



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2020-0077261
(43) 공개일자 2020년06월30일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C01B 33/158 (2006.01) C01B 33/159 (2006.01)
(52) CPC특허분류
C01B 33/1585 (2013.01)
C01B 33/159 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2018-0166611
(22) 출원일자 2018년12월20일
심사청구일자 없음

(71) 출원인
주식회사 엘지화학
서울특별시 영등포구 여의대로 128 (여의도동)
(72) 발명자
김영훈
대전광역시 유성구 문지로 188 LG화학 기술연구원
내
백세원
대전광역시 유성구 문지로 188 LG화학 기술연구원
내
(74) 대리인
특허법인태평양

전체 청구항 수 : 총 10 항

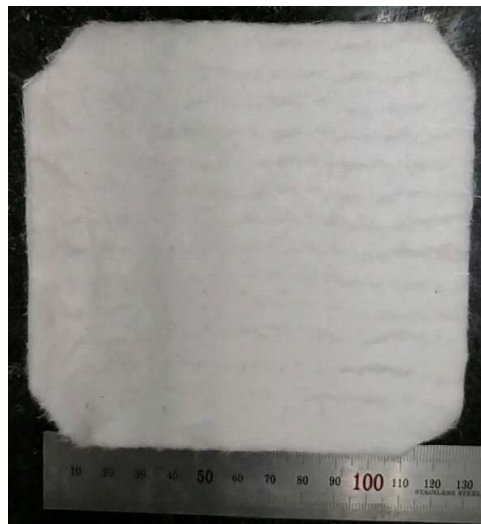
(54) 발명의 명칭 소수성의 실리카 에어로겔 블랭킷 및 이의 제조방법

(57) 요약

본 발명에 따른 소수성의 실리카 에어로겔 블랭킷은 관통홀을 도입함으로써 표면개질 공정 중 블랭킷 내 표면개질제의 확산이 용이하여 표면개질 효율이 개선될 수 있고 이에 따라 비표면적, 열전도도 등의 물성이 우수할 뿐만 아니라 소수화도가 조절되어 높은 소수성을 가질 수 있다.

본 발명에 따른 소수성의 실리카 에어로겔 블랭킷의 제조방법은 표면개질 및 용매치환을 한 단계에서 동시에 수행할 수 있어 제조시간이 짧아 생산성 및 경제성이 우수할 수 있으며, 표면개질 이전에 습윤겔 블랭킷을 타공하여 관통홀 및 만입부 중 하나 이상을 형성함으로써 표면개질제의 확산이 용이하게 이루어지게 할 수 있고, 이에 따라 표면개질 반응의 효율을 높일 수 있어 제조되는 실리카 에어로겔 블랭킷의 소수화도를 개선할 수 있다.

대표도 - 도1



명세서

청구범위

청구항 1

0.10 mm 내지 3.20 mm 의 폭을 가지는 관통홀을 하나 이상 포함하는 소수성의 실리카 에어로겔 블랭킷.

청구항 2

제1항에 있어서,

실리카 에어로겔 블랭킷의 내측 방향으로 변이 도입된 만입부를 하나 이상 더 포함하며,

상기 만입부는 폭이 0.10 mm 내지 3.20 mm인 것인 소수성의 실리카 에어로겔 블랭킷.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 관통홀의 폭은 0.10 내지 3.05 mm인 것인 소수성의 실리카 에어로겔 블랭킷.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 실리카 에어로겔 블랭킷이 2개 이상의 관통홀을 포함하는 경우 상기 관통홀 간의 간격은 1 mm 내지 50 mm 인 것인 소수성의 실리카 에어로겔 블랭킷.

청구항 5

제1항에 있어서,

상기 관통홀은 에어로겔 블랭킷 단위면적 100 cm^2 기준으로 1 내지 10,000 개 포함하는 것인 소수성의 실리카 에어로겔 블랭킷.

청구항 6

1) 실리카 졸을 준비하는 단계;

2) 블랭킷용 기재에 상기 실리카 졸을 함침시키는 단계;

3) 상기 블랭킷용 기재에 함침된 실리카 졸을 겔화시켜 실리카 습윤겔 블랭킷을 형성하는 단계;

4) 상기 실리카 습윤겔 블랭킷을 타공하여 0.10 mm 내지 3.20 mm의 폭을 가지는 관통홀 및 내측 방향으로 변이 도입된 만입부 중 하나 이상을 형성하는 단계;

5) 상기 타공된 실리카 습윤겔 블랭킷에 무기산 및 표면개질제를 첨가하고 반응시켜 소수성의 실리카 습윤겔 블랭킷을 제조하는 단계; 및

6) 상기 소수성의 실리카 습윤겔 블랭킷을 건조하는 단계를 포함하는 것인 소수성의 실리카 에어로겔 블랭킷의 제조방법.

청구항 7

제6항에 있어서,

상기 단계 4에서 2개 이상의 관통홀 또는 만입부를 형성하는 경우, 1 mm 내지 50 mm의 간격을 가지도록 관통홀 또는 만입부를 형성하는 것인 소수성의 실리카 에어로겔 블랭킷의 제조방법.

청구항 8

제6항에 있어서,

상기 표면개질제는 표면개질 유효성분; 또는 비극성 유기용매에 표면개질 유효성분을 첨가하고 혼합하여 제조된 표면개질 용액;인 것인 소수성의 실리카 에어로겔 블랭킷의 제조방법.

청구항 9

제6항에 있어서,

상기 단계 4)에서 실험용 니들, 니들링 기기 또는 펀치를 사용하여 타공하는 것인 소수성의 실리카 에어로겔 블랭킷의 제조방법.

청구항 10

제6항에 있어서,

상기 건조는 100℃ 내지 190℃이 온도 조건 하에서 1시간 내지 4시간 동안 상압 건조하여 수행하는 것인 소수성의 실리카 에어로겔 블랭킷의 제조방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 표면개질 효율이 우수하고 높은 소수성을 가지는 실리카 에어로겔 블랭킷 및 이의 제조방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0003] 에어로겔(aerogel)은 90~99.9% 정도의 기공율과 1~100 nm 범위의 기공크기를 갖는 초다공성의 고비표면적($\geq 500 \text{ m}^2/\text{g}$) 물질로서, 뛰어난 초경량/초단열/초저유전 등의 특성을 갖는 재료이기 때문에 에어로겔 소재 개발연구는 물론 투명단열재 및 환경 친화적 고온형 단열재, 고집적 소자용 극저유전 박막, 촉매 및 촉매 담체, 슈퍼 커패시터용 전극, 해수 담수화용 전극 재료로서의 응용연구도 활발히 진행되고 있다.

[0005] 에어로겔의 가장 큰 장점은 종래 스티로폼 등의 유기 단열재보다 낮은 $0.030 \text{ W/m} \cdot \text{K}$ 이하의 열전도율을 보이는 슈퍼단열성(super-insulation)이다. 또한, 유기단열재의 치명적인 약점인 화재 취약성과 화재시 유해가스 발생을 해결할 수도 있다.

