(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号
特許第7060675号
(P7060675)

(45)発行日　令和4年4月26日(2022.4.26)

(24)登録日　令和4年4月18日(2022.4.18)

(51)国際特許分類

		FI		
C01B 33/16 (2006.01)		C01B	33/16	
C01F 5/20 (2006.01)		C01F	5/20	
C01F 11/02 (2006.01)		C01F	11/02	Z
C01C 1/16 (2006.01)		C01C	1/16	A
C01C 1/24 (2006.01)		C01C	1/24	H

請求項の数　9　（全10頁）　最終頁に続く

(21)出願番号　特願2020-506800(P2020-506800)
(86)(22)出願日　平成30年8月21日(2018.8.21)
(65)公表番号　特表2020-529960(P2020-529960A)
(43)公表日　令和2年10月15日(2020.10.15)
(86)国際出願番号　PCT/KR2018/009617
(87)国際公開番号　WO2019/098503
(87)国際公開日　令和1年5月23日(2019.5.23)
審査請求日　令和2年2月6日(2020.2.6)
(31)優先権主張番号　10-2017-0154145
(32)優先日　平成29年11月17日(2017.11.17)
(33)優先権主張国・地域又は機関
韓国(KR)

(73)特許権者　500239823
エルジー・ケム・リミテッド
大韓民国　０７３３６　ソウル，ヨンドゥンポーグ，ヨイ－デロ　１２８
(74)代理人　110000040
特許業務法人池内アンドパートナーズ
(72)発明者　カン、テーキョン
大韓民国、テジョン、ユソン－グ、ムンジ－ロ、１８８、エルジー・ケム・リサーチ・パーク
(72)発明者　イ、チェ－キュン
大韓民国、テジョン、ユソン－グ、ムンジ－ロ、１８８、エルジー・ケム・リサーチ・パーク
審査官　廣野 知子

最終頁に続く

(54)【発明の名称】　シリカエアロゲルブランケットの製造工程中に生じる超臨界廃液の再生方法

(57)【特許請求の範囲】

【請求項１】

シリカエアロゲルブランケットの製造工程中の超臨界乾燥ステップで生じる超臨界廃液に金属塩を添加しており、

前記金属塩添加後に撹拌するステップをさらに含み、

前記金属塩は、金属塩と超臨界廃液中に含まれているアンモニアとが１：３～１：１のモル比となる量で添加され、

前記金属塩が、超臨界廃液中に含まれているアンモニアの水溶液と反応して金属水酸化物を形成することを特徴とする、超臨界廃液の再生方法。

【請求項２】

前記超臨界廃液は、水、有機溶媒、およびアンモニアを含むことを特徴とする、請求項１に記載の超臨界廃液の再生方法。

【請求項３】

前記有機溶媒は、メタノール、エタノール、ヘキサン、イソプロパノール、およびペンタンからなる群から選択される１種以上であることを特徴とする、請求項２に記載の超臨界廃液の再生方法。

【請求項４】

前記金属塩は、$MgCl_2$、$MgSO_4$、$CaCl_2$、$CaSO_4$、$AlCl_3$、および$Al_2(SO_4)_3$からなる群から選択される１種以上であることを特徴とする、請求項１乃至３の何れか一項に記載の超臨界廃液の再生方法。

