した。

【0 1 4 1】

複合物の厚さ

複合物の厚さを、A S T M C 3 0 3 中に記載された一般的な教示に従って決定した。

【0 1 4 2】

10

20

30

40

50

熱伝導度

フォーム／エーロゲル複合物の熱伝導度を、ASTM C 518中に記載された一般的な教示に従って、2 PSIの圧縮の荷重で37.8℃の平均温度において決定した。

【0143】

例1

例1では、ASTM C 303中に記載された一般的な教示に従った体積決定とともに、標準化学天秤を使用して重量測定で、密度を決定し、およびASTM C 518中に記載された一般的な教示に従って、2 PSIの圧縮荷重で37.8℃の平均温度において、熱伝導度を決定した。

【0144】

微多孔質スカフォールド内のエーロゲルの連続的なマトリックスを以下の方法で作った。2.2 lb/ft³ (35.2 kg/m³)の公称密度および厚さ約0.080インチ(2 mm)を有する90孔/インチ(ppi)(35.4孔/cm)の網状ポリエステルポリウレタンフォームの0.61 m幅のロール(RS090WHGR1、Crest Foam Industries Inc., division of INOAC, Moonachie, NJ)を得た。

【0145】

PTFEの結晶熔融温度より高い温度に曝され以下の特性：0.0137 mmの平均厚さ、0.370 g/ccの平均密度、9.5の平均Frazier数、<1の平均ガーレー数、222 MPaの小線維の方向における平均マトリックス引っ張り強度、91 MPaの小線維の方向と直交する方向における平均マトリックス引っ張り強度、および5.0 μmの孔サイズ、を有する延伸PTFE膜(0.81 m)のロールを得た。この膜を米国特許第5,814,405号明細書の教示に概して従って作った。

【0146】

米国特許第4,532,316号明細書中で引用されたものに類似するポリウレタン接着剤を液化するのに十分な温度に加熱した。約115℃に加熱されたグラビアロール装置を介して面積で約40%に付着した接着剤を有するドットパターンで膜に接着剤を適用した。

【0147】

ニップを通すことによって網状ポリウレタンフォームの片側に膜の接着剤を被覆した側を接着させ、および生じたラミネートをスプール上で集めた。同じような方法で別の長さの接着剤を被覆した膜を網状フォームの反対側に適用し、ラミネート加工した組み立て物を作った。ラミネート加工した組み立て物をスプールし、および48時間の間室温で硬化させた。

【0148】

加水分解されたテトラエトキシシランおよびその誘導体および縮合触媒、水酸化アンモニウム水溶液を含む必要量のゾルを混合し、およびラミネート加工した組み立て物に浸透させた。3～30分の離水期間後に、ゲル／フォーム複合物を、湿潤ゲル複合物が水酸化アンモニウムおよび種々の量のアルキルおよびシリル基(ヘキサメチルジシラザン)を含む疎水化剤の熱エタノール溶液に曝される、さらなる化学的エージングに曝した。エージング後に、フォーム／エーロゲル複合物は、円筒型の圧力容器に移され、次に溶媒を除くために超臨界CO₂抽出を使用して乾燥された。なんらかの残留する湿気含有量および／または揮発性を除くために、複合物を熱で処理した。

【0149】

寸法約20 cm×20 cmの3つの試料を、エーロゲルで含浸したラミネート組み立て物から切断した。これらの使用は、以下の特性：1.61 mmの平均厚さ、0.179 g/ccの平均密度、平均熱伝導度13.9 mW/mKを有すると決定された。これらの試料は、高いちり保持を示した。

【0150】

例2

例 2 として、A S T M C 3 0 3 中に記載された一般的な教示に従った体積決定とともに、標準化学天秤を使用して重量測定で密度を決定し、および A S T M C 5 1 8 中に記載された一般的な教示に従って、2 P S I の圧縮荷重で 3 7 . 8 °C の平均温度において熱伝導度を決定した。

【0151】

微多孔質スカフォールド内のエーロゲルの連続的なマトリックスを以下の方法で作った。延伸ポリエチレン (e P E) の 2 つ異なる膜をスカフォールドとして使用した。両方のスカフォールドは、A r i o s o ^{T M} 複合物膜 (L y d a l l) として市販されておりおよび 8 . 5 × 1 1 インチであった。両方の材料は、1 秒未満の平均ガーレー数、および 8 . 8 μm の孔サイズを有した。これらのアリオソ (A r i o s o) スカフォールドは、
10