[0007] 그러나, 에어로겔은 제조공정이 복잡하고, 제조단가가 높기 때문에 이러한 우수한 소재 특성을 가지고 있음에도 불구하고 극히 제한된 용도에만 사용되고 있는 실정이다. 또한, 높은 기공율로 인하여 기계적인 강도가 매우 취약하여 조그마한 충격에도 쉽게 깨지기 쉬운 단점이 있다. 따라서, 최근에는 이러한 에어로겔 자체의 단점들을

보완하고 여러 가지 형태로 가공이 가능하게 하는 에어로겔 블랭킷 복합화 기술이 연구되고 있다.

- [0008] 에어로겔 블랭킷(aerogel blanket)은 에어로겔 소재를 복합화하여 매트리스나 시트 형태로 만든 것을 나타내는 것으로, 유연성이 있어 굽히거나 접거나 또는 자를 수 있는 특징을 가지고 있다. 이에, 파이프의 단열이나 의류 등과 같은 곳에도 응용이 가능하고 여러 가지 산업적인 응용 또한 가능하다. 유연성은 에어로겔 블랭킷이 섬유와 에어로겔로 구성되어 있는 복합체(composite)이기 때문에 가능한 것이다. 섬유는 에어로겔 블랭킷의 유연성과 기계적인 강도를 강화하는 역할을 하고, 에어로겔은 다공성으로 인한 단열 특성을 부여한다. 섬유의 특징과 에어로겔의 특징을 복합화하여 서로의 장점을 살리고 단점을 보완한 것이 에어로겔 블랭킷의 핵심적인 복합화 기술이다.
- [0009] 이러한, 에어로겔 블랭킷은 기존의 폴리머 단열재인 폴리스티로폼이나 폴리우레탄폼 보다 내열성 및 단열성이 우수한 신소재로서, 향후 전개되는 에너지 절약 및 환경문제를 해결할 수 있는 첨단소재로 주목을 받고 있다.
- [0010] 종래 에어로겔 블랭킷은 물유리 또는 알콕사이드계 전구체로부터 얻어진 실리카 졸에 섬유를 혼합하여 겔화시킨 후, 숙성, 표면개질 및 건조하여 제조하였다.
- [0011] 그러나, 종래 방법으로 제조된 에어로겔 블랭킷은 실리카 졸이 섬유에 함침된 이후에 표면개질이 수행되므로, 섬유에 함침되지 않은 에어로겔에 비해 표면개질제의 확산이 원활하게 이루어지지 않아 표면개질 효율이 상대적으로 떨어지고, 에어로겔 블랭킷에서 균일하게 표면개질이 이루어지지 않는 문제가 있다.
- [0012] 에어로겔 블랭킷의 표면개질, 즉 소수성 개질이 전체적으로 원활하게 이루어지지 않으면 400 ℃ 이상의 고온 소성 시 쉽게 소수성을 잃는 문제가 있다. 소성 시 온도가 높아질수록 에어로겔 기공 내부의 소수화기, 예를 들면 메틸기 또는 에틸기 등이 연소되어 소수성을 잃게 된다. 이와 같이 소수성을 잃을 경우 수분 침투에 의해 단열 성능이 저하될 뿐 아니라 침투된 수분의 증발 과정에서 수축에 의해 기공구조가 무너져 영구적으로 단열 성능을 잃게 된다.
- [0013] 예컨대, 미국특허 제5,789,075호에는 실리카 졸의 전구체로서 물유리 또는 알콕사이드계 전구체를 단독으로 사용하여 에어로겔 블랭킷을 제조하는 방법을 개시하고 있으나, 물유리만을 단독으로 사용한 경우에는 건조 시 스프링백(spring-back) 효과가 일어나지 않아서 두께가 줄어들어 90 % 이상의 기공율을 나타내지 못하여 열전도율이 높은 단점이 있으며, 알콕사이드계 전구체를 단독으로 사용한 경우에는 처음에는 열전도율 등의 특성이 우수하나 고온 처리시 쉽게 소수성을 잃어 단열재로서의 기능을 못하는 문제가 있을 뿐 아니라 알콕사이드계 전구체가 고가이기 때문에 비경제적이라는 문제점이 있다.
- [0014] 따라서, 에어로겔 블랭킷을 단열재 등에 이용하기 위해서는 소수화기가 기공 내에 안정적으로 존재함으로써 높은 소수성을 유지하여 단열 성능이 악화되는 것을 방지하는 것이 중요하며, 이에 높은 소수성을 가지는 에어로겔 블랭킷 및 이를 제조할 수 있는 기술이 필요한 실정이다.

선행기술문헌

특허문헌

- [0016] (특허문헌 0001) US 5,789,075 B

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0017] 본 발명은 상기의 종래 기술의 문제점을 해결하기 위하여 안출된 것으로, 비표면적, 열전도도 등의 물성이 우수할 뿐 아니라 소수화도가 조절되어 높은 소수성을 가지는 실리카 에어로겔 블랭킷을 제공하는 것을 목적으로 한다.
- [0018] 본 발명의 다른 목적은 제조공정이 단순하고 표면개질 반응을 용이하게 조절함으로써 높은 소수성을 갖는 실리카 에어로겔을 제조할 수 있는 소수성의 실리카 에어로겔의 제조방법을 제공하는 것을 목적으로 한다.

과제의 해결 수단

- [0020] 상기의 과제를 해결하기 위하여, 본 발명은 0.10 mm 내지 3.20 mm 의 폭을 가지는 관통홀을 하나 이상 포함하는 소수성의 실리카 에어로겔 블랭킷을 제공한다.
- [0021] 또한, 본 발명은 1) 실리카 졸을 준비하는 단계, 2) 블랭킷용 기재에 상기 실리카 졸을 함침시키는 단계, 3) 상기 블랭킷용 기재에 함침된 실리카 졸을 겔화시켜 실리카 습윤겔 블랭킷을 형성하는 단계, 4) 상기 실리카 습윤겔 블랭킷을 타공하여 0.10 mm 내지 3.20 mm 이하의 폭을 가지는 관통홀 및 내측 방향으로 변이 도입된 만입부 중 하나 이상을 형성하는 단계, 5) 상기 타공된 실리카 습윤겔 블랭킷에 무기산 및 표면개질제를 첨가하고 반응시켜 소수성의 실리카 습윤겔 블랭킷을 제조하는 단계 및 6) 상기 소수성의 실리카 습윤겔 블랭킷을 건조하는 단계를 포함하는 소수성의 실리카 에어로겔의 제조방법을 제공한다.

