

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公表特許公報(A)

(11) 特許出願公表番号

特表2008-511537

(P2008-511537A)

(43) 公表日 平成20年4月17日(2008.4.17)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
CO1B 33/14 (2006.01)	CO1B 33/14	4G072
DO4H 1/42 (2006.01)	DO4H 1/42 Z	4L031
DO4H 1/40 (2006.01)	DO4H 1/40 Z	4L047
DO6M 11/79 (2006.01)	DO6M 11/79	
DO6M 11/46 (2006.01)	DO6M 11/46	

審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 25 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2007-530449 (P2007-530449)  
 (86) (22) 出願日 平成17年9月1日 (2005.9.1)  
 (85) 翻訳文提出日 平成19年4月23日 (2007.4.23)  
 (86) 国際出願番号 PCT/US2005/031552  
 (87) 国際公開番号 W02007/001354  
 (87) 国際公開日 平成19年1月4日 (2007.1.4)  
 (31) 優先権主張番号 60/606,400  
 (32) 優先日 平成16年9月1日 (2004.9.1)  
 (33) 優先権主張国 米国 (US)  
 (31) 優先権主張番号 11/030,014  
 (32) 優先日 平成17年1月5日 (2005.1.5)  
 (33) 優先権主張国 米国 (US)

(71) 出願人 507002804  
 アスペン エアロジェルス, インク.  
 アメリカ合衆国 マサチューセッツ州 O  
 1532, ノースパーロー, ビルディング  
 ビー, フォーブスロード 30  
 (74) 代理人 100096024  
 弁理士 柏原 三枝子  
 (72) 発明者 ステパニアン, クリストファー, ジェイ.  
 アメリカ合衆国 マサチューセッツ州 O  
 2144, サマービル, ムーアストリート  
 50

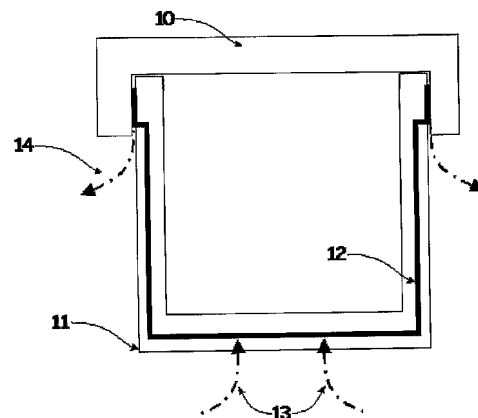
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 真空封入された高性能断熱材

(57) 【要約】

エンベロープで全体が覆われ減圧下で封入された柔軟なエアロゲル複合材を含む断熱構造体であって、前記エアロゲル複合材が、1以上の金属酸化物マトリクスとここに配合される繊維材料とを具え、前記断熱構造体が、1/2インチ以下の折り曲げ半径で90°以上折れ曲がることを特徴とする。

【選択図】 図12



## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

エンベロープで全体が覆われ減圧下で封入された柔軟なエアロゲル複合材を含む構造体であって、前記複合材がシリカ / P M A マトリクスでないことを特徴とする構造体。

## 【請求項 2】

請求項 1 の構造体において、前記エアロゲル複合材が、1 以上の金属酸化物マトリクスとここに配合される繊維材料とを具え、

選択的に前記複合材が、および選択的に前記構造体が、1 / 2 インチ以下の折り曲げ半径で 90 ° 以上折れ曲がることを特徴とする構造体。

## 【請求項 3】

請求項 1 または 2 の構造体において、前記エアロゲル複合材が 1 以上の有機重合体を含み、あるいは、前記エアロゲル複合材に所定量の 1 以上の不透明な混合材が配合されていることを特徴とする構造体。

## 【請求項 4】

請求項 3 の構造体において、前記有機重合体が、キトサン、ポリメチルメタクリル酸塩、低重合体のアクリル酸塩族の一員、トリアルコキシシロキサン (trialkoxysilyl terminated polydimethylsiloxane)、ポリオキシアルキレン、ポリウレタン、ポリブタジエン、材料のポリエーテル族の一員、またはこれらの組合せのいずれかであることを特徴とする構造体。

