

(12) 특허협력조약에 의하여 공개된 국제출원

(19) 세계지식재산권기구
국제사무국

(43) 국제공개일
2017년 7월 27일 (27.07.2017)



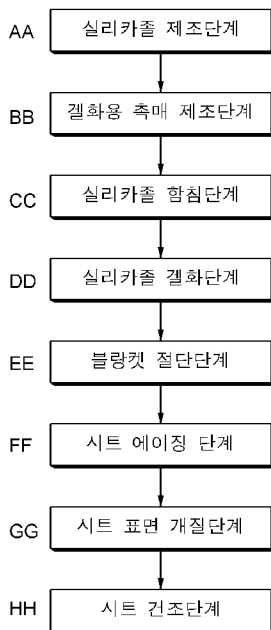
(10) 국제공개번호
WO 2017/126784 A1

- (51) 국제특허분류:
C01B 33/158 (2006.01) B65H 35/06 (2006.01)
C01B 33/141 (2006.01) B65H 37/00 (2006.01)
C01B 33/152 (2006.01)
- (21) 국제출원번호: PCT/KR2016/012403
- (22) 국제출원일: 2016년 10월 31일 (31.10.2016)
- (25) 출원언어: 한국어
- (26) 공개언어: 한국어
- (30) 우선권정보:
10-2016-0006342 2016년 1월 19일 (19.01.2016) KR
10-2016-0134939 2016년 10월 18일 (18.10.2016) KR
- (71) 출원인: 주식회사 엘지화학 (LG CHEM, LTD.)
[KR/KR]; 07336 서울시 영등포구 여의대로 128, Seoul (KR).
- (72) 발명자: 김예훈 (KIM, Ye Hon); 34122 대전시 유성구 문지로 188 LG 화학 기술연구원 내, Daejeon (KR). 이재균 (LEE, Je Kyun); 34122 대전시 유성구 문지로 188 LG 화학 기술연구원 내, Daejeon (KR). 오경실 (OH, Kyoung Shil); 34122 대전시 유성구 문지로 188 LG 화학 기술연구원 내, Daejeon (KR).
- (74) 대리인: 특허법인 태평양 (BAE, KIM & LEE IP GROUP); 06626 서울시 서초구 강남대로 343 신덕빌딩 11층, Seoul (KR).
- (81) 지정국 (별도의 표시가 없는 한, 가능한 모든 종류의 국내 권리의 보호를 위하여): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ,

[다음 쪽 계속]

(54) Title: METHOD AND APPARATUS FOR PRODUCING AEROGEL SHEET

(54) 발명의 명칭 : 에어로젤 시트의 제조방법 및 장치



(57) Abstract: The present invention relates to a method for producing an aerogel sheet, and the method may comprise the steps of: (a) producing silica sol; (b) producing a gelation catalyst; (c) dispersing and impregnating the silica sol produced in step (a) on the surface of a blanket; (d) gelating the silica sol by spraying the gelation catalyst produced in step (b) on the surface of the blanket impregnated with silica sol; and (e) producing a sheet gelated with silica sol by cutting the blanket gelated with silica sol.

(57) 요약서: 본 발명은 에어로젤 시트의 제조방법에 관한 것으로서, (a) 실리카 졸을 제조하는 단계; (b) 겔화용 촉매를 제조하는 단계; (c) 블랑킷(blanket)의 표면에 (a) 단계에서 제조한 실리카 졸을 분사하여 함침시키는 단계; (d) 실리카 졸이 함침된 블랑킷의 표면에 (b) 단계에서 제조한 겔화용 촉매를 분사하여 실리카 졸을 겔화시키는 단계; 및 (e) 실리카 졸이 겔화된 블랑킷을 절단하여 실리카 졸이 겔화된 시트를 제조하는 단계를 포함할 수 있다.

- AA ... Step for producing silica sol
- BB ... Step for producing gelation catalyst
- CC ... Step for impregnating silica sol
- DD ... Step for gelating silica sol
- EE ... Step for cutting blanket
- FF ... Step for aging sheet
- GG ... Step for modifying sheet surface
- HH ... Step for drying sheet



WO 2017/126784 A1



CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), 유라시아 (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), 유럽 (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

공개:

(84) **지정국** (별도의 표시가 없는 한, 가능한 모든 종류의 역내 권리의 보호를 위하여): ARIPO (BW, GH, GM,

— 국제조사보고서와 함께 (조약 제 21 조(3))

명세서

발명의 명칭: 에어로겔 시트의 제조방법 및 장치

기술분야

[1] 관련출원과의 상호인용

[2] 본 출원은 2016년 01월 19일자 한국특허출원 제10-2016-0006342호 및 2016년 10월 18일자 한국특허출원 제10-2016-0134939호에 기초한 우선권의 이익을 주장하며, 해당 한국특허출원의 문헌에 개시된 모든 내용은 본 명세서의 일부로서 포함된다.

[3] 기술분야

[4] 본 발명은 에어로겔 시트의 제조방법 및 장치에 관한 것으로서, 특히 단열성과 내구성이 우수하고, 균일한 두께와 형태를 가진 에어로겔 시트의 제조방법 및 장치에 관한 것이다.

배경기술

[5] 일반적으로 에어로겔은 현재까지 알려진 고체 중에서 90%이상, 최대 99% 정도의 높은 기공율을 갖는 고다공성 물질로서, 실리카 전구체 용액을 졸-겔 중합반응시켜 겔을 만든 후, 초임계조건 혹은 상압조건 하에서 건조함에 따라 얻을 수 있다. 즉, 에어로겔은 공기가 가득차 있는 기공 구조를 가지고 있다.

[6] 이와 같은 에어로겔은 내부 공간의 90~99%가 비어있는 독특한 기공구조로 인하여 가벼우면서도 단열성, 흡음성 등의 물성을 가지며, 그 중에서도 가장 큰 장점은 종래 스티로폼 등의 유기 단열재의 열전도도인 36mW/m.k보다 현저히 낮은 30mW/m.k 이하의 열전도율을 보이는 고단열성이다.

발명의 상세한 설명

기술적 과제

[7] 에어로겔은 단열성과 내구성이 떨어지고, 특히 시트의 두께와 형태가 균일하지 못한 문제점이 있었다.

[8] 본 발명은 상기와 같은 문제를 해결하기 위해 안출된 것으로, 본 발명의 목적은 단열성과 내구성이 우수하고, 특히 균일한 두께와 형태를 가지는 에어로겔 시트의 제조방법 및 장치를 제공하는데 있다.

과제 해결 수단

[9] 상기와 같은 목적을 달성하기 위한 본 발명의 제1 실시예에 따른 에어로겔 시트의 제조방법은 (a) 실리카 졸을 제조하는 단계; (b) 겔화용 촉매를 제조하는 단계; (c) 블랑켓(blanket)의 표면에 (a) 단계에서 제조한 실리카 졸을 분사하여 함침시키는 단계; (d) 실리카 졸이 함침된 블랑켓의 표면에 (b) 단계에서 제조한 겔화용 촉매를 분사하여 실리카 졸을 겔화시키는 단계; 및 (e) 실리카 졸이 겔화된 블랑켓을 절단하여 실리카 졸이 겔화된 시트를 제조하는 단계를 포함할 수 있다.

- [10] 상기 (a) 단계는 TEOS(tetraethyl orthosilicate)와 에탄올을 혼합하여 실리카 졸을 제조할 수 있다.
- [11] 상기 TEOS(tetraethyl orthosilicate)는 가수분해된 것을 사용할 수 있다.
- [12] 상기 (b) 단계는 에탄올과 암모니아수(NH_4OH)를 혼합하여 겔화용 촉매를 제조할 수 있다.
- [13] 상기 (c) 단계와 상기 (d) 단계는 상기 블랑켓을 일측에서 타측으로 이송하는 컨베이어벨트 내에서 이루어질 수 있다.
- [14] 상기 컨베이어벨트에는 상기 블랑켓의 표면에 분사된 실리카 졸의 두께를 조절하는 제1 스크래퍼와, 상기 블랑켓의 표면에 분사된 겔화용 촉매의 두께를 조절하는 제2 스크래퍼로 마련된 스크래퍼가 포함될 수 있다.
- [15] 상기 (d) 단계는 상기 블랑켓의 표면에 상기 겔화용 촉매를 0.035~0.012L/min 속도로 분사하고, 8~12분 동안 방치하여 실리카 졸을 겔화시킬 수 있다.
- [16] 상기 (e) 단계는 상하로 왕복운동하는 절단날이 마련된 절단장치에 의해 실리카 졸이 겔화된 블랑켓을 동일한 크기로 연속 절단하여 실리카 졸이 겔화된 시트를 제조할 수 있다.
- [17] 상기 (e) 단계 후, (f) 실리카 졸이 겔화된 시트를 에이징하는 단계를 더 포함할 수 있다.
- [18] 상기 (f) 단계에서 실리카 졸이 겔화된 시트는 70°C의 고온에서 50분간 에이징할 수 있다.
- [19] 상기 (f) 단계에서 실리카 졸이 겔화된 시트는 상온에서 10분간 방치한 후 에이징을 진행할 수 있다.
- [20] 상기 (f) 단계 후, (g) 에이징된 시트에 코팅액을 투입하여 표면을 개질하는 단계를 더 포함할 수 있다.
- [21] 상기 (g) 단계에서 코팅액은 에탄올과 암모니아수(NH_4OH)을 혼합하여 제조될 수 있다.
- [22] 상기 코팅액은 상기 (c) 단계에서 블랑켓(blanket)의 표면에 함침된 실리카 졸의 1.6배를 투입하고, 70°C의 고온에서 1시간 동안 에이징과 HMDS(Hexamethyldisilazane)하여 표면을 개질할 수 있다.
- [23] 상기 (g) 단계 후, (h) 표면이 개질된 시트를 건조하는 단계를 포함할 수 있다.
- [24] 상기 (h) 단계는 표면이 개질된 시트를 28°C 및 70bar의 환경에서 이산화탄소를 10분간 70L/min속도로 주입하여 건조하는 1차 건조단계, 다시 1분 20분간 50°C로까지 승온시켜서 건조하는 2차 건조단계, 다시 50°C 및 150bar의 환경에서 이산화탄소를 20분간 0.7L/min속도로 주입하여 건조하는 3차 건조단계, 및 20분간 휴식 후 20분간 이산화탄소를 0.7L/min속도로 주입하여 건조하는 4차 건조단계를 포함할 수 있다.
- [25] 상기 (h) 단계에서 3차 건조는 이산화탄소를 주입함과 동시에 표면 개질된 시트로부터 발생한 에탄올을 회수할 수 있다.
- [26] 상기 (h) 단계는 4차 건조 후, 2시간 동안 이산화탄소를 배출하는 배출단계를 더