발명의 효과

- [0023] 본 발명에 따른 소수성의 실리카 에어로겔 블랭킷은 관통홀을 도입함으로써 표면개질 공정 중 블랭킷 내 표면개질제의 확산이 용이하여 표면개질 효율이 개선될 수 있고 이에 따라 비표면적, 열전도도 등의 물성이 우수할 뿐 아니라 소수화도가 조절되어 높은 소수성을 가질 수 있다.
- [0024] 본 발명에 따른 소수성의 실리카 에어로겔의 제조방법은 표면개질 및 용매치환을 한 단계에서 동시에 수행할 수 있어 제조시간이 짧아 생산성 및 경제성이 우수할 수 있으며, 표면개질 이전에 습윤겔 블랭킷을 타공하여 관통홀 및 만입부 중 하나 이상을 형성함으로써 표면개질제의 확산이 용이하게 이루어지게 할 수 있고, 이에 따라 표면개질 반응의 효율을 높일 수 있어 제조되는 실리카 에어로겔의 소수화도를 개선할 수 있다.
- [0025] 따라서, 본 발명에 따른 상기 제조방법 및 소수성의 실리카 에어로겔은 이를 필요로 하는 산업, 특히 높은 소수성을 갖는 실리카 에어로겔을 필요로 하는 산업 또는 상기 다양한 범위의 소수화도를 갖는 실리카 에어로겔을 필요로 하는 산업에 용이하게 적용할 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [0027] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 실시예 5의 실리카 에어로겔 블랭킷을 촬영한 사진이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0028] 이하, 본 발명에 대한 이해를 돕기 위하여 본 발명을 더욱 상세하게 설명한다.
- [0029] 본 명세서 및 청구범위에 사용된 용어나 단어는 통상적이거나 사전적인 의미로 한정해서 해석되어서는 아니 되며, 발명자는 그 자신의 발명을 가장 최선의 방법으로 설명하기 위해 용어의 개념을 적절하게 정의할 수 있다는 원칙에 입각하여 본 발명의 기술적 사상에 부합하는 의미와 개념으로 해석되어야만 한다.
- [0031] 본 발명은 표면 소수성이 개선된 소수성의 실리카 에어로겔의 제조방법을 제공한다.
- [0032] 일반적으로 물유리를 이용하여 제조된 실리카 습윤겔은 동공이 용매인 물로 채워진 형태를 취하게 되며, 상기 용매를 단순히 건조하여 제거하게 되면 액상의 용매가 기상으로 기화하면서 기/액 계면에서의 물의 높은 표면장력으로 인하여 기공구조의 수축 및 균열이 발생하기 쉬우며, 이에 따른 표면적 감소 및 기공구조의 변화를 일으키게 된다. 따라서, 상기 습윤겔의 기공구조를 유지하기 위해서는 표면장력이 큰 물을 상대적으로 표면장력이 낮은 유기용매로 치환할 필요가 있을 뿐 아니라, 상기 습윤겔의 구조를 그대로 유지한 채로 수축 없이 습윤겔을 세척하고 건조시킬 수 있는 기술이 필요하다.
- [0033] 또한, 건조된 실리카 에어로겔은 건조 직후에는 낮은 열전도율을 유지하나, 실리카 표면의 실라놀기(Si-OH)의 친수성 때문에 공기 중의 물을 흡수하게 되어 열전도율이 점차 높아지는 단점이 있다. 따라서, 낮은 열전도율을 유지하기 위해서는 실리카 에어로겔 표면을 소수성으로 개질할 필요가 있다. 이에, 표면개질제를 사용하여 실리카 에어로겔 표면을 소수성으로 개질하는 방법이 널리 이용되고 있다. 그러나, 표면개질제만을 사용하여 높은 소수성을 갖는 실리카 에어로겔을 제조하기 위해서는 다량의 표면개질제가 필요하고, 표면 개질 반응의 제어가

쉽지 않아 생산성이 좋지 못한 문제가 있다.

- [0034] 이에, 본 발명은 실리카 에어로겔의 기공구조와 낮은 열전도율을 유지하면서도 물성이 우수한 높은 소수성의 실리카 에어로겔 및 이의 제조방법을 제공한다.
- [0036] 먼저, 본 발명의 일 실시예에 따른 소수성의 실리카 에어로겔 블랭킷은 0.10 mm 내지 3.20 mm 의 폭을 가지는 관통홀을 하나 이상 포함하는 것을 특징으로 한다.
- [0037] 여기에서 관통홀은 소수성의 실리카 에어로겔 블랭킷을 두께 방향으로 완전히 관통하는 홀을 나타낼 수 있다.
- [0038] 또한, 본 발명의 다른 일 실시예에 따른 소수성의 실리카 에어로겔 블랭킷은 실리카 에어로겔 블랭킷의 내측 방향으로 변이 도입된 만입부를 하나 이상 포함하며, 상기 만입부의 폭이 0.10 mm 내지 3.20 mm 인 것을 특징으로 한다.
- [0039] 또한, 본 발명의 다른 일 실시예에 따른 소수성의 실리카 에어로겔 블랭킷은 상기한 폭을 가지는 관통홀 및 상기한 폭을 가지는 만입부 중 어느 하나 이상을 포함할 수 있으며, 이 때 복수 개의 관통홀 및/또는 복수 개의 만입부를 포함할 수 있다. 즉, 본 발명의 일 실시예에 따른 실리카 에어로겔 블랭킷은 상기 하나 이상의 관통홀을 포함하는 실리카 에어로겔 블랭킷에 상기의 하나 이상의 만입부를 더 포함할 수 있다.
- [0041] 또한, 상기 관통홀 또는 만입부는 실험용 니들, 니들링 머신, 펀치 등의 타공 기기를 사용하여 형성할 수 있으며, 이 때 사용되는 타공 기기의 니들은 일례로 버밍엄 게이지(Birmingham gauge)에 따라 분류되는 두께 또는 직경을 가지는 니들일 수 있다.
- [0042] 상기 실리카 에어로겔 블랭킷에 형성된 관통홀 또는 만입부의 폭이 0.10 mm 미만인 경우에는 폭이 너무 작아 표면개질제의 원활한 확산에 도움이 되지 못하여 관통홀 또는 만입부가 형성되지 않았을 때에 비해 표면 개질 효율의 개선이 거의 없으며, 3.20 mm 를 초과하는 경우에는 폭이 너무 넓어 단열재로 적용 시 상기 관통홀이 열이 지날 수 있는 통로로 작용을 하게 되어 단열성이 떨어지는 문제가 발생할 수 있다. 이에 본 발명은 단열성을 나타내는 열전도도의 상승을 방지하면서도 표면개질 효율이 우수하여, 상대적으로 소량의 표면개질제만으로도 목적하는 수준의 표면개질 효과를 확보할 수 있고, 표면개질 시간을 단축하여 전체적인 공정의 효율 개선 측면에서 바람직하게는 0.10 내지 3.05 mm, 보다 더 바람직하게는 0.15 내지 1.5 mm 일 수 있다.
- [0044] 또한, 본 발명의 일 실시예에 따르면, 상기 에어로겔 블랭킷은 2개 이상의 관통홀 및/또는 만입부를 포함할 수 있으며, 이 때 관통홀 및/또는 만입부 간 간격은 1 mm 내지 50 mm일 수 있다. 상기한 범위의 간격을 만족할 때 표면개질제의 분산성을 개선시키면서도 실리카 겔의 구조를 건고하게 유지할 수 있으며, 관통홀 및/또는 만입부로 인한 크랙 형성을 방지할 수 있어, 건조 시 수축으로 인한 겔 구조 붕괴 및 단열 성능 저하를 막을 수 있다. 우수한 단열 성능을 확보하는 측면에서 바람직하게는 1 mm 내지 30 mm, 보다 바람직하게는 1 mm 내지 15 mm, 보다 더 바람직하게는 2 mm 내지 10 mm일 수 있다.
- [0046] 또한, 본 발명의 일 실시예에 따르면, 상기 에어로겔 블랭킷은 상기 관통홀 또는 만입부의 폭의 조건 하에서, 블랭킷 단위 면적 100 cm² 당 1 개 내지 10,000 개, 바람직하게는 9 개 내지 10,000 개, 또는 100 개 내지 10,000 개의 관통홀 및/또는 만입부를 포함할 수 있다. 상기의 관통홀 및/또는 만입부의 밀도를 만족하는 경우에 열이 지나가는 통로가 열전도도에 영향을 줄만큼 형성되는 것을 방지하여 우수한 단열 성능을 확보할 수 있는 이점이 있다.
- [0048] 또한, 본 발명의 다른 일 실시예에 따르면, 본 발명은 상기의 관통홀 또는 만입부가 하나 이상 형성된 소수성의 실리카 에어로겔 블랭킷을 제조할 수 있는 제조방법을 제공한다.
- [0049] 구체적으로 상기 제조방법은 1) 실리카 졸을 준비하는 단계, 2) 블랭킷용 기재에 상기 실리카 졸을 함침시키는 단계, 3) 상기 블랭킷용 기재에 함침된 실리카 졸을 겔화시켜 실리카 습윤겔 블랭킷을 형성하는 단계, 4) 상기 실리카 습윤겔 블랭킷을 타공하여 0.10 mm 내지 3.20 mm의 폭을 가지는 관통홀 및 내측 방향으로 변이 도입된

