



(19) 대한민국특허청(KR)

(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2021년04월29일

(11) 등록번호 10-2245945

(24) 등록일자 2021년04월23일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

C08F 8/42 (2006.01) C08F 212/08 (2006.01)

C08F 212/36 (2006.01) C08F 230/08 (2006.01)

(52) CPC특허분류

C08F 8/42 (2013.01)

C08F 212/08 (2013.01)

(21) 출원번호 10-2019-0136089

(22) 출원일자 2019년10월30일

심사청구일자 2019년10월30일

(56) 선행기술조사문헌

KR100831877 B1\*

KR1020070022004 A\*

KR1020180018913 A\*

\*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자

연세대학교 산학협력단

서울특별시 서대문구 연세로 50 (신촌동, 연세대학교)

(72) 발명자

박형호

서울특별시 강남구 압구정로29길 23 현대아파트 208-402

이규연

서울특별시 송파구 올림픽로 435 파크리오아파트 225동 2101호

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

특허법인 고려

전체 청구항 수 : 총 11 항

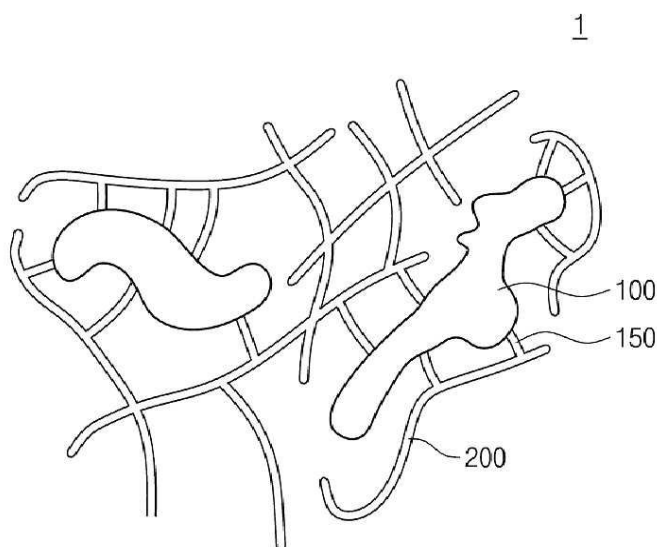
심사관 : 민병욱

(54) 발명의 명칭 에어로겔

## (57) 요약

에어로겔이 제공된다. 본 발명에 따르면, 에어로겔은 알콕시 실릴 그룹을 포함하는 제1 모노머로부터 유래된 제1 중합 단위; 제2 모노머로부터 유래된 제2 중합 단위; 및 상기 제1 중합 단위에 화학적으로 결합된 무기 에어로겔을 포함할 수 있다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

**C08F 212/36** (2013.01)

**C08F 220/18** (2013.01)

**C08F 230/08** (2013.01)

(72) 발명자

**손현철**

서울특별시 서대문구 연세로 50 연세대학교 제2공학관 628호

**강전욱**

경기도 성남시 분당구 산운로 97 한성필하우스APT 505동 1401호

**태진성**

서울특별시 양천구 목동동로 100, 1303동 1502호

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	1711119462
과제번호	2020R1A5A1019131
부처명	과학기술정보통신부
과제관리(전문)기관명	한국연구재단
연구사업명	집단연구지원(R&D)
연구과제명	에어로겔소재연구센터
기 여 율	1/1
과제수행기관명	연세대학교
연구기간	2020.07.01 ~ 2021.05.31

공지예외적용 : 있음

## 명세서

### 청구범위

#### 청구항 1

알콕시 실릴 그룹을 포함하는 제1 모노머로부터 유래된 제1 중합 단위; 제2 모노머로부터 유래된 제2 중합 단위; 제3 모노머로부터 유래된 제3 중합 단위; 및 제4 모노머로부터 유래된 제4 중합 단위를 포함하는 유기 에어로겔; 및

상기 제1 중합 단위에 화학적으로 결합된 무기 에어로겔을 포함하고,

상기 제1 중합 단위는 아래의 화학식 1로 표시되고,

상기 제2 중합 단위는 아래의 화학식 2로 표시되고,

상기 제3 중합 단위는 아래의 화학식 3으로 표시되고,

상기 제4 모노머는 아래의 화학식 4A로 표시되고,

상기 제2 모노머는 상기 제1 모노머와 다르고,

상기 제3 모노머는 상기 제1 모노머 및 상기 제2 모노머와 다르고,

상기 제4 모노머는 상기 제1 모노머, 상기 제2 모노머, 및 상기 제3 모노머와 다르고,

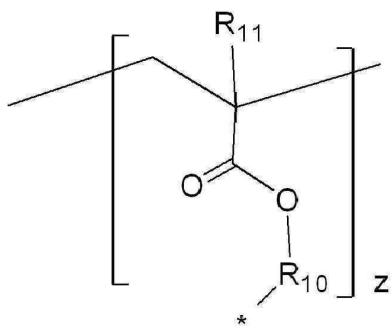
상기 제2 중합 단위의 반복 단위 개수는 상기 제1 중합 단위의 반복 단위 개수와 독립적이고,

상기 무기 에어로겔은 아래의 화학식 A로 표시되는 무기 에어로겔 전구체로부터 유래되고,

상기 무기 에어로겔은 상기 유기 에어로겔에 의해 둘러싸이며,

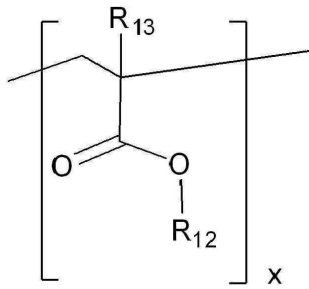
상기 무기 에어로겔의 보이드의 평균 직경은 상기 유기 에어로겔의 상기 보이드의 평균 직경보다 작은 에어로겔.

[화학식 1]



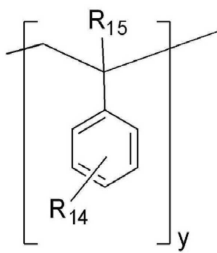
상기 화학식 1에서,  $R_{10}$ 은 탄소수 1 내지 5의 치환 또는 비치환된 2가 알킬기를 포함하고,  $R_{11}$ 은 수소, 중수소, 또는 탄소수 1 내지 3의 알킬기이고, \*는 상기 제1 중합 단위에 화학적으로 결합된 상기 무기 에어로겔의 실리콘(Si)과 결합하는 부분이고,  $z$ 는 10 내지 1000000 사이의 정수이고,

[화학식 2]



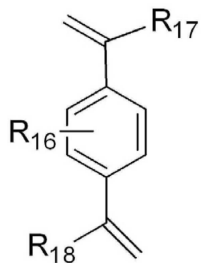
상기 화학식 2에서, R<sub>12</sub>은 탄소수 5 내지 10의 선형 또는 가지 달린 알킬기이고, R<sub>13</sub>은 수소, 중수소, 또는 탄소수 1 내지 3의 알킬기이고, x는 10 내지 1000000 사이의 정수이고,

[화학식 3]



화학식 3에서, R<sub>14</sub> 및 R<sub>15</sub>는 각각 독립적으로 수소, 중수소, 또는 탄소수 1 내지 3의 알킬기이고, y는 10 내지 1000000 사이의 정수이고,

[화학식 4A]



화학식 4A에서, R<sub>16</sub>, R<sub>17</sub>, 및 R<sub>18</sub>은 각각 독립적으로 수소, 중수소, 또는 탄소수 1 내지 3의 알킬기이고,

[화학식 A]



화학식 A에서 R<sub>1</sub> 및 R<sub>2</sub>는 각각 독립적으로 탄소수 1 내지 3 사이의 알킬기이고, a는 1, 2, 또는 3이다.

## 청구항 2

제 1항에 있어서,

상기 무기 에어로겔은 상기 제1 중합 단위와 공유 결합에 의해 연결된 에어로겔.

## 청구항 3

제 2항에 있어서,

상기 공유 결합은 상기 제1 중합 단위에 포함된 탄소와 상기 무기 에어로겔의 실리콘 사이에 제공된 에어로겔.

#### 청구항 4

삭제

#### 청구항 5

삭제

#### 청구항 6

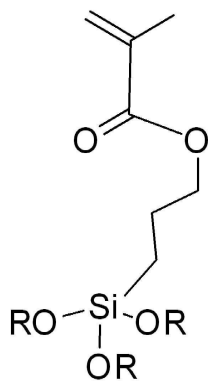
삭제

#### 청구항 7

제 1항에 있어서,

상기 제1 모노머는 아래의 화학식 1A로 표시되는 에어로겔.

[화학식 1A]



화학식 1A에서 R은 탄소수 1 내지 5의 알킬기이다.

#### 청구항 8

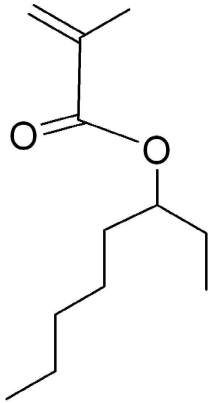
삭제

#### 청구항 9

제 1항에 있어서,

상기 제2 모노머는 아래의 화학식 2A로 표시되는 에어로겔.

[화학식 2A]



#### 청구항 10

제 1항에 있어서,

상기 제3 모노머는 탄소수 8 내지 12의 치환 또는 비치환된 방향족 화합물을 포함하는 에어로겔.

#### 청구항 11

삭제

#### 청구항 12

제 10항에 있어서,

상기 제3 모노머는 스티렌인 에어로겔.

#### 청구항 13

제 1항에 있어서,

상기 제4 모노머는 탄소수 10 내지 14의 치환 또는 비치환된 방향족 화합물을 포함하는 에어로겔.

#### 청구항 14

삭제

#### 청구항 15

제 1항에 있어서,

상기 무기 에어로겔은 Methyltrimethoxysilane으로부터 유래된 에어로겔.

#### 청구항 16

제 1항에 있어서,

100 m<sup>2</sup>/g 내지 1000 m<sup>2</sup>/g의 비표면적을 갖는 에어로겔.