포함할 수 있다.

- [27] 상기 (f), (g) 및 (h) 단계는 시트를 수용하는 반응용기 내에서 이루어질 수 있다.
- [28] 한편, 본 발명의 제2 실시예에 따른 에어로겔 시트의 제조방법은 (A)연속적으로 실리카 졸과 겔화용 촉매를 배합하여 촉매화된 졸을 형성하는 단계; (B)적어도 하나의 섬유 물질을 공급하는 단계; 및 (C)상기 촉매화된 졸을 이동 요소 위에 분배하여, 상기 이동 요소 상에서 상기 촉매화된 졸을 겔화시켜서 겔 시트를 형성하는 단계를 포함하되, 상기 섬유 물질은 겔화 전에 상기 촉매화된 졸에 배합되고, (D)상기 촉매화된 졸이 겔화된 상기 겔 시트를 절단하여 촉매화된 졸이 겔화된 시트를 제조하는 단계를 포함할 수 있다.
- [29] 상기 (D) 단계는 상하로 왕복운동하는 절단날이 마련된 절단장치에 의해 상기 겔 시트를 동일한 크기로 연속 절단하여 촉매화된 졸이 겔화된 시트를 제조할 수 있다.
- [30] 상기 실리카 졸은 무기 물질, 유기 물질, 및 상기 무기 물질과 상기 유기 물질의 조합물로 구성된 그룹에서 선택된 물질을 포함할 수 있다.
- [31] 상기 이동 요소는 촉매화된 졸을 지지하기 위한 단부를 포함할 수 있다.
- [32] 상기 무기 물질은 지르코니아, 산화 이트륨, 하프니아, 알루미늄, 티타니아, 세리아, 실리카, 산화 마그네슘, 산화 칼슘, 플루오르화 마그네슘, 플루오르화 칼슘 및 이들의 조합물로 구성된 그룹에서 선택될 수 있다.
- [33] 상기 유기 물질은 폴리아크릴레이트, 폴리올레핀, 폴리스틸렌, 폴리아크릴로니트릴, 폴리우레탄, 폴리이미드, 폴리푸르푸랄 알콜, 페놀 푸르푸릴 알콜, 멜라민 포름알데히드, 레조시놀 포름알데히드, 크레졸 포름알데히드, 페놀 포름알데히드, 폴리비닐 알콜 디알데히드, 폴리시아누레이트, 폴리아크릴아미드, 다양한 에폭시, 한천, 및 아가로스, 및 이들의 조합물로 구성된 그룹에서 선택될 수 있다.
- [34] 상기 섬유 물질은 무기 물질, 유기 물질, 및 상기 무기 물질과 상기 유기 물질의 조합물로 구성된 그룹으로부터 선택된 섬유를 포함할 수 있다.
- [35] 상기 섬유 물질은 $0.1\mu\text{m}$ 내지 $10,000\mu\text{m}$ 범위의 직경을 갖는 섬유를 포함할 수 있다.
- [36] 상기 섬유 물질은 $0.001\mu\text{m}$ 내지 $100\mu\text{m}$ 범위의 직경을 갖는 섬유를 포함할 수 있다.
- [37] 상기 겔 시트에 걸쳐 주름진 섬유를 분포시키는 단계를 더 포함할 수 있다.
- [38] 한편, 상기와 같은 본 발명의 제1 실시예에 따른 에어로겔 시트의 제조방법을 수행하기 위한 제조장치는 블랑켓이 롤 형태로 권취된 공급롤러; 상기 공급롤러에 권취된 블랑켓을 일측에서 타측으로 이송하는 컨베이어벨트; 상기 컨베이어벨트에 위치한 상기 블랑켓의 표면에 실리카 졸을 분사하여 함침시키는 실리카 졸 공급부재; 상기 컨베이어벨트에 위치한 상기 블랑켓의 표면에 겔화용 촉매를 분사하여 실리카 졸을 겔화시키는 촉매 공급부재; 상기 컨베이어벨트에 의해 타측까지 이송된 상기 블랑켓을 절단하여 시트를 얻는

절단날이 구비된 절단부재; 및 상기 시트를 수용하고, 수용한 시트를 에이징하거나, 코팅액을 투입하여 개질하거나, 고온으로 건조하는 반응용기를 포함할 수 있다.

발명의 효과

- [39] 본 발명은 하기와 같은 효과가 있다.
- [40] 첫째: 본 발명은 에어로겔 시트의 제조방법을 이용함으로써 동일한 크기, 두께 및 형태의 에어로겔 시트를 얻을 수 있으며, 특히 단열성과 내구성이 우수한 에어로겔 시트를 얻을 수 있다.
- [41] 둘째: 본 발명에 따른 에어로겔 시트의 제조방법에서 TEOS(tetraethyl orthosilicate)와 에탄올을 혼합함으로써 고품질의 실리카 졸을 제조할 수 있다.
- [42] 셋째: 본 발명에 따른 에어로겔 시트의 제조방법에서 가수분해된 TEOS를 사용함으로써 고품질의 실리카 졸을 얻을 수 있다.
- [43] 넷째: 본 발명에 따른 에어로겔 시트의 제조방법에서 에탄올과 암모니아수(NH_4OH)를 혼합함으로써 고품질의 겔화용 촉매를 제조할 수 있다.
- [44] 다섯째: 본 발명에 따른 에어로겔 시트의 제조방법에서 블랑킷을 일측에서 타측으로 이송하는 컨베이어벨트를 사용함으로써 작업의 연속성과 공정의 단순화를 얻을 수 있다.
- [45] 여섯째: 본 발명에 따른 에어로겔 시트의 제조방법에서 컨베이어벨트에 스크래퍼를 포함함으로써 실리카 졸 또는 겔화용 촉매의 두께를 균일하게 조절할 수 있다.
- [46] 일곱째: 본 발명에 따른 에어로겔 시트의 제조방법에서 실리카 졸이 겔화된 시트를 에이징하고, 표면 개질한 후 건조함으로써 고품질의 에어로겔 시트를 얻을 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [47] 도 1은 본 발명의 제1 실시예에 따른 에어로겔 시트의 제조방법을 나타낸 순서도.
- [48] 도 2는 본 발명의 제1 실시예에 따른 에어로겔 시트의 제조장치를 도시한 도면.
- [49] 도 3은 본 발명의 제1 실시예에 따른 에어로겔 시트의 제조장치에 포함된 반응용기를 도시한 단면도.
- [50] 도 4는 본 발명의 제2 실시예에 따른 에어로겔 시트의 제조방법을 나타낸 도면.

발명의 실시를 위한 최선의 형태

- [51] 이하, 첨부한 도면을 참조하여 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자가 용이하게 실시할 수 있도록 본 발명의 실시예를 상세히 설명한다. 그러나 본 발명은 여러 가지 상이한 형태로 구현될 수 있으며 여기에서 설명하는 실시예에 한정되지 않는다. 그리고 도면에서 본 발명을 명확하게 설명하기 위해서 설명과 관계없는 부분은 생략하였으며, 명세서 전체를 통하여 유사한 부분에 대해서는 유사한 도면 부호를 붙였다.