만입부 중 하나 이상을 형성하는 단계, 5) 상기 타공된 실리카 습윤겔 블랭킷에 무기산 및 표면개질제를 첨가하고 반응시켜 소수성의 실리카 습윤겔 블랭킷을 제조하는 단계 및 6) 상기 소수성의 실리카 습윤겔 블랭킷을 건조하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 한다.

- [0051] 상기 단계 1은 실리카 졸을 제조하기 위한 단계로, 실리카 졸은 실리카 전구체 및 산 촉매를 혼합하여 제조하는 것일 수 있으며, 필요에 따라 알코올을 더 첨가할 수 있다.
- [0052] 상기 실리카 전구체는 구체적으로 물유리 용액일 수 있고, 실리카 졸에서 산 촉매는 물유리 용액 내 물유리 대비 1 내지 3의 몰비로 포함하는 것일 수 있다.
- [0054] 상기 물유리 용액은 물유리에 증류수를 첨가하고 혼합한 희석 용액인 것일 수 있으며, 상기 물유리는 이산화규소(SiO_2)와 알칼리를 용해해서 얻은 규산알칼리염인 소듐 실리케이트(Sodium silicate, Na_2SiO_3)일 수 있다.
- [0055] 상기 물유리 분산액은 이산화규소(SiO_2)를 1 중량% 내지 11 중량%로 함유하고 있는 것일 수 있다. 만약, 상기 물유리 분산액 내 이산화규소가 상기 범위보다 낮은 함량으로 함유된 경우에는 에어로겔이 제대로 형성되지 못할 수 있으며, 상기 이산화규소가 상기 범위보다 높은 함량으로 함유된 경우에는 비표면적이 저하될 수 있다.
- [0057] 상기 산 촉매는 실리카 졸에서 물유리 용액 내 이산화규소와 함께 혼합되어 있다가, 후술하는 표면개질제 용액 내 표면개질제와 반응하여 표면개질제의 분해를 활성화시키는 역할을 하는 것일 수 있으며, 이에 표면개질 반응을 향상시킬 수 있고 암모니아 생성을 촉진시켜 pH를 상승시킴으로써 겔화를 유도할 수 있다. 상기 산 촉매는 특별히 제한되는 것은 아니며, 유기산 및 무기산 중 어느 하나 이상을 사용할 수 있고, 예컨대 아세트산, 옥살산, 질산, 염산, 황산 및 불산으로 이루어진 군으로부터 선택된 1종 이상인 것일 수 있다. 구체적으로는, 질산 또는 아세트산일 수 있다.
- [0058] 상기 산 촉매는 실리카 졸의 pH가 4 내지 8이 되도록 하는 양으로 포함될 수 있다. 상기 실리카 졸의 pH가 상기 범위를 벗어날 경우 후술하는 단계 3)의 겔화가 용이하지 않거나, 겔화 속도가 지나치게 느려져 공정성이 저하될 우려가 있다.
- [0060] 상기 단계 2)는 상기 실리카 졸을 블랭킷용 기재에 함침시키는 것으로 겔-블랭킷 복합체를 형성하는 단계이다.
- [0062] 여기에서 본 발명의 일 실시예에 따른 블랭킷용 기재는 실리카 에어로겔 블랭킷의 단열성을 개선하는 측면에서 구체적으로는 다공질(porous) 기재인 것일 수 있다. 다공질의 블랭킷용 기재를 사용하면 실리카 졸이 기재 내부로 침투가 용이하여 블랭킷용 기재 내부에서 균일하게 에어로겔을 형성함에 따라 제조된 실리카 에어로겔 블랭킷이 우수한 단열성을 가질 수 있다.
- [0063] 본 발명의 일 실시예에 따라 사용할 수 있는 블랭킷용 기재는 필름, 시트, 네트, 섬유, 발포체, 부직포체 또는 이들의 2층 이상의 적층체일 수 있다. 또한, 용도에 따라 그 표면에 표면조도가 형성되거나 패터화된 것일 수도 있다. 보다 구체적으로는 상기 블랭킷용 기재는 블랭킷용 기재 내로 실리카 에어로겔의 삽입이 용이한 공간 또는 공극을 포함함으로써 단열 성능을 보다 향상시킬 수 있는 섬유일 수 있다. 또, 상기 블랭킷용 기재는 낮은 열전도도를 갖는 것이 바람직할 수 있다.
- [0064] 구체적으로 상기 블랭킷용 기재는 폴리아미드, 폴리벤즈이미다졸, 폴리아라미드, 아크릴수지, 페놀수지, 폴리에스테르, 폴리에테르에테르케톤(PEEK), 폴리올레핀(예를 들면, 폴리에틸렌, 폴리프로필렌 또는 이들의 공중합체 등), 셀룰로오스, 카본, 면, 모, 마, 부직포, 유리 섬유 또는 세라믹 울 등일 수 있으며, 보다 구체적으로 본 발명에 있어서 상기 블랭킷용 기재는 유리 섬유(glass felt)일 수 있다.
- [0065] 또한, 본 발명의 일 실시예에 따르면 블랭킷용 기재가 포함된 반응 용기에 실리카 졸을 붓거나, 블랭킷용 기재를 실리카 졸로 적시는 방법으로 함침이 이루어질 수 있다. 이 때 블랭킷용 기재와 실리카 졸의 결합을 좋게 하기 위해 블랭킷용 기재를 가볍게 눌러 충분히 함침되도록 할 수 있다. 이후 일정한 압력으로 블랭킷용 기재를

일정 두께로 가압하여 잉여의 실리카 졸을 제거하여 건조 시간을 줄일 수도 있다.