## 청구항 17

제 1항에 있어서,

130도 내지 180도의 접촉각을 갖는 에어로겔.

## 발명의 설명

### 기술 분야

[0001] 본 발명은 에어로겔에 관한 것으로, 구체적으로 유기 에어로겔 및 무기 에어로겔이 결합된 유기-무기 하이브리드 에어로겔에 관한 것이다.

### 배경 기술

[0002] 나노기공 구조체(nanoporous structure)는 다량의 기공들이 분포된 3차원 네트워크 구조를 갖고, 높은 기공률로 인하여 큰 비표면적과 낮은 열전도도를 가질 수 있다. 또한, 다량의 기공들로 인하여 낮은 유전상수 및 낮은 굴절률 특성을 나타낼 수 있다. 따라서, 나노기공 구조체는 단열(초단열) 소재, 방음 재료, 촉매 재료, 슈퍼커패시터 재료, 전극 재료 등 많은 분야에 유용하게 응용될 수 있다. 나노 기공 구조체로 에어로겔이 사용되고 있다.

[0003] 그러나, 무기 에어로겔은 낮은 기계적 강도를 갖는 문제가 제기되었다. 유기 에어로겔은 낮은 녹는 점을 갖는 문제가 제기되었다. 따라서, 에어로겔은 우수한 물성과 다양한 응용 가능성에도 불구하고, 아직까지 그 활용이 매우 미비한 상황이다.

## 발명의 내용

### 해결하려는 과제

[0004] 본 발명이 해결하고자 하는 과제는 우수한 특성을 갖는 에어로겔을 제공하는데 있다.

[0005] 본 발명이 해결하고자 하는 과제는 이상에서 언급한 과제들에 제한되지 않으며, 언급되지 않은 또 다른 과제들은 아래의 기재로부터 당업자에게 명확하게 이해될 수 있을 것이다.

### 과제의 해결 수단

[0006] 본 발명은 에어로겔에 관한 것이다. 본 발명의 개념에 따르면, 에어로겔은 알콕시 실릴 그룹을 포함하는 제1 모노머로부터 유래된 제1 중합 단위; 제2 모노머로부터 유래된 제2 중합 단위; 및 상기 제1 중합 단위에 화학적으로 결합된 무기 에어로겔을 포함할 수 있다.

[0007] 실시예들에 따르면, 상기 제1 중합 단위 및 상기 무기 에어로겔의 결합은 공유 결합일 수 있다.

[0008] 실시예들에 따르면, 상기 공유 결합은 상기 유기 에어로겔의 탄소와 상기 무기 에어로겔의 실리콘 사이에 제공될 수 있다.

[0009] 실시예들에 따르면, 상기 무기 에어로겔은 무기 에어로겔 전구체로부터 유래되고, 상기 무기 에어로겔 전구체는 탄소수 4 내지 12의 알킬 알콕시 실란 화합물을 포함할 수 있다.

[0010] 실시예들에 따르면, 상기 무기 에어로겔 전구체는 아래의 화학식 A로 표시될 수 있다.

[0011] [화학식 A]

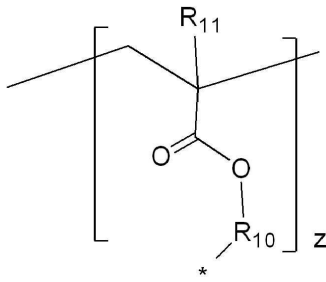


[0012]

[0013] 화학식 A에서  $R_1$  및  $R_2$ 는 각각 독립적으로 탄소수 1 내지 3 사이의 정수이고,  $a$ 는 1, 2, 또는 3이다.

[0014] 실시예들에 따르면, 상기 제1 중합 단위는 아래의 화학식 1로 표시될 수 있다.

[0015] [화학식 1]

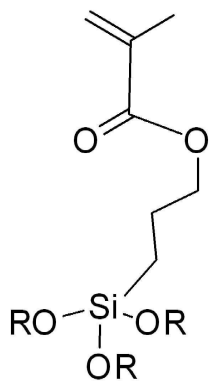


[0016]

[0017] 상기 화학식 1에서, R<sub>10</sub>은 탄소수 1 내지 5의 치환 또는 비치환된 2가 알킬기이고, R<sub>11</sub>은 수소, 중수소, 또는 탄소수 1 내지 3의 알킬기이고, \*는 상기 무기 에어로겔의 실리콘(Si)과 결합하는 부분이고, z는 10 내지 1000000 사이의 정수이다.

[0018] 실시예들에 따르면, 상기 제1 모노머는 아래의 화학식 1A로 표시될 수 있다.

[0019] [화학식 1A]

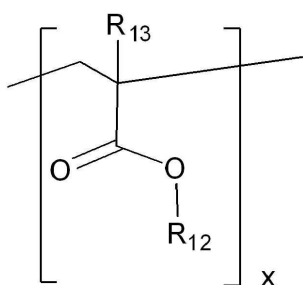


[0020]

[0021] 화학식 1A에서 R은 탄소수 1 내지 5의 알킬기이다.

[0022] 실시예들에 따르면, 상기 제2 중합 단위는 아래의 화학식 2로 표시될 수 있다.

[0023] [화학식 2]



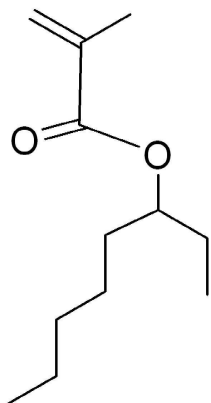
[0024]

[0025] 상기 화학식 2에서, R<sub>12</sub>은 탄소수 5 내지 10의 선형 또는 가지 달린 알킬기이고, R<sub>13</sub>은 수소, 중수소, 또는 탄소수 1 내지 3의 알킬기이고, x는 10 내지 1000000 사이의 정수이다.

[0026] 실시예들에 따르면, 상기 제2 모노머는 아래의 화학식 2A로 표시될 수 있다.



[0027] [화학식 2A]

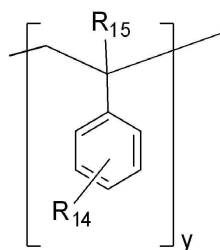


[0028]

[0029] 실시예들에 따르면, 제3 모노머로부터 유래된 제3 중합 단위를 더 포함하되, 상기 제3 모노머는 탄소수 8 내지 12의 치환 또는 비치환된 방향족 화합물을 포함할 수 있다.

[0030] 실시예들에 따르면, 상기 제3 중합 단위는 화학식 3으로 표시될 수 있다.

[0031] [화학식 3]



[0032]

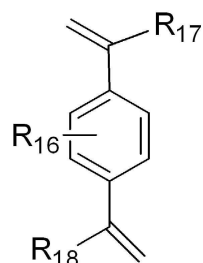
[0033] 화학식 3에서, R<sub>14</sub> 및 R<sub>15</sub>는 각각 독립적으로 수소, 중수소, 또는 탄소수 1 내지 3의 알킬기이고, y는 10 내지 1000000 사이의 정수일 수 있다.

[0034] 실시예들에 따르면, 상기 제3 모노머는 스티렌일 수 있다.

[0035] 실시예들에 따르면, 제4 모노머로부터 유래된 제4 중합 단위를 더 포함하되, 상기 제4 모노머는 탄소수 10 내지 14의 치환 또는 비치환된 방향족 화합물을 포함할 수 있다.

[0036] 실시예들에 따르면, 상기 제4 모노머는 아래의 화학식 4A로 표시될 수 있다.

[0037] [화학식 4A]



[0038]

[0039] 화학식 4A에서, R<sub>16</sub>, R<sub>17</sub>, 및 R<sub>18</sub>은 각각 독립적으로 수소, 중수소, 또는 탄소수 1 내지 3의 알킬기이다.

[0040] 실시예들에 따르면, 상기 무기 에어로겔은 Methyltrimethoxysilane으로부터 유래될 수 있다.

[0041] 실시예들에 따르면, 상기 에어로겔은 100 m<sup>2</sup>/g 내지 1000 m<sup>2</sup>/g의 비표면적을 가질 수 있다.

### 발명의 효과

[0042] 본 발명에 따르면, 하이브리드 에어로겔은 무기 에어로겔 및 유기 에어로겔을 포함할 수 있다. 무기 에어로겔은

화학적 결합에 의해 유기 에어로겔과 연결될 수 있다. 하이브리드 에어로겔은 낮은 열전도율, 소수성, 큰 비표면적, 우수한 기계적 강도, 및 우수한 유연성을 가질 수 있다.

### 도면의 간단한 설명

[0043] 도 1은 실시예들에 따른 에어로겔을 모식적으로 나타낸 도면이다.

도 2는 일 실시예에 따른 에어로겔의 화학 구조를 나타낸 도면이다.

도 3a는 비교예, 실험예 1, 실험예 2, 실험예 3, 실험예 4, 및 실험예 5의 중간 생성물의 적외선 분광(Fourier-transform infrared) 스펙트럼 분석 결과이다.

도 3b는 비교예, 실험예 1, 실험예 2, 실험예 3, 실험예 4, 및 실험예 5의 최종 생성물의 적외선 분광 스펙트럼 분석 결과이다.

### 발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0044] 본 발명의 구성 및 효과를 충분히 이해하기 위하여, 첨부한 도면을 참조하여 본 발명의 바람직한 실시예들을 설명한다. 그러나 본 발명은, 이하에서 개시되는 실시예들에 한정되는 것이 아니라, 여러 가지 형태로 구현될 수 있고 다양한 변경을 가할 수 있다. 단지, 본 실시예들의 설명을 통해 본 발명의 개시가 완전하도록 하며, 본 발명이 속하는 기술 분야의 통상의 지식을 가진 자에게 발명의 범주를 완전하게 알려주기 위하여 제공되는 것이다. 당해 기술분야에서 통상의 기술을 가진 자는 본 발명의 개념이 어떤 적합한 환경에서 수행될 수 있다는 것을 이해할 것이다.