- [52] [본 발명의 제1 실시예에 따른 에어로겔 시트의 제조방법]
- [53] 본 발명의 제1 실시예에 따른 에어로겔 시트의 제조방법은 도 1에 도시되어 있는 것과 같이, (a) 실리카 졸을 제조하는 실리카 졸 제조단계, (b) 겔화용 촉매를 제조하는 겔화용 촉매 제조단계, (c) 블랑켓(blanket)의 표면에 실리카 졸을 분사하여 함침시키는 실리카 졸 함침단계, (d) 실리카 졸이 함침된 블랑켓의 표면에 겔화용 촉매를 분사하여 실리카 졸을 겔화시키는 실리카 졸 겔화단계, (e) 실리카졸이 겔화된 블랑켓을 절단하여 시트를 얻는 블랑켓 절단단계, (f) 실리카 졸이 겔화된 시트를 에이징하는 시트 에이징단계, (g) 에이징된 시트에 코팅액을 투입하여 표면을 개질하는 시트 표면개질단계, 및 (h) 표면이 개질된 시트를 건조하는 시트 건조단계를 포함한다.
- [54] 이하, 본 발명의 제1 실시예에 따른 에어로겔 시트의 제조방법을 보다 상세히 설명한다.
- [55] (a) 실리카졸 제조단계
- [56] (a) 실리카졸 제조단계는 실리카졸을 얻기 위한 것으로, TEOS(tetraethyl orthosilicate)와 에탄올을 혼합하여 실리카졸을 제조한다. 즉, 반응조(미도시)에 TEOS 1.2kg과 에탄올 2.7kg을 포함하여 실리카졸을 제조한다.
- [57] 한편, TEOS는 물과의 반응성이 뛰어난 용매로, 가수분해된 것을 사용하며, 이에 반응성을 더욱 높일 수 있다. 즉, 가수분해된 TEOS와 에탄올을 혼합함에 따라 반응성이 우수한 실리카졸을 얻을 수 있다.
- [58] (b) 겔화용 촉매 제조단계
- [59] (b) 겔화용 촉매 제조단계는 겔화용 촉매를 얻기 위한 것으로, 에탄올과 암모니아수(NH₄OH)를 혼합하여 겔화용 촉매를 제조한다. 즉, 반응조(미도시)에 에탄올 0.5kg과 암모니아수(NH₄OH) 30ml를 혼합하여 겔화용 촉매를 제조한다.
- [60] 한편, 도 2는 본 발명의 (c) 실리카졸 분사단계, (d) 겔화용 촉매 분사단계 및 (e) 블랑켓 절단단계를 수행하는 에어로겔 제조장치(100)를 도시한 도면이다.
- [61] 즉, 에어로겔 제조장치(100)는 도 2에 도시되어 있는 것과 같이 블랑켓(10)이 롤 형태로 권취된 공급롤러(110), 공급롤러(110)에 권취된 블랑켓(10)을 일측에서 타측으로 이송하는 컨베이어벨트(120), 컨베이어벨트(120)에 위치한 블랑켓(10)의 표면에 (a) 단계에서 제조한 실리카졸(20)을 분사하여 함침시키는 실리카졸 공급부재(130), 컨베이어벨트(120)에 위치한 블랑켓(10)의 표면에 (b) 단계에서 제조된 겔화용 촉매(30)를 분사하여 실리카졸을 겔화시키는 촉매 공급부재(140), 및 컨베이어벨트(120)에 의해 타측까지 이송된 블랑켓(10)을 동일한 크기로 연속하여 절단하는 시트(11)를 얻는 절단부재(150)를 포함하며, 절단된 시트(11)는 보관함(170)에 적재될 수 있다.
- [62] 여기서 절단부재(150)는 컨베이어벨트(120)의 타측 끝단에 구비되고 상하로 연속하여 왕복운동하는 절단날(151)이 마련된다. 즉 절단날(151)은 상하방향으로 왕복 운동하면서 컨베이어벨트(120)의 타측까지 이동한 블랑켓(10)을 동일한 크기로 연속하여 절단한다.

- [63] 한편, 실리카졸 공급부재(130) 또는 촉매 공급부재(140)에는 실리카졸 또는 촉매의 분사량을 조절하는 조절밸브(131)(141)가 구비될 수 있다. 또한, 실리카졸 공급부재(130) 또는 촉매 공급부재(140)는 내부 압력을 조절하여 실리카졸 또는 촉매의 분사속도를 조절하는 압력조절부(132)(142)가 구비될 수 있다.
- [64] 이와 같은 에어로겔 제조장치(100)는 공급롤러(110)가 권취된 블랑켓(10)을 공급하면 컨베이어벨트(120)가 공급롤러(110)에 의해 공급된 블랑켓(10)을 일측에서 타측까지 이송한다. 이때 컨베이어벨트(120)에 의해 이송되는 블랑켓(10)의 표면에 실리카졸 공급부재(130)는 (a) 단계에서 제조된 실리카졸(20)을 분사하여 실리카졸을 함침시키며, 또 촉매 공급부재(140)는 실리카졸이 함침된 블랑켓(10)의 표면에 겔화용 촉매(30)를 분사하여 실리카졸을 겔화시키고, 실리카졸이 겔화된 블랑켓(10)은 절단부재(150)에 의해 소정 크기로 연속하여 절단되면서 실리카졸이 겔화된 시트(11)가 제조된다. 한편, 실리카졸이 겔화된 시트(11)는 보관함(170)에 적재하여 보관할 수 있다.
- [65] 여기서 컨베이어벨트(120)에는 블랑켓(10)에 분사된 실리카졸(20) 및 겔화용 촉매(30)의 두께를 균일하게 조절하는 스크래퍼(160)가 포함된다. 즉 스크래퍼(160)는 블랑켓(10)의 표면에 분사된 실리카졸(20)의 두께를 균일하게 조절하는 제1 스크래퍼(161)와, 블랑켓(10)의 표면에 분사된 겔화용 촉매(30)의 두께를 균일하게 조절하는 제2 스크래퍼(162)를 포함한다.
- [66] 즉, 제1 스크래퍼(161)와 제2 스크래퍼(162)는 동일한 형태를 가지며, 컨베이어벨트(120)의 상면에 상하방향으로 높이 조절이 가능하게 설치되어 실리카졸(20) 및 겔화용 촉매(30)의 두께를 균일하게 조절한다. 여기서 제1 스크래퍼(161)는 실리카졸 공급부재(130)와 촉매 공급부재(140) 사이의 컨베이어벨트(120) 상면에 구비되고, 제2 스크래퍼(162)는 촉매 공급부재(140)와 절단부재(150) 사이의 컨베이어벨트(120) 상면에 구비된다.
- [67] 이하, 에어로겔 제조장치(100)를 이용한 (c) 실리카졸 함침단계와 (d) 실리카졸 겔화단계, 및 (e) 블랑켓 절단단계를 자세히 설명한다.
- [68] (c) 실리카졸 분사단계
- [69] (c) 실리카졸 분사단계는 블랑켓(blanket)의 표면에 (a) 단계에서 제조한 실리카졸을 분사하여 함침시킨다. 즉, (a) 단계에서 제조된 실리카졸(20)을 실리카졸 공급부재(130)에 주입하여 저장한다. 그럼 다음 컨베이어벨트(120)에 의해 실리카졸 공급부재(130)의 하부까지 공급부재(110)에 권취된 블랑켓(10)이 이송되면 실리카졸 공급부재(130)를 통해 실리카졸(20)을 분사하여 블랑켓(10)의 표면에 함침시킨다.
- [70] 이때, 블랑켓(10)에 분사된 실리카졸(20)은 컨베이어벨트(120)에 설치된 제1 스크래퍼(161)를 통과하면서 균일한 두께를 가지게 된다. 즉 제1 스크래퍼(161)는 소정 두께 이상의 실리카졸(20)은 통과하지 않도록 차단함에 따라 실리카졸(20)의 두께를 균일하게 조절할 수 있다.
- [71] (d) 겔화용 촉매 분사단계