【請求項５】
前記超臨界廃液は、超臨界乾燥ステップで、シリカゲルに含まれた溶媒および超臨界流体に、複数の圧力パルスを同時に印加することで得られ、前記複数の圧力パルスの少なくとも２つ以上は、異なる周波数および異なる振幅の少なくとも何れか１つ以上の特徴を有することを特徴とする、請求項１乃至４の何れか一項に記載の超臨界廃液の再生方法。
【請求項６】
請求項１乃至５の何れか一項に記載の超臨界廃液の再生方法により再生された超臨界廃液を再使用することを特徴とする、シリカエアロゲルブランケットの製造方法。
【請求項７】
前記再生された超臨界廃液は、シリカゾルの製造ステップ、熟成ステップ、および表面改質ステップからなる群から選択される１つ以上のステップで再使用されることを特徴とする、請求項６に記載のシリカエアロゲルブランケットの製造方法。
【請求項８】
前記再使用される再生された超臨界廃液は、シリカエアロゲルブランケットの製造で用いられる有機溶媒の総重量に対して８５重量％以上であることを特徴とする、請求項６または７に記載のシリカエアロゲルブランケットの製造方法。
【請求項９】
前記シリカゾルの製造ステップで再使用される再生された超臨界廃液の量は、シリカゾルの製造ステップで用いられる有機溶媒の総重量に対して５０重量％～９０重量％であることを特徴とする、請求項７に記載のシリカエアロゲルブランケットの製造方法。
【発明の詳細な説明】
【技術分野】
【０００１】
本出願は、２０１７年１１月１７日付けの韓国特許出願第１０‐２０１７‐０１５４１４５号に基づく優先権の利益を主張し、該当韓国特許出願の文献に開示された全ての内容は、本明細書の一部として組み込まれる。
【０００２】
本発明は、シリカエアロゲルブランケットの製造工程中に生じる超臨界廃液の再生方法、およびその方法により再生された超臨界廃液を再使用するシリカエアロゲルブランケットの製造方法に関する。
【背景技術】
【０００３】
エアロゲル（ａｅｒｏｇｅｌ）は、ナノ粒子から構成された高多孔性の物質であって、高い気孔率と比表面積、そして低い熱伝導度を有するため、高効率の断熱材、防音材などの用途として注目されている。かかるエアロゲルは、多孔性構造によって非常に低い機械的強度を有するため、既存の断熱繊維である無機繊維または有機繊維などの繊維状ブランケットに、エアロゲルを含浸して結合させたエアロゲル複合体が開発されている。一例として、シリカエアロゲルを用いたシリカエアロゲル含有ブランケットは、シリカゾル製造ステップ、ゲル化ステップ、熟成（Ａｇｉｎｇ）ステップ、表面改質ステップ、および乾燥ステップを経て製造される。特に、従来の技術では、熟成ステップで少量のNH_4OHを使用し、表面改質剤としてヘキサメチルジシラザン（ＨＭＤＳ）を使用しているが、この際、ＨＭＤＳがトリメチルシラノール（ＴＭＳ）またはトリメチルエトキシシラノール（ＴＭＥＳ）に分解されながらNH_3が生じる。その一部は、超臨界乾燥中に二酸化炭素と反応して炭酸アンモニウム塩を形成し、一部は回収エタノールに残留することになる。
【０００４】
一方、前記エアロゲルブランケット（Ａｅｒｏｇｅｌ　Ｂｌａｎｋｅｔ）が既存の断熱材に比べて著しい断熱性能を有するにもかかわらず、その市場が成長していない理由は、高いコストにある。高価の原料と複雑な製造工程、そして製造過程で生じる多量の廃液の処理コストなどにより、製品価格が他の断熱材に比べて相対的に高いためである。
【０００５】

前記価格上昇の要因の一つである原料を交替したり、製造工程を変更したりして原価を低減する方法は、製品の品質に直接的な影響を与え得るため、適用が困難である。したがって、最も簡単に原価を下げる方法は、製造過程で生じる廃液を再使用する方法である。

【０００６】

しかしながら、前記廃液を再使用する場合、第一に、残留するアンモニアによってエアロゲルブランケットの物性が低下（熱伝導度が増加）し、第二に、前駆体溶液のゲル化時間を調節しにくく、第三に、超臨界乾燥ステップで使用する二酸化炭素と反応して形成された炭酸アンモニウム塩により、超臨界乾燥装備の配管が詰まるという問題が発生し得る。

【０００７】

上記の問題を解決するための方法として、蒸留、イオン交換樹脂を利用する方法が挙げられる。しかし、この方法らは、追加設備および設備稼動コストの投資が必要であるという問題があるため、追加設備なしに廃液を再生して再使用することができる方法を提供しようとする。

【先行技術文献】

【特許文献】

【０００８】

【文献】韓国特許出願公開第２００２－００６２２８７号（２００２．０７．２５．公開）公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【０００９】