[0045] 본 명세서에서 사용된 용어는 실시예들을 설명하기 위한 것이며 본 발명을 제한하고자 하는 것은 아니다. 본 명세서에서, 단수형은 문구에서 특별히 언급하지 않는 한 복수형도 포함한다. 명세서에서 사용되는 ‘포함한다(comprises)’ 및/또는 ‘포함하는(comprising)’은 언급된 물질, 구성요소, 단계, 동작 및/또는 소자는 하나 이상의 다른 물질, 구성요소, 단계, 동작 및/또는 소자의 존재 또는 추가를 배제하지 않는다.

[0046] 본 명세서에서, 알킬기는 선형 알킬기, 가지 달린 알킬기, 또는 고리형 알킬기일 수 있다. 알킬기의 탄소수는 특별히 한정되지 않으나, 탄소수 1 내지 15의 알킬기일 수 있다. 알킬기의 예로는 메틸기, 에틸기, 및 프로필기 등을 들 수 있으나, 이들에 한정되지 않는다.

[0047] 본 명세서에서, 할로겐의 예로 플루오린(F), 염소(Cl), 브롬(Br), 및 아이오딘(I) 등을 들 수 있으나, 이에 한정되지 않는다.

[0048] 본 명세서에서, “치환 또는 비치환된”은 수소원자, 중수소 원자, 할로겐 원자, 에테르기, 할로젠화 알킬기, 할로젠화 알콕시기, 할로젠화 에테르기, 알킬기, 및 탄화수소 고리기로 이루어진 군에서 선택되는 1개 이상의 치환기로 치환 또는 비치환된 것을 의미할 수 있다. 또한, 상기 예시된 치환기 각각은 치환 또는 비치환된 것일 수 있다. 예를 들어, 알킬 에테르기는 에테르기로 해석될 수 있다.

[0049] 본 명세서의 화학식에서 별도의 정의가 없는 한, 화학결합이 그려져야 하는 위치에 화학결합이 그려져 있지 않은 경우는 상기 위치에 수소 원자가 결합되어 있음을 의미할 수 있다.

[0050] 본 명세서에서, 전문에 걸쳐 동일한 참조 부호는 동일한 구성 요소를 지칭할 수 있다.

[0052] 이하, 본 발명의 개념에 따른 **에어로겔**을 설명한다.

[0053] 도 1은 실시예들에 따른 에어로겔을 모식적으로 나타낸 도면이다. 도 2는 일 예에 따른 에어로겔의 화학 구조를 나타낸 도면이다.

[0054] 도 1 및 도 2를 참조하면, 에어로겔은 하이브리드 에어로겔(1)일 수 있다. 하이브리드 에어로겔(1)은 무기 에어로겔(100) 및 유기 에어로겔(200)을 포함할 수 있다. 무기 에어로겔(100)은 유기 에어로겔(200)에 화학적 결합(150)에 의해 연결될 수 있다. 상기 유기 에어로겔(200)과 무기 에어로겔(100) 사이의 화학적 결합(150)은 예를 들어, 공유 결합일 수 있다. 일 예로, 상기 유기 에어로겔(200)과 무기 에어로겔(100) 사이의 화학적 결합(150)은 유기 에어로겔(200)의 탄소(C)와 무기 에어로겔(100)의 실리콘(Si) 사이에 형성될 수 있다. 공유 결합은 강한 결합력을 가질 수 있다. 이에 따라, 유기 에어로겔(200)은 무기 에어로겔(100)에 견고하게 결합할 수 있다.

[0055] 하이브리드 에어로겔(1)이 화학적 결합(150)에 의해 연결된 무기 에어로겔(100) 및 유기 에어로겔(200)을 포함

하므로, 하이브리드 에어로겔(1)은 낮은 밀도, 낮은 열전도율, 소수성, 및 높은 유연성을 가질 수 있다.

[0056] 하이브리드 에어로겔(1)의 소수성 및 높은 공극율(porosity)을 가질 수 있다. 하이브리드 에어로겔(1)은 130도 내지 180도의 접촉각을 갖는다. 본 명세서에서, 별도의 언급이 없는 한, 접촉각은 물과의 접촉각(water contact angle)을 의미할 수 있다. 일 실시예에 따르면, 하이브리드 에어로겔(1)은 초소수성(super hydrophobicity)을 나타낼 수 있다. 초소수성은 접촉각이 150도 이상 인 것을 의미할 수 있다. 예를 들어, 하이브리드 에어로겔(1)은 150도 내지 180도의 접촉각을 가질 수 있다. 이에 따라, 하이브리드 에어로겔(1)은 소수성 물질을 흡수할 수 있다. 예를 들어, 하이브리드 에어로겔(1)은 향상된 오일 흡수 특성을 나타낼 수 있다.

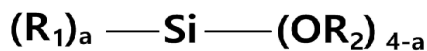
[0057] 실시예들에 따르면, 하이브리드 에어로겔(1)은 우수한 유연성을 가져, 상기 오일을 흡수한 하이브리드 에어로겔(1)에 압력을 가하면, 상기 하이브리드 에어로겔(1)은 오일을 방출할 수 있다. 하이브리드 에어로겔(1)은 우수한 기계적 강도를 가질 수 있다. 예를 들어, 강한 압력이 하이브리드 에어로겔(1)에 인가된 후, 상기 압력이 제거되면, 하이브리드 에어로겔(1)은 원래의 형상을 빠르게 회복할 수 있다. 상기 원래의 형상은 압력이 인가되기 이전의 형상을 의미할 수 있다. 따라서, 상기 하이브리드 에어로겔(1)은 오일 흡수에 반복하여 재사용될 수 있다.

[0058] 실시예들에 따르면, 하이브리드 에어로겔(1)은 낮은 열전도율을 가져, 단열 특성을 나타낼 수 있다. 하이브리드 에어로겔(1)은 가벼울 수 있다. 이에 따라, 하이브리드 에어로겔(1)은 건축용 단열재 등에 용이하게 적용할 수 있다.

[0059] 이하, 실시예들에 따른 하이브리드 에어로겔(1)의 화학적 구조에 대해서 설명한다.

[0060] 무기 에어로겔(100)은 무기 에어로겔 전구체로부터 유래될 수 있다. 무기 에어로겔 전구체는 모노머일 수 있다. 상기 무기 에어로겔 전구체는 알킬 알콕시 실란 화합물을 포함할 수 있다. 상기 알킬 알콕시 실란 화합물의 총 탄소수는 4 내지 12일 수 있다. 예를 들어, 무기 에어로겔(100)은 아래의 화학식 A로 표시될 수 있다.

[0061] [화학식 A]

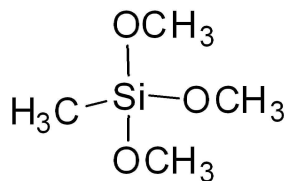


[0062]

[0063] 화학식 A에서  $R_1$  및  $R_2$ 는 각각 독립적으로 탄소수 1 내지 3의 알킬기이고,  $a$ 는 1, 2, 또는 3이다.

[0064] 무기 에어로겔(100)은 전구체는 예를 들어, 아래의 화학식 A1로 표시될 수 있다. 화학식 A1로 표시되는 무기 에어로겔 전구체는 methyltrimethoxysilane(이하, MTMS)일 수 있다.

[0065] [화학식 A1]

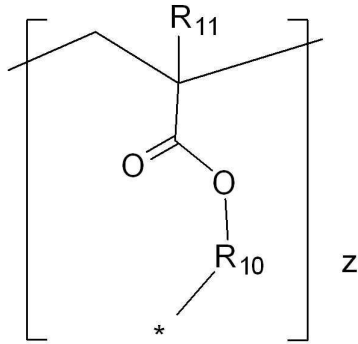


[0066]

[0068] 무기 에어로겔 전구체는 복수 개로 준비되고, 상기 무기 에어로겔 전구체들의 반응(예를 들어, 실라놀 축합 반응)에 의해 무기 에어로겔(100)이 합성될 수 있다. 화학식 A로 표시되는 무기 에어로겔 전구체의 알콕시기( $OR_2$ )는 상기 반응에 참여할 수 있다. 화학식 A로 표시되는 무기 에어로겔 전구체의 알킬기( $R_1$ )는 상기 반응에 참여하지 않을 수 있다. 이에 따라, 합성된 무기 에어로겔(100)은 실리콘 원소에 결합된 알킬기( $R_1$ )를 포함할 수 있다. 무기 에어로겔(100)이 알킬기( $R_1$ )를 포함하여, 소수성을 나타낼 수 있다.

[0070] 유기 에어로겔(200)은 제1 중합 단위, 제2 중합 단위, 제3 중합 단위, 및 제4 중합 단위를 포함할 수 있다. 제1 중합 단위, 제2 중합 단위, 제3 중합 단위, 및 제4 중합 단위 중 적어도 2개는 서로 공유 결합에 의해 연결될 수 있다. 제1 중합 단위는 아래의 화학식 1로 표시될 수 있다.

[0071] [화학식 1]

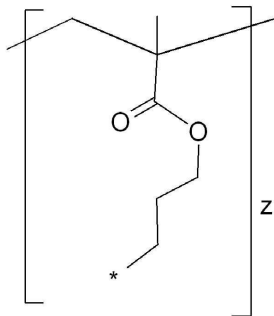


[0072]

[0073] 화학식 1에서, R<sub>10</sub>은 탄소수 1 내지 5의 치환 또는 비치환된 2가 알킬기이고, R<sub>11</sub>은 수소, 중수소, 또는 탄소수 1 내지 3의 알킬기일 수 있고, \*는 무기 에어로겔(100)의 실리콘과 결합하는 부분이고, z는 10 내지 1000000 사이의 정수일 수 있다.

[0075] 화학식 1로 표시되는 물질은 예를 들어, 아래의 화학식 1-1로 표시될 수 있다.

[0076] [화학식 1-1]

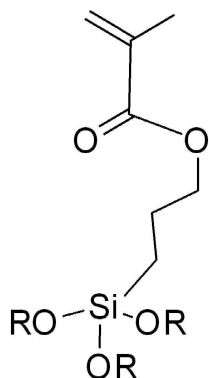


[0077]

[0078] 화학식 1-1에서, z는 10 내지 1000000 사이의 정수이고, \*는 무기 에어로겔(100)의 실리콘과 결합하는 부분일 수 있다.