【0152】

加水分解されたテトラエトキシシランおよびその誘導体および縮合触媒、水酸化アンモニウム水溶液を含む必要量のゾルを混合し、およびそれぞれの膜に浸透させた。

【0153】

膜は、表 1 中のエーロゲルの添加の前および後に以下の特性を有することが決定された。熱伝導度を試験する場合に、両方の試料を積み重ね、および表 1 に示すように平均熱伝導度を得た。これらの材料は、高いちり保持を示した。

【表 2】

試料	厚さ		表 1 密度		3 7 . 5 °C における平均熱 伝導度
	初期	最終	初期	最終	
1 a	0 . 7 0	0 . 8 5	0 . 1 4 2	0 . 1 9 4	1 3 . 6 mW / mK
1 b	0 . 4 7	0 . 5 0	0 . 1 3 2	0 . 1 7 1	

20

【0154】

例 3

例 3 として、A S T M C 3 0 3 中に記載された一般的な教示に従った体積決定とともに、標準化学天秤を使用して重量測定で、密度を決定し、および A S T M C 5 1 8 中に
30

【0155】

微多孔質スカフォールド内のエーロゲルの連続的なマトリックスを以下の方法で作った。面積密度、0 . 0 1 ~ 0 . 0 3 g / c m ² を有する酸化されたポリアクリロニトリル (O P A N) 繊維を含む不織布を得た。

【0156】

P T F E の結晶熔融温度より高い温度に曝され以下の特性：0 . 0 3 2 mm の平均厚さ、0 . 5 8 7 g / c c の平均密度、0 . 4 7 μm の孔サイズ、8 . 9 秒の平均ガーレー数、8 8 M P a の小線維の方向における平均マトリックス引っ張り強度、および 3 5 M P a
40

の小線維の方向と直交する方向における平均マトリックス引っ張り強度を有する、延伸 P T F E 膜 (0 . 8 1 m) のロールを得た。この膜を米国特許第 3 , 9 5 3 , 5 6 6 号明細書の教示に概して従って作った。

【0157】

米国特許第 4 , 5 3 2 , 3 1 6 号明細書中で引用されたものに類似するポリウレタン接着剤を液化するのに十分な温度に加熱した。約 1 1 5 °C に加熱されたグラビアロール装置を介して面積で約 4 0 % に付着した接着剤を有するドットパターンで膜に接着剤を適用した。

【0158】

ニップを通すことによって網状ポリウレタンフォームの片側に膜の接着剤を被覆した側
50

を接着させ、および生じたラミネートをスプール上で集めた。同じような方法で別の長さの接着剤を被覆した膜を網状フォームの反対側に適用し、ラミネート加工した組み立て物を作った。ラミネート加工した組み立て物をスプールし、および48時間の間室温で硬化させた。

【0159】

加水分解されたテトラエトキシシランおよびその誘導体および縮合触媒、水酸化アンモニウム水溶液を含む必要量のゾルを混合し、およびラミネート加工した組み立て物に浸透させた。3〜30分の離水期間後に、ゲル／フォーム複合物を、湿潤ゲル複合物が水酸化アンモニウムおよび種々の量のアルキルおよびシリル基（ヘキサメチルジシラザン）を含む疎水化剤の熱エタノール溶液に曝される、さらなる化学的エージングに曝した。エージング後に、フォーム／エーロゲル複合物は、円筒型の圧力容器に移され、次に溶媒を除くために超臨界CO₂抽出を使用して乾燥された。なんらかの残留する湿気含有量および／または揮発性を除くために、複合物を熱で処理した。

10

【0160】

寸法約10cm×10cmの10の試料を、エーロゲルで含浸したラミネート組み立て物から切断した。これらの使用は、以下の特性：2.29mmの平均厚さ、0.0243g/ccの平均密度、平均熱伝導度17.4mW/mKを有すると決定された。これらの試料は、高いちり保持を示した。

【0161】

本明細書中で使用される場合、特に別の指定がなければ、接続詞「および」は包括的であることが意図されており、接続詞「または」は排他的であることは意図されていない。例えば語句「または、その代わりに」は排他的であることが意図されている。

20

【0162】

本発明を説明する文脈（特に特許請求の範囲の文脈）において、用語「a」、「an」、「the」、または同様の指示対象の使用は、特に別の指定がなければ、または文脈と明らかに矛盾しなければ、単数形および複数形の両方を包含するものと解釈されるべきである。

【0163】

用語「含む」、「有する」、「含む」、および「含有する」は、特に別の指定がなければ、制限のない用語（すなわち、「含むが、これに限定されない」を意味する）であると解釈されるべきである。