- [0067] 상기 단계 3)은 소수성의 실리카 습윤겔 블랭킷을 제조하기 위한 단계로, 블랭킷용 기재에 함침된 실리카 졸의 겔화가 진행될 수 있도록 방지하여 습윤겔 블랭킷을 제조할 수 있다.
- [0068] 여기에서, 상기 겔화는 졸-겔 반응을 나타내는 것일 수 있으며, 상기 "졸-겔(sol-gel)반응"은 실리콘 단위 전구체 물질로부터 망상구조를 형성시키는 것일 수 있다.
- [0069] 여기에서, 상기 망상구조(network structure)는 원자배열이 1종 혹은 그 이상의 종류로 되어 있는 어떤 특정한 다각형이 이어진 평면 그물 모양의 구조 또는 특정 다면체의 정점, 모서리, 면 등을 공유하여 3차원 골격구조를 형성하고 있는 구조를 나타내는 것일 수 있다.
- [0071] 본 발명의 일 실시예에 따른 제조방법은 상기 단계 3)의 겔화 후 제조된 실리카 습윤겔 블랭킷을 숙성하는 단계를 더 수행하는 것일 수 있다.
- [0072] 상기 숙성은 특별히 제한되는 것은 아니나, 예컨대 50℃ 내지 90℃의 온도에서 1 시간 내지 24시간동안 방치시켜 수행하는 것일 수 있다.
- [0073] 본 발명의 일 실시예에 따른 제조방법은 실리카 습윤겔 블랭킷 제조 후 상기의 숙성을 거침으로써 상기 실리카 습윤겔 블랭킷 내 습윤겔의 망상구조를 더욱 견고하게 형성시킬 수 있으며, 이에 기공특성이 우수할 수 있다.
- [0075] 상기 단계 4)는 상기 실리카 습윤겔 블랭킷을 타공하여 0.10 mm 내지 3.20 mm의 폭을 가지는 관통홀 및 내측 방향으로 변이 도입된 만입부 중 하나 이상을 형성하는 것이다. 여기에서 상기 관통홀 및 만입부의 바람직한 폭의 범위는 전술한 에어로겔 블랭킷에서의 관통홀 및 만입부의 폭의 범위와 동일할 수 있다.
- [0076] 일례로, 상기 단계 4)는 상기 실리카 습윤겔 블랭킷을 타공하여 0.10 mm 내지 3.20 mm의 폭을 가지는 관통홀을 형성하는 것일 수 있으며, 이에 0.10 mm 내지 3.20 mm의 폭을 가지는 상기의 만입부를 더 형성하는 것일 수 있다.
- [0077] 또한, 본 발명의 일 실시예에 따르면 전술한 에어로겔 블랭킷에서의 관통홀 및/또는 만입부의 조건을 만족할 수 있도록 타공하는 것일 수 있으며, 예컨대 상기 에어로겔 블랭킷은 2개 이상의 관통홀 및/또는 만입부가 포함되도록 타공할 수 있고 이 때 관통홀 및/또는 만입부 간 간격은 전술한 것과 같이 1 mm 내지 50 mm, 1 mm 내지 30 mm, 1 mm 내지 15 mm 또는 2 mm 내지 10 mm가 되도록 타공할 수 있으며, 에어로겔 블랭킷 단위 면적 100 cm^2 당 1 개 내지 10,000 개, 바람직하게는 9 개 내지 10,000 개, 또는 100 개 내지 10,000 개의 관통홀 및/또는 만입부를 포함하도록 타공할 수 있다.
- [0079] 이 때 타공은 블랭킷에 관통홀 및/또는 만입부를 형성할 수 있는 것이라면 타공 기기의 종류를 제한하지는 않으나, 전술한 폭을 가지는 관통홀 및/또는 만입부의 형성을 용이하게 하는 측면에서 구체적으로, 실험용 니들, 니들링 기기(니들링 머신), 펀치 등의 타공 기기를 사용할 수 있다. 본 발명에서 니들링 기기 및 펀치는 관통홀 또는 만입부를 형성할 수 있는 특정 직경의 타공 부재 예컨대, 니들을 적어도 하나 이상 포함하는 기기를 나타내는 것이며, 일례로 다각형의 관상 부재에 니들을 특정 간격으로 복수 개 형성한 것일 수 있다. 이 때, 사용되는 타공 기기에 포함되는 니들은 일례로 버밍검 게이지(Birmingham gauge)에 따라 분류되는 두께 또는 직경을 가지는 니들일 수 있다.
- [0081] 상기 단계 5)는 타공된 실리카 습윤겔 블랭킷을 표면개질시키는 단계로, 무기산 및 표면개질제를 첨가하고 반응시켜 소수성의 실리카 습윤겔 블랭킷을 형성하는 것이다.
- [0082] 이 때, 상기 표면개질제는 표면개질 유효성분을 단독으로 사용하거나, 표면개질 유효성분 및 비극성 유기용매를 혼합한 표면개질 용액을 사용할 수 있고, 표면개질 용액은 비극성 유기용매에 표면개질 유효성분을 첨가하고 혼합하여 제조된 것일 수 있으며, 이때 상기 표면개질 용액 내 표면개질 유효성분의 농도는 0.1 M 내지 4 M인 것

일 수 있다. 즉, 상기 표면개질 용액은 비극성 유기용매에 표면개질 유효성분을 0.1 M 내지 4 M가 되는 양으로 첨가한 후 혼합하여 제조된 것일 수 있다.

[0083] 또한, 상기 표면개질 용액은 실리카 졸 내 물유리 대비 표면개질 유효성분이 0.1 내지 10의 물비가 되는 양으로 첨가하는 것일 수 있으며, 표면개질 반응성 개선 및 원재료 비용의 절감 측면에서 바람직하게는 0.1 내지 5.0의 물비, 보다 더 바람직하게는 0.5 내지 3.0의 물비가 되는 양으로 첨가하는 것일 수 있다. 만약, 상기 표면개질 용액을 물유리 대비 표면개질 유효성분의 물비가 0.1 미만인 비율이 되는 양으로 첨가하는 경우에는 상대적으로 실리카 졸 내 실라놀기(Si-OH)보다 이와 반응할 수 있는 표면개질 유효성분의 양이 적어 표면개질 반응성이 저하될 뿐 아니라 표면개질이 용이하지 이뤄지지 않을 수 있으며, 이에 건조 시 표면개질되지 않은 실라놀기가 축합반응을 일으켜 최종 생성되는 실리카 에어로겔 블랭킷의 기공크기가 작아지고 다공성을 이루지 못하는 문제가 발생할 수 있다. 또한, 상기 표면개질 용액을 물유리 대비 표면개질 유효성분의 물비가 10을 초과하는 비율이 되는 양으로 첨가하는 경우에는 표면개질 반응에 참여하지 않는 잔여 표면개질 유효성분이 다량 존재하게 되고, 고가의 표면개질 유효성분이 낭비되어 경제성이 저하되는 문제가 발생할 수 있다.

[0085] 상기 표면개질 유효성분은 트리메틸클로로실란(TMCS), 헥사메틸디실라잔(HMDS), 메틸트리메톡시실란 및 트리메틸에톡시실란으로 이루어진 군으로부터 선택된 1종 이상인 것일 수 있다.

[0086] 상기 비극성 유기용매는 헥산, 헵탄, 톨루엔 및 크실렌으로 이루어진 군으로부터 선택된 1종 이상인 것일 수 있다.

[0088] 상기 단계 5의 표면개질 반응은 실리카 습윤겔에 무기산 및 표면개질제를 첨가하여 혼합시킴으로써 수행할 수 있으며, 상기 표면개질 반응은 25℃ 내지 95℃의 온도에서 수행되는 것일 수 있다. 또한, 일례로 상기 혼합은 교반을 통해 수행하는 것일 수 있다.