- [72] (d) 겔화용 촉매 분사단계는 (c) 단계에 의해 실리카졸이 함침된 블랑켓(10)의 표면에 겔화용 촉매(30)를 분사하여 실리카졸은 겔화시킨다. 즉, (b) 단계에서 제조한 겔화용 촉매(30)를 촉매 공급부재(140)에 주입하여 저장한다. 그럼 다음, 컨베이어벨트(120)에 의해 촉매 공급부재(140)의 하부까지 실리카졸이 함침된 블랑켓(10)이 이송되면 촉매 공급부재(140)를 통해 겔화용 촉매(30)를 블랑켓(10)의 표면에 분사하여 실리카졸을 겔화시킬 수 있다.
- [73] 여기서 촉매 공급부재(140)는 저장된 겔화용 촉매(30)의 설정된 속도로 분사하고, 설정된 시간 동안 방치하여 실리카졸을 안정적으로 겔화시킨다. 즉, 촉매 공급부재(140)는 블랑켓(10)의 표면에 겔화용 촉매(30)를 0.035~0.012L/min 속도로 분사하고, 8~12분 동안 방치하여 실리카졸을 점차 겔화시킨다.
- [74] 특히, 촉매 공급부재(140)는 도 6에 도시되어 있는 것과 같이, 블랑켓(10)에 함침된 실리카졸(20)의 밀도에 따라 겔화용 촉매(30)의 분사속도를 달리하여 실리카졸의 겔화를 균일하게 조절할 수 있다.
- [75] (e) 실리카졸이 겔화된 블랑켓 절단단계
- [76] (e) 실리카졸이 겔화된 블랑켓 절단단계는 촉매 공급부재(140)에 의해 실리카졸이 겔화된 블랑켓(10)이 절단부재(150)를 통과함과 동시에, 절단부재(150)이 절단날(151)이 하강하면서 절단부재(150)의 하부에 위치한 블랑켓(10)의 표면을 절단하며, 이에 실리카졸이 겔화된 시트(11)를 얻을 수 있다.
- [77] 한편, 상기와 같이 절단된 실리카졸이 겔화된 시트(11)는 (f) 시트 에이징 단계, (g) 시트 표면개질 단계 및 (h) 시트 건조단계를 거치면서 에어로겔 시트가 완성된다. 이때 반응용기(180)를 이용한다.
- [78] 도 3은 본 발명의 제1 실시예에 따른 반응용기(180)를 도시한 도면이다.
- [79] 즉, 반응용기(180)는 소정 크기로 절단된 복수의 시트(11)를 밀폐되게 수용하는 수용공간(181)과, 일단에 수용공간(181)과 연결되는 주입구(182)와, 타단에 수용공간(181)과 연결되는 배출구(183)가 형성된다.
- [80] 이하, 반응용기(180)를 이용하여 (f) 시트 에이징단계, (g) 시트 표면개질단계, 및 (h) 시트 건조단계를 설명한다.
- [81] (f) 시트 에이징단계
- [82] (f) 시트 에이징단계는 실리카졸이 겔화된 시트를 에이징한다. 즉, 반응용기(180)의 수용공간(181)에 (e) 단계에서 절단된 실리카졸이 겔화된 시트(11)를 복수개 수용한 다음, 반응용기(180)의 수용공간(181)을 70°C까지 가열한 상태로 50분간 에이징하여 시트(11)의 조직을 균일화시킨다.
- [83] 여기서 (f) 시트 에이징단계는 반응용기(180)에서 에이징 하기 전에 상온(또는 25°C)에서 10분간 방치한 후 에이징을 진행한다. 즉, 실리카졸의 안정된 겔화를 유도한 에이징을 진행하여 시트(11)의 조직을 보다 균일화할 수 있다.
- [84] (g) 시트 표면개질단계
- [85] (g) 시트 표면개질단계는 에이징된 시트(11)에 코팅액을 분사하여 표면을

개질한다. 즉, (g) 시트 표면개질단계는 에탄올과 암모니아수(NH₄OH)을 혼합하여 코팅액을 제조한다. 그런 다음 시트(11)이 삽입된 반응용기(180)의 주입구(182)를 통해 코팅액을 수용공간(181)에 주입하여 시트(11)의 표면을 개질한다. 이때 코팅액은 (c) 단계에서 블랭킷(blanket)의 표면에 함침된 실리카졸의 1.6배를 분사하고, 반응용기(180)는 70°C의 고온에서 1시간 동안 에이징과 HMDS(Hexamethyldisilazane)하여 시트(11)의 표면을 개질한다.

[86] 한편, HMDS(Hexamethyldisilazane)는 시트의 표면을 소수성으로 바꾸어주기 위해 사용한다.

[87] (h) 시트 건조단계

[88] (h) 시트 건조단계는 표면이 개질된 시트(11)을 건조하여 실리카겔 시트를 완성한다. 이때 (h) 시트 건조단계는 반응용기(180)에 시트(11)을 수용된 상태에서 초임계 건조가 이루어진다. 즉, (h) 시트 건조단계는 표면개질된 시트(11)을 28°C 및 70bar의 환경에서 이산화탄소를 10분간 70L/min속도로 주입하여 건조하는 1차 건조단계, 1분 20분간 50°C로까지 승온시켜서 건조하는 2차 건조단계, 다시 50°C 및 150bar의 환경에서 이산화탄소를 20분간 0.7L/min속도로 주입하여 건조하는 3차 건조단계, 및 20분간 휴식 후 20분간 이산화탄소를 0.7L/min속도로 주입하여 건조하는 4차 건조단계를 포함한다. 이와 같은 건조단계를 수행함에 따라 시트(11)의 건조율을 높일 수 있다.

[89] 한편, (h) 시트 건조단계의 3차 건조는 이산화탄소와 시트(11)의 화학반응에 의해 반응용기(180) 내에 에탄올이 발생되며, 이 반응용기(180)에 발생한 에탄올은 배출구(183)를 통해 배출하여 회수한다.

[90] 그리고 (h) 시트 건조단계는 4차 건조 후, 2시간 동안 이산화탄소를 배출하는 배출단계를 포함하며, 이에 시트(11)에 완만한 환경변화를 유도하여 시트(11)의 조직을 균일화한다.

[91] 이와 같은 본 발명의 제1 실시예에 따른 에어로겔 시트의 제조방법이 완료되면, 균일한 크기, 두께 및 형태를 가지며, 단열성과 내구성이 높은 에어로겔 시트를 얻을 수 있다.

[92] 이하, 본 발명에 따른 다른 실시예를 설명함에 있어 동일한 기능을 가진 구성에 대해서는 동일 부호를 사용하며, 중복되는 설명은 생략한다.

[93] [본 발명의 제2 실시예에 따른 에어로겔 시트의 제조방법]

[94] 본 발명의 제2 실시예에 따른 에어로겔 시트의 제조방법은 (A)연속적으로 실리카 졸과 겔화용 촉매를 배합하여 촉매화된 졸을 형성하는 단계, (B)적어도 하나의 섬유 물질을 공급하는 단계, (C)상기 촉매화된 졸을 이동 요소 위에 분배하여, 상기 이동 요소 상에서 상기 촉매화된 졸을 겔화시켜서 겔 시트를 형성하는 단계, 및 (D)상기 촉매화된 졸이 겔화된 상기 겔 시트를 절단하여 촉매화된 졸이 겔화된 시트를 제조하는 단계를 포함하며, 상기 섬유 물질은 겔화 전에 상기 촉매화된 졸에 배합될 수 있다.

[95] 한편, 도 4에 표시된 도면 번호는 다음에 따른다. 11은 안정적인 실리카 졸, 12는

제어된 조건에서 적절한 양이 첨가될 때 졸의 겔화를 유도하는 겔화용 촉매, 13은 흐름 제어 위치를 나타냄, 14는 고정된 믹서, 15는 실리카 졸이 겔화용 촉매와 완전히 혼합되는 유체 혼합 시스템에서의 위치, 16은 스크레이퍼/윤활 소자(선택적), 17은 섬유물질인 섬유 탄 솜 물질(어셈블리로 공급되는 분리 시트 또는 롤이 될 것이다), 18은 촉매화된 졸이 겔화된 겔 시트를 절단하기 전에 겔화가 일어나는 길이에 따라 몰딩 표면을 형성하는 2개의 이동 요소인 카운터 회전 컨베이어 벨트를 나타낸다.

- [96] 이와 같은 본 발명의 제2 실시예에 따른 에어로겔 시트의 제조방법은 실리카 졸의 낮은 점도 용액과 겔 형성을 유도하는 겔화용 촉매(열 촉매 또는 화학 촉매)를 연속적으로 배합하고, 이동 요소 예컨대 겔화가 이동 요소 상에서 효과적으로 일어나도록 미리 설정된 속도로 촉매화된 졸을 분배시킨다. 즉 겔 시트의 용적을 한정하는 단부를 갖는 컨베이어 벨트 상에서 겔 시트를 형성하기 위한 방법을 기술한다.
- [97] 상기 실리카 졸은 무기, 유기, 무기/유기 혼성 물질의 조합을 포함하고, 상기 무기 물질은 지르코니아, 산화이트륨, 하프니아, 알루미늄, 티타니아, 세리아, 실리카, 산화 마그네슘, 산화칼슘, 플루오르화 마그네슘, 플루오르화 칼슘 및 이들의 조합물을 포함한다.
- [98] 상기 유기 물질은 폴리아크릴레이트, 폴리올레핀, 폴리스틸렌, 폴리아크릴로니트릴, 폴리우레탄, 폴리이미드, 폴리푸르푸랄 알콜, 페놀 푸르푸릴 알콜, 멜라민 포름알데히드, 레조르시놀 포름알데히드, 크레졸 포름알데히드, 페놀 포름알데히드, 폴리비닐 알콜 디알데히드, 폴리시아누레이트, 폴리아크릴아미드, 다양한 에폭시, 한천, 아가로스 및 이들의 조합물을 포함한다.
- [99] 그리고 본 방법은 모노리스 겔 시트, 또는 두 부분, 즉, 강화 섬유 및 겔 매트릭스를 가지는 섬유-강화겔 복합물의 형성을 기술하되, 강화 섬유 물질은 고급 섬유 구조, 즉 탄 솜의 형태, 바람직하게는 열가소성의 폴리에스테스 또는 실리카 섬유에 기초하고, 더욱 바람직하게는 연속적이거나 반연속적으로 각각 임의로 분포된 짧은 섬유(마이크로섬유)에 배합된다. 섬유의 탄 솜(batting) 또는 매트 물질은 겔화 전에 촉매화된 졸과의 배합을 위해 이동 요소 위에 도입된다.
- [100] 더욱이, 겔 매트릭스가 고급 탄 솜 물질, 특히 매우 낮은 데니어 섬유로 구성된 연속적 부직포 탄 솜에 의해 강화될 때, 최종 복합 물질은, 용매 추출에 의해 에어로겔 또는 크세로겔 제품 안에서 건조될 때, 더욱 강하고, 더욱 내구성 있는 형태로 모노리스 에어로겔 또는 크세로겔에 대해 유사한 열적 특성을 유지한다. 사용된 섬유의 직경은 0.1 미크론 내지 10,000 미크론 범위 내이다. 어떤 경우에는 0.001 미크론 내지 100 미크론 범위 내의 나노섬유가 겔 강화에 사용된다. 섬유 탄 솜에 더하여, 주름진 섬유가 겔 구조에 걸쳐 분포할 수 있다.
- [101] 한편, 고급 탄 솜은 부피 및 (최대 부피 복원이 있거나 없거나) 어떤 복원력(resilience)의 특성을 보이는 섬유 물질로 한정된다. 바람직한 형태는 이

물질의 부드러운 직물이다. 고급 탄 솜 강화 물질의 사용은 에어로겔의 열적 성능의 실질적인 저하(degradation)를 방지하는 동시에, 지지되지 않는 에어로겔의 부피를 최소화한다. 탄 솜은 안감 켈트로 사용되거나, 채움 또는 포장에 사용되거나 열적 절연의 단열재로서 일반적으로 사용되는 섬유 물질의 층 또는 시트로 나타내는 것이 바람직하다.