30

【0164】

本明細書で使用される用語「約」は、同定された特定の特性、組成、量、値、またはパラメータについて典型的な偏差の程度をいい、例えば、実験誤差、測定誤差、近似誤差、計算誤差、平均値の標準偏差、日常的な微調整などに基づく偏差などを含む。

【0165】

本明細書における値の範囲の列举は、本明細書中に特に別の指定がなければ、範囲内の各別個の値を個々に参照する簡略方法として機能することを意図しており、それぞれの個別値は、本明細書に個別に列举されているかのように本明細書に取り込まれる。

【0166】

本明細書中に記載される全ての方法は、本明細書中に特に別の指定がなければ、または文脈と明らかに矛盾しなければ、任意の適切な順序で実施され得る。本明細書で提供される任意のおよびすべての例、または例示的な用語（例えば、「などの」、「例えば」）の使用は、特に別の指定がなければ、本発明をよりよく説明することのみを意図しており、本発明の範囲を限定するものではない。

40

【0167】

上記に記載された絶縁構造は、一般的でありおよび特定の実施形態に関する。本開示の範囲を離れることなく、種々の改変および変化形が態様においてなすことができることは当業者に明らかであろう。したがって、改変および変化形が付属の請求項およびそれらの均等の範囲内となることを前提として、態様は改変および変化形を範囲とすることが意図

50

される。

(態様)

(態様 1)

少なくとも 1 つの微多孔質層を含むスカフォールドと、

前記微多孔質層の複数の孔を通して伸びる少なくとも 1 つのモノリシックエーロゲル構造と、

を含む、絶縁構造。

(態様 2)

少なくとも 1 つの微多孔質層および前記微多孔質層に隣接した少なくとも 1 つの多孔質層を含むスカフォールドと、

エーロゲル構造と、

を含む、絶縁構造であって、

前記エーロゲル構造の一部は、前記微多孔質層の少なくとも一部を通して伸び、そしてまた、前記隣接した多孔質層の少なくとも一部を通して伸びる、絶縁構造。

(態様 3)

前記スカフォールドは、多孔質層をさらに含み、および

前記モノリシックエーロゲル構造は、前記多孔質層の複数の孔を通して伸びる、態様 1 に記載の絶縁構造。

(態様 4)

前記多孔質層および前記微多孔質層は、第 1 の界面において相互に接触し、および

前記モノリシックエーロゲル構造は、前記第 1 の界面にわたって伸びる、態様 2 または 3 に記載の絶縁構造。

(態様 5)

前記絶縁構造は、2 つの微多孔質層を含み、

前記 2 つの微多孔質層は、前記多孔質層の反対側上で前記多孔質層に隣接しており、および

前記モノリシックエーロゲル構造は、前記多孔質層および両方の微多孔質層の複数の孔を通して伸びる、態様 3 または 4 に記載の絶縁構造。

(態様 6)

前記多孔質層は、第 1 の界面における前記 2 つの微多孔質層の一方に接触し、

前記多孔質層は、第 2 の界面における前記 2 つの微多孔質層のもう一方に接触し、および

前記モノリシックエーロゲル構造は、前記第 1 の界面および第 2 の界面にわたって伸びる、態様 5 に記載の絶縁構造。

(態様 7)

前記微多孔質層は、微多孔質フィルムである、態様 1 ～ 6 のいずれか一項に記載の絶縁構造。

(態様 8)

前記多孔質層は、連続気泡フォームを含む、態様 2 ～ 7 のいずれか一項に記載の絶縁構造。

(態様 9)

前記連続気泡フォームは、網状ガラス質炭素フォーム、ポリウレタンフォーム、メラミンフォーム、ポリイミドフォーム、セラミックフォーム、または金属フォームを含む、態様 8 に記載の絶縁構造。

(態様 10)

前記連続気泡フォームは、網状フォームである、態様 8 に記載の絶縁構造。

(態様 11)

前記多孔質層は、テキスタイル層を含む、態様 2 ～ 8 のいずれか一項に記載の絶縁構造。

(態様 12)

10

20

30

40

50

前記テキスタイル層は、織物、編物、または不織層を含む、態様 1 1 に記載の絶縁構造。

(態様 1 3)

前記多孔質層は、300 秒以下、好ましくは 50 秒以下のガーレー数を有する、態様 2 ~ 1 2 のいずれか一項に記載の絶縁構造。

(態様 1 4)

前記多孔質層は、フィラーを含む、態様 2 ~ 1 3 のいずれか一項に記載の絶縁構造。

(態様 1 5)

前記フィラーは、ガラス微小球、セラミック微小球、またはポリエチレン微小球を含む、態様 1 4 に記載の絶縁構造。

(態様 1 6)