本発明は、上記の従来技術の問題を解決するためになされたものであって、本発明が解決しようとする課題は、超臨界乾燥工程後に生じる超臨界廃液を再生して再使用することで、製造原価を低減することができるとともに、シリカエアロゲルブランケットの断熱性能の低下が防止可能な、シリカエアロゲルブランケットの製造方法を提供することにある。

【００１０】

具体的に、本発明は、前記超臨界廃液に金属塩を添加することで、超臨界廃液中に存在するアンモニアを除去し、前記添加された金属塩とアンモニアを反応させて形成された金属水酸化物により、難燃剤を添加しなくても優れた難燃性を確保することができる超臨界廃液の再生方法、およびシリカエアロゲルブランケットの製造方法を提供することができる。

【課題を解決するための手段】

【００１１】

本発明は、シリカエアロゲルブランケットの製造工程中の超臨界乾燥ステップで生じる超臨界廃液に金属塩を添加することを特徴とする、超臨界廃液の再生方法を提供する。

【００１２】

また、本発明は、前記超臨界廃液の再生方法により再生された超臨界廃液を再使用することを特徴とする、シリカエアロゲルブランケットの製造方法を提供する。

【発明の効果】

【００１３】

本発明によると、本発明の超臨界廃液の再生方法により、シリカエアロゲルブランケットの製造工程中に生じる超臨界廃液を再生して再使用することで、製造原価を低減することができるとともに、断熱性能の低下が防止可能なシリカエアロゲルブランケットを製造することができる。

【００１４】

具体的に、本発明は、超臨界廃液に金属塩を添加することで、超臨界廃液中に存在するアンモニアを除去し、前記添加された金属塩とアンモニアを反応させて形成された金属水酸化物により、難燃剤を追加添加しなくても優れた難燃性を確保することができるシリカエアロゲルブランケットを製造することができる。

【００１５】

また、本発明の超臨界廃液の再生方法は、従来の再生方法に比べて別の設備が不要である

ため、簡単で、且つ経済的であって、安全な工程が可能であるという利点がある。
【００１６】
本明細書に添付の次の図面は、本発明の具体的な実施形態を例示するためのものであって、上述の発明の内容とともに、本発明の技術思想をより理解させる役割をするものであるため、本発明は、この図面に記載の事項にのみ限定されて解釈されてはならない。
【図面の簡単な説明】
【００１７】
【図１】本発明の超臨界廃液の再生方法およびシリカエアロゲルの製造方法を示すフローチャートである。
【図２】本発明の実施例および比較例によるシリカエアロゲルブランケットの難燃性テスト結果を示す写真である。
【発明を実施するための形態】
【００１８】
以下、本発明が容易に理解されるように、本発明をより詳細に説明する。この際、本明細書および請求の範囲で用いられている用語や単語は、通常的もしくは辞書的な意味に限定して解釈してはならず、発明者らは、自分の発明を最善の方法で説明するために、用語の概念を適切に定義することができるという原則に則って、本発明の技術的思想に合致する意味と概念で解釈すべきである。
【００１９】
本発明は、超臨界乾燥工程後に生じる超臨界廃液を再生して再使用することで、製造原価を低減することができるとともに、シリカエアロゲルブランケットの断熱性能の低下が防止可能な、超臨界廃液の再生方法およびシリカエアロゲルブランケットの製造方法を提供することを目的とする。
【００２０】
そこで、本発明の一実施形態に係る超臨界廃液の再生方法は、シリカエアロゲルブランケットの製造工程中の超臨界乾燥ステップで発生する超臨界廃液に金属塩を添加することを特徴とし、本発明の一実施形態に係るシリカエアロゲルブランケットの製造方法は、前記金属塩の添加により再生された超臨界廃液を再使用することを特徴とする。
【００２１】
以下、前記本発明の超臨界廃液の再生方法およびシリカエアロゲルブランケットの製造方法を詳細に説明する。
【００２２】
（超臨界廃液の再生方法）
本発明の一実施形態に係る超臨界廃液の再生方法は、具体的に、シリカエアロゲルブランケットの製造工程中の超臨界乾燥ステップで生じる超臨界廃液に金属塩を添加して廃液を再生することを特徴とする。
【００２３】
前記本発明の超臨界廃液とは、超臨界乾燥工程後に生じる廃液を意味し、これは、水、有機溶媒、およびアンモニアを含み得る。前記有機溶媒は、メタノール、エタノール、ヘキサン、イソプロパノール、およびペンタンからなる群から選択される１種以上であり、より具体的に、エタノールであってもよい。
【００２４】
一方、本発明の超臨界廃液は、超臨界乾燥ステップで、シリカゲルに含まれた溶媒および超臨界流体に、複数の圧力パルスを同時に印加して得られる。
【００２５】
前記複数の圧力パルスの少なくとも２つ以上は、異なる周波数および異なる振幅の少なくとも何れか１つ以上の特徴を有することを特徴とし、シリカゲルに含まれた溶媒を迅速に超臨界流体と交換することで超臨界廃液を迅速に得ることができる。これにより、シリカエアロゲルブランケットの製造時間を著しく短縮させることができる。
【００２６】

