



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2020-0042799
(43) 공개일자 2020년04월24일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C01B 33/158 (2006.01) C01B 33/145 (2006.01)
C01B 33/155 (2006.01)
(52) CPC특허분류
C01B 33/1585 (2013.01)
C01B 33/145 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2018-0123409
(22) 출원일자 2018년10월16일
심사청구일자 2018년10월16일

(71) 출원인
(주)대협테크
울산광역시 울주군 웅촌면 장기터2길 88
(72) 발명자
황종필
부산광역시 기장군 정관읍 정관4로 24, 117동 405호
김호준
경상남도 양산시 소주회야로 75, 114동 1503호
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
이원희

전체 청구항 수 : 총 16 항

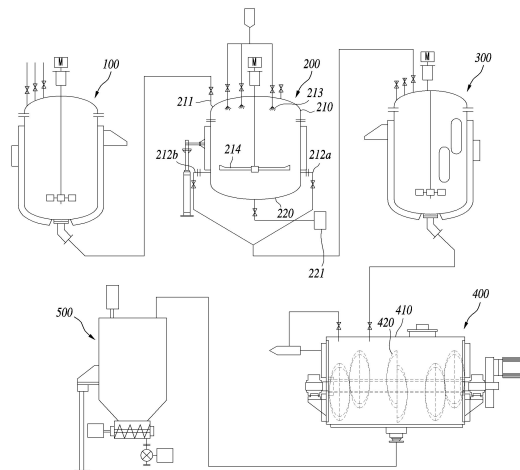
(54) 발명의 명칭 **실리카 에어로겔 분말의 제조장치 및 제조방법**

(57) 요약

본 발명은 실리카 졸이 겔화되어 습윤겔이 형성되는 제1 반응부; 상기 제1 반응부와 연결되어 상기 제1 반응부에서 형성된 습윤겔의 최소한 일부의 수분을 분리 및 제거하는 필터부; 상기 필터부와 연결되어 필터부를 거친 습윤겔을 표면개질 및 용매치환하는 제2 반응부; 및 상기 제2 반응부를 거친 생성물을 건조시키는 건조부;를 포함하는 실리카 에어로겔 분말 제조장치를 제공한다. 본 발명에 따른 실리카 에어로겔 분말 제조장치 및 제조방법은 습윤겔에 포함된 수분을 일부 분리 및 제거함으로써 최종적으로 제조되는 실리카 에어로겔 분말의 비표면적, 기공크기 및 기공용적 등의 물성이 향상되는 효과가 있다.

대표도

1000



(52) CPC특허분류
CO1B 33/155 (2013.01)

(72) 발명자
홍영중
경상남도 양산시 동면 금오2길 44, 301호

최병철
부산광역시 해운대구 달맞이길 30, 타워비동 3204호 (중동, 엘시티)

최형석
부산광역시 금정구 금강로 503, 702동 402호 (구서동, 구서동롯데캐슬골드)

안영수

대전광역시 유성구 배울2로 78, 네오미아아파트 608동 1301호

허소연

대전광역시 중구 선화서로 23번길 43, 상아빌딩 나동 101동

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 R201800810

부처명 과학기술정보통신부, 산업통상자원부

연구관리전문기관 (재)나노융합2020사업단

연구사업명 나노융합2020사업

연구과제명 상압 건조공정을 이용한 에어로겔 단열소재의 제조 및 이를 활용한 선박용 단열재의 상용
화 기술 개발

기여율 1/1

주관기관 (주)대협테크

연구기간 2018.03.01 ~ 2018.12.31

명세서

청구범위

청구항 1

실리카 졸이 겔화되어 습윤겔이 형성되는 제1 반응부;

상기 제1 반응부와 연결되어 상기 제1 반응부에서 형성된 습윤겔의 최소한 일부의 수분을 분리 및 제거하는 필터부;

상기 필터부와 연결되어 필터부를 거친 습윤겔을 표면개질 및 용매치환하는 제2 반응부; 및

상기 제2 반응부를 거친 생성물을 건조시키는 건조부;를 포함하는 실리카 에어로겔 분말 제조장치.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 에어로겔 분말 제조장치는,

상기 제1 반응부와 연결된 원료 저장고를 포함하는 실리카 에어로겔 분말 제조장치.

청구항 3

제2항에 있어서,

상기 원료 저장고는,

규산소다 용액이 저장된 제1 원료 저장고;

산성 용액이 저장된 제2 원료 저장고; 및

알코올류가 저장된 제3 원료 저장고;를 포함하는 실리카 에어로겔 분말 제조장치.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 필터부는,

상기 제1 반응부로부터 습윤겔을 공급받는 습윤겔 주입구 및 습윤겔의 수분 및 제거를 위한 필터를 포함하는 배출구를 포함하는 상층부; 및

감압 수단을 포함하는 하층부;를 포함하는 실리카 에어로겔 분말 제조장치.

청구항 5

제4항에 있어서,

상기 상층부 및 하층부는 서로 분리가능하여 상기 필터부는 완전개폐가 가능한 것을 특징으로 하는 실리카 에어로겔 분말 제조장치.

청구항 6

제4항에 있어서,

상기 상층부는 상단에 스크러버를 포함하는 실리카 에어로겔 분말 제조장치.

청구항 7

제4항에 있어서,

상기 배출구는 서로 다른 방향으로 2개 이상 형성된 것을 특징으로 하는 실리카 에어로겔 분말 제조장치.