- [102] 또한, 고급 탄 솜 및 X-Y 방향의 인장 강도를 갖는 층의 형성을 위해 적절한 섬유 물질은 무기 물질, 유기 물질, 및 상기 무기 물질과 상기 유기 물질의 조합물로 구성된 그룹으로부터 선택된 어떠한 섬유 형성 물질을 포함한다. 적절한 물질은, 유리섬유, 석영, 폴리에스테르(PET), 폴리에틸렌, 폴리프로필렌, 폴리벤지미다졸(PBI), 폴리페닐렌벤조-비스옥사졸(PBO), 폴리에테르에테르 케톤(PEEK), 폴리아릴레이트, 폴리아크릴레이트, 폴리테트라프루오르에틸렌(PTEE), 폴리-메타페닐렌 디아민(노멕스), 폴리파라페닐렌 테레프탈아미드(Kevlar), 초고분자폴리에틸렌(UHMWPE) 예를 들어, 스펙트라TM, 노볼로이드 레진(Kynol), 폴리아크릴로니트릴(PAN), PAN/카본 및 탄소 섬유를 포함한다.
- [103] 그리고, 본 방법은 이동 컨베이어 장치상에 에너지 분해 존의 도입에 의해 연속적으로 또는 반연속적으로 겔 복합물을 형성하기 위한 방법을 기술한다. 촉매화된 졸의 겔화는 화학적 또는 에너지 분해 공정에 의해 강화될 수 있다. 예를 들어, 전자기(자외선, 가시광선, 적외선, 마이크로파), 음파(초음파) 또는 미립자 방사의 제어된 플럭스는 겔 포인트를 얻기 위해 실리카 졸에 포함된 중합체의 충분한 교차결합을 유도하기 위한 컨베이어 벨트에 의해 수용된 이동하는 졸 용액의 폭에 걸쳐 도입될 수 있다. 방사의 플럭스, 포인트 및 영역은, 컨베이어의 종단이 겔의 주어진 부분에 도달할 때까지 최적화된 캐스팅 비율 및 바람직한 겔 특성을 얻기 위해 운송장치를 따라 제어될 수 있다. 이런 방법으로, 겔 특성은 배치 캐스팅 방법으로 불가능했던 정도에서 새로운 방식으로 제어될 수 있다. 게다가, 제1 이동 요소와 반대 방향으로 회전하는 다른 이동 요소는 겔 시트의 상부의 형상을 제공하기 위해 사용될 수 있다.
- [104] 즉, 본 발명의 제2 실시예에 따른 에어로겔 시트의 제조방법은 도 4를 참조하면, 실리카 졸 분배 및 촉매 혼합 시스템 및 카운터 회전 컨베이어 장치를 이용하여 연속적 또는 반연속적인 방식으로 섬유 강화 겔 시트를 제조한다. 여기서 벨트의 종단에서 촉매화된 졸이 겔화된 상기 겔시트를 연속하여 절단한다면, 동일한 크기를 가진 촉매화된 졸이 겔화된 시트를 제조할 수 있다.
- [105] 여기서, (D) 실리카졸이 겔화된 겔 시트 절단단계는 실리카졸이 겔화된 겔 시트가 절단부재(20)를 통과함과 동시에, 절단부재(20)이 절단날(20a)이 하강하면서 절단부재(20)의 하부에 위치한 겔 시트의 표면을 절단하며, 이에 실리카졸이 겔화된 시트(1)를 얻을 수 있다.
- [106] 한편, 상기와 같이 절단된 실리카졸이 겔화된 시트(1)는 (E) 시트 에이징 단계, (F) 시트 표면개질 단계 및 (G) 시트 건조단계를 거치면서 에어로겔 시트가

- 완성된다. 이때 도 3에 도시된 반응용기(180)를 이용한다.
- [107] (E) 시트 에이징단계는 실리카졸이 겔화된 겔시트를 에이징한다. 즉, 반응용기(180)의 수용공간(181)에 (D) 단계에서 절단된 실리카졸이 겔화된 시트(1)를 복수개 수용한 다음, 반응용기(180)의 수용공간(181)을 70°C까지 가열한 상태로 50분간 에이징하여 시트(1)의 조직을 균일화시킨다.
- [108] 여기서 (E) 시트 에이징단계는 반응용기(180)에서 에이징 하기 전에 상온(또는 25°C)에서 10분간 방치한 후 에이징을 진행한다. 즉, 실리카졸의 안정된 겔화를 유도한 에이징을 진행하여 시트(1)의 조직을 보다 균일화할 수 있다.
- [109] (F) 시트 표면개질단계는 에이징된 시트(1)에 코팅액을 분사하여 표면을 개질한다. 즉, (F) 시트 표면개질단계는 에탄올과 암모니아수(NH₄OH)을 혼합하여 코팅액을 제조한다. 그런 다음 시트(1)가 삽입된 반응용기(180)의 주입구(182)를 통해 코팅액을 수용공간(181)에 주입하여 시트(1)의 표면을 개질한다. 이때 코팅액은 (B) 단계에서 섬유 물질의 표면에 함침된 실리카 졸의 1.6배를 분사하고, 반응용기(180)는 70°C의 고온에서 1시간 동안 에이징과 HMDS(Hexamethyldisilazane)하여 시트(1)의 표면을 개질한다.
- [110] 한편, HMDS(Hexamethyldisilazane)는 겔시트의 표면을 소수성으로 바꾸어주기 위해 사용한다.
- [111] (G) 시트 건조단계는 표면이 개질된 시트(1)을 건조하여 실리카겔 시트를 완성한다. 이때 (G) 시트 건조단계는 반응용기(180)에 시트(1)을 수용된 상태에서 초임계 건조가 이루어진다. 즉, (G) 시트 건조단계는 표면개질된 시트(1)을 28°C 및 70bar의 환경에서 이산화탄소를 10분간 70L/min속도로 주입하여 건조하는 1차 건조단계, 1분 20분간 50°C로까지 승온시켜서 건조하는 2차 건조단계, 다시 50°C 및 150bar의 환경에서 이산화탄소를 20분간 0.7L/min속도로 주입하여 건조하는 3차 건조단계, 및 20분간 휴식 후 20분간 이산화탄소를 0.7L/min속도로 주입하여 건조하는 4차 건조단계를 포함한다. 이와 같은 건조단계를 수행함에 따라 시트(1)의 건조율을 높일 수 있다.
- [112] 한편, (G) 시트 건조단계의 3차 건조는 이산화탄소와 시트(1)의 화학반응에 의해 반응용기(180) 내에 에탄올이 발생되며, 이 반응용기(180)에 발생한 에탄올은 배출구(183)를 통해 배출하여 회수한다.
- [113] 그리고 (G) 시트 건조단계는 4차 건조 후, 2시간 동안 이산화탄소를 배출하는 배출단계를 포함하며, 이에 시트(1)에 완만한 환경변화를 유도하여 시트(1)의 조직을 균일화한다.
- [114] 따라서, 본 발명의 제2 실시예에 따른 에어로겔 시트의 제조방법이 완료되면, 균일한 크기, 두께 및 형태를 가지며, 단열성과 내구성이 높은 시트(1)를 얻을 수 있다.
- [115] 본 발명의 범위는 상기 상세한 설명보다는 후술하는 특허청구범위에 의하여 나타내어지며, 특허청구범위의 의미 및 범위 그리고 그 균등 개념으로부터 도출되는 다양한 실시 형태가 가능하다.