[0089] 이때, 상기 교반은 특별히 제한되는 것은 아니나 예컨대 50 rpm 내지 700 rpm의 속도로 교반시키는 것일 수 있다.

[0090] 또한, 본 발명의 일 실시예에 따른 단계 5)는 2 내지 24 시간동안 수행되는 것일 수 있으며, 표면개질 효과를 우수한 수준으로 유지하면서도 공정의 경제성을 개선하는 측면에서 바람직하게는 2 내지 12 시간 또는 2 내지 8 시간 동안 수행되는 것일 수 있다.

[0092] 본 발명의 일 실시예에 따른 상기 제조방법은 상기 표면개질 반응을 수행하면서 동시에 용매치환을 수행할 수 있다.

[0093] 구체적으로, 상기 제조방법은 실리카 습윤겔에 무기산을 투입하고 표면개질제 용액을 혼합하여 반응시킴으로써 상기 무기산에 의하여 표면개질제 용액 내 표면개질제의 분해가 활성화 될 수 있으며, 이에 표면개질 반응이 촉진될 수 있다. 또한, 표면개질제 용액에 포함된 비극성 유기용매에 의하여 표면개질 반응을 진행하면서 용매치환이 이뤄질 수 있다. 본 발명의 일 실시예에 따른 제조방법은 전술한 바와 같이 용매치환과 표면개질을 한 단계에서 동시에 수행할 수 있어 공정단계 및 공정시간이 줄어들 수 있으며, 생산성 및 경제성이 향상될 수 있다. 뿐만 아니라, 소량의 표면개질제 유효성분만으로도 표면개질 반응이 효과적으로 수행될 수 있어 우수한 소수화도를 가지는 실리카 에어로겔 블랭킷을 제조할 수 있다.

[0095] 또한, 본 발명의 일 실시예에 따르면 상기 단계 4)에서 타공하는 단계를 포함함으로써 상기 단계 5)의 표면개질 반응 시 실리카 습윤겔 블랭킷 내 표면개질제의 확산을 용이하게 하여 표면개질 반응 효율을 크게 향상시킬 수 있고, 또한, 표면개질제가 균일하게 확산될 수 있어 최종 제조되는 에어로겔 블랭킷의 소수화도가 개선되며, 단열 성능이 효과적으로 향상될 수 있다.

[0096] 또한, 표면개질제의 확산을 용이하게 함으로써, 두꺼운 블랭킷용 기재를 사용하여 에어로겔 블랭킷을 제조하더라도 높은 소수화도를 가질 수 있으며, 이에 사용 가능한 블랭킷용 기재의 두께 범위를 확장할 수 있다.

- [0098] 상기 단계 6)은 소수성의 실리카 에어로겔 블랭킷을 제조하기 위하여, 상기 소수성의 실리카 습윤겔 블랭킷을 건조하는 단계이다.
- [0099] 이때, 상기 건조 전 세척하는 단계를 더 수행할 수 있다.
- [0100] 상기 세척은 반응 중 발생된 불순물(나트륨 이온, 미반응물, 부산물 등)을 제거하여, 고순도의 소수성의 실리카 에어로겔을 얻기 위한 것으로 상기 소수성의 실리카 습윤겔을 비극성 유기용매를 첨가하고, 20분 내지 1시간 동안 교반하여 수행할 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0101] 상기 건조는 100℃ 내지 190℃의 온도 조건 하에서 1시간 내지 12시간 동안 상압건조하여 수행하는 것일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0102] 한편, '상압'이란 Normal pressure 또는 Atmospheric pressure 를 의미하는 것으로서, 별도의 오토클레이브와 같은 고압의 장치를 사용하지 아니하고, 특별히 압력을 줄이거나 높이지 않을 때의 압력을 의미한다. 구체적으로 상기 상압은 1±0.3 atm의 범위 내의 압력일 수 있다.
- [0104] 본 발명의 일 실시예에 따른 상기 소수성의 실리카 에어로겔 블랭킷은 상기의 제조방법으로 제조됨으로써 표면 개질 효율을 크게 개선시킬 수 있고 이에 따라 우수한 기공특성 등의 물성을 가지면서 높은 소수성을 가지고, 이에 단일 성능을 우수한 수준으로 확보할 수 있다.
- [0106] 이하, 실시예 및 실험예에 의하여 본 발명을 더욱 상세하게 설명한다. 그러나, 하기 실시예 및 실험예는 본 발명을 예시하기 위한 것으로 이들 만으로 본 발명의 범위가 한정되는 것은 아니다.
- [0108] **실시예 1**
- [0109] 물유리 용액(물유리 13.8 g 함유)에 아세트산 2.6 ml를 첨가한 반응용액을 10 mm 두께, 유리섬유 웹에 부어 실리카 습윤겔 블랭킷을 제조한다. 상기 실리카 습윤겔 블랭킷을 50℃에서 1시간 정도 숙성시켰다. 이후, 폭 0.51 mm의 실험용 니들로 실리카 습윤겔 블랭킷을 타공하여 상기 실험용 니들의 폭과 동일한 폭의 관통홀을 유리섬유 웹 단위 면적(100 cm²) 당 100 개가 되도록 형성하고, 상기 타공 간격은 10 mm가 되도록 하였다. 관통홀이 형성된 실리카 습윤겔 블랭킷에 질산 7g을 첨가한 후, 헥사메틸디실라잔(HMDS) 용액을 첨가하고 55℃의 오븐에서 5시간 동안 온도를 유지하여 표면개질 반응을 진행시켰다. 이때, 상기 헥사메틸디실라잔 용액은 n-헥산 200 ml에 헥사메틸디실라잔 23 g을 첨가하고 교반시켜 제조하였다. 제조된 소수성의 실리카 습윤겔 블랭킷이 표면개질되어 상단의 유기용매(n-헥산)층으로 완전히 떠오르면 회수한 후 150℃의 강제순환건조기에서 4시간동안 완전 건조시켜 소수성의 실리카 에어로겔을 제조하였다.
- [0111] **실시예 2**
- [0112] 물유리가 17.2 g 함유된 물유리 용액을 사용하고, 아세트산을 3.3 ml 혼합한 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법을 통하여 소수성의 실리카 에어로겔 블랭킷을 제조하였다.
- [0114] **실시예 3**
- [0115] 물유리가 20.7 g 함유된 물유리 용액을 사용하고, 아세트산을 4.3 ml 혼합한 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법을 통하여 소수성의 실리카 에어로겔 블랭킷을 제조하였다.
- [0117] **실시예 4**
- [0118] 물유리가 24.1 g 함유된 물유리 용액을 사용하고, 아세트산을 5.3 ml 혼합한 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법을 통하여 소수성의 실리카 에어로겔 블랭킷을 제조하였다.