청구항 8

제1항에 있어서,

상기 필터부에서 분리 및 제거되는 수분의 함량은 전체 습윤겔 100 중량부에 대하여 50 중량부 내지 80 중량부인 것을 특징으로 하는 실리카 에어로겔 분말 제조장치.

청구항 9

제1항에 있어서,

상기 필터부를 거친 습윤겔의 고형분 함량은 8 중량% 내지 20 중량%인 것을 특징으로 하는 실리카 에어로겔 분말 제조장치.

청구항 10

제1항에 있어서,

상기 에어로겔 분말 제조장치는,

상기 제2 반응부와 연결된 원료 저장고를 포함하는 실리카 에어로겔 분말 제조장치.

청구항 11

제10항에 있어서,

상기 원료 저장고는,

비극성 유기용매를 포함하는 제4 원료 저장고; 및

유기실란 화합물을 포함하는 제5 원료 저장고;를 포함하는 실리카 에어로겔 분말 제조장치.

청구항 12

제1항에 있어서,

상기 건조기는,

건조 챔버; 및

상기 건조 챔버 내부에 위치하는 임펠러;를 포함하는 실리카 에어로겔 분말 제조장치.

청구항 13

제1항에 있어서,
 상기 실리카 에어로겔 분말 제조장치는,
 상기 건조부를 거친 생성물을 저장하는 저장부를 포함하는 실리카 에어로겔 분말 제조장치.

청구항 14

규산소다 용액을 산성 용액과 혼합하여 실리카 졸을 제조하는 단계;
 상기 실리카 졸을 알코올류와 혼합하여 겔화시켜 습윤겔을 제조하는 단계;
 상기 습윤겔에서 최소한 일부의 수분을 분리 및 제거하는 단계;
 상기 최소한 일부의 수분이 분리 및 제거된 습윤겔을 비극성 유기용매 및 유기실란 화합물을 사용하여 소수화 표면으로 표면개질하는 단계; 및
 상기 표면개질된 겔을 건조시키는 단계;를 포함하는 실리카 에어로겔 분말의 제조방법.

청구항 15

제14항에 있어서,
 상기 습윤겔에서 분리 및 제거되는 수분의 함량은 전체 습윤겔 100 중량부에 대하여 50 중량부 내지 80 중량부 인 것을 특징으로 하는 실리카 에어로겔 분말의 제조방법.

청구항 16

제14항에 있어서,
 상기 최소한 일부의 수분이 분리 및 제거된 습윤겔의 고형분 함량은 8 중량% 내지 20 중량%인 것을 특징으로 하는 실리카 에어로겔 분말의 제조방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 실리카 에어로겔 분말의 제조장치 및 제조방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0003] 일반적으로 에어로겔(aerogel)은 현재까지 알려진 고체 중에서 90% 이상, 최대 99% 정도의 높은 기공률을 갖는 고다공성 물질로서, 대표적인 무기 에어로겔인 실리카 에어로겔은 실리카 전구체 용액을 솔-겔 중합 반응시켜 겔을 만든 후, 초임계조건 혹은 상압조건 하에서 건조하여 공기가 가득 차있는 기공구조의 에어로겔을 얻는다.

[0004] 따라서, 내부 공간의 90~99%가 비어있는 독특한 기공구조에 의해 에어로겔이 관심을 끌고 있는 슈퍼단열성, 저경량, 흡음성, 저유전율 등의 물성이 발현된다. 에어로겔의 가장 큰 장점은 종래 스티로폼 등의 유기 단열재보다 낮은 0.030 W/m·K 이하의 열전도율을 보이는 슈퍼단열성(super-insulation)이다. 현재 한국산업규격(KS)에서 정해진 비드폼 스티로폼 단열판의 열전도율은 최고등급인 1호 제품이 20℃에서 0.036 W/m·K 이하이다. 실리카 에어로겔은 이보다 낮은 열전도율을 보이는 것으로 여러 기술문헌에서 보고되고 있으며, 무기질 성분의 난연성은 유기 단열재의 치명적인 약점인 화재 취약성과 화재 시 유해가스 발생을 해결할 수 있기 때문에 실리카 에어로겔과 같은 슈퍼단열성을 보이는 난연성 무기 단열재의 개발이 절실히 요구되고 있다.

[0006] 에어로겔의 슈퍼단열성능은 매우 적은 2~5 wt% 함량의 고체(실리카) 열전도 효과와 공기에 의한 대류 열전달을

방지하는 메조기공 크기의 기공구조 형성에 기인하는 결과로 알려져 있다. 공기 기체분자의 평균자유행로가 65 nm 이고 에어로겔의 평균기공크기는 이보다 작은 5~50 nm이하의 메조기공크기로 형성되어 있어서 기체분자의 열 전달을 방해하게 된다. 메조기공(mesopore)들이 가득 차있는 에어로겔의 기공구조는 매우 높은 다공성을 보여 거시적인 물성으로 매우 낮은 밀도를 보이게 된다. 지금까지 여러 문헌자료는 에어로겔의 기공구조와 저밀도 특성을 구현하기 위한 여러 제조방법을 보고하고 있으나, 얻어진 기공구조가 에어로겔 슈퍼단열성능에 기여하는 효과를 상호 밀접하게 설명한 예는 많지 않다. 여러 이유가 있겠지만 짐작 가능한 한 가지 이유는 에어로겔의 기공구조의 중요성, 바꿔 말하면 충분히 큰 크기의 메조기공과 기공부피가 열전도율을 낮추는데 필요한 요구조건임을 인지하지 못하였거나, 다른 이유는 그 정도 크기의 메조기공성 에어로겔을 제조하는 방법을 개발하지 못했기 때문이다.