청구범위

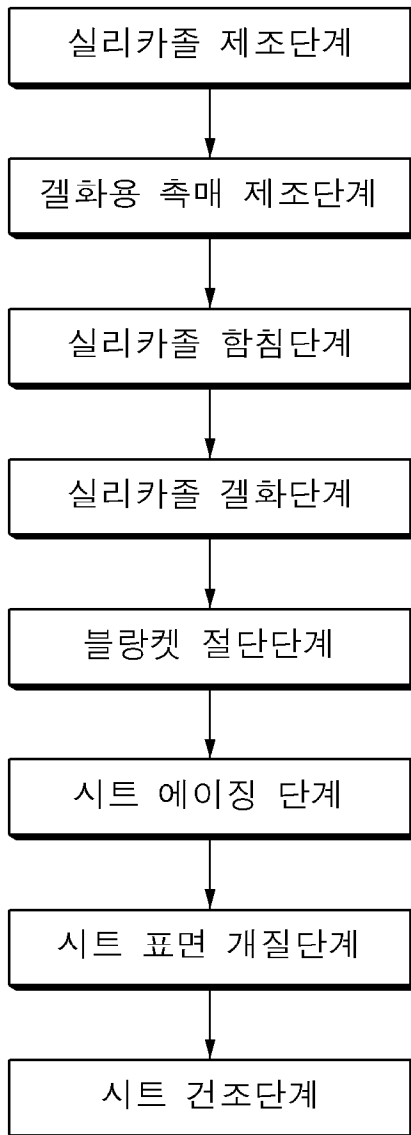
- [청구항 1] (a) 실리카 졸을 제조하는 단계;
 (b) 겔화용 촉매를 제조하는 단계;
 (c) 블랑켓(blanket)의 표면에 (a) 단계에서 제조한 실리카 졸을 분사하여 함침시키는 단계;
 (d) 실리카 졸이 함침된 블랑켓의 표면에 (b) 단계에서 제조한 겔화용 촉매를 분사하여 실리카 졸을 겔화시키는 단계; 및
 (e) 실리카 졸이 겔화된 블랑켓을 절단하여 실리카 졸이 겔화된 시트를 제조하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 에어로겔 시트의 제조방법.
- [청구항 2] 청구항 1에 있어서,
 상기 (a) 단계는 TEOS(tetraethyl orthosilicate)와 에탄올을 혼합하여 실리카 졸을 제조하는 것을 특징으로 하는 에어로겔 시트의 제조방법.
- [청구항 3] 청구항 2에 있어서,
 상기 TEOS(tetraethyl orthosilicate)는 가수분해된 것을 사용하는 것을 특징으로 하는 에어로겔 시트의 제조방법.
- [청구항 4] 청구항 1에 있어서,
 상기 (b) 단계는 에탄올과 암모니아수(NH₄OH)를 혼합하여 겔화용 촉매를 제조하는 것을 특징으로 하는 에어로겔 시트의 제조방법.
- [청구항 5] 청구항 1에 있어서,
 상기 (c) 단계와 상기 (d) 단계는 상기 블랑켓을 일측에서 타측으로 이송하는 컨베이어벨트 내에서 이루어지는 것을 특징으로 하는 에어로겔 시트의 제조방법.
- [청구항 6] 청구항 5에 있어서,
 상기 컨베이어벨트에는 상기 블랑켓의 표면에 분사된 실리카 졸의 두께를 조절하는 제1 스크래퍼와, 상기 블랑켓의 표면에 분사된 겔화용 촉매의 두께를 조절하는 제2 스크래퍼로 마련된 스크래퍼가 포함되는 것을 특징으로 하는 에어로겔 시트의 제조방법.
- [청구항 7] 청구항 1에 있어서,
 상기 (d) 단계는 상기 블랑켓의 표면에 상기 겔화용 촉매를 0.035~0.012L/min 속도로 분사하고, 8~12분 동안 방치하여 실리카 졸을 겔화시키는 것을 특징으로 하는 에어로겔 시트의 제조방법.
- [청구항 8] 청구항 1에 있어서,
 상기 (e) 단계는 상하로 왕복운동하는 절단날이 마련된 절단장치에 의해 실리카 졸이 겔화된 블랑켓을 동일한 크기로

- 연속 절단하여 실리카 졸이 겔화된 시트를 제조하는 것을 특징으로 하는 에어로겔 시트의 제조방법.
- [청구항 9] 청구항 1에 있어서,
상기 (e) 단계 후, (f) 실리카 졸이 겔화된 시트를 에이징하는 단계를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 에어로겔 시트의 제조방법.
- [청구항 10] 청구항 9에 있어서,
상기 (f) 단계에서 실리카 졸이 겔화된 시트는 70°C의 고온에서 50분간 에이징하는 것을 특징으로 하는 에어로겔 시트의 제조방법.
- [청구항 11] 청구항 9에 있어서,
상기 (f) 단계에서 실리카 졸이 겔화된 시트는 상온에서 10분간 방치한 후 에이징을 진행하는 것을 특징으로 하는 에어로겔 시트의 제조방법.
- [청구항 12] 청구항 9에 있어서,
상기 (f) 단계 후, (g) 에이징된 시트에 코팅액을 투입하여 표면을 개질하는 단계를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 에어로겔 시트의 제조방법.
- [청구항 13] 청구항 12에 있어서,
상기 (g) 단계에서 코팅액은 에탄올과 암모니아수(NH₄OH)을 혼합하여 제조되는 것을 특징으로 하는 에어로겔 시트의 제조방법.
- [청구항 14] 청구항 12에 있어서,
상기 코팅액은 상기 (c) 단계에서 블랭킷(blanket)의 표면에 함침된 실리카 졸의 1.6배를 투입하고, 70°C의 고온에서 1시간 동안 에이징과 HMDS(Hexamethyldisilazane)하여 표면을 개질되는 것을 특징으로 하는 에어로겔 시트의 제조방법.
- [청구항 15] 청구항 12에 있어서,
상기 (g) 단계 후, (h) 표면이 개질된 시트를 건조하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 에어로겔 시트의 제조방법.
- [청구항 16] 청구항 15에 있어서,
상기 (h) 단계는 표면이 개질된 시트를 28°C 및 70bar의 환경에서 이산화탄소를 10분간 70L/min속도로 주입하여 건조하는 1차 건조단계, 다시 1분 20분간 50°C로까지 승온시켜서 건조하는 2차 건조단계, 다시 50°C 및 150bar의 환경에서 이산화탄소를 20분간 0.7L/min속도로 주입하여 건조하는 3차 건조단계, 및 20분간 휴식 후 20분간 이산화탄소를 0.7L/min속도로 주입하여 건조하는 4차 건조단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 에어로겔 시트의

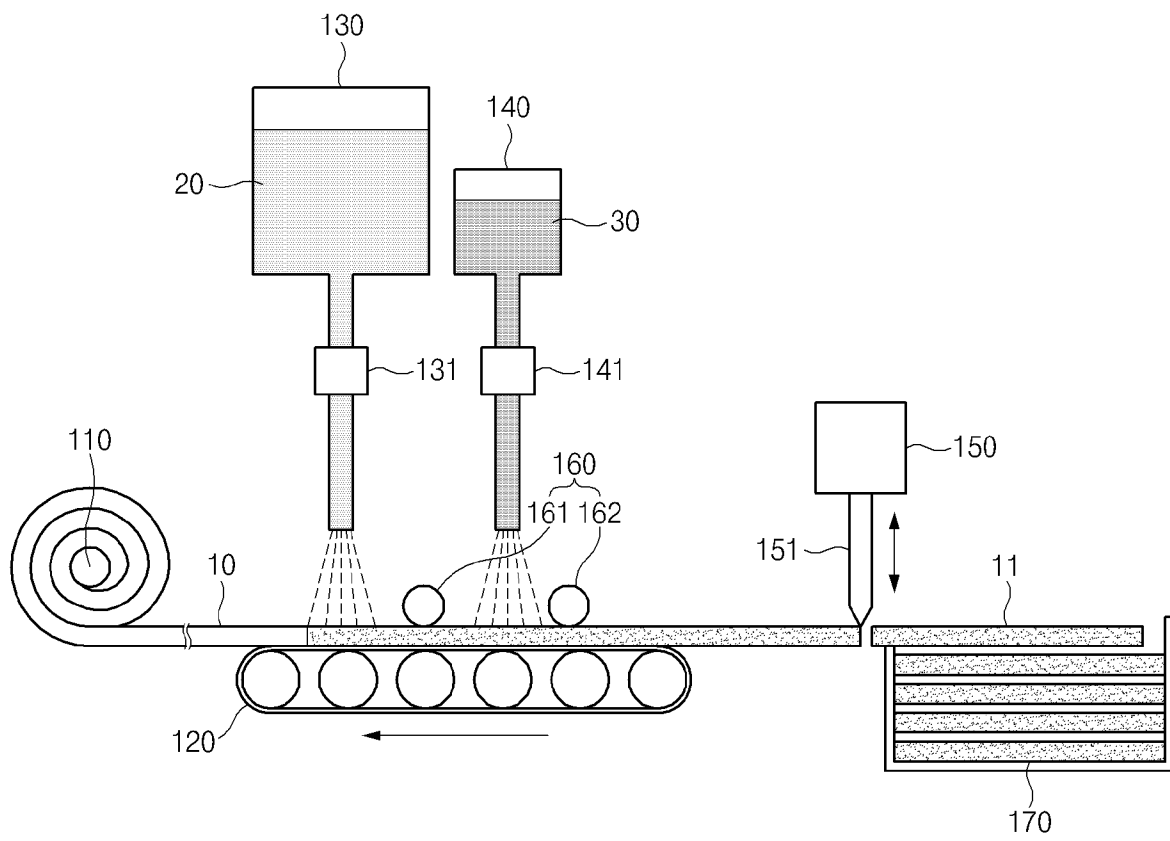
- 제조방법.
- [청구항 17] 청구항 16에 있어서,
상기 (h) 단계에서 3차 건조는 이산화탄소를 주입함과 동시에 표면 개질된 시트로부터 발생한 에탄올을 회수하는 것을 특징으로 하는 에어로겔 시트의 제조방법.
- [청구항 18] 청구항 16에 있어서,
상기 (h) 단계는 4차 건조 후, 2시간 동안 이산화탄소를 배출하는 배출단계를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 에어로겔 시트의 제조방법.
- [청구항 19] 청구항 15에 있어서,
상기 (f), (g) 및 (h) 단계는 시트를 수용하는 반응용기 내에서 이루어지는 것을 특징으로 하는 에어로겔 시트의 제조방법.
- [청구항 20] (A)연속적으로 실리카 졸과 겔화용 촉매를 배합하여 촉매화된 졸을 형성하는 단계;
(B)적어도 하나의 섬유 물질을 공급하는 단계; 및
(C)상기 촉매화된 졸을 이동 요소 위에 분배하여, 상기 이동 요소 상에서 상기 촉매화된 졸을 겔화시켜서 겔 시트를 형성하는 단계를 포함하되, 상기 섬유 물질은 겔화 전에 상기 촉매화된 졸에 배합되고,
(D)상기 촉매화된 졸이 겔화된 상기 겔시트를 절단하여 촉매화된 졸이 겔화된 시트를 제조하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 에어로겔 시트의 제조방법.
- [청구항 21] 청구항 20에 있어서,
상기 섬유 물질은 $0.1\mu\text{m}$ 내지 $10,000\mu\text{m}$ 범위의 직경을 갖는 섬유를 포함하는 것을 특징으로 하는 에어로겔 시트의 제조방법.
- [청구항 22] 청구항 20에 있어서,
상기 겔 시트에 걸쳐 주름진 섬유를 분포시키는 단계를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 에어로겔 시트의 제조방법.
- [청구항 23] 블랭킷이 롤 형태로 권취된 공급롤러;
상기 공급롤러에 권취된 블랭킷을 일측에서 타측으로 이송하는 컨베이어벨트;
상기 컨베이어벨트에 위치한 상기 블랭킷의 표면에 실리카 졸을 분사하여 함침시키는 실리카 졸 공급부재;
상기 컨베이어벨트에 위치한 상기 블랭킷의 표면에 겔화용 촉매를 분사하여 실리카 졸을 겔화시키는 촉매 공급부재;
상기 컨베이어벨트에 의해 타측까지 이송된 상기 블랭킷을 절단하여 시트를 얻는 절단날이 구비된 절단부재; 및
상기 시트를 수용하고, 수용한 시트를 에이징하거나, 코팅액을