前記微多孔質層は、300 秒以下、好ましくは 50 秒以下のガーレー数を含む、態様 1 ~ 1 5 のいずれか一項に記載の絶縁構造。

(態様 1 7)

前記微多孔質層は、 $0.03\ \mu\text{m}$ ~ $210\ \mu\text{m}$ 、好ましくは $0.03\ \mu\text{m}$ ~ $15\ \mu\text{m}$ の孔サイズを含む、態様 1 ~ 1 6 のいずれか一項に記載の絶縁構造。

(態様 1 8)

前記少なくとも 1 つの微多孔質層は、延伸フルオロポリマーフィルム、延伸ポリエチレン (e P E) フィルム、または延伸ポリプロピレン (e P P) フィルムを含む、態様 1 ~ 1 7 のいずれか一項に記載の絶縁構造。

(態様 1 9)

前記微多孔質層は、延伸ポリテトラフルオロエチレン (e P T F E) フィルムを含む、態様 1 ~ 1 8 のいずれか一項に記載の絶縁構造。

(態様 2 0)

前記 e P T F E フィルムは、ノード、小線維、および前記ノードと小線維との間のボイドを含む微細構造を有し、ならびに前記ボイドは、前記モノリシックエーロゲル構造によって少なくとも部分的に充填されている、態様 1 9 に記載の絶縁構造。

(態様 2 1)

前記少なくとも 1 つの微多孔質フィルムは、前記多孔質層より小さい孔サイズを有する、態様 2 ~ 2 0 のいずれか一項に記載の絶縁構造。

(態様 2 2)

前記モノリシックエーロゲル構造は、有機、無機またはハイブリッド有機無機材料を含む、態様 1 ~ 2 1 のいずれか一項に記載の絶縁構造。

(態様 2 3)

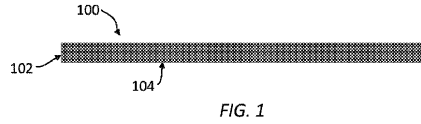
前記エーロゲルは、シリカ、チタニア、ジルコニア、アルミナ、ハフニア、イットリア、セリア、カーバイド、窒化物、これらの変形物またはそれらの組み合わせを含む、態様 1 ~ 2 2 のいずれか一項に記載の絶縁構造。