[0008] 종래 실리카 에어로겔 제조방법 중 상압건조방법은 비용절감을 위해 물유리를 전구체로 사용해왔는데, 물유리의 나트륨 성분이 불순물로 존재하므로 나트륨 이온을 제거하기 위한 양이온교환수지, 분말을 형성하기 위한 계면활성제, 물유리의 가수분해와 겔 생성을 유도하는 산성 촉매와 염기성 촉매 등 다양한 첨가물이 사용된다. 다양한 첨가물을 각 단계별로 첨가하기 때문에 물유리 원료의 상압건조방법이 복잡해지고 다단계로 이뤄져 생산성을 낮추거나 제조비용을 증가시키는 원인으로 작용한다.

[0009] 이에 따라서, 물유리에 알코올을 사용하여 겔화 반응을 염기성 촉매를 사용하지 않고 신속하게 진행시키고, 나트륨 성분을 제거하는 과정을 생략하고, 분말을 안정화시키는 계면활성제를 사용하지 않고서도 10-20 nm 이상의 큰 메조기공성 에어로겔 분말을 상압 하에서 건조함으로써 6시간 이내에 신속하고 간편하게 제조하는 기술(대한민국 등록특허 10-1015430)이 발명되었다.

선행기술문헌

특허문헌

[0011] (특허문헌 0001) 대한민국 등록특허 10-1015430

발명의 내용

해결하려는 과제

[0012] 본 발명의 목적은 전술한 종래 기술을 개량한 것으로서, 비표면적, 기공크기 및 기공용적이 최적으로 조절되어 우수한 특성을 갖는 실리카 에어로겔 분말을 제조하는 장치 및 방법을 제공하고자 한다.

과제의 해결 수단

[0014] 상기 목적을 달성하기 위하여, 본 발명은

[0015] 실리카 졸이 겔화되어 습윤겔이 형성되는 제1 반응부;

[0016] 상기 제1 반응부와 연결되어 상기 제1 반응부에서 형성된 습윤겔의 최소한 일부의 수분을 분리 및 제거하는 필터부;

[0017] 상기 필터부와 연결되어 필터부를 거친 습윤겔을 표면개질 및 용매치환하는 제2 반응부; 및

[0018] 상기 제2 반응부를 거친 생성물을 건조시키는 건조부;를 포함하는 실리카 에어로겔 분말 제조장치를 제공한다.

[0020] 또한, 본 발명은

[0021] 규산소다 용액을 산성 용액과 혼합하여 실리카 졸을 제조하는 단계;

- [0022] 상기 실리카 졸을 알코올류와 혼합하여 겔화시켜 습윤겔을 제조하는 단계;
- [0023] 상기 습윤겔에서 최소한 일부의 수분을 분리 및 제거하는 단계;
- [0024] 상기 최소한 일부의 수분이 분리 및 제거된 습윤겔을 비극성 유기용매 및 유기실란 화합물을 사용하여 소수화 표면으로 표면개질하는 단계; 및
- [0025] 상기 표면개질된 겔을 건조시키는 단계;를 포함하는 실리카 에어로겔 분말의 제조방법을 제공한다.

발명의 효과

- [0027] 본 발명에 따른 실리카 에어로겔 분말 제조장치 및 제조방법은 습윤겔에 포함된 수분을 일부 분리 및 제거함으로써 최종적으로 제조되는 실리카 에어로겔 분말의 비표면적, 기공크기 및 기공용적 등의 물성이 향상되는 효과가 있다.

도면의 간단한 설명

- [0029] 도 1 및 도 2는 본 발명에 따른 실리카 에어로겔 분말 제조장치의 일례를 나타낸 모식도이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0030] 본 발명은
- [0031] 실리카 졸이 겔화되어 습윤겔이 형성되는 제1 반응부(100);
- [0032] 상기 제1 반응부(100)와 연결되어 상기 제1 반응부에서 형성된 습윤겔의 최소한 일부의 수분을 분리 및 제거하는 필터부(200);
- [0033] 상기 필터부(200)와 연결되어 필터부를 거친 습윤겔을 표면개질 및 용매치환하는 제2 반응부(300); 및
- [0034] 상기 제2 반응부(300)를 거친 생성물을 건조시키는 건조부(400);를 포함하는 실리카 에어로겔 분말 제조장치(1000)를 제공한다.

- [0036] 이때, 도 1 및 도 2에 본 발명의 실리카 에어로겔 분말 제조장치(1000)의 일례를 나타내었으며,
- [0037] 이하, 도 1 및 도 2의 모식도를 참조하여 본 발명에 따른 실리카 에어로겔 분말 제조장치(1000)에 대하여 상세히 설명한다.