建設または産業現場で断熱材として広く用いられているシリカエアロゲルは、その表面を疎水化させないと、シリカ表面のシラノール基（Ｓｉ－ＯＨ）の親水性により、空気中の水を吸収することとなり、熱伝導率が徐々に高くなるという欠点がある。また、乾燥工程で気孔の崩壊が激しくなり、スプリングバック（ｓｐｒｉｎｇ　ｂａｃｋ）現象を期待しにくいため、メソポア（ｍｅｓｏ　ｐｏｒｅ）を有する超断熱製品を製造することが困難であるという問題がある。

【００２７】

したがって、空気中の水分の吸収を抑え、低い熱伝導率を維持するためには、シリカエアロゲルの表面を疎水性に改質するステップが必須である。通常、シリカエアロゲルは、シリカゾル製造ステップ、ゲル化ステップ、熟成ステップ、表面改質ステップ、および超臨界乾燥ステップを経て製造される。

【００２８】

一方、前記表面改質ステップで用いられる表面改質剤は、シリカエアロゲルの表面の疎水化過程でアンモニアを形成するが、該アンモニアを除去せずにシリカゾル製造ステップの溶媒として再使用する場合、超臨界廃液中に含まれているアンモニアによってシリカゾル溶液のｐＨが高くなり、ゲル化時間を調節しにくいため、所望の物性の製品を製造することができない。また、後続の超臨界乾燥ステップで二酸化炭素と反応して炭酸アンモニウム塩を形成し、超臨界乾燥装備の配管が詰まる恐れがあり、一部が超臨界廃液に残留し、最終のシリカエアロゲルまたはシリカエアロゲルブランケットの熱伝導度を増加させるなど、断熱性能を低下させる問題を引き起こし得る。

【００２９】

そこで、本発明の目的である、シリカエアロゲルブランケットの製造原価を低減し、且つ最終製品の断熱性能の低下を防止するためには、超臨界廃液を再使用する前に、前記超臨界廃液に含まれている残留アンモニアを除去する再生ステップが必須である。

【００３０】

従来は、蒸留、イオン交換樹脂、または酸を添加して中和させる方法により超臨界廃液を再生していたが、前記蒸留またはイオン交換樹脂を用いる方法は、追加設備および設備稼動コストの投資が必要であって、経済性、工程性が良くなかった。また、中和反応による方法は、激しい中和反応および中和熱のため安全性に劣り、酸を用いるため、配管および機械装置などの腐食などが起こるという欠点があった。

【００３１】

本発明の超臨界廃液の再生方法は、超臨界廃液に金属塩を添加し、超臨界廃液中に含まれているアンモニアと反応させて金属水酸化物を形成することで、超臨界廃液中に含まれているアンモニアを簡単で且つ安全に除去することができる。

【００３２】

本発明は、金属塩として、$MgCl_2$、$MgSO_4$、$CaCl_2$、$CaSO_4$、$AlCl_3$、および$Al_2(SO_4)_3$からなる群から選択される１種以上が使用可能であり、より具体的に、前記反応性を考慮して$MgCl_2$または$MgSO_4$を用いることが好ましい。

【００３３】

本発明の一実施形態において、金属塩として$MgCl_2$を添加した場合、下記反応式１により水酸化マグネシウムを形成することで、超臨界廃液中に含まれているアンモニアを除去することができる。