10

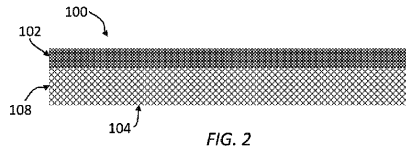
20

30

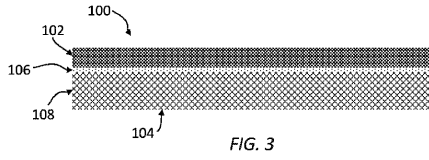
【図 1】



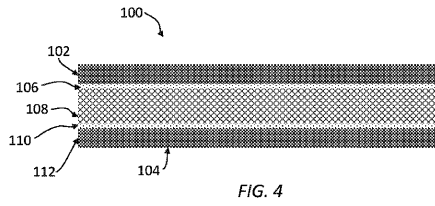
【図 2】



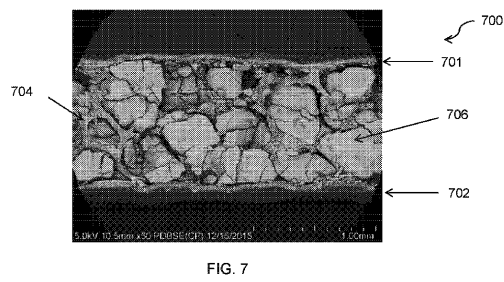
【図 3】



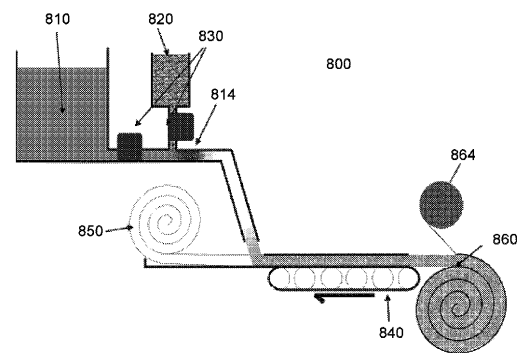
【図 4】



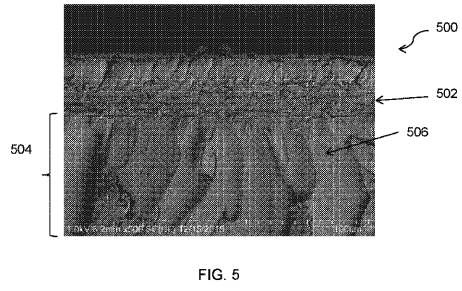
【図 7】



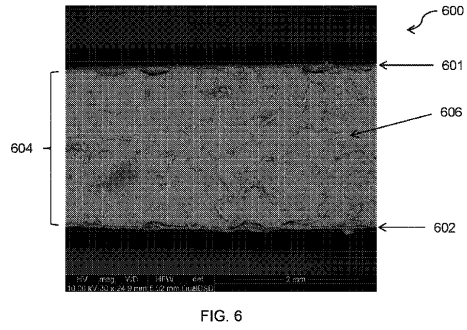
【図 8】



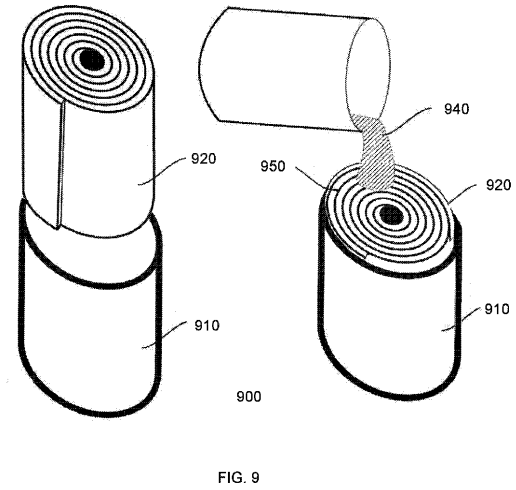
【図 5】



【図 6】



【図 9】



フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I
B 2 9 L 9/00 (2006.01) B 2 9 K 105:04
B 2 9 L 9:00

(74)代理人 100099759

弁理士 青木 篤

(74)代理人 100123582

弁理士 三橋 真二

(74)代理人 100128495

弁理士 出野 知

(74)代理人 100093665

弁理士 蛸谷 厚志

(74)代理人 100173107

弁理士 胡田 尚則

(74)代理人 100147212

弁理士 小林 直樹

(72)発明者 レスリー リククリーン

アメリカ合衆国, デラウェア 1 9 7 1 1, ニューアーク, ペーパー ミル ロード 5 5 1, ダ
ブリュ. エル. ゴア アンド アソシエイツ, インコーポレイティド

(72)発明者 マイケル マグヤー

アメリカ合衆国, デラウェア 1 9 7 1 1, ニューアーク, ペーパー ミル ロード 5 5 1, ダ
ブリュ. エル. ゴア アンド アソシエイツ, インコーポレイティド

(72)発明者 エリック オブライアン

アメリカ合衆国, デラウェア 1 9 7 1 1, ニューアーク, ペーパー ミル ロード 5 5 1, ダ
ブリュ. エル. ゴア アンド アソシエイツ, インコーポレイティド

(72)発明者 デイビッド ミアルシク

アメリカ合衆国, マサチューセッツ 0 1 5 3 2, ノースボロー, フォーブス ロード 3 0, ビ
ルディング ビー, アイピー デパートメント, アスペン エアロゲルズ, インコーポレイティド

(72)発明者 オーウェン エバンズ

アメリカ合衆国, マサチューセッツ 0 1 5 3 2, ノースボロー, フォーブス ロード 3 0, ビ
ルディング ビー, アイピー デパートメント, アスペン エアロゲルズ, インコーポレイティド

(72)発明者 ニコラス ザフィーロポーロス

アメリカ合衆国, マサチューセッツ 0 1 5 3 2, ノースボロー, フォーブス ロード 3 0, ビ
ルディング ビー, アイピー デパートメント, アスペン エアロゲルズ, インコーポレイティド

(72)発明者 ジョージ ゴールド

アメリカ合衆国, マサチューセッツ 0 1 5 3 2, ノースボロー, フォーブス ロード 3 0, ビ
ルディング ビー, アイピー デパートメント, アスペン エアロゲルズ, インコーポレイティド

審査官 岩田 行剛

(56)参考文献 米国特許出願公開第2009/0029147 (US, A1)

特開2009-024615 (JP, A)

特開2012-225409 (JP, A)

国際公開第2010/074086 (WO, A1)

特開平08-034678 (JP, A)

特開2011-005676 (JP, A)

特開2002-275305 (JP, A)

特表2007-524528 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C 0 8 J 9 / 0 0 - 9 / 4 2

B 3 2 B 1 / 0 0 - 4 3 / 0 0

B 2 9 C 4 4 / 0 0 - 4 4 / 6 0

B 2 9 C 6 7 / 2 0