- [0039] 본 발명에 따른 실리카 에어로겔 분말 제조장치(1000)는 실리카 졸이 겔화되어 습윤겔이 형성되는 제1 반응부(100)를 포함한다.
- [0040] 상기 제1 반응부(100)는 습윤겔을 형성하는 반응부로, 습윤겔 형성을 위한 원료가 주입되는 주입구; 습윤겔 형성을 위한 원료가 주입되어 습윤겔이 형성되는 제1 반응기; 및 상기 제1 반응기에서 형성된 습윤겔을 배출하는 배출구;를 포함한다.
- [0041] 또한, 상기 제1 반응기는 부식성 가스로부터 반응기의 보호를 위해 내부가 테프론으로 코팅된 것일 수 있다. 상기 제1 반응기는 생성되는 산성 가스의 중성화를 위한 스크러버를 포함할 수 있다. 상기 제1 반응기는 내부 반응을 확인할 수 있도록 가시창이 장착된 것일 수 있다. 상기 제1 반응기는 내부 온도 조절이 용이하도록 제1 반응기 외주면에 이중 자켓이 장착될 수 있다.
- [0042] 나아가, 상기 에어로겔 분말 제조장치(1000)는 상기 제1 반응부(100)와 연결된 원료 저장고(600)를 포함할 수 있다. 상기 제1 반응부에서는 습윤겔이 형성되는 데, 그 원료로 사용되는 물질은 규산소다 용액, 산성 용액 및 알코올류가 있다. 상기 에어로겔 분말 제조장치는 습윤겔 형성을 위한 원료인 규산소다 용액, 산성 용액 및 알코올류를 제1 반응기로 공급하기 위한 원료 저장고를 포함할 수 있으며, 상기 원료 저장고는 규산소다 용액이 저장된 제1 원료 저장고(501); 산성 용액이 저장된 제2 원료 저장고(502); 및 알코올류가 저장된 제3 원료 저장

고(503);를 포함할 수 있다.

- [0043] 이때, 상기 산성 용액은 염산, 황산 및 질산 등일 수 있으며, 상기 알코올류는 메탄올, 에탄올, 이소프로필알코올, n-프로판올, n-부탄올, 이소부탄올 및 n-헥산올 등일 수 있다.
- [0045] 본 발명에 따른 실리카 에어로겔 분말 제조장치(1000)는 상기 제1 반응부와 연결되어 상기 제1 반응부에서 형성된 습윤겔의 최소한 일부의 수분을 분리 및 제거하는 필터부(200)를 포함한다.
- [0046] 본 발명에서는 실리카 에어로겔 제조장치의 구성으로 습윤겔의 수분을 분리 및 제거하는 필터부(200)를 구성함으로써 최종적으로 제조되는 실리카 에어로겔 분말의 비표면적, 기공크기 및 기공용적 등의 물성을 우수한 수치로 확보할 수 있다.
- [0047] 상기 필터부(200)는 감압형 누체필터, 가압형 누체필터, 필터프레스, 원심분리기, 스크류프레스 등일 수 있다.
- [0048] 상기 필터부(200)는 상기 제1 반응부(100)로부터 습윤겔을 공급받는 습윤겔 주입구(211) 및 습윤겔의 수분 및 제거를 위한 필터를 포함하는 배출구(212)를 포함하는 상층부(210); 및 감압 수단(221)을 포함하는 하층부(220);를 포함할 수 있다.
- [0049] 이때, 상기 상층부(210) 및 하층부(220)는 서로 분리가 가능하여 상기 필터부(220)는 완전개폐가 가능한 것일 수 있으며, 이를 통해 잔여물의 슬러리의 배출 및 세척을 용이하게 수행할 수 있다.
- [0050] 상기 상층부(210)는 상단에 스크리버(213)를 포함할 수 있다. 상기 스크리버를 통해 습윤겔의 수분 분리 및 제거를 위한 필터링을 용이하게 수행할 수 있다.
- [0051] 상기 배출구(212)는 필터부(200)의 상층부(210) 측면에 형성될 수 있으며, 서로 다른 방향으로 2개 이상 형성된 것이 바람직하고, 4개 이상 형성될 수 있고, 4개 형성될 수 있다.
- [0052] 또한, 상기 필터부(200)는 상층부(210)에 위치하는 교반 수단(214)을 포함하고, 상기 교반 수단은 필터 중 슬러리가 여과포를 막지 않도록 여과포 상부와 접촉되거나 약간 높은 것일 수 있다.
- [0053] 나아가, 상기 필터부(200)는 하층부(220)에 포함된 감압 수단(221)으로 감압 필터링을 수행할 수 있으며, 이를 통해 수분을 분리 및 제거할 수 있다. 상기 감압 수단은 하층부의 하부와 연결될 수 있다.
- [0055] 또한, 상기 필터부(200)에서 분리 및 제거되는 수분의 함량은 전체 습윤겔 100 중량부에 대하여 50 중량부 이상인 것이 바람직하고, 60 중량부 이상인 것이 더욱 바람직하며, 50 중량부 내지 80 중량부일 수 있고, 60 중량부 내지 70 중량부일 수 있다. 상기 필터부에서 분리 및 제거되는 수분의 함량이 전체 습윤겔 100 중량부에 대하여 50 중량부 미만일 경우에는 낮은 비표면적을 갖는 문제점이 있으며, 더욱 낮을 경우에는 기공크기와 기공용적이 낮아지는 문제점이 있다.
- [0057] 나아가, 상기 필터부를 거친 습윤겔의 고형분 함량은 8 중량% 내지 20 중량%인 것이 바람직하고, 9 중량% 내지 15 중량%인 것이 더욱 바람직하며, 10 중량% 내지 13 중량%인 것이 가장 바람직하다. 만약, 상기 필터부를 거친 습윤겔의 고형분 함량이 8 중량% 미만일 경우에는 비표면적이 낮아지는 문제점이 있으며, 20 중량%를 초과하는 경우에는 메조기공이 파괴되어 에어로겔 구조를 유지하지 못하는 문제점이 있다.
- [0059] 본 발명에 따른 실리카 에어로겔 분말 제조장치(1000)는 상기 필터부(200)와 연결되어 필터부를 거친 습윤겔을 표면개질 및 용매치환하는 제2 반응부(300)를 포함한다.
- [0060] 상기 제2 반응부(300)에서는 습윤겔의 표면개질 및 용매치환이 수행되고, 상기 표면개질 및 용매치환은 동시 또는 연속적으로 수행될 수 있으며, 바람직하게는 동시에 수행될 수 있다.
- [0061] 상기 제2 반응부(200)는 필터부(200)와 연결되어 필터부를 거친 습윤겔이 주입되는 주입구; 표면개질 및 용매치환이 수행되는 제2 반응기; 및 상기 제2 반응기에서 표면개질 및 용매치환이 수행된 습윤겔을 배출하는 배출구;를 포함한다.