[0080] 제1 중합 단위는 유기 에어로겔(200)과 무기 에어로겔(100)을 연결하는 역할을 할 수 있다. 제1 중합 단위는 계면 반응 물질일 수 있다. 제1 중합 단위는 제1 모노머로부터 유래될 수 있다. 제1 모노머는 제1 유기 에어로겔 전구체일 수 있다. 제1 모노머는 알콕시 실릴(alkoxy silyl) 그룹을 포함할 수 있다. 제1 모노머의 알콕시 실릴 그룹은 무기 에어로겔 전구체와 반응할 수 있다. 제1 모노머는 예를 들어, 아크릴레이트 작용기를 포함할 수 있다. 제1 모노머의 아크릴레이트 작용기에서 중합 반응이 일어날 수 있다. 예를 들어, 제1 모노머의 아크릴레이트 작용기는 제1 모노머, 후술할 제2 모노머, 제3 모노머, 및 제4 모노머 중에서 적어도 하나와 중합 반응할 수 있다. 상기 중합 반응은 라디칼 중합 반응일 수 있다. 제1 모노머는 예를 들어, 아래의 화학식 1A로 표시될 수 있다.

[0081] [화학식 1A]



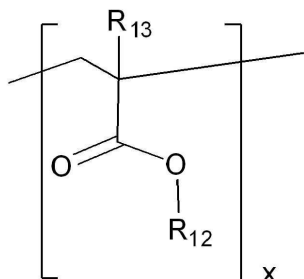
[0082]

[0084] 화학식 1A에서 R은 탄소수 1 내지 5의 알킬기일 수 있다.

[0085] 화학식 1A에서, 일 예로, R은 메틸기 일 수 있다. 즉, 화학식 1A로 표시되는 물질은 3-(trimethoxysilyl)propyl methacrylate(이하, TPM)일 수 있다.

[0087] 제2 중합 단위는 제1 중합 단위와 다른 구조를 가질 수 있다. 제2 중합 단위는 아래의 화학식 2로 표시될 수 있다.

[0088] [화학식 2]

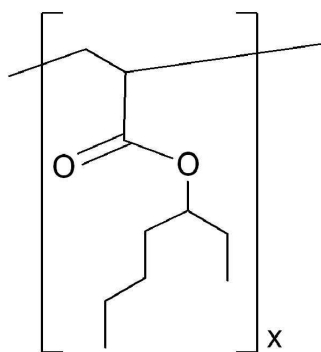


[0089]

[0090] 상기 화학식 2에서, R<sub>12</sub>은 탄소수 5 내지 10의 선형 또는 가지 달린 알킬기이고, R<sub>13</sub>은 수소, 중수소, 또는 탄소수 1 내지 3의 알킬기이고, x는 10 내지 1000000 사이의 정수일 수 있다.

[0091] 제2 중합 단위는 예를 들어, 아래의 화학식 2-1로 표시될 수 있다.

[0092] [화학식 2-1]

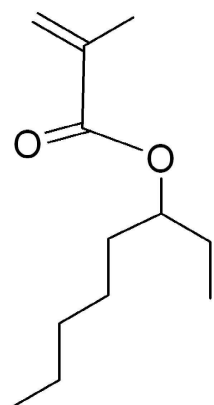


[0093]

[0094] 상기 화학식 2-1 에서, x는 10 내지 1000000 사이의 정수일 수 있다.

[0096] 제2 중합 단위는 제2 모노머로부터 유래될 수 있다. 제2 모노머는 제2 유기 에어로겔 전구체일 수 있다. 제2 모노머는 아래의 화학식 2A로 표시될 수 있다. 화학식 2A로 표시되는 제2 모노머는 2ethylhexyl acrylate (이하, EHA)일 수 있다.

[0097] [화학식 2A]



[0098]

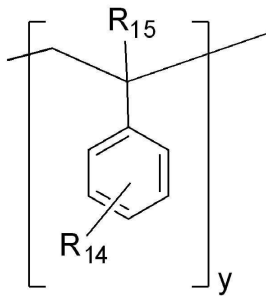
[0099] 제2 모노머는 비교적 낮은 유리 전이 온도를 가질 수 있다. 예를 들어, 제2 모노머는 대략 -70℃ 내지 -30℃ 의

유리 전이 온도를 가질 수 있다. 실시예들에 따른 하이브리드 에어로겔(1)이 제2 모노머로부터 유래된 제2 중합 단위를 포함하므로, 비교적 낮은 유리 전이 온도를 가질 수 있다. 이에 따라, 하이브리드 에어로겔(1)이 유연(flexible)할 수 있다.

[0101] 제3 중합 단위는 탄소수 8 내지 12개의 치환 또는 비치환된 방향족 고리 화합물을 포함할 수 있다. 제3 중합 단위가 방향족 고리 화합물을 포함하므로, 비교적 안정할 수 있다. 하이브리드 에어로겔(1)이 제3 중합 단위를 포함하여, 높은 기계적 강도를 가질 수 있다.

[0102] 제3 중합 단위는 아래의 화학식 3으로 표시될 수 있다.

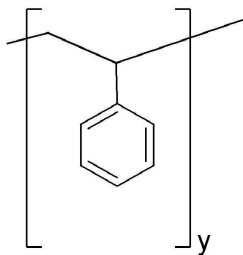
[0103] [화학식 3]



[0104] 화학식 3에서, R<sub>14</sub> 및 R<sub>15</sub>는 각각 독립적으로 수소, 중수소, 또는 탄소수 1 내지 3의 알킬기이고, y는 10 내지 1000000 사이의 정수일 수 있다.

[0106] 제2 중합 단위는 예를 들어, 아래의 화학식 3-1로 표시될 수 있다.

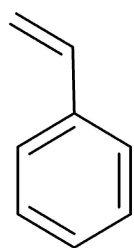
[0107] [화학식 3-1]



[0108] 화학식 3-1에서, y는 10 내지 1000000 사이의 정수일 수 있다.

[0111] 제3 중합 단위는 제3 모노머로부터 유래될 수 있다. 제3 모노머는 제3 유기 에어로겔 전구체일 수 있다. 제3 모노머는 아래의 화학식 3A로 표시될 수 있다. 화학식 3A로 표시되는 제3 모노머는 Styrene일 수 있다.

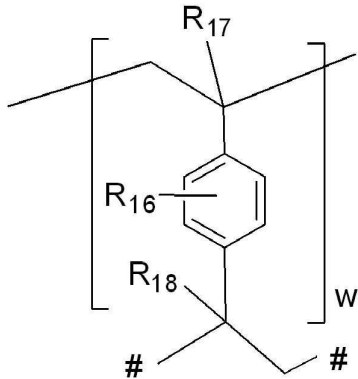
[0112] [화학식 3A]



[0113]

[0115] 제4 중합 단위는 탄소수 10 내지 14개의 치환된 방향족 고리 화합물을 포함할 수 있다. 제4 중합 단위가 방향족 고리 화합물을 포함하므로, 비교적 안정할 수 있다. 하이브리드 에어로겔(1)은 제4 중합 단위를 포함하여, 높은 기계적 강도를 가질 수 있다. 제4 중합 단위는 아래의 화학식 4으로 표시될 수 있다.

[0116] [화학식 4]



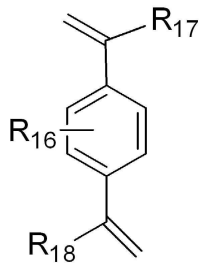
[0117]

[0118] 화학식 4에서, R<sub>16</sub>, R<sub>17</sub>, 및 R<sub>18</sub>은 각각 독립적으로 수소, 중수소, 또는 탄소수 1 내지 3의 알킬기이고, w는 10 내지 1000000 사이의 정수이고, #는 제1 중합 단위 내지 제4 중합 단위 중 어느 하나의 결합된 부분일 수 있다.

[0120]

제4 중합 단위는 제4 모노머로부터 유래될 수 있다. 제4 모노머는 제4 유기 에어로겔 전구체일 수 있다. 제4 모노머는 탄소수 10 내지 14의 치환 또는 비치환된 방향족 화합물을 포함할 수 있다. 일 예로, 제4 모노머는 Divinyl기로 치환된 방향족 화합물로, 총 탄소수는 10 내지 14일 수 있다. 제4 모노머는 아래의 화학식 4A로 표시되는 화합물을 포함할 수 있다.

[0121] [화학식 4A]



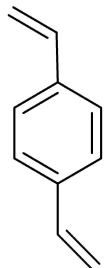
[0122]

[0123] 화학식 4A에서, R<sub>16</sub>, R<sub>17</sub>, 및 R<sub>18</sub>은 각각 독립적으로 수소, 중수소, 또는 탄소수 1 내지 3의 알킬기이다.

[0125]

화학식 4A로 표시되는 제4 모노머는 아래의 화학식 4B로 표시되는 화합물을 포함할 수 있다. 화학식 4B로 표시되는 화합물은 Divinylbenzene(이하, DVB)일 수 있다.

[0126] [화학식 4B]



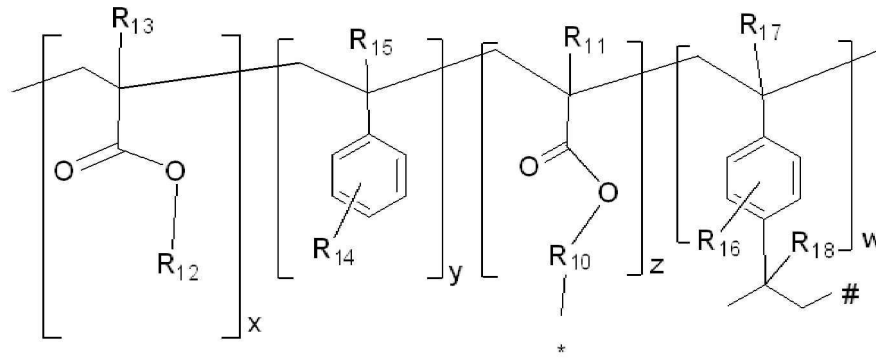
[0127]

[0129] 제4 모노머가 Divinyl를 포함하므로, 제4 모노머는 서로 다른 두 개의 다른 모노머들과 중합 반응할 수 있다. 상기 서로 다른 두 개의 모노머들은 제1 내지 제4 모노머들 중에서 어느 2개일 수 있다. 이에 따라, 제4 중합 단위는 가교 결합제로 기능할 수 있다.