## 【請求項 5】

請求項 2 の構造体において、前記金属酸化物がシリカ、チタニア、ジルコニア、アルミナ、ハフニア、イットリア、セリアまたはこれらの組合せであり、又は；

前記エアロゲル複合材が窒化物、炭化物、またはこれらの組合せを含み、又は；

前記繊維材料が繊維の詰め物、高次の詰め物、マイクロファイバ、またはフェルトの形態であり、又は；

前記繊維材料がポリエステル、シリカ、カーボン、またはこれらの組合せに基づき、又は；

前記繊維材料が重合体または金属の合成材でコートされていることを特徴とする構造体。

## 【請求項 6】

請求項 3 の構造体において、前記不透明な合成材は、 $B_4C$ 、珪藻土 (Diatomite)、マンガンフェライト、 $MnO$ 、 $NiO$ 、 $SnO$ 、 $Ag_2O$ 、 $Bi_2O_3$ 、 $TiC$ 、 $WC$ 、カーボンブラック、チタン酸化物、鉄チタン酸化物、ジルコニウム珪酸塩、ジルコニウム酸化物、鉄 (I) 酸化物、鉄 (III) 酸化物、マンガン二酸化物、鉄チタン酸化物 (チタン鉄鉱)、クロミウム酸化物、シリコンカーバイド、またはこれらの混合物であることを特徴とする構造体。

## 【請求項 7】

請求項 1 又は 2 の構造体において、エアロゲル複合材の 2 以上の層が完全に前記エンベロープに包まれており；又は

前記エンベロープ内に 1 以上の繊維材料の層を具え；又は

前記エアロゲル複合材の密度が約 0.01 g / cc から約 0.40 g / cc の間、又は約 0.07 g / cc から約 0.30 g / cc の間であり；又は

前記構造体内の前記エアロゲル複合材の熱伝導性が、圧力が約 760 トールから約 0.2 トールの間で温度が約 20 ° C から約 -122 ° C の間のときに、約 2.2 mW / m K と約 13.2 mW / m K の間であり；又は

前記構造体内の前記エアロゲル複合材の熱伝導性が、圧力が約 760 トールから約 0.2 トールの間で温度が約 38 ° C から約 -130 ° C の間のときに、約 2.85 mW / m K と約 12.7 mW / m K の間であり；又は

前記エアロゲル複合材の曲げ強さが、破壊で 102 psi であり；又は

前記エンベロープが重合体の、選択的に金属被膜された、フィルムであり；又は

10

20

30

40

50

前記エンベロープがmylarフィルムであることを特徴とする構造体。

【請求項 8】

請求項 1 又は 2 の構造体において、前記構造体がボックス形状であり；又は前記構造体がパイプラインの周囲で部分的または完全に曲がっており；又は前記構造体がパネル形状であることを特徴とする構造体。

【請求項 9】

柔軟なエアロゲル複合材をエンベロープで完全に包み込むステップと、前記エアロゲル複合材を減圧下で封入するステップを具え、前記複合材がシリカ/PMAマトリクスでないことを特徴とする構造体の製造方法。

【請求項 10】

請求項 9 の方法において、前記エアロゲル複合材が、1 以上の金属酸化物マトリクスとここに配合される繊維材料とを具え、

選択的に前記構造体が、1/2 インチ以下の折り曲げ半径で90°以上折れ曲がることを特徴とする方法。

【請求項 11】

請求項 9 又は 10 の方法において、前記エアロゲル複合材が1 以上の有機重合体を含み、あるいは、前記エアロゲル複合材に所定量の1 以上の不透明な混合材が配合されていることを特徴とする方法。

【請求項 12】

請求項 11 の方法において、前記有機重合体が、キトサン、ポリメチルメタクリル酸塩、低重合体のアクリル酸塩族の一員、トリアルコキシル末端ポリジメチルシロキサン (trialkoxysilyl terminated polydimethylsiloxane)、ポリオキシアルキレン、ポリウレタン、ポリブタジエン、材料のポリエーテル族の一員、またはこれらの組合せのいずれかであることを特徴とする方法。