- [0062] 또한, 상기 제2 반응기는 부식성 가스로부터 반응기의 보호를 위해 내부가 테프론으로 코팅된 것일 수 있다. 상기 제2 반응기는 생성되는 산성 가스의 중성화를 위한 스크러버를 포함할 수 있다. 상기 제2 반응기는 내부 층 분리를 구분할 수 있도록 가시창이 장착된 것일 수 있다. 상기 제2 반응기는 드레인시 정확한 층분리 확인을 위하여 하부 레벨 게이지(level gauge)를 포함할 수 있다. 상기 제2 반응기는 내부 온도 조절이 용이하도록 제2 반응기 외주면에 이중 자켓이 장착될 수 있다.
- [0063] 나아가, 상기 에어로겔 분말 제조장치(1000)는 상기 제2 반응부(300)와 연결된 원료 저장고(700)를 포함할 수 있다. 상기 제2 반응부에서는 표면개질 및 용매치환을 수행하는 데 원료로 사용되는 물질은 유기실란 화합물, 비극성 유기용매 및 극성 유기용매가 있다. 상기 에어로겔 분말 제조장치는 표면개질 및 용매치환을 수행하기 위한 원료인 유기실란 화합물, 비극성 유기용매 및 극성 유기용매 중 1종 이상을 제2 반응기로 공급하기 위한 원료 저장고를 포함할 수 있으며, 상기 원료 저장고는 비극성 유기용매를 포함하는 제4 원료 저장고(710); 및 유기실란 화합물을 포함하는 제5 원료 저장고(720);를 포함할 수 있다.
- [0065] 본 발명에 따른 실리카 에어로겔 분말 제조장치(1000)는 상기 제2 반응부(300)를 거친 생성물을 건조시키는 건조부(400)를 포함한다.
- [0066] 상기 건조기(400)는 건조 챔버(410); 및 상기 건조 챔버 내부에 위치하는 임펠러(420);를 포함할 수 있으며, 상기 건조 챔버는 내부를 진공 상태로 형성할 수 있고, 200℃의 온도까지 가열될 수 있다. 또한, 임펠러를 통해 효과적인 건조를 수행할 수 있다.
- [0067] 또한, 상기 건조기(400)는 용매의 재사용을 위한 냉각기를 더 포함할 수 있다. 상기 건조기와 연결된 냉각기를 통해 증발되는 용매를 수집하여 재사용할 수 있다.
- [0069] 나아가, 상기 실리카 에어로겔 분말 제조장치(1000)는 상기 건조부(400)를 거친 생성물을 저장하는 저장부(500)를 포함할 수 있다. 상기 저장부는 호퍼일 수 있다.
- [0071] 또한, 본 발명은
- [0072] 규산소다 용액을 산성 용액과 혼합하여 실리카 졸을 제조하는 단계;
- [0073] 상기 실리카 졸을 알코올류와 혼합하여 겔화시켜 습윤겔을 제조하는 단계;
- [0074] 상기 습윤겔에서 최소한 일부의 수분을 분리 및 제거하는 단계;
- [0075] 상기 최소한 일부의 수분이 분리 및 제거된 습윤겔을 비극성 유기용매 및 유기실란 화합물을 사용하여 소수화 표면으로 표면개질하는 단계; 및
- [0076] 상기 표면개질된 겔을 건조시키는 단계;를 포함하는 실리카 에어로겔 분말의 제조방법을 제공한다.
- [0078] 이하, 본 발명에 따른 실리카 에어로겔 분말의 제조방법에 대하여 각 단계별로 상세히 설명한다.
- [0080] 먼저, 본 발명에 따른 실리카 에어로겔 분말의 제조방법은 규산소다 용액을 산성 용액과 혼합하여 실리카 졸을 제조하는 단계 및 상기 실리카 졸을 알코올류와 혼합하여 겔화시켜 습윤겔을 제조하는 단계를 포함한다.
- [0081] 상기 단계에서는 습윤겔을 제조하고자 하며, 먼저 실리카 졸을 제조하고 실리카 졸에 알코올류를 첨가하여 겔화 시킴으로써 습윤겔을 제조할 수 있고, 실리카 졸 제조 및 습윤겔 제조가 단일 반응기에서 동시에 수행될 수 있다.
- [0082] 상기 습윤겔을 제조하는 단계는 도 1 및 도 2의 모식도를 참조하면 제1 반응부에서 이루어질 수 있다.
- [0084] 상기 실리카 졸은 규산소다 용액과 산성 용액의 반응으로 형성되며, 상기 산성 용액은 2 M 내지 1.2 M 농도의

산성 용액을 사용할 수 있다. 실리카 졸 대비 1:0.33 - 0.53의 부피비($V_{\text{실리카 졸}} : V_{\text{산성 용액}}$) 범위로 혼합하고 교반할 수 있다. 상기 산성 용액은 염산, 황산 및 질산 등을 사용할 수 있다.