【００３４】

【化１】

［反応式１］

$$MgCl_2+2NH_4OH\rightarrow Mg(OH)_2+2NH_4Cl$$

【００３５】

前記金属水酸化物は、難燃剤の効果を奏することができるため、難燃剤を追加投入するこ

となく優れたシリカエアロゲルブランケットの難燃性を確保することができ、再生された超臨界廃液中に難燃剤が既に分散されているため、難燃剤の分散工程が省略可能であって、難燃剤の購入にかかる原材料費も低減することができるというさらなる利点がある。

【００３６】

一方、本発明は、前記金属塩を、金属塩と、超臨界廃液中に含まれているアンモニアと、のモル比が１：３～１：１、より具体的には１：２～１：１のモル比となる量で添加してもよい。上記の範囲内で添加することが、アンモニア除去効率および金属塩の原価低減において好ましい。

【００３７】

金属塩を上記の範囲未満で添加する場合には、残留アンモニアが不完全に除去されるため、超臨界廃液の再生効果が十分ではなく、この超臨界廃液を再使用すると、ゲル化ステップにおけるゲル化時間が速すぎて工程時間および最終エアロゲルブランケットの物性が調節しにくくなるか、エアロゲルブランケットの物性が低下するという問題があり得る。上記の範囲を超えて添加する場合には、未反応の過量の金属塩が与える静電気的効果により、エアロゲルブランケットの製造工程中にゲル化が均一に行われないため、エアロゲルブランケットの物性が低下するという問題があり得る。

【００３８】

一方、本発明は、前記金属塩を添加した後、常温で３０分～２時間撹拌して反応させるステップをさらに含んでもよい。本発明の金属塩は、アンモニアとの反応性が高いため、追加の熱処理なしに常温で反応可能である。但し、本発明は、撹拌工程を追加することで、添加される金属塩が超臨界廃液中に均一に分散されるようにし、超臨界廃液の再生時間をより短縮することができる。

【００３９】

（シリカエアロゲルブランケットの製造方法）

本発明の一実施形態に係るシリカエアロゲルブランケットの製造方法は、前記再生された超臨界廃液をシリカエアロゲルブランケットの製造で再使用することを特徴とする。

【００４０】

本発明の一実施形態に係るシリカエアロゲルブランケットの製造方法は、前記再生された超臨界廃液を、シリカゾルの製造ステップ、熟成ステップ、および表面改質ステップからなる群から選択される１つ以上のステップで再使用することができ、より具体的には、シリカゾルの製造ステップで再使用することができる。

【００４１】

また、本発明のシリカエアロゲルブランケットの製造方法は、シリカエアロゲルブランケットの製造工程中に熟成廃液および表面改質廃液を回収し、熟成ステップおよび表面改質ステップのうち１つ以上のステップで再使用するステップをさらに含んでもよい。

【００４２】

換言すれば、熟成ステップおよび表面改質ステップを経て回収された熟成廃液および表面改質廃液も回収し、次のバッチのシリカエアロゲルブランケットの製造で再使用可能であり、具体的に、熟成ステップおよび表面改質ステップのうち１つ以上のステップで再使用することができる。前記熟成ステップおよび表面改質ステップで再使用される熟成廃液および表面改質廃液は、多量のアンモニウムイオンが含まれていても、シリカエアロゲルブランケットの断熱性能の低下を引き起こさないため、別の処理なしに再使用して、製造原価を低減することができる。

【００４３】

本発明の超臨界廃液の再生方法によると、再使用される再生された超臨界廃液が、シリカエアロゲルブランケットの製造で用いられる有機溶媒の総重量に対して８５重量％以上であり、シリカゾルの製造ステップで再使用される再生された超臨界廃液の量が、シリカゾルの製造ステップで用いられる有機溶媒の総重量に対して５０重量％～９０重量％、より具体的には５５～８５重量％であるため、製造原価を著しく低減することができる。

【００４４】

上記の範囲未満で再使用する場合には、製造原価の低減効果が高くなく、上記の範囲を超えて再使用する場合には、シリカエアロゲルブランケットの物性低下の防止を担保できないという問題があり得る。