- [0120] **실시예 5**
- [0121] 물유리가 27.6 g 함유된 물유리 용액을 사용하고, 아세트산을 5.7 ml 혼합한 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법을 통하여 소수성의 실리카 에어로겔 블랭킷을 제조하였다.
- [0123] **실시예 6**
- [0124] n-헥산 200 ml에 헥사메틸디실라잔 15 g을 첨가하고 교반시켜 제조한 헥사메틸디실라잔 용액을 사용한 것을 제외하고는 상기 실시예 5와 동일한 방법을 통하여 소수성의 실리카 에어로겔 블랭킷을 제조하였다.
- [0126] **실시예 7**
- [0127] n-헥산 200 ml에 헥사메틸디실라잔 35 g을 첨가하고 교반시켜 제조한 헥사메틸디실라잔 용액을 사용한 것을 제외하고는 상기 실시예 5와 동일한 방법을 통하여 소수성의 실리카 에어로겔 블랭킷을 제조하였다.
- [0129] **실시예 8 내지 10**
- [0130] 타공 간격을 하기 표 1에 기재된 수치로 조절한 것을 제외하고는 실시예 4와 동일한 방법으로 소수성의 실리카 에어로겔 블랭킷을 제조하였다. 타공 간격을 조절함에 따라 블랭킷 100 cm²에 형성된 관통홀의 개수도 하기 표 1과 같이 변경되었다.
- [0132] **실시예 11 내지 13**
- [0133] 실험용 니들의 폭(타공 지름)을 하기 표 1에 기재된 수치로 조절한 것을 제외하고는 실시예 4와 동일한 방법으로 소수성의 실리카 에어로겔 블랭킷을 제조하였다.
- [0134]
- [0135] **실시예 14**
- [0136] 물유리에 포함된 물유리 함량, 아세트산, 헥사메틸디실라잔, 질산의 함량을 하기 표 1에 기재된 수치로 조절하고, 유리섬유 웹의 두께를 25 mm로 변경한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법으로 소수성의 실리카 에어로겔 블랭킷을 제조하였다.
- [0138] **실시예 15**
- [0139] 표면 개질 반응 시간을 12 시간으로 조절한 것을 제외하고는 실시예 4와 동일한 방법으로 소수성의 실리카 에어로겔 블랭킷을 제조하였다.
- [0141] **비교예 1**
- [0142] 물유리 용액(물유리 13.8 g 함유)에 아세트산 2.6 ml를 첨가한 반응용액을 10 mm 두께, 100 cm²의 면적을 가지는 유리섬유 웹에 부어 실리카 습윤겔 블랭킷을 제조한다. 상기 실리카 습윤겔 블랭킷을 50℃에서 1시간 정도 숙성시켰다. 이후, 실리카 습윤겔 블랭킷에 에탄올을 첨가하여 하루 동안 용매 치환하는 공정을 3회 반복한 후, n-헥산을 상기 에탄올 치환된 실리카 습윤겔 블랭킷에 첨가하여 하루 동안 유기 용매로 치환하는 공정을 3회 반복하였다. 상기 용매 치환된 실리카 습윤겔 블랭킷에 헥사메틸디실라잔(HMDS) 용액을 첨가하고 55℃의 오븐에서 12 시간 동안 온도를 유지하여 표면개질 반응을 진행시켰다. 이때, 상기 헥사메틸디실라잔 용액은 n-헥산 200 ml에 헥사메틸디실라잔 23 g을 첨가하고 교반시켜 제조하였다. 이후 제조된 소수성의 실리카 습윤겔 블랭킷을 회수하고, 150℃의 강제순환건조기에서 4 시간동안 완전 건조시켜 소수성의 실리카 에어로겔을 제조하였다.

- [0144] **비교예 2**
- [0145] 물유리가 17.2 g 함유된 물유리 용액을 사용하고, 아세트산을 3.3 ml 혼합한 것을 제외하고는 상기 비교예 1과 동일한 방법을 통하여 소수성의 실리카 에어로겔 블랭킷을 제조하였다.
- [0147] **비교예 3**
- [0148] 물유리가 20.7 g 함유된 물유리 용액을 사용하고, 아세트산을 4.3 ml 혼합한 것을 제외하고는 상기 비교예 1과 동일한 방법을 통하여 소수성의 실리카 에어로겔 블랭킷을 제조하였다.
- [0150] **비교예 4**
- [0151] 물유리가 24.1 g 함유된 물유리 용액을 사용하고, 아세트산을 5.3 ml 혼합한 것을 제외하고는 상기 비교예 1과 동일한 방법을 통하여 소수성의 실리카 에어로겔 블랭킷을 제조하였다.
- [0153] **비교예 5**
- [0154] 물유리가 27.6 g 함유된 물유리 용액을 사용하고, 아세트산을 5.7 ml 혼합한 것을 제외하고는 상기 비교예 1과 동일한 방법을 통하여 소수성의 실리카 에어로겔 블랭킷을 제조하였다.
- [0156] **비교예 6**
- [0157] n-헥산 200 ml에 헥사메틸디실라잔 15 g을 첨가하고 교반시켜 제조한 헥사메틸디실라잔 용액을 사용한 것을 제외하고는 상기 비교예 5와 동일한 방법을 통하여 소수성의 실리카 에어로겔 블랭킷을 제조하였다.
- [0159] **비교예 7**
- [0160] n-헥산 200 ml에 헥사메틸디실라잔 35 g을 첨가하고 교반시켜 제조한 헥사메틸디실라잔 용액을 사용한 것을 제외하고는 상기 비교예 5와 동일한 방법을 통하여 소수성의 실리카 에어로겔 블랭킷을 제조하였다.
- [0162] **비교예 8**
- [0163] 타공하는 단계를 생략한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법으로 소수성의 실리카 에어로겔 블랭킷을 제조하였다.
- [0165] **비교예 9**
- [0166] 타공하는 단계를 생략한 것을 제외하고는 실시예 2와 동일한 방법으로 소수성의 실리카 에어로겔 블랭킷을 제조하였다.
- [0168] **비교예 10**
- [0169] 타공하는 단계를 생략한 것을 제외하고는 실시예 3과 동일한 방법으로 소수성의 실리카 에어로겔 블랭킷을 제조하였다.
- [0171] **비교예 11**

[0172] 타공하는 단계를 생략한 것을 제외하고는 실시예 4와 동일한 방법으로 소수성의 실리카 에어로겔 블랭킷을 제조하였다.

[0174] **비교예 12**

[0175] 타공하는 단계를 생략한 것을 제외하고는 실시예 5와 동일한 방법으로 소수성의 실리카 에어로겔 블랭킷을 제조하였다.

[0177] **비교예 13**

[0178] 타공하는 단계를 생략한 것을 제외하고는 실시예 6과 동일한 방법으로 소수성의 실리카 에어로겔 블랭킷을 제조하였다.

[0180] **비교예 14**

[0181] 타공하는 단계를 생략한 것을 제외하고는 실시예 7과 동일한 방법으로 소수성의 실리카 에어로겔 블랭킷을 제조하였다.

[0183] **비교예 15**

[0184] 실험용 니들의 폭(타공 지름)을 3.4 mm로 조절한 것을 제외하고는 실시예 4와 동일한 방법으로 소수성의 실리카 에어로겔 블랭킷을 제조하였다.

[0186] **비교예 16**

[0187] 타공하는 단계를 생략한 것을 제외하고는 실시예 14와 동일한 방법으로 소수성의 실리카 에어로겔 블랭킷을 제조하였다.