[0085] 또한, 상기 습윤겔은 상기 실리카 졸에 알코올을 혼합하여 겔화를 수행할 수 있다. 상기 알코올류는 실리카졸의 부피에 대하여 1:1.1 내지 1.5의 부피비($V_{\text{실리카 졸}} : V_{\text{알코올류}}$) 범위로 혼합할 수 있다. 상기 알코올류는 메탄올, 에탄올, 이소프로필알코올, n-프로판올, n-부탄올, 이소부탄올 및 n-헥산올 등이 사용될 수 있다.

[0087] 다음으로, 본 발명에 따른 실리카 에어로겔 분말의 제조방법은 상기 습윤겔에서 최소한 일부의 수분을 분리 및 제거하는 단계를 포함한다.

[0088] 상기 단계에서는 습윤겔에서 최소한 일부의 수분을 분리 및 제거하는 것으로, 최종적으로 제조되는 실리카 에어로겔의 비표면적, 기공크기 및 기공용적을 우수한 수치로 형성할 수 있다.

[0089] 상기 습윤겔에서 최소한 일부의 수분을 분리 및 제거하는 단계는 도 1 및 도 2의 모식도를 참조하면 필터부에서 이루어질 수 있다.

[0091] 상기 습윤겔에서 분리 및 제거되는 수분의 함량은 전체 습윤겔 100 중량부에 대하여 50 중량부 이상인 것이 바람직하고, 60 중량부 이상인 것이 더욱 바람직하며, 50 중량부 내지 80 중량부일 수 있고, 60 중량부 내지 70 중량부일 수 있다. 상기 습윤겔에서 분리 및 제거되는 수분의 함량이 전체 습윤겔 100 중량부에 대하여 50 중량부 미만일 경우에는 낮은 비표면적을 갖는 문제점이 있으며, 더욱 낮은 경우에는 기공크기와 기공용적이 낮아지는 문제점이 있다.

[0092] 또한, 상기 최소한 일부의 수분이 분리 및 제거된 습윤겔의 고형분 함량은 8 중량% 내지 20 중량%인 것이 바람직하고, 9 중량% 내지 15 중량%인 것이 더욱 바람직하며, 10 중량% 내지 13 중량%인 것이 가장 바람직하다. 만약, 상기 필터부를 거친 습윤겔의 고형분 함량이 8 중량% 미만일 경우에는 비표면적이 낮아지는 문제점이 있으며, 20 중량%를 초과하는 경우에는 메조기공이 파괴되어 에어로겔 구조를 유지하지 못하는 문제점이 있다.

[0094] 다음으로, 본 발명에 따른 실리카 에어로겔 분말의 제조방법은 상기 최소한 일부의 수분이 분리 및 제거된 습윤겔을 비극성 유기용매 및 유기실란 화합물을 사용하여 소수화 표면으로 표면개질하는 단계를 포함한다.

[0095] 상기 단계에서는 일부 수분이 분리 및 제거된 습윤겔을 이용하여 비극성 유기용매 및 유기실란 화합물로 표면개질 및 용매치환시킨다.

[0096] 상기 표면개질하는 단계는 도 1 및 도 2의 모식도를 참조하면 제2 반응부에서 이루어질 수 있다.

[0098] 상기 비극성 유기용매 및 유기실란 화합물을 이용하여 표면개질과 용매치환이 동시에 이루어질 수 있다.

[0099] 상기 비극성 유기용매는 n-헥산, n-헵탄, 자일렌, 사이클로헥산, 벤젠 및 톨루엔 등을 사용할 수 있으며, 유기실란 화합물로는 트리메틸클로로실란(trimethylchlorosilane, TMCS), 헥사메틸디실라잔(hexamethyldisilazane, HMDS), 메틸트리메톡시실란(methyltrimethoxysilane), 트리메틸에톡시실란(trimethylethoxysilane), 에틸트리에톡시실란(ethyltriethoxysilane), 페닐트리에톡시실란(phenyltriethoxysilane) 등이 사용될 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다.

[0100] 상기 비극성 유기용매는 습윤겔에 대하여 7 : 1 내지 2 : 1의 부피비 범위로 혼합할 수 있고, 상기 유기실란 화합물은 15 : 1 내지 4 : 1의 부피비 범위로 혼합할 수 있다.

[0102] 다음으로, 본 발명에 따른 실리카 에어로겔 분말의 제조방법은 상기 표면개질된 겔을 건조시키는 단계를 포함한다.

[0103] 상기 단계에서는 최종적으로 표면개질 및 용매치환된 겔을 대기압 하에서 건조시켜 실리카 에어로겔 분말을 얻는다.