【００４５】

前記本発明の超臨界廃液の再生および再使用により製造されたシリカエアロゲルブランケットは、常温（２５℃）熱伝導度が１６ｍＷ／ｍＫ以下である断熱性能を実現することができ、これは、初めて使用する有機溶媒（ｆｒｅｓｈ　ｅｔｈａｎｏｌ）のみを使用して製造した場合と同等または類似のレベルに該当する。

【００４６】

このように、本発明は、シリカエアロゲルブランケットの製造過程中に生じる超臨界廃液を金属塩を用いて再生して再使用することで、製造原価を低減することができるとともに、シリカエアロゲルブランケットの断熱性能の低下が防止可能であり、前記金属塩の添加により形成された金属水酸化物が難燃剤の効果を奏するため、難燃剤を追加投入しなくても優れた難燃性が確保可能な、シリカエアロゲルブランケットを製造することができる。

【００４７】

以下、本発明が属する技術分野において通常の知識を有する者が容易に実施できるように、本発明の実施例について詳細に説明する。しかし、本発明は様々な異なる形態で実現可能であり、ここで説明する実施例に限定されない。

【００４８】

（実施例１～５）

テトラエチルオルトシリケート（ＴＥＯＳ）、水、およびエタノールを１：２：２１の重量比で混合してシリカゾルを製造した。前記シリカゾルに、シリカゾルに対して０～１ｖｏｌ％のアンモニアをシリカゾルに対して１２ｖｏｌ％のエタノールに希釈させた塩基触媒溶液を添加した後、ＰＥＴ繊維にキャストしてゲル化を誘導した。ゲル化が完了した後、シリカゾルに対して１～１０ｖｏｌ％のアンモニア溶液を用いて２５～８０℃の温度で２５～１００分間放置して熟成させた後、シリカゾルに対して１～１０ｖｏｌ％のＨＭＤＳを添加し、疎水化反応を１～２４時間進行した。疎水化反応が完了した後、７．２Ｌの超臨界抽出器（ｅｘｔｒａｃｔｏｒ）に入れ、CO_2を注入し、抽出器内の温度を１時間かけて６０℃に昇温し、５０℃、１００ｂａｒで超臨界乾燥することで、疎水性シリカエアロゲルブランケットを製造した。

【００４９】

この際、分離器の下端を介して超臨界廃液を回収し、前記回収された超臨界廃液１００ｇに、下記表１に記載の金属塩を表１に記載の量で添加し、常温で２時間撹拌して反応させて超臨界廃液の再生を完了した。

【００５０】

その後、次のバッチのシリカエアロゲル製造工程のシリカゾル製造ステップで必要なエタノール量の７０重量％は、前記再生された超臨界廃液（ｒｅｃｙｃｌｅｄ　ｅｔｈａｎｏｌ）を使用し、残りの３０重量％は、初めて使用する新鮮なエタノールを使用して、前記方法と同様の方法によりシリカエアロゲルブランケットを製造した。

【００５１】

（比較例）

前記実施例１において、再使用していない、初めて使用する新鮮なエタノール（ｆｒｅｓｈ　ｅｔｈａｎｏｌ）のみを使用したことを除き、実施例１と同様の方法によりシリカエアロゲルブランケットを製造した。

【００５２】

（実験例）

前記実施例および比較例で製造したシリカエアロゲルブランケットの各物性を測定し、その結果を下記表１および図２に示した。

【００５３】

１）厚さ（ｍｍ）および常温熱伝導度（ｍＷ／ｍＫ、２５℃）

実施例および比較例で製造したそれぞれのシリカエアロゲルブランケットを３０ｃｍＸ３０ｃｍのサイズのサンプルとして準備し、ＮＥＴＺＳＣＨ社のＨＦＭ　４３６　Ｌａｍｂｄａ装備を用いて厚さおよび常温熱伝導度を測定した。