[0131]

유기 에어로겔(200)은 아래의 화학식 5로 표시될 수 있다.

[0132] [화학식 5]



[0133]

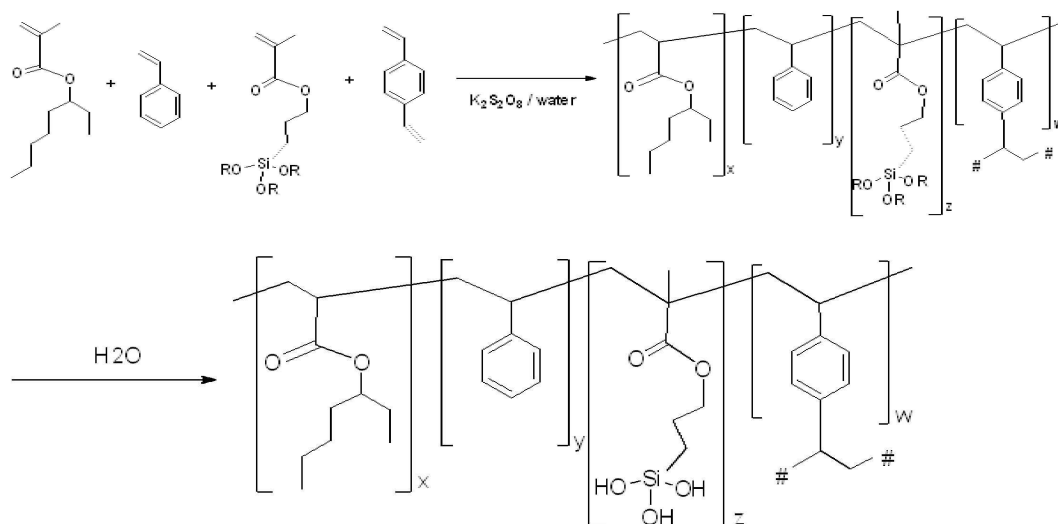
[0134] 화학식 5에서, R<sub>10</sub>은 탄소수 1 내지 5의 치환 또는 비치환된 2가 알킬기이고, R<sub>11</sub>은 수소, 중수소, 또는 탄소수 1 내지 3의 알킬기이고, R<sub>12</sub>는 탄소수 5 내지 10의 선형 또는 가지 달린 알킬기이고, R<sub>13</sub>, R<sub>14</sub>, R<sub>15</sub>, R<sub>16</sub>, R<sub>17</sub>, 및 R<sub>18</sub>은 각각 독립적으로 수소, 중수소, 또는 탄소수 1 내지 3의 알킬기이고, x, y, z, 및 w는 각각 독립적으로 10 내지 1000000 사이의 정수이고, \*는 무기 에어로겔(100)의 실리콘과 결합하는 부분이고, #는 제1 중합 단위 내지 제4 중합 단위 중 어느 하나와 결합된 부분일 수 있다.

[0135] 유기 에어로겔(200)은 보이드를 가지고, 상기 보이드들 내에 무기 에어로겔(100)이 제공될 수 있다. 무기 에어로겔(100)의 보이드의 평균 크기는 유기 에어로겔(200)의 보이드의 평균 크기보다 작을 수 있다. 예를 들어, 무기 에어로겔(100)의 보이드의 평균 직경은 유기 에어로겔(200)의 보이드의 평균 직경보다 작을 수 있다. 유기 에어로겔(200)의 보이드는 마크로보이드(macrovvoid)일 수 있고, 무기 에어로겔(100)은 마이크로포러스(microporous)할 수 있다.

[0137] 이하, 실시예들에 다른 하이브리드 에어로겔(1)의 제조 방법에 대하여 설명한다.

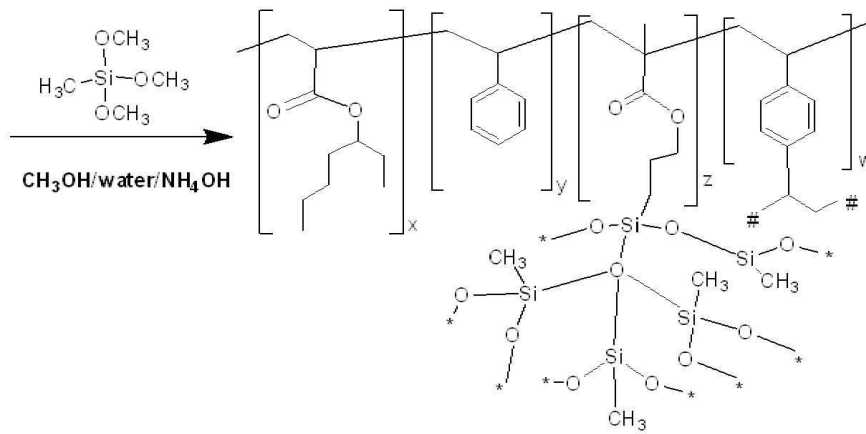
[0138] 하이브리드 에어로겔(1)의 제조는 아래의 반응식 1과 같이 진행될 수 있다. 반응식 1은 졸-겔 공정에 의해 진행될 수 있다.

[0139] [반응식 1]



[0141]





[0143]

[0145]

반응식 1에서 R은 탄소수 1 내지 5의 알킬기이고, x, y, z, 및 w는 각각 독립적으로 10 내지 1000000 사이의 정수이고, \*는 실리콘과 결합하는 부분이다.

[0147]

무기 에어로겔(100)이 제조된 후, 상기 무기 에어로겔(100) 상에 유기 물질을 사용한 표면 처리 공정이 수행되는 경우, 무기 에어로겔(100) 및 유기 물질 사이의 상호 작용은 약할 수 있다. 무기 에어로겔(100)은 유기 물질과 화학적으로 결합하지 않을 수 있다. 또한, 상기 유기 물질이 무기 에어로겔(100) 내에 균일하게 분산되기 어려울 수 있다.

[0148]

실시예들에 따르면, 하이브리드 에어로겔(1)은 무기 에어로겔 전구체, 제1 모노머, 제2 모노머, 제3 모노머, 및 제4 모노머를 사용하여 인 시츄(in-situ) 공정에 의해 제조될 수 있다. 이에 따라, 하이브리드 에어로겔(1)의 제조 공정이 간소화될 수 있다.

[0149]

제1 중합 단위는 유기 에어로겔(200) 및 무기 에어로겔(100)의 연결 매개체로 기능할 수 있다. 예를 들어, 앞서 화학식 1A로 표시되는 제1 모노머의 알콕시 실라놀기(SiOR)는 화학식 A으로 표시되는 무기 에어로겔 전구체의 알콕시 실라놀기(Si-OR<sub>2</sub>)와 반응할 수 있다. 상기 반응에 의해 -Si-O-Si- 결합이 형성되고, 무기 에어로겔(100)이 유기 에어로겔(200)과 화학적으로 결합할 수 있다. 구체적으로, 유기 에어로겔(200)은 백 본(back bone) 및 상기 백 본에 연결된 실라놀 작용기를 포함할 수 있다. 무기 에어로겔 전구체는 유기 에어로겔(200)의 실라놀 작용기에 화학적으로 결합할 수 있다.

[0151]

이하, 본 발명의 실험예들을 참조하여, 하이브리드 에어로겔의 제조 및 그 특성 평가를 설명한다.

[0152]

## 1. 에어로겔의 제조

[0153]

아래의 표 1과 같은 비율로 TPM, EHA, styrene, 및 DVB를 포함하는 혼합물을 준비한다. 상기 혼합물의 중합 반응을 진행한다. 이 때, sorbitanmono-oleate(Span80)를 안정화제로 사용한다. 중합 반응이 완료되면, 상기 혼합물에 MTMS를 첨가하여, 졸겔 반응을 진행한다. 이에 따라, 에어로겔을 얻었다. 중합 반응 및 졸겔 반응은 앞서 설명한 반응식 1과 같이 진행된다.

[0154]

MTMS, DVB, styrene, 2-ethylhexyl acrylate (EHA), 3-(trimethoxysilyl)propyl methacrylate (TPM), 및 sorbitanmono-oleate(Span80), 및 potassium persulfate는 Sigma사로부터 입수했다.

[0156]

표 1은 비교예, 실험예 1, 실험예 2, 실험예 3, 실험예 4, 및 실험예 5의 에어로겔 제조에 사용된 반응물의 종류 및 질량을 나타낸다.

[0157]

표 1

[0158]

	반응물의 종류 및 질량			
	Stylene (g)	DVB (g)	EHA (g)	TPM (g)
비교예	1.0	1.25	3.54	0
실험예 1, TPM1	1.0	1.45	3.54	1.19
실험예 2, TPM2	1.0	1.66	3.54	2.38
실험예 3, TPM3	1.0	1.87	3.54	3.57
실험예 4, TPM4	1.0	2.08	3.54	4.76

실험예 5, TPM5	1.0	2.50	3.54	7.15
DVB: divinylbenzene				
EHA: 2-ethylhexyl acrylate				
TPM: 3-(trimethoxysilyl)propyl methacrylate				

## [0160] 2. 제조된 에어로겔의 분석

[0161] 도 3a는 비교예, 실험예 1, 실험예 2, 실험예 3, 실험예 4, 및 실험예 5의 중간 생성물의 적외선 분광(Fourier-transform infrared(이하, FT-IR)) 스펙트럼 분석 결과를 나타낸다. 중간 생성물은 TPM, EHA, styrene, 및 DVB를 사용한 중합 반응 후, methyltrimethoxysilane(MTMS)를 첨가하기 이전에 얻어진다. 도 3a에서 TPM0, TPM1, TPM2, TPM3, TPM4, TPM5는 각각 비교예, 실험예 1, 실험예 2, 실험예 3, 실험예 4, 및 실험예 5의 분석 결과들에 해당한다.