- [0105] 상기 건조는 20℃ 내지 200℃의 온도에서 수행될 수 있으며, 20℃ 내지 130℃의 온도에서 수행될 수 있다. 상기 건조는 1시간 내지 6시간 동안 수행할 수 있으며, 1시간 내지 3시간 동안 수행할 수 있다. 구체적인 일례로, 20℃ 내지 150℃의 온도에서 1시간 내지 6시간 동안 1차 건조시키고, 100℃ 내지 200℃의 온도에서 1시간 내지 3시간 동안 2차 건조시킬 수 있다.
- [0107] 이하, 본 발명을 실시예 및 실험예에 의해 상세히 설명한다.
- [0108] 단, 하기 실시예 및 실험예는 본 발명을 예시하는 것일 뿐, 본 발명이 하기 실시예 및 실험예에 의해 제한되는 것은 아니다.
- [0110] <실시예 1>
- [0111] 단계 1: 도 2의 실리카 에어로겔 분말 제조장치를 이용하여 실리카 에어로겔 분말을 제조하였다. 구체적으로, 원료로 상업용 규산소다 용액 60 g과 1 M 염산 용액 20 ml를 제1 반응기로 공급하여 교반시켜 실리카 졸을 합성하고, 제1 반응기로 에탄올 80 ml를 공급하여 겔화반응을 진행시켜 습윤겔을 생성하였다.
- [0113] 단계 2: 상기 단계 1에서 제조된 습윤겔을 필터부로 공급하고, 필터부를 0.1 기압으로 감압시켜 필터링을 진행하여 약 67.6%의 수분량을 분리 및 제거하였다.
- [0115] 단계 3: 상기 단계 2에서 수분이 분리 및 제거된 습윤겔을 제2 반응부로 공급하고, 상기 제2 반응부로 사이클로헥산 및 트리메틸클로로실란의 혼합물 43 g을 공급하여 표면개질 및 용매치환을 수행하였다.
- [0117] 단계 4: 상기 단계 3을 수행하고 난 후, 겔을 건조부로 공급하고 대기압의 상압 조건, 110℃의 온도에서 2시간 동안 건조하여 실리카 에어로겔 분말을 제조하였다.
- [0119] <비교예 1>
- [0120] 단계 1: 도 2의 실리카 에어로겔 분말 제조장치를 이용하여 실리카 에어로겔 분말을 제조하였다. 구체적으로, 원료로 상업용 규산소다 용액 60 g과 1 M 염산 용액 20 ml를 제1 반응기로 공급하여 교반시켜 실리카 졸을 합성하고, 제1 반응기로 에탄올 80 ml를 공급하여 겔화반응을 진행시켜 습윤겔을 생성하였다.
- [0122] 단계 2: 상기 단계 1에서 제조된 습윤겔을 제2 반응부로 공급하고, 상기 제2 반응부로 사이클로헥산 및 트리메틸클로로실란의 혼합물 43 g 공급하여 표면개질 및 용매치환을 수행하였다.
- [0124] 단계 3: 상기 단계 3을 수행하고 난 후, 겔을 건조부로 공급하고 대기압의 조건, 110℃의 온도에서 2시간 동안 건조하여 실리카 에어로겔 분말을 제조하였다.
- [0126] <비교예 2>
- [0127] 단계 1: 도 2의 실리카 에어로겔 분말 제조장치를 이용하여 실리카 에어로겔 분말을 제조하였다. 구체적으로, 원료로 상업용 규산소다 용액 60 g과 1 M 염산 용액 20 ml를 제1 반응기로 공급하여 교반시켜 실리카 졸을 합성하고, 제1 반응기로 에탄올 80 ml를 공급하여 겔화반응을 진행시켜 습윤겔을 생성하였다.

[0129] 단계 2: 상기 단계 1에서 제조된 습윤겔을 분액깔때기로 공급하고, 30분간 침전시킨 뒤 하부 침전물을 채취하여 약 47.2%의 수분량을 분리 및 제거하였다.

[0131] 단계 3: 상기 단계 2에서 수분이 분리 및 제거된 습윤겔을 제2 반응부로 공급하고, 상기 제2 반응부로 사이클로헥산 및 트리메틸클로로실란의 혼합물 43 g 을 공급하여 표면개질 및 용매치환을 수행하였다.

[0133] 단계 4: 상기 단계 3을 수행하고 난 후, 겔을 건조부로 공급하고 대기압의 조건, 110°C의 온도에서 2시간 동안 건조하여 실리카 에어로겔 분말을 제조하였다.

[0135] <비교예 3>

[0136] 단계 1: 도 2의 실리카 에어로겔 분말 제조장치를 이용하여 실리카 에어로겔 분말을 제조하였다. 구체적으로, 원료로 상업용 규산소다 용액 60 g과 1 M 염산 용액 20 ml를 제1 반응기로 공급하여 교반시켜 실리카 졸을 합성하고, 제1 반응기로 에탄올 80 ml를 공급하여 겔화반응을 진행시켜 습윤겔을 생성하였다.

[0138] 단계 2: 상기 단계 1에서 제조된 습윤겔을 분액깔때기로 공급하고, 60분간 침전시킨 뒤 하부 침전물을 채취하여 약 49.9%의 수분량을 분리 및 제거하였다.

[0140] 단계 3: 상기 단계 2에서 수분이 분리 및 제거된 습윤겔을 제2 반응부로 공급하고, 상기 제2 반응부로 사이클로헥산 및 트리메틸클로로실란의 혼합물 43 g 을 공급하여 표면개질 및 용매치환을 수행하였다.

[0142] 단계 4: 상기 단계 3을 수행하고 난 후, 겔을 건조부로 공급하고 대기압의 조건, 110°C의 온도에서 2시간 동안 건조하여 실리카 에어로겔 분말을 제조하였다.

[0144] <실험예 1> 실리카 에어로겔 분말의 물성 분석

[0145] 본 발명에 따른 실리카 에어로겔 분말의 제조장치 및 제조방법으로 제조된 실리카 에어로겔 분말의 물성을 확인하기 위하여, 상기 실시예 1 및 비교예 1 내지 3에서 제조된 실리카 에어로겔 분말에 대하여 탭 밀도를 측정하고 BET 측정기를 이용하여 비표면적, 기공크기 및 기공용적을 분석하였으며, 그 결과를 하기 표 1에 나타내었다.