【請求項 13】

請求項 10 の方法において、前記金属酸化物がシリカ、チタニア、ジルコニア、アルミナ、ハフニア、イットリア、セリアまたはこれらの組合せであり、又は；

前記エアロゲル複合材が窒化物、炭化物、またはこれらの組合せを含み、又は；

前記繊維材料が繊維の詰め物、高次の詰め物、マイクロファイバ、またはフェルトの形態であり、又は；

前記繊維材料がポリエステル、シリカ、カーボン、またはこれらの組合せに基づき、又は；

前記繊維材料が重合体または金属の合成材でコートされていることを特徴とする方法。

【請求項 14】

請求項 11 の方法において、前記不透明な合成材は、 $B_4C$ 、珪藻土 (Diatomite)、マンガンフェライト、 $MnO$ 、 $NiO$ 、 $SnO$ 、 $Ag_2O$ 、 $Bi_2O_3$ 、 $TiC$ 、 $WC$ 、カーボンブラック、チタン酸化物、鉄チタン酸化物、ジルコニウム珪酸塩、ジルコニウム酸化物、鉄 (I) 酸化物、鉄 (III) 酸化物、マンガン二酸化物、鉄チタン酸化物 (チタン鉄鉱)、クロミウム酸化物、シリコンカーバイド、またはこれらの混合物であることを特徴とする方法。

【請求項 15】

請求項 9 又は 10 の方法において、エアロゲル複合材の2 以上の層が完全に前記エンベロープに包まれており；又は

前記エンベロープ内にさらに1 以上の繊維材料の層を具え；又は

前記エアロゲル複合材の密度が約  $0.01 \text{ g/cc}$  から約  $0.40 \text{ g/cc}$  の間、又は約  $0.07 \text{ g/cc}$  から約  $0.30 \text{ g/cc}$  の間であり；又は

前記構造体内の前記エアロゲル複合材の熱伝導性が、圧力が約760 トールから約0.2 トールの間で温度が約  $20^\circ\text{C}$  から約  $-122^\circ\text{C}$  の間のときに、約  $2.2 \text{ mW/mK}$  と約  $13.2 \text{ mW/mK}$  の間であり；又は

前記構造体内の前記エアロゲル複合材の熱伝導性が、圧力が約760 トールから約0.

10

20

30

40

50

2 トールの間で温度が約 38 °C から約 - 130 °C の間のときに、約 2.85 mW / mK と約 12.7 mW / mK の間であり；又は

前記エアロゲル複合材の曲げ強さが、破壊で 102 psi であり；又は  
前記エンベロープが重合体の、選択的に金属被膜された、フィルムであり；又は  
前記エンベロープが mylar フィルムであることを特徴とする方法。

【請求項 16】

請求項 9 又は 10 の構造体において、前記構造体がボックス形状であり；又は  
前記構造体がパイプラインの周囲で部分的または完全に曲がっており；又は  
前記構造体がパネル形状であることを特徴とする構造体。

【請求項 17】

柔軟なエアロゲル複合材と強化材を含む構造体において、  
前記複合材が、あるいは前記複合材と強化材が、エンベロープに完全に包まれ減圧下で封入されており、

前記複合材がシリカ / PMA マトリクスでないことを特徴とする構造体。

【請求項 18】

請求項 17 の構造体において、前記強化材が、ステンレススチール、銅や鉄などの基本的な金属、他の金属、半金属、合金材料であり；又は

前記強化材が、メッシュ、網、あるいは金網の形態であり；又は

前記強化材が、前記複合材に融和されており；又は

前記強化材が、減圧下で完全に包み込み密封されていることを特徴とする構造体。

【請求項 19】

請求項 17 又は 18 の構造体を製造する方法において、当該方法が、前記複合材及び / 又は強化材をエンベロープで包むステップと、減圧下で密封するステップとを具えることを特徴とする方法。