【００５４】

２）難燃性（ｋｇ／ｍ^3）

実施例および比較例で製造したシリカエアロゲルブランケットサンプルにワイヤを接触させた後、ワイヤを１０５０℃まで加熱しながら、煙および煤の発生有無を観察した。

【００５５】

【表１】

	金属塩	金属塩：アンモニアのモル比	厚さ（ｍｍ）	常温熱伝導度（ｍＷ／ｍＫ）
実施例１	$MgCl_2$	１：２	１０．２	１５．２
実施例２	$MgSO_4$	１：２	９．７	１５．４
実施例３	$MgSO_4$	１：１	１０．１	１５．８
実施例４	$CaCl_2$	１：２	９．４	１５．３
実施例５	$AlCl_3$	１：３	１０．２	１６．０
比較例	－（ｆｒｅｓｈ ｅｔｈａｎｏｌ）	－	１０．４	１５．３

【００５６】

前記表１に示されたように、本発明の超臨界廃液の再生方法により再生された超臨界廃液を再使用してシリカエアロゲルブランケットを製造する場合、初めて用いられる新鮮なエタノールのみを使用した比較例のシリカエアロゲルブランケットと同等または類似の物性を有することを確認することができた。

【００５７】

また、難燃性テストで、実施例のシリカエアロゲルブランケットはスパークなしに煤のみが発生し、比較例は、煙および煤が激しく発生し、スパークが出ることを確認することができた。

【００５８】

これにより、実施例のエアロゲルブランケットが、比較例に比べて難燃性に優れていることが分かり、これは、再生ステップで添加された金属塩が超臨界廃液に含まれているアンモニアと反応して形成された金属水酸化物によることであると考えられた。

【００５９】

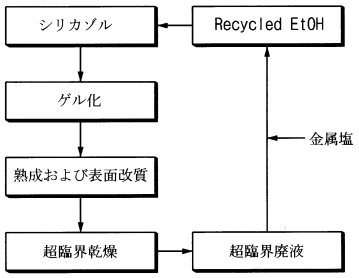
このことから、本発明の超臨界廃液の再生方法により廃液を再生して再使用する場合、製造原価を低減することができるとともに、シリカエアロゲルブランケットの断熱性能の低下を防止することができ、さらに、優れた難燃性能を確保することができることが分かった。

【００６０】

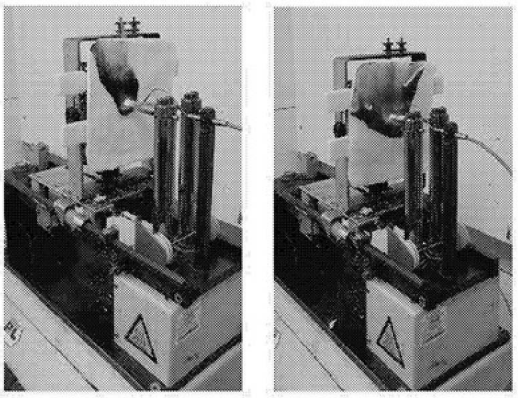
上述の本発明の説明は例示のためのものであり、本発明が属する技術分野において通常の知識を有する者であれば、本発明の技術的思想や必須的特徴を変更せずに他の具体的な形態に容易に変形可能であるということを理解できるであろう。したがって、上述の実施例は全ての点で例示的なものであり、限定的ではないことを理解すべきである。

【図面】

【図１】



【図２】



実施例１　　比較例

フロントページの続き

(51)国際特許分類　　ＦＩ
Ｃ０２Ｆ　1/58 (2006.01)　　Ｃ０２Ｆ　1/58　　Ｐ

(56)参考文献　特開平１１－３３５１１５（ＪＰ，Ａ）
特開平１０－１６７７３３（ＪＰ，Ａ）
米国特許出願公開第２０１６／００４６４９５（ＵＳ，Ａ１）
特表平１０－５０３４５８（ＪＰ，Ａ）
中国特許出願公開第１７４０２６９（ＣＮ，Ａ）
特表２００３－５１２２７７（ＪＰ，Ａ）

(58)調査した分野　(Int.Cl.，ＤＢ名)
Ｃ０１Ｂ　３３／００－３３／２０
Ｃ０１Ｆ　１／００－１７／００
Ｃ０１Ｃ　１／１６、１／２４
Ｃ０２Ｆ　１／５８