표 1

	제2 반응부로 투입된 습윤겔의 양 (g)	제2 반응부로 투입된 습윤겔의 수분 함량 (g)	제2 반응부로 투입된 습윤겔의 고형분 함량 (g)	비표면적 (m ² /g)	기공크기 (nm)	기공용적 (ml/g)
실시예 1	46.2	41.2 (89.2%)	5.0 (10.8%)	771	19.5	3.9
비교예 1	142.8	137.8 (96.5%)	5.0 (3.5%)	591	22	3.2
비교예 2	75.4	70.6 (93.6%)	4.8 (6.4%)	433	37	4.0
비교예 3	71.6	66.0 (92.2%)	5.6 (7.8%)	493	32	3.9

[0149] 상기 표 1에 나타난 바와 같이, 본 발명에 따른 실리카 에어로겔 분말 제조장치 및 제조방법으로 제조된 실리카 에어로겔 분말의 비표면적은 771 m²/g으로 매우 높을 뿐만 아니라, 19.5 nm로 10 nm 내지 30 nm 범위에 속하여

우수한 수치를 나타내며, 기공용적 또한 3.9 ml/g으로 우수한 것을 확인할 수 있다.

[0151] 이와 같이, 본 발명에 따른 실리카 에어로겔 분말 제조장치 및 제조방법은 습윤겔에 포함된 수분을 일부 분리 및 제거함으로써 최종적으로 제조되는 실리카 에어로겔 분말의 비표면적, 기공크기 및 기공용적 등의 물성이 향상된다.

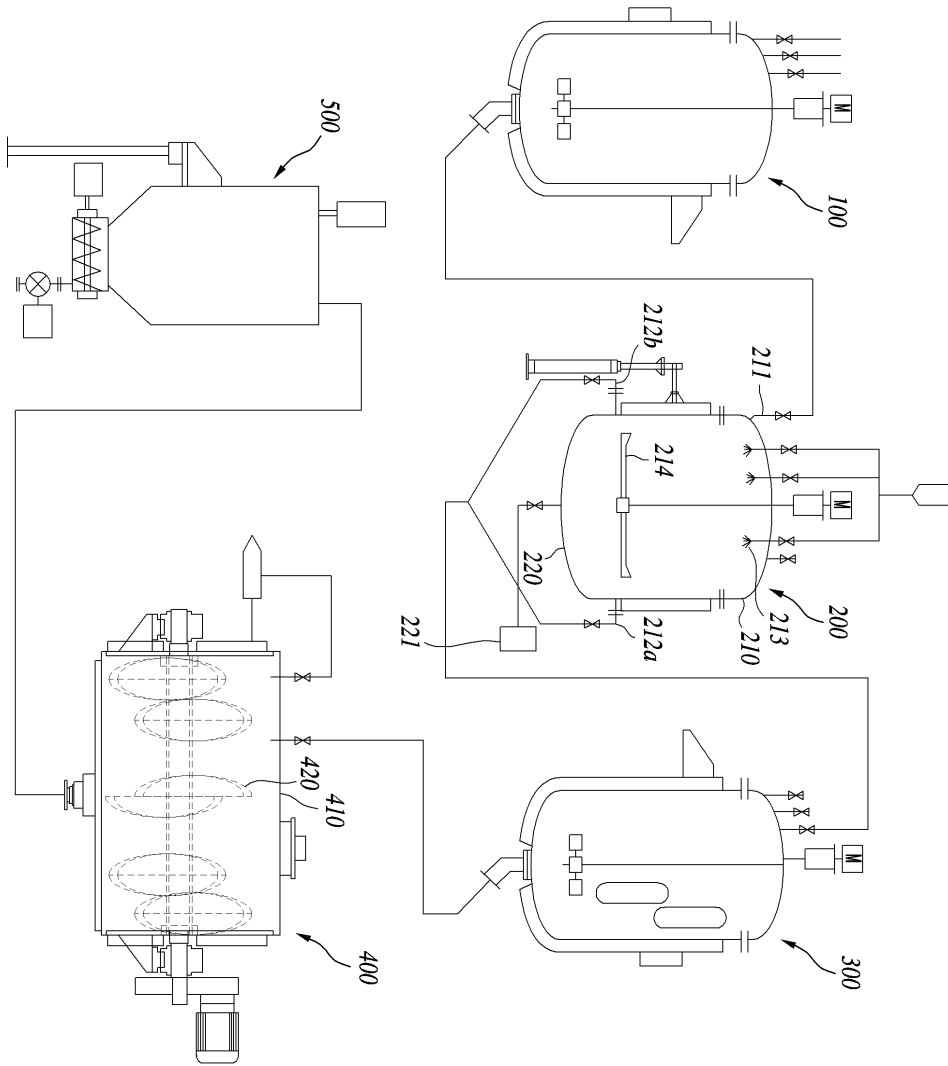
부호의 설명

[0153] 1000 : 실리카 에어로겔 분말 제조장치
 100 : 제1 반응부
 200 : 필터부
 210 : 상층부
 211 : 주입구
 212 : 배출구
 212a : 제1 배출구
 212b : 제2 배출구
 213 : 스크러버
 214 : 교반 수단
 220 : 하층부
 221 : 감압 수단
 300 : 제2 반응부
 400 : 건조부
 410 : 건조 챔버
 420 : 임펠러
 500 : 저장부
 600 : 원료 저장고
 610 : 제1 원료 저장고
 620 : 제2 원료 저장고
 630 : 제3 원료 저장고
 700 : 원료 저장고
 710 : 제4 원료 저장고
 720 : 제5 원료 저장고

도면

도면1

1000



도면2