【請求項 20】

請求項 1 - 8、17、18 のいずれか 1 項の構造体で覆われたことを特徴とする、選択的に液化天然ガスの輸送に用いるパイプまたは配管。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、米国航空宇宙局 (NASA) により落札された契約 NAS 09 - 03022 (SIBIR 補助金)、及び米国陸軍により落札された契約 W81XWH - 04 - C - 0046 の下での政府支援によりなされた。政府は、本発明の一部に係る一定の権利を有している。

【0002】

本願は、2004年9月1日に出願された米国仮出願第 60 / 606, 400 号に基づく優先権の利益を主張するものである。また、本願は、2004年1月6日に出願された米国仮出願第 60 / 534, 084 号の優先権の利益を主張する、2005年1月5日に出願された米国出願第 11 / 030, 014 号の一部継続出願である。3つの全ての出願は、完全に説明するようにそれら全部を言及することにより、ここに盛り込まれている。

【0003】

本発明は、エアロゲル複合材料を減圧下で保持可能な材料に包まれているエアロゲル複合材料に関する。すなわち、エアロゲル複合材料は、減圧下で密封されたエンベロープにより完全に包まれ又は覆われている。エアロゲル複合材料は、柔軟性があり、本発明に係る生成物は断熱材として有利に使用される。さらに、本発明は、包まれているエアロゲルを用意及び使用する方法とともに、本発明に係る包まれているエアロゲルを含む生成物を提供する。

【背景技術】

【0004】

あるアプリケーションに適用される断熱材は、考慮する価値がある様々な実行能力に合

10

20

30

40

50

致しなければならない。例えば、宇宙船用の極低温断熱といった冷たいポリウム封入物は、柔軟性、高い耐熱性、軽量及び機械的安定性を最低限必要としている。

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

エアロゲルは、それらの構成、すなわち、低密度、多孔性、オープンセル構造及び高い表面積に基づく一種の材料である。このような材料は、有機物の重合、無機物、又は有機無機ハイブリッド化合物の重合により用意可能で、溶媒を満たしたナノ多孔性の3-D構造で得られる(すなわち、「ウェット・ゲル」)。得られたウェット・ゲルは、乾燥して空孔から溶媒を除去可能で、エアロゲル構造を生じる。用意したウェット・ゲルと超臨界乾燥とを組み合わせたゾルゲル法は、エアロゲルを用意する一つの方法である。さらに、この方法は、Brinker及びSchererにより、Sol-Gel Science, academic press 1990 で開示されている。

10

【0006】

ゲルを乾燥させてエアロゲル又はキセロゲルを生成する方法は、当技術分野で知られている。Kistler(J. Phys. Chem., 36, 1932, 52-64)は、ゲル溶媒がその臨界圧及び臨界温度を超えて保持される乾燥法を開示している。毛管力の不足により、このような超臨界乾燥は、ゲルの構造的完全性を維持する。米国特許第4610863号は、ゲル溶媒が、液体の二酸化炭素とやりとりをし、その後二酸化炭素が超臨界状態で、乾燥するプロセスを開示している。米国特許第6670402号は、実質的に超臨界状態又はエアロゲルを生成する以上に予熱及び予圧された抽出機に液体よりも超臨界CO<sub>2</sub>を注入することにより超臨界CO<sub>2</sub>を用いた、ウェット・ゲルの中での迅速な溶媒のやりとりを介した乾燥を示唆している。

20

【0007】

米国特許第5962539号は、高分子の分解温度を下回る臨界温度を有する流体と有機溶媒をやりとりして、超臨界的に流体/ゾルゲルを乾燥することにより、有機溶媒のゾルゲル形式で高分子材料からエアロゲルを得るプロセスを開示している。米国特許第6315971号は、乾燥中にゲルの収縮を最小限にするのに十分な乾燥状態で、ゲルの固化を具えるウェット・ゲルの乾燥及び薬品を乾燥して薬品の除去を具えるゲル成分を生成するプロセスを開示している。