[0189] 상기 실시예 및 비교예의 제조 조건을 하기 표 1에 나타내었다.

표 1

구분	타공여부	관통홀의 폭 (mm)	타공간격 (mm)	관통홀의 개수 (개/100cm ²)	섬유의 두께 (mm)	물유리 용액 내 물유리 함량(g)	HMDS (g)	아세트산 (ml)	질산 (g)	물유리 대비 표면개질제 물비	표면개질시간 (h)
----	------	-------------	-----------	---------------------------------	-------------	--------------------	----------	-----------	--------	-----------------	------------

실 시 예	1	○	0.51	10	100	10	13.8	23	2.6	7	2.14	5
	2		0.51	10	100	10	17.2	23	3.3	7	1.71	5
	3		0.51	10	100	10	20.7	23	4.3	7	1.42	5
	4		0.51	10	100	10	24.1	23	5.3	7	1.22	5
	5		0.51	10	100	10	27.6	23	5.7	7	1.07	5
	6		0.51	10	100	10	27.6	15	5.7	7	0.70	5
	7		0.51	10	100	10	27.6	35	5.7	7	1.63	5
	8		0.51	2	2500	10	24.1	23	5.3	7	1.22	5
	9		0.51	5	400	10	24.1	23	5.3	7	1.22	5
	10		0.51	30	16	10	24.1	23	5.3	7	1.22	5
	11		0.18	10	100	10	24.1	23	5.3	7	1.22	5
	12		1.47	10	100	10	24.1	23	5.3	7	1.22	5
	13		3.05	10	100	10	24.1	23	5.3	7	1.22	5
	14		0.51	10	100	25	60.3	57.5	13.3	17.5	1.22	5
	15		0.51	10	100	10	24.1	23	5.3	7	1.22	12
비 교 예	1	X	-	-	-	10	13.8	23	2.6	-	2.14	12
	2					10	17.2	23	3.3	-	1.71	12
	3					10	20.7	23	4.3	-	1.42	12
	4					10	24.1	23	5.3	-	1.22	12
	5					10	27.6	23	5.7	-	1.07	12
	6					10	27.6	15	5.7	-	0.70	12
	7					10	27.6	35	5.7	-	1.63	12
	8					10	13.8	23	2.6	7	2.14	5
	9					10	17.2	23	3.3	7	1.71	5
	10					10	20.7	23	4.3	7	1.42	5
	11					10	24.1	23	5.3	7	1.22	5
	12					10	27.6	23	5.7	7	1.07	5
	13					10	27.6	15	5.7	7	0.70	5
	14					10	27.6	35	5.7	7	1.63	5
	15	○	3.4	10	100	10	24.1	23	5.3	7	1.22	5
	16	X	-	-	-	17.5	60.3	57.5	13.3	17.5	1.22	5

[0193] 실험예

[0194] 상기 실시예 및 비교예에서 제조한 각 소수성의 실리카 에어로겔 블랭킷의 물성 비교 분석을 위하여, 각 에어로겔의 비표면적(BET, m^2/g), 탄소 함량(carbon contents, wt%) 및 열전도도를 측정하였다. 결과를 하기 표 2에 나타내었다.

[0196] 1) 열전도도 측정 (mW/mK)

[0197] 상기 실시예 및 비교예에서 제조한 실리카 에어로겔 블랭킷을 NETZSCH社의 HFM 436장비를 이용하여 상온(약 23℃) 열전도도를 측정하였다.

[0199] 2) 탄소 함량(중량%)

[0200] 탄소 함량은 탄소 분석기(Carbon-Sulfur Analyzer CS-2000, Eltra 社)를 이용하여 측정하였다. 탄소 함량이 많을수록 에어로겔 블랭킷의 소수화도가 높은 것을 나타낸다.

[0202] 3) 비표면적(BET, m^2/g)

[0203] 비표면적은 3FLEX 장치Micrometrics 社)를 이용하여 부분압($0 < p/p_0 < 1$)에 따른 질소의 흡/탈착량으로

분석하였다.

[0204] 구체적으로, 실린더에 각 에어로겔 블랭킷 100 mg을 넣고 200℃에서 8시간 동안 전처리한 후 비표면적 측정장치를 이용하여 측정하였다.

표 2

구분		열전도도 (mW/mK)	탄소 함량(중량%)	비표면적(m ² /g)
실시예	1	26.5	11.3	683
	2	28.2	10.8	679
	3	25.4	11.5	692
	4	26.6	11.1	680
	5	25.4	11.8	695
	6	26.2	11.1	680
	7	20.4	12.1	725
	8	23.5	11.2	715
	9	21.3	11.3	728
	10	27.1	11.2	657
	11	22.7	11.3	680
	12	23.3	11.5	676
	13	26.8	11.7	663
	14	27.3	10.9	657
	15	20.6	12.2	732
비교예	1	26.6	11.3	681
	2	28.5	10.2	673
	3	25.7	11.5	685
	4	27.1	10.8	671
	5	26.2	11.4	680
	6	28.3	10.4	643
	7	23.4	11.8	685
	8	31.3	10.1	530
	9	32.4	9.8	457
	10	31.5	10.2	531
	11	32.1	9.8	504
	12	31.7	9.5	525
	13	32.8	9.9	557
	14	31.4	10.1	506
	15	29.8	10.2	615
	16	33	9.5	473

[0208] 상기 표 2에서와 같이 에어로겔 블랭킷 제조 시 타공하는 단계를 포함하여 블랭킷에 관통홀 또는 만입부를 형성하고 있는 실시예 1 내지 15는 열전도도가 낮고, 탄소 함량이 높은 값을 가지며, 비표면적이 개선된 것을 확인할 수 있다.

[0209] 또한, 도 1은 실시예 5에서 제조한 실리카 에어로겔 블랭킷을 촬영한 사진으로, 에어로겔 블랭킷 내 타공으로 형성된 관통홀이 육안으로 관찰된다.

[0210] 비교예 1 내지 7은 실시예 1 내지 7과 각각 동일한 양의 반응물로 실리카 에어로겔 블랭킷을 제조하였고, 열전도도, 탄소 함량 및 비표면적이 실시예와 동등한 수준을 보이고 있으나, 타공하는 단계를 생략함으로 인해 실시예에 비해 표면개질 시간이 현저하게 오래 걸리므로 표면개질 반응 효율이 떨어지는 것을 확인할 수 있고, 또한 별도의 용매 치환 공정을 거침으로써 공정의 효율성이 떨어진다.

[0211] 또한, 비교예 8 내지 14는 실시예 1 내지 7과 동일한 조건에서 타공하는 단계를 생략한 것으로, 동일한 시간 동안 표면개질 반응을 수행하였을 때, 실시예에 비해 열전도도가 크게 악화되고 탄소 함량 및 비표면적 역시 떨어

지는 것을 확인할 수 있다.

[0212] 또한, 타공 지름이 본 발명의 범위를 벗어나는 비교예 15 역시 열전도도, 탄소 함량 및 비표면적 특성이 실시예에 비해 나빠지는 것을 확인할 수 있다.

[0213] 또한, 실시예 14 및 비교예 16을 통해 상기 효과의 차이가 섬유의 두께를 달리하였을 때도 동일하게 나타나는 것을 확인할 수 있다.

도면

도면1