[0162] 도 3a를 참조하면, 실험예 5, 실험예 4, 실험예 3, 실험예 2, 실험예 1, 및 비교예의 순서로  $3450\text{ cm}^{-1}$  파장에서 피크 세기가 크다.  $3450\text{ cm}^{-1}$  파장에서 피크는 OH 결합에 해당할 수 있다. 에어로겔 내의 TPM의 함량이 증가할수록, 에어로겔 내의 OH 결합이 많아지는 것을 알 수 있다. 반응식 1을 참조하면, OH 결합은 TPM으로부터 유도된 중합 단위의 메톡시 실릴 그룹이 수화되어 생성된 것일 수 있다.

[0163]  $1080\text{ cm}^{-1}$  파장에서의 피크는 Si-O-Si 결합의 피크에 해당한다. 비교예는 Si-O-Si 결합을 갖지 않으나, 실험예 1, 실험예 2, 실험예 3, 실험예 4, 및 실험예 5의 하이브리드 에어로겔은 Si-O-Si 결합을 갖는 것을 알 수 있다.  $1155\text{ cm}^{-1}$  및  $1730\text{ cm}^{-1}$  파장에서의 피크는 카보닐기의 피크에 해당한다.  $2925\text{ cm}^{-1}$ 의 피크는 C-H 결합의 피크에 해당한다.

[0165] 도 3b는 비교예, 실험예 1, 실험예 2, 실험예 3, 실험예 4, 및 실험예 5의 최종 생성물의 적외선 분광 스펙트럼 분석 결과를 나타낸다. 최종 생성물은 MTMS를 첨가한 후 형성된다. 도 3b에서 TPM0, TPM1, TPM2, TPM3, TPM4, TPM5는 각각 비교예, 실험예 1, 실험예 2, 실험예 3, 실험예 4, 및 실험예 5의 분석 결과들에 해당한다.

[0166] 도 3b를 참조하면, 비교예는  $3450\text{ cm}^{-1}$  파장의 피크가 관찰되었으나, 실험예 1, 실험예 2, 실험예 3, 실험예 4, 및 실험예 5의 경우,  $3450\text{ cm}^{-1}$  파장의 피크가 관찰되지 않았다. 도 3a에 나타난 중간 생성물의 결과와 비교해볼 때, 실험예 1, 실험예 2, 실험예 3, 실험예 4, 및 실험예 5의 경우,  $3450\text{ cm}^{-1}$  파장의 피크가 사라진 것을 알 수 있다. 반응식 1을 참조하면, TPM으로부터 유도된 중합 단위에 형성된 OH 및 MTMS의 말단의 작용기(가 축합 반응하여, OH 결합이 사라진 것을 알 수 있다. MTMS의 말단의 작용기는 메톡시 실란( $-\text{Si}-\text{OCH}_3$ )과 같은 알콕시 실란기를 포함할 수 있다. 이에 따라, 무기 에어로겔이 유기 에어로겔과 공유 결합한 것을 알 수 있다.

[0167] 실험예 1, 실험예 2, 실험예 3, 실험예 4, 및 실험예 5의 경우, 도 3a의 중간 생성물의 결과와 비교했을 때, 도 3b에 도시된 최종 생성물은  $1080\text{ cm}^{-1}$ 에서 피크가 매우 강하게 관찰된다.  $1080\text{ cm}^{-1}$ 에서의 피크는 Si-O-Si 결합의 피크에 해당한다. 이로부터 제1 내지 제4 모노머들의 중합 반응에 의해 유기 에어로겔이 형성된 후, 수화된 MTMS 종이 겔화(gelation)되어, 무기 에어로겔을 형성된 것을 알 수 있다.

[0168] 비교예, 실험예 1, 실험예 2, 실험예 3, 실험예 4, 및 실험예 5의 순서로  $1450\text{ cm}^{-1}$  및  $2900\text{ cm}^{-1}$  파장의 피크 세기가 증가한다. 이로부터, TPM의 함량이 증가될수록, 하이브리드 에어로겔 내의 메틸기의 함량이 증가되는 것을 알 수 있다. 메틸기는 소수성일 수 있다. 즉, TPM의 함량이 증가될수록, 하이브리드 에어로겔의 소수성이 증가되는 것을 예상할 수 있다. 상기 메틸기는 도 2에서 OR<sub>1</sub>으로 표시되는 그룹에 해당할 수 있다.

## [0170] 3. 에어로겔의 특성 평가

### [0171] [물리적 특성 평가]

[0172] 표 2는 비교예, 실험예 1, 실험예 2, 실험예 3, 실험예 4, 및 실험예 5의 최종 생성물의 밀도, 열전도도, 점착각, 비표면적, 및 플렉서블 특성을 평가한 결과를 나타낸다.

표 2

	밀도 (g/cm <sup>3</sup> )	열전도도 (W/m · K)	물과 접촉각 (도)	BET 표면적 (m <sup>2</sup> /g)	플렉서블 특성
비교예	0.120	0.1084	0	12	매우 플렉서블
실험예 1	0.128	0.0450	160	115	플렉서블
실험예 2	0.130	0.0442	162	270	약간 플렉서블
실험예 3	0.136	0.0455	163	350	단단함
실험예 4	0.139	0.0471	163	401	모노리스(Monolith)가 형성되지 않음
실험예 5	0.142	0.0492	165	468	파우더 형태

[0174] 표 2를 참조하면, 실험예 1, 실험예 2, 실험예 3, 실험예 4, 및 실험예 5의 최종 생성물은 0.120g/cm<sup>3</sup> 이상, 구체적으로, 0.125g/cm<sup>3</sup> 내지 0.150 g/cm<sup>3</sup>의 밀도를 가진다. 상기 밀도 범위는 하이브리드 에어로겔의 밀도 범위에 해당한다. 따라서, 측정된 밀도 범위로부터 실험예 1, 실험예 2, 실험예 3, 실험예 4, 및 실험예 5의 최종 생성물이 하이브리드 에어로겔인 것을 확인할 수 있다.

[0175] 실험예 1, 실험예 2, 실험예 3, 실험예 4, 및 실험예 5의 하이브리드 에어로겔은 비교예 1의 에어로겔보다 작은 열 전도율을 가진다. 예를 들어, 실험예 1, 실험예 2, 실험예 3, 실험예 4, 및 실험예 5의 하이브리드 에어로겔은 0.0001 W/mK 내지 1.0000 W/m · K의 열전도율을 가진다. 실험예 1, 실험예 2, 실험예 3, 실험예 4, 및 실험예 5의 하이브리드 에어로겔은 높은 단열 특성을 나타낼 수 있다.

[0176] 실험예 1, 실험예 2, 실험예 3, 실험예 4, 및 실험예 5의 하이브리드 에어로겔은 비교예의 에어로겔보다 매우 큰 접촉각을 갖는다. 실험예 1 내지 실험예 5의 하이브리드 에어로겔은 대략 130도 내지 180도의 접촉각을 갖는다. 실험예 1 내지 실험예 5의 하이브리드 에어로겔은 소수성이지만, 비교예의 에어로겔은 친수성임을 확인할 수 있다. 구체적으로, 실험예 1 내지 실험예 5의 하이브리드 에어로겔은 초소수성(super hydrophobicity)을 나타내는 것을 알 수 있다.

[0177] 실험예 1 및 실험예 2의 하이브리드 에어로겔은 플렉서블 특성을 갖는 것으로 관찰되었다.

[0178] 실험예 1, 실험예 2, 실험예 3, 실험예 4, 및 실험예 5의 하이브리드 에어로겔은 비교예의 에어로겔보다 매우 큰 비표면적을 갖는다. 구체적으로, 실험예 1, 실험예 2, 실험예 3, 실험예 4, 및 실험예 5의 하이브리드 에어로겔의 비표면적은 비교예의 에어로겔의 비표면적의 10배 이상이다. 실험예 1, 실험예 2, 실험예 3, 실험예 4, 및 실험예 5의 하이브리드 에어로겔의 비표면적은 100 m<sup>2</sup>/g 내지 1000 m<sup>2</sup>/g 으로 측정되었다. 사용된 무기 에어로겔 전구체(예를 들어, TPM)의 함량이 증가할수록, 하이브리드 에어로겔의 비표면적이 증가한다. 이로부터, 무기 에어로겔(예를 들어, 실리카 네트워크)이 메조포러스 구조(mesoporous structure)를 가지므로, 하이브리드 에어로겔 내의 무기 에어로겔(예를 들어, 실리카 네트워크)의 함량이 증가할수록, 하이브리드 에어로겔의 비표면적이 증가하는 것을 알 수 있다.

#### [표면 모폴로지 특성 평가]

[0181] 표면 모폴로지 특성은 전자 주사 현미경(scanning electron microscopy (SEM) 및 현미경(micrographs)을 사용하여 관찰했다.

[0182] (1) MTMS 첨가 이전의 중간 생성물 관찰 결과

[0183] MTMS 첨가 이전의 중간 생성물은 polymerization by high internal phase emulsion(이하, polyHIPE)에 해당한다. polyHIPE은 앞서 설명한 유기 에어로겔과 유사할 수 있다. 비교예, 실험예 1, 실험예 2, 실험예 3, 실험예 4, 및 실험예 5는 마크로포러스 보이드를 갖는 열린 직물 형상(open-cellular morphologies with macroporous voids)을 갖는 것이 관찰되었다. 비교예, 실험예 1, 실험예 2, 실험예 3, 실험예 4, 및 실험예 5의 경우, polyHIPE 내의 보이드들은 서로 연결되는 것이 관찰되었다.

[0185] (2) MTMS 첨가 이후, 최종 생성물의 관찰 결과

[0186] 비교예의 경우, polyHIPE 내의 보이드들이 비어있는 것이 관찰되었다. polyHIPE 내의 보이드들 15 μm 이하의 spherical voids를 갖는 것이 관찰되었다.