30

【0008】

また、米国特許第5420168号は、空気乾燥法を用いたResorcinol/Formaldehydeエアロゲルを製造可能なプロセスを開示している。米国特許第5565142号は、周囲の臨界以下の乾燥中にいかなる構造の崩壊に耐えることができるように、より疎水性でより強くなるように、ゲルの表面を改良するプロセスを開示している。表面が改良されたゲルは、環境圧力又は臨界点以下(臨界前乾燥)の圧力で乾燥される。このような環境圧力又は臨界前乾燥により得られる生成物は、しばしばキセロゲルと称される。

【0009】

ここに記載されている引例は、関連する従来技術が承認されていることを意図するものではない。日付に関する全ての記載又は記載の内容に関する表示は、出願人に有用な情報に基づいており、日付の正当性又は記載の内容に関するいかなる承認を構成するものではない。

40

【課題を解決するための手段】

【0010】

本発明は、減圧下又は不完全真空下でエンベロープに封入されるエアロゲル複合材料に関する。本発明に係る作製のこのような構造体又は品物は、全体又は一部に、冷たいポリウム封入物として含む、断熱材を有利に使用する。このような使用は、一定温度又は目的物及びその周囲間の著しい温度差を保持するパッシブな断熱材の使用を含んでいる。作製される構造体及び品物は、特性として、柔軟性、軽量、高い耐熱性及び機械的安定性を

50

含んでおり、宇宙船といったものへの適用においてそれらを極低温断熱に適したものにす  
る。また、構造体及び品物の柔軟性は、最終形状に適合する要請があるアプリケーション  
に有利に使用可能である。

【0011】

一形態として、本発明は、減圧下又は不完全真空下で密封されエンベロープにより完全  
に包まれ又は覆われているエアロゲル複合材料を具える構造を提供する。また、この構造  
は、密封されエンベロープの形成、又は減圧下又は不完全真空下での容量の規定、及びこ  
の容量のエアロゲルを含んでいると考えられる。ある実施例では、エアロゲル複合材料は  
、少なくとも一種類の繊維性材料をそこに具えるエアロゲルマトリクスである。追加的な  
実施例では、エアロゲルマトリクスが金属酸化物、有機高分子又は双方の組み合わせ（有  
機・無機ハイブリッド）を具える。

10

【0012】

他の形態として、本発明は、包まれ又は覆われており、繊維性材料及び少なくとも一種  
類の金属酸化物をそこに具えるエアロゲル複合材料を提供する。ある実施例では、この複  
合材料又は包まれた材料は、少なくとも90°に曲げることが可能及び/又は1/2イン  
チよりも小さい曲率半径を有する。実施例は、このような状況下で、この複合材料が、い  
かなる実質的な破断を呈しないことを含んでいる。実質的な破断は、肉眼で視覚的に発見  
できるものである。

【0013】

エアロゲル複合材料は、エアロゲル材料、及びこのエアロゲル材料に柔軟性を与えてこ  
の物質が無い場合よりもより柔軟にする少なくとも一種類の物質を具える固体材料に言及  
する。このように、この複合材料は、エアロゲル材料の性質及び配合した物質の可撓性の  
性質を、各々保持している。エアロゲル材料及び可撓性物質の各性質は、可撓性エアロゲ  
ルの所望の性質に寄与する。このエアロゲル材料、可撓性のある配合した物質は、及び複  
合材料に存在する任意の他の材料は、少なくとも巨視的規模で結合される。固体の複合材  
料は、粒子又はビーズとは対称的に、連続的な母相又は単一の材料又は「モノリシック構  
造の」材料の形状を成す。

20

【0014】

図1乃至図4は、本発明に係る実施に使用される可撓性エアロゲル複合材料の限定しな  
い実施例を示す写真である。全てのこれらの実施例の中で、目に見える破断が肉眼で発見  
できなかつた。