투입하여 개질하거나, 고온으로 건조하는 반응용기를 포함하는 것을 특징으로 하는 에어로겔 시트의 제조장치.

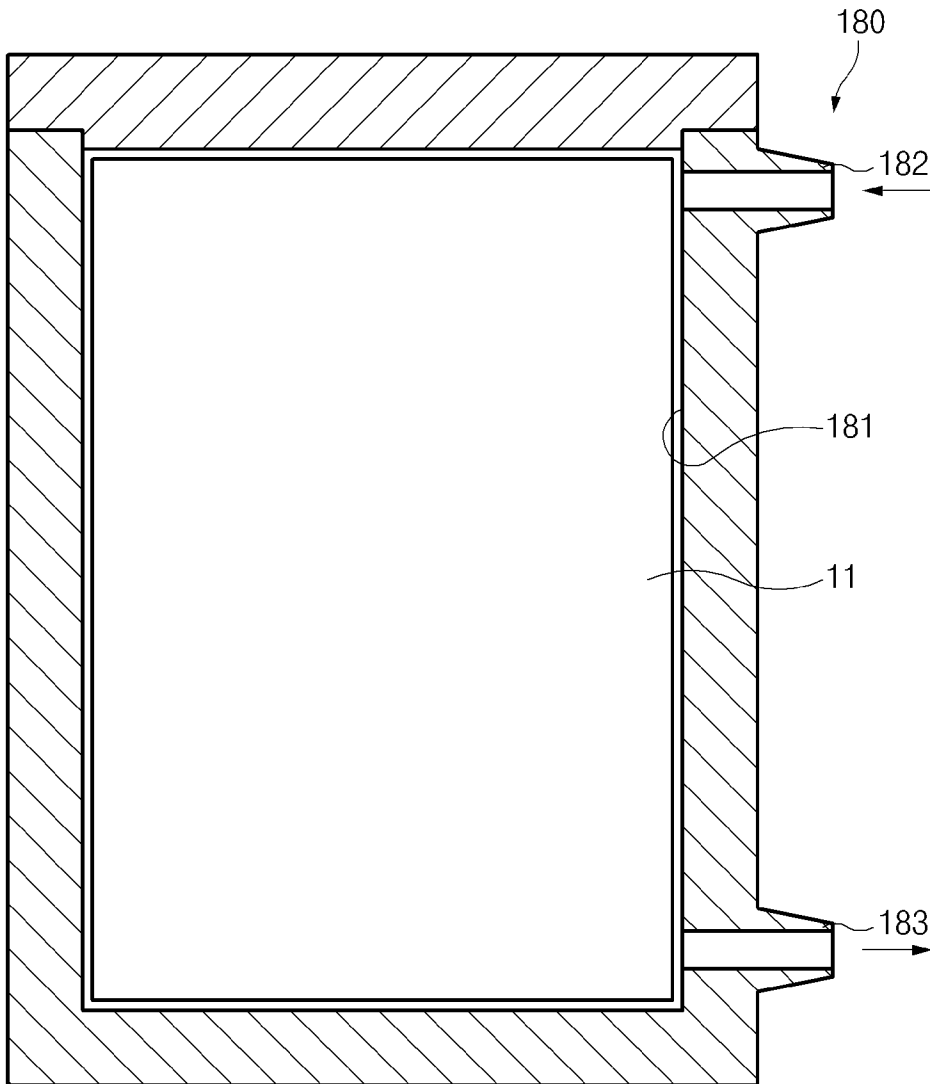
[Fig. 1]



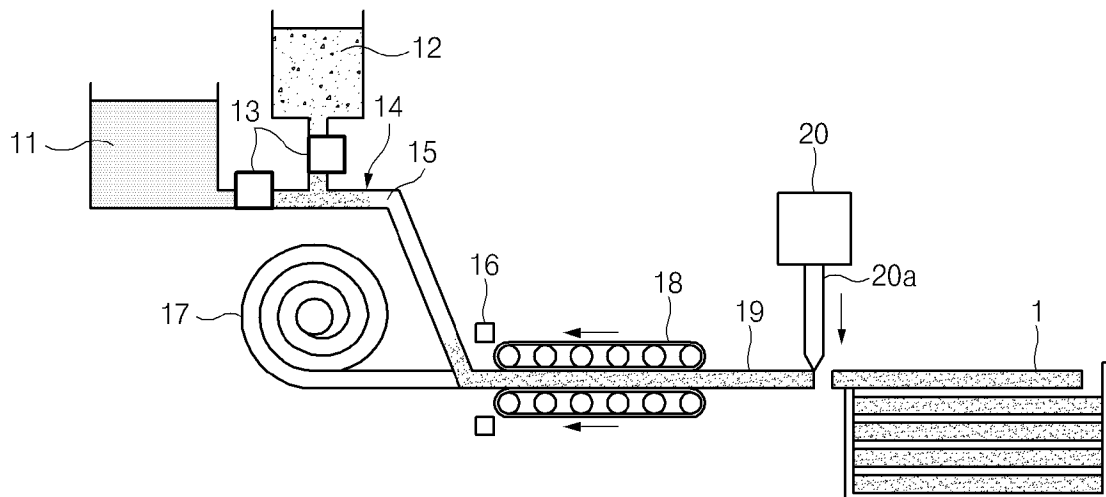
[Fig. 2]



[Fig. 3]



[Fig. 4]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/KR2016/012403

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C01B 33/158(2006.01)i, C01B 33/141(2006.01)i, C01B 33/152(2006.01)i, B65H 35/06(2006.01)i, B65H 37/00(2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C01B 33/158; C01B 33/14; F16L 59/04; D06M 11/77; B01J 37/02; B29C 39/14; B29C 39/16; F16L 59/06; C01B 33/141; C01B 33/152; B65H 35/06; B65H 37/00

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched
Korean Utility models and applications for Utility models: IPC as above
Japanese Utility models and applications for Utility models: IPC as above

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

eKOMPASS (KIPO internal) & Keywords: silica, aerogel sheet, manufacturing method, silica sol, silica gel, sol-gel reaction, blanket, gelling catalyst, TEOS, ammonia, ethanol, spray device, conveyor belt, cutting, aging, aging, surface modification, HMDS, hexamethyldisilazane, dry, super critical, carbon dioxide