[0187] 실험예 1, 실험예 2, 실험예 3, 실험예 4, 및 실험예 5의 경우, 유기 에어로겔(예를 들어, polyHIPE) 내에 무기 에어로겔(예를 들어, 실리카 에어로겔)이 형성된 것이 관찰되었다. 이 때, polyHIPE는 마이크로 사이즈의 네트워크를 가진다. 실리카 에어로겔은 유기 에어로겔보다 더 작은 포어를 갖는다. 실험예 1 내지 실험예 5의 polyHIPE는 polyhedral voids를 갖는 것이 관찰되었다. 실험예 1 내지 실험예 5의 최종 생성물의 유기 에어로겔의 보이드 구조는 중간 생성물의 유기 에어로겔의 보이드 구조와 다르다. 이는 실리카 에어로겔의 형성 과정에서, 실리카 나노 입자의 작용기들과 polyHIPE 상호 작용하기 때문으로 여겨진다.

[0189] **[열분석(thermogravimetry)]**

[0190] 샘플을 챔버 내에 넣는다. 상기 챔버 내의 온도를 증가시키며, 샘플의 질량 손실을 측정했다. 비교예, 실험예 1, 실험예 2, 실험예 3, 실험예 4, 및 실험예 5를 각각 샘플로 사용하여 열분석 실험을 수행한다.

[0192] 표 3은 비교예, 실험예 1, 실험예 2, 실험예 3, 실험예 4, 및 실험예 5의 최종 생성물의 열분석 분석 결과를 나타낸 것이다.

**표 3**

	열분석 후, 샘플의 남아 있는 샘플 (%)
비교예	2
실험예 1	10
실험예 2	14
실험예 3	16
실험예 4	18
실험예 5	41

[0194] 표 3을 참조하면, 비교예, 실험예 1, 실험예 2, 실험예 3, 실험예 4, 및 실험예 5의 순서로 남아 있는 샘플의 질량이 많은 것을 알 수 있다. 일반적으로, 실리카 에어로겔 및 polyHIPE의 경우, 약 280℃도부터 질량 손실이 발생한다. 실험예 1, 실험예 2, 실험예 3, 실험예 4, 및 실험예 5의 질량 손실은 307℃에서 시작해서 464℃까지 지속되었다. 상기 온도에서의 질량 손실은 유기 물질의 분해로 인해 발생할 수 있다. 실험예 1, 실험예 2, 실험예 3, 실험예 4, 및 실험예 5의 경우, 실리카가 polyHIPE와 공유 결합되어 있으므로, 공기 중에서 307℃까지 열적으로 안정한 것을 확인할 수 있다.

[0196] **[오일 흡수 및 회복 특성 평가]**

[0197] 샘플 1g을 Crude oil 및 물의 혼합물에 첨가하여, 흡수된 오일의 질량을 측정한다. 상기 오일을 흡수한 에어로겔에 압력을 가하여, 방출되는 오일의 질량을 측정한다. 오일의 흡수 및 방출은 1개의 사이클을 구성할 수 있다. 오일 흡수 및 방출을 2 내지 25사이클 반복하여 흡수된 오일의 질량을 사이클에 따라 측정한다. 비교예, 실험예 1, 실험예 2, 실험예 3, 실험예 4, 및 실험예 5를 각각 샘플로 사용하여 오일의 흡수 및 탈착 특성을 평가한다.

[0198] 표 4는 샘플 1g이 흡수한 오일의 질량을 나타낸다.

**표 4**

	1g 샘플이 흡수한 오일의 질량
비교예	-
실험예 1	18g
실험예 2	18g
실험예 3	20g
실험예 4	21g
실험예 5	24g

[0200] 표 5를 참조하면, 실험예 1, 실험예 2, 실험예 3, 실험예 4, 및 실험예 5의 하이브리드 에어로겔은 많은 양의 오일을 흡수하는 것을 관찰할 수 있다. 오일을 흡수한 실험예 1에 압력을 가했을 때, 16g의 오일을 방출하는 것을 관찰되었다. 실험예 1, 실험예 2, 실험예 3, 실험예 4, 및 실험예 5의 경우, 25 번째 사이클에서 하이브리드 에어로겔에 흡수된 오일의 양은 1번째 사이클에서 흡수된 에어로겔의 양과 실질적으로 동일한 것이 관찰되었다.

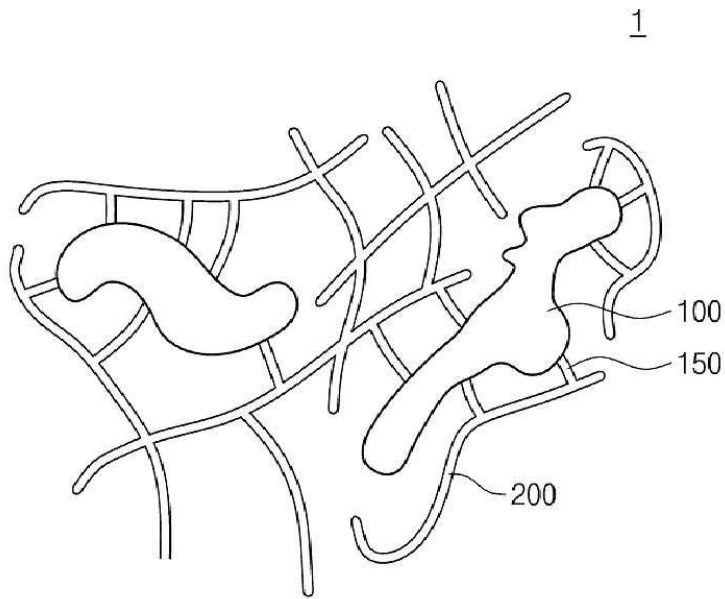
또한, 실험예 1, 실험예 2, 실험예 3, 실험예 4, 및 실험예 5의 경우, 25 번째 싸이클에서 하이브리드 에어로겔에 방출된 오일의 양은 1번째 싸이클에서 방출된 에어로겔의 양과 실질적으로 동일한 것이 관찰되었다.

[0201] 실험예 1은 오일 뿐만 아니라, pentane, hexane, heptane, octane, toluene, methanol, ethanol, petrol 및 crude oil과 같은 다양한 유기 물질에 대해 우수한 흡수 및 탈착 특성을 갖는 것을 확인했다.

[0203] 이상의 발명의 상세한 설명은 개시된 실시 상태로 본 발명을 제한하려는 의도가 아니며, 본 발명의 요지를 벗어나지 않는 범위 내에서 다양한 다른 조합, 변경 및 환경에서 사용할 수 있다. 첨부된 청구범위는 다른 실시 상태도 포함하는 것으로 해석되어야 할 것이다.