30

【0015】

本発明に係る品物及び構造体は、減圧下で他の材料に包まれたときに可撓性エアロゲル  
複合材料がその特性を維持する、という発見に一部において基づいている。減圧下又は不  
完全真空下によるエンベロープにより圧縮状態にあるときでさえ、エアロゲル複合材料は  
、可撓性の不足といった悪影響及び圧縮を媒介とする変形による断熱特性は見られなかつ  
た。下記でさらに詳述するように、本発明に係るエアロゲル複合材料は、本発明の減圧下  
/不完全真空状態下におけるその可撓性及び断熱特性を維持可能である。このため、エア  
ロゲル複合材料の圧縮は、厚さが減少し及び/又は剛性が増加すると見込まれ、複合材料  
の所望の性質を維持するのに受容可能なレベルであることを発見した。

40

【0016】

本発明に係る品物及び構造体は、様々な形状及び大きさを成してよい。ある実施例では  
、形状及び大きさが、エアロゾル複合材料の形状及び大きさにより決定される。このため  
、平らな又は平らではないエアロゾル複合材料の包み込みは、各々本発明に係る平らな又  
は平らではない構造体及び品物を生じる。ある実施例では、エアロゲルは、任意に開口部  
又は容量を規定する3次元形状でもよい。他の実施例では、品物及び構造体は、管路、輸  
送管路又は他の円筒状又は一般に円筒状の対象物の上に又はそれらの周りのブランケット  
のように配置されるように湾曲している。品物及び構造体を、管路、輸送管路、又は他の  
円筒状の目的物を断熱するよう機能するとともに重なったブランケットの形を取ってもよ  
い。ある実施例では、管路又は輸送管路が、液化天然ガス(LNG)又は炭化水素又は水

50

素ベースの他の燃料を収容又は輸送するものである。

【0017】

エアロゲルという用語は、特定の材料というよりも一種の構造体を示す。無機、有機、又は有機・無機ハイブリッド種といった、様々な異なったエアロゲルの組成が可能である。無機エアロゲルは、一般に、シリカ、チタニア、ジルコニア、アルミナ、ハフニア、イットリア、セリア又はそれらの組み合わせの中から単独で選択され、これらに限らない金属酸化物の化合物に基づいている。また、エアロゲル複合材料は、様々な炭化物、窒化物又はこれらの任意の組み合わせを具えている。また、当然のことながら、金属酸化物及び窒化物又は炭化物（又は双方）の組み合わせを、本発明の実施に使用可能である。有機エアロゲルは、ウレタン、レゾルシノール・ホルムアルデヒド、ポリイミド、ポリアクリレート（polyacrylates）、キトサン、ポリメチル・メタクリレート（polymethyl methacrylate）、アクリレート族の一員のオリゴマー、トリアルコキシシリル基末端（trialkoxysilyl terminated）・ポリジメチルシロキサン、ポリオキシアルキレン、ポリウレタン、ポリブタジエン（polybutadiene）、ポリエーテル族の一員の材料、又はそれらの組み合わせの中から単独で選択され、これらに限らない化合物に基づいている。有機・無機ハイブリッドエアロゲルの限定しない実施例は、限定するものではないが、シリカ - PMMA、シリカ - キトサン又は上記有機又は無機化合物の組み合わせを含む。

10

【0018】

本発明を、掛けることができ及び/又はブランケットのような性質を有するよう十分に可撓性があるように、選択的に「ブランケット」の形を取る繊維強化エアロゲル複合材料で実施してもよい。また、限定されないが亀裂又は破壊といった、著しい変形無しに保管のためクルクルと巻く能力により規定してもよい。また、柔軟性は、エアロゲル複合材料が、肉眼で見える破砕の導入無しに曲げることのできる限度に言及する。繊維強化エアロゲル複合材料（ブランケット）は、様々な形を取ることができる。繊維強化複合材料エアロゲルの繊維性材料は、詰め物（繊維状又はロフティ）、線維状のマット、フェルト、超極細繊維、又はこれらの組み合わせといった形でここで説明できる。他の繊維強化エアロゲル複合材料の限定しない付加的な詳細は、以下に記載されている。さらに、有機物、無機物及び有機・無機ハイブリッドエアロゲルの繊維強化の形式を、本発明の実施において、準備及び使用することができる。高い柔軟性をも有する繊維強化有機・無機ハイブリッドエアロゲル複合材料は、さらに以下に記載されている。繊維性材料は、高分子又は金属化合物で選択的にコーティングされる。