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	KR 10-1199958 B1 (ASPEN AEROGELS, INC.) 13 November 2012 See paragraphs [0009], [0014], [0019], [0020], [0038], [0040], [0049], [0057]; and figures 1, 3.	20-22
Y		1-19,23
Y	KR 10-2011-0126381 A (FINETEC CORP.) 23 November 2011 See paragraphs [0022]-[0024], [0037], [0043], [0045], [0047], [0049]; and figures 2, 5.	1-19,23
Y	KR 10-2015-0089319 A (JEONGYANG SG CO., LTD.) 05 August 2015 See paragraph [0072].	14
A	KR 10-2015-0090320 A (GWANPYEONG HIGHTECH. CO., LTD.) 06 August 2015 See claims 1-18; and figure 1.	1-23
A	KR 10-2011-0082379 A (KOREA INSTITUTE OF SCIENCE AND TECHNOLOGY) 19 July 2011 See claims 1-13; and figure 1.	1-23



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

19 JANUARY 2017 (19.01.2017)

Date of mailing of the international search report

19 JANUARY 2017 (19.01.2017)

Name and mailing address of the ISA/KR

Korean Intellectual Property Office
Government Complex-Daejeon, 189 Sconsa-ro, Daejeon 302-701,
Republic of Korea

Facsimile No. +82-42-481-8578

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/KR2016/012403

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member	Publication date
KR 10-1199958 B1	13/11/2012	CA 2531077 A1	13/01/2005
		CA 2531077 C	24/04/2012
		CN 100540257 C	16/09/2009
		CN 101653975 A	24/02/2010
		CN 101653975 B	13/02/2013
		CN 1839024 A	27/09/2006
		EP 1638750 A2	29/03/2006
		EP 1638750 A4	11/08/2010
		EP 1638750 B1	22/08/2012
		EP 2415577 A2	08/02/2012
		EP 2415577 A3	31/07/2013
		EP 2415577 B1	12/08/2015
		EP 2422950 A2	29/02/2012
		EP 2422950 A3	28/08/2013
		EP 2422950 B1	01/10/2014
		JP 2007-524528 A	30/08/2007
		JP 4898435 B2	14/03/2012
		KR 10-1118583 B1	27/02/2012
		KR 10-1133025 B1	24/04/2012
		KR 10-2006-0025564 A	21/03/2006
		KR 10-2011-0067163 A	21/06/2011
		KR 10-2012-0012836 A	10/02/2012
		US 2005-0046086 A1	03/03/2005
		US 2005-0167891 A1	04/08/2005
		US 2008-0093016 A1	24/04/2008
		US 6989123 B2	24/01/2006
		US 7399439 B2	15/07/2008
		US 7780890 B2	24/08/2010
		WO 2005-003476 A2	13/01/2005
		WO 2005-003476 A3	21/04/2005
KR 10-2011-0126381 A	23/11/2011	KR 10-1147495 B1	21/05/2012
KR 10-2015-0089319 A	05/08/2015	KR 10-1558502 B1	12/10/2015
KR 10-2015-0090320 A	06/08/2015	KR 10-1555573 B1	25/09/2015
KR 10-2011-0082379 A	19/07/2011	KR 10-1193987 B1	24/10/2012

A. 발명이 속하는 기술분류(국제특허분류(IPC))
C01B 33/158(2006.01)i, C01B 33/141(2006.01)i, C01B 33/152(2006.01)i, B65H 35/06(2006.01)i, B65H 37/00(2006.01)i

B. 조사된 분야

조사된 최소문헌(국제특허분류를 기재)
C01B 33/158; C01B 33/14; F16L 59/04; D06M 11/77; B01J 37/02; B29C 39/14; B29C 39/16; F16L 59/06; C01B 33/141; C01B 33/152; B65H 35/06; B65H 37/00

조사된 기술분야에 속하는 최소문헌 이외의 문헌
한국등록실용신안공보 및 한국공개실용신안공보: 조사된 최소문헌란에 기재된 IPC
일본등록실용신안공보 및 일본공개실용신안공보: 조사된 최소문헌란에 기재된 IPC

국제조사에 이용된 전산 데이터베이스(데이터베이스의 명칭 및 검색어(해당하는 경우))
eKOMPASS(특허청 내부 검색시스템) & 키워드: 실리카, 에어로겔 시트, 제조방법, 실리카 졸, 실리카 겔, 졸겔반응, 블랑켓, 겔화용 촉매, TEOS, 암모니아, 에탄올, 분사장치, 컨베이어벨트, 절단, 에이징, 숙성, 표면개질, HMDS, hexamethyldisilazane, 건조, 초입계, 이산화탄소

C. 관련 문헌

카테고리*	인용문헌명 및 관련 구절(해당하는 경우)의 기재	관련 청구항
X	KR 10-1199958 B1 (아스펜 에어로겔, 인코퍼레이티드) 2012.11.13 단락 [0009], [0014], [0019], [0020], [0038], [0040], [0049], [0057]; 및 도면 1, 3 참조.	20-22
Y		1-19, 23
Y	KR 10-2011-0126381 A (주식회사 화인텍) 2011.11.23 단락 [0022]-[0024], [0037], [0043], [0045], [0047], [0049]; 및 도면 2, 5 참조.	1-19, 23
Y	KR 10-2015-0089319 A (주식회사정양에스지) 2015.08.05 단락 [0072] 참조.	14
A	KR 10-2015-0090320 A (주식회사 관평기술) 2015.08.06 청구항 1-18; 및 도면 1 참조.	1-23
A	KR 10-2011-0082379 A (한국과학기술연구원) 2011.07.19 청구항 1-13; 및 도면 1 참조.	1-23

추가 문헌이 C(계속)에 기재되어 있습니다. 대응특허에 관한 별지를 참조하십시오.

* 인용된 문헌의 특별 카테고리:
 “A” 특별히 관련이 없는 것으로 보이는 일반적인 기술수준을 정의한 문헌
 “E” 국제출원일보다 빠른 출원일 또는 우선일을 가지나 국제출원일 이후에 공개된 선출원 또는 특허 문헌
 “L” 우선권 주장에 의문을 제기하는 문헌 또는 다른 인용문헌의 공개일 또는 다른 특별한 이유(이유를 명시)를 밝히기 위하여 인용된 문헌
 “O” 구두 개시, 사용, 전시 또는 기타 수단을 언급하고 있는 문헌
 “P” 우선일 이후에 공개되었으나 국제출원일 이전에 공개된 문헌
 “T” 국제출원일 또는 우선일 후에 공개된 문헌으로, 출원과 상충하지 않으며 발명의 기초가 되는 원리나 이론을 이해하기 위해 인용된 문헌
 “X” 특별한 관련이 있는 문헌. 해당 문헌 하나만으로 청구된 발명의 신규성 또는 진보성이 없는 것으로 본다.
 “Y” 특별한 관련이 있는 문헌. 해당 문헌이 하나 이상의 다른 문헌과 조합하는 경우로 그 조합이 당업자에게 자명한 경우 청구된 발명은 진보성이 없는 것으로 본다.
 “&” 동일한 대응특허문헌에 속하는 문헌

국제조사의 실제 완료일 2017년 01월 19일 (19.01.2017)	국제조사보고서 발송일 2017년 01월 19일 (19.01.2017)
--	---

ISA/KR의 명칭 및 우편주소 대한민국 특허청 (35208) 대전광역시 서구 청사로 189, 4동 (둔산동, 정부대전청사) 팩스 번호 +82-42-481-8578	심사관 김승범 전화번호 +82-42-481-3371
---	------------------------------------

국제조사보고서에서 인용된 특허문헌	공개일	대응특허문헌	공개일
KR 10-1199958 B1	2012/11/13	CA 2531077 A1 CA 2531077 C CN 100540257 C CN 101653975 A CN 101653975 B CN 1839024 A EP 1638750 A2 EP 1638750 A4 EP 1638750 B1 EP 2415577 A2 EP 2415577 A3 EP 2415577 B1 EP 2422950 A2 EP 2422950 A3 EP 2422950 B1 JP 2007-524528 A JP 4898435 B2 KR 10-1118583 B1 KR 10-1133025 B1 KR 10-2006-0025564 A KR 10-2011-0067163 A KR 10-2012-0012836 A US 2005-0046086 A1 US 2005-0167891 A1 US 2008-0093016 A1 US 6989123 B2 US 7399439 B2 US 7780890 B2 WO 2005-003476 A2 WO 2005-003476 A3	2005/01/13 2012/04/24 2009/09/16 2010/02/24 2013/02/13 2006/09/27 2006/03/29 2010/08/11 2012/08/22 2012/02/08 2013/07/31 2015/08/12 2012/02/29 2013/08/28 2014/10/01 2007/08/30 2012/03/14 2012/02/27 2012/04/24 2006/03/21 2011/06/21 2012/02/10 2005/03/03 2005/08/04 2008/04/24 2006/01/24 2008/07/15 2010/08/24 2005/01/13 2005/04/21
KR 10-2011-0126381 A	2011/11/23	KR 10-1147495 B1	2012/05/21
KR 10-2015-0089319 A	2015/08/05	KR 10-1558502 B1	2015/10/12
KR 10-2015-0090320 A	2015/08/06	KR 10-1555573 B1	2015/09/25
KR 10-2011-0082379 A	2011/07/19	KR 10-1193987 B1	2012/10/24