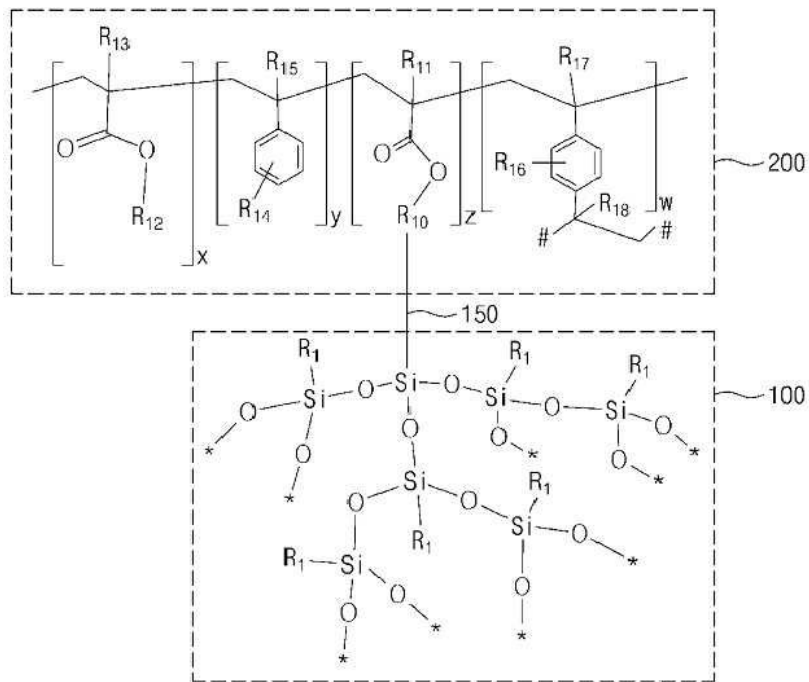
## 도면

### 도면1

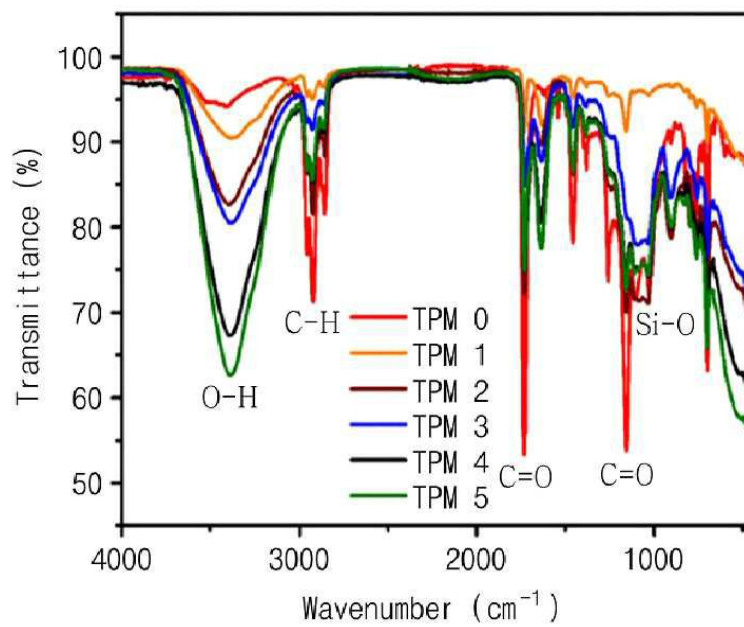


도면2

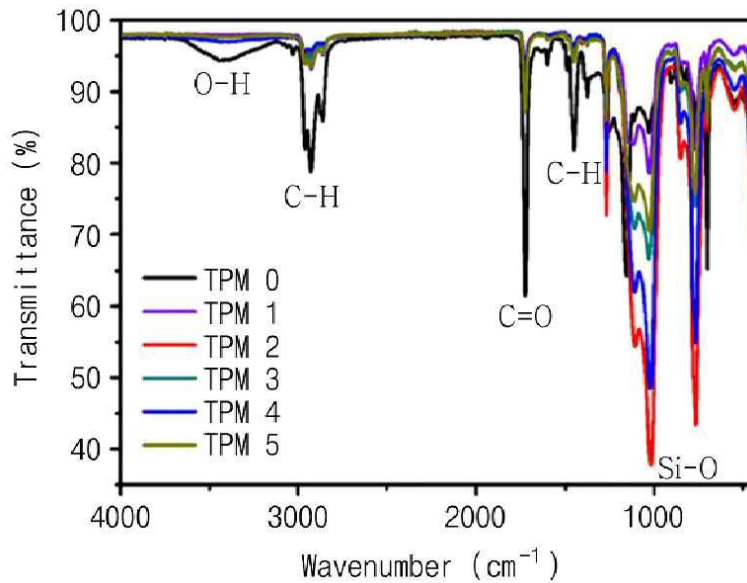
1



도면 3a



도면3b



【심사관 직권보정사항】

【직권보정 1】

【보정항목】 청구범위

【보정세부항목】 청구항 1

【변경전】

알콕시 실릴 그룹을 포함하는 제1 모노머로부터 유래된 제1 중합 단위; 제2 모노머로부터 유래된 제2 중합 단위; 제3 모노머로부터 유래된 제3 중합 단위; 및 제4 모노머로부터 유래된 제4 중합 단위를 포함하는 유기 에어로겔; 및

상기 제1 중합 단위에 화학적으로 결합된 무기 에어로겔을 포함하고,

상기 제1 중합 단위는 아래의 화학식 1로 표시되고,

상기 제2 중합 단위는 아래의 화학식 2로 표시되고,

상기 제3 중합 단위는 아래의 화학식 3으로 표시되고,

상기 제4 모노머는 아래의 화학식 4로 표시되고,

상기 제2 모노머는 상기 제1 모노머와 다르고,

상기 제3 모노머는 상기 제1 모노머 및 상기 제2 모노머와 다르고,

상기 제4 모노머는 상기 제1 모노머, 상기 제2 모노머, 및 상기 제3 모노머와 다르고,

상기 제2 중합 단위의 반복 단위 개수는 상기 제1 중합 단위의 반복 단위 개수와 독립적이고,

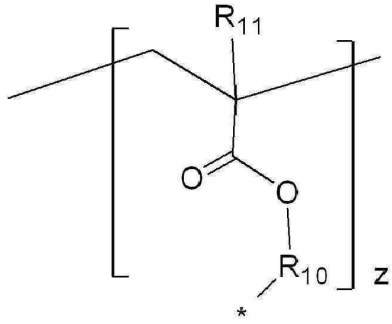
상기 무기 에어로겔은 아래의 화학식 A로 표시되는 무기 에어로겔 전구체로부터 유래되고,

상기 무기 에어로겔은 상기 유기 에어로겔에 의해 둘러싸이며,

상기 무기 에어로겔의 보이드의 평균 직경은 상기 유기 에어로겔의 상기 보이드의 평균 직경보다 작은 에어로겔.

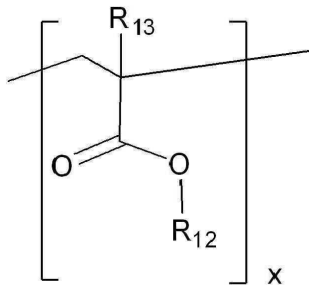


[화학식 1]



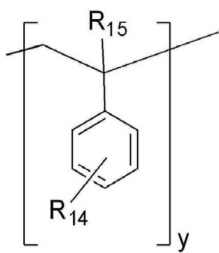
상기 화학식 1에서, R<sub>10</sub>은 탄소수 1 내지 5의 치환 또는 비치환된 2가 알킬기를 포함하고, R<sub>11</sub>은 수소, 중수소, 또는 탄소수 1 내지 3의 알킬기이고, \*는 상기 제1 중합 단위에 화학적으로 결합된 상기 무기 에어로겔의 실리콘(Si)과 결합하는 부분이고, z는 10 내지 1000000 사이의 정수이고,

[화학식 2]



상기 화학식 2에서, R<sub>12</sub>은 탄소수 5 내지 10의 선형 또는 가지 달린 알킬기이고, R<sub>13</sub>은 수소, 중수소, 또는 탄소수 1 내지 3의 알킬기이고, x는 10 내지 1000000 사이의 정수이고,

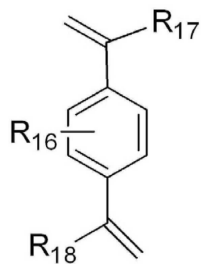
[화학식 3]



화학식 3에서, R<sub>14</sub> 및 R<sub>15</sub>는 각각 독립적으로 수소, 중수소, 또는 탄소수 1 내지 3의 알킬기이고, y는 10 내지 1000000 사이의 정수이고,



[화학식 4]



화학식 4A에서, R<sub>16</sub>, R<sub>17</sub>, 및 R<sub>18</sub>은 각각 독립적으로 수소, 중수소, 또는 탄소수 1 내지 3의 알킬기이고,

[화학식 A]



화학식 A에서 R<sub>1</sub> 및 R<sub>2</sub>는 각각 독립적으로 탄소수 1 내지 3 사이의 알킬기이고, a는 1, 2, 또는 3이다.

#### 【변경후】

알콕시 실릴 그룹을 포함하는 제1 모노머로부터 유래된 제1 중합 단위; 제2 모노머로부터 유래된 제2 중합 단위; 제3 모노머로부터 유래된 제3 중합 단위; 및 제4 모노머로부터 유래된 제4 중합 단위를 포함하는 유기 에어로겔; 및

상기 제1 중합 단위에 화학적으로 결합된 무기 에어로겔을 포함하고,

상기 제1 중합 단위는 아래의 화학식 1로 표시되고,

상기 제2 중합 단위는 아래의 화학식 2로 표시되고,

상기 제3 중합 단위는 아래의 화학식 3으로 표시되고,

상기 제4 모노머는 아래의 화학식 4A로 표시되고,

상기 제2 모노머는 상기 제1 모노머와 다르고,

상기 제3 모노머는 상기 제1 모노머 및 상기 제2 모노머와 다르고,

상기 제4 모노머는 상기 제1 모노머, 상기 제2 모노머, 및 상기 제3 모노머와 다르고,

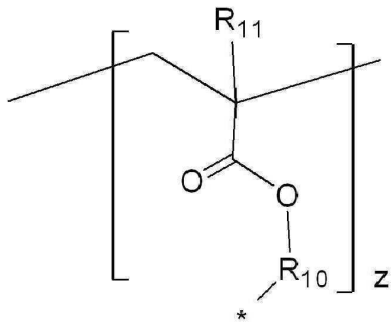
상기 제2 중합 단위의 반복 단위 개수는 상기 제1 중합 단위의 반복 단위 개수와 독립적이고,

상기 무기 에어로겔은 아래의 화학식 A로 표시되는 무기 에어로겔 전구체로부터 유래되고,

상기 무기 에어로겔은 상기 유기 에어로겔에 의해 둘러싸이며,

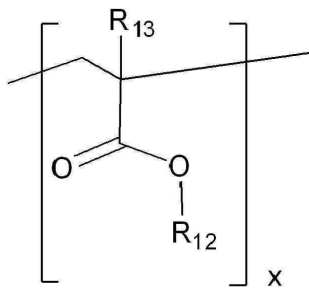
상기 무기 에어로겔의 보이드의 평균 직경은 상기 유기 에어로겔의 상기 보이드의 평균 직경보다 작은 에어로겔.

[화학식 1]



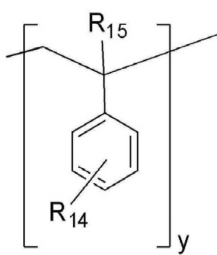
상기 화학식 1에서, R<sub>10</sub>은 탄소수 1 내지 5의 치환 또는 비치환된 2가 알킬기를 포함하고, R<sub>11</sub>은 수소, 중수소, 또는 탄소수 1 내지 3의 알킬기이고, \*는 상기 제1 중합 단위에 화학적으로 결합된 상기 무기 에어로겔의 실리콘(Si)과 결합하는 부분이고, z는 10 내지 1000000 사이의 정수이고,

[화학식 2]



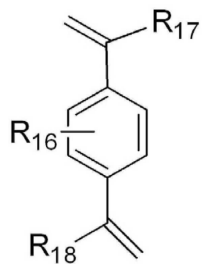
상기 화학식 2에서, R<sub>12</sub>은 탄소수 5 내지 10의 선형 또는 가지 달린 알킬기이고, R<sub>13</sub>은 수소, 중수소, 또는 탄소수 1 내지 3의 알킬기이고, x는 10 내지 1000000 사이의 정수이고,

[화학식 3]



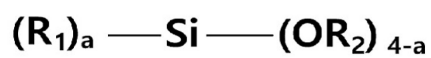
화학식 3에서, R<sub>14</sub> 및 R<sub>15</sub>는 각각 독립적으로 수소, 중수소, 또는 탄소수 1 내지 3의 알킬기이고, y는 10 내지 1000000 사이의 정수이고,

[화학식 4A]



화학식 4A에서, R<sub>16</sub>, R<sub>17</sub>, 및 R<sub>18</sub>은 각각 독립적으로 수소, 중수소, 또는 탄소수 1 내지 3의 알킬기이고,

[화학식 A]



화학식 A에서 R<sub>1</sub> 및 R<sub>2</sub>는 각각 독립적으로 탄소수 1 내지 3 사이의 알킬기이고, a는 1, 2, 또는 3이다.