20

30

【0019】

ある実施例では、エアロゲル複合材料が、エアロゲル内へのロフティーな詰め物の配合を介して準備される。本発明に実施において、この複合材料は、続いて減圧下又は不完全真空下でシールされる。多くの実施例において、減圧は、海面での大気圧よりも低い圧力である。エアロゲル複合材料を準備するためのロフティーな詰め物及びその使用法が、さらに以下に記載されている。本発明のエアロゲル複合材料は、約0.01及び約0.40 g/cc、又は約0.07から約0.30 g/ccの密度を有する。また、当然のことながら、約0.02、約0.03、約0.04、約0.05、約0.06、約0.07、約0.08、約0.09、約0.10、約0.12、約0.14、約0.16、約0.18、約0.20、約0.22、約0.24、約0.26、約0.28、約0.30、約0.32、約0.34、約0.36、約0.38 g/ccの密度を有する複合材料を使用してもよい。当業者には明らかなように、エアロゲルの密度は、その柔軟性への影響を有する。概して、密度の増加は柔軟性の減少をともなう。しかし、当然のことながら、下記のように、材料の配合によりエアロゲルにおいて柔軟性を保持又は増加可能である。

40

【0020】

エアロゲル複合材料の断熱効率を改善するために、そのゲル化に先だって複合材料の母材にIR乳白剤を添加してもよい。本実施例の目的のための適切な乳白剤は、限定されるものではないが、 $B_4C$ 、珪藻岩、マンガフェライト、 $MnO$ 、 $NiO$ 、 $SnO$ 、 $Ag$

50

$\text{ZrO}_2$ ,  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ,  $\text{TiC}$ ,  $\text{WC}$ 、カーボンブラック、酸化チタン、鉄チタン酸化物、ケイ酸ジルコニウム、酸化ジルコニウム、酸化鉄(Ⅰ)、酸化鉄(Ⅲ)、二酸化マンガン、鉄チタン酸化物(イルメナイト)、酸化クロム、シリコンカーバイド又はこれらの混合物を含んでいる。

#### 【0021】

本発明に係るエアロゲル複合材料を、約760トルと約 $10^{-6}$ トルとの間、又は約760トルと約1又は約0.2トルとの間、又は約1と約10トルとの間といった減圧下でエンベロープの中へのエアロゲル複合材料のシーリングにより構造体に形成してもよい。また、このように、本発明は、上記のように減圧下でエンベロープに複合材料をシーリングすることを具えるここに提供される包まれたエアロゲル複合材料を準備する

10

#### 【0022】

エンベロープの中に減圧下でいくらか残っている気体を、いくらかでもあれば、不完全真空又は減圧を形成するよう気体を排気する前に、エンベロープに導入される大気又はガスとしてもよい。導入するガス(又は封入ガス)の限定しない実施例は、アルゴン、臭素、二硫化炭素、ジクロロジフルオロメタン、クリプトン、六フッ化硫黄、トリクロロフルオロメタンといった、これらに限定されないが、低い熱伝導率を有するガスを含む。本発明に係るある実施例では、硬かったり剛性のある材料でできているエンベロープに限定されないが、導入ガスを、シールされたエンベロープ内で吸収剤により除去されて減圧又は

20

#### 【0023】

圧力が約760トルと約0.2トルとの間で、温度が約 $20^\circ\text{C}$ と約 $-122^\circ\text{C}$ との間における、ある実施例では、本発明に係る構造体内部のエアロゲル複合材料の熱伝導率は、約 $2.2\text{ mW/mK}$ 及び約 $13.2\text{ mW/mK}$ の間である。圧力が約760トルと約0.2トルとの間で、温度が約 $38^\circ\text{C}$ と約 $-130^\circ\text{C}$ との間における、別の実施例では、本発明に係る構造体内部のエアロゲル複合材料の熱伝導率は、約 $2.85\text{ mW/mK}$ 及び約 $12.7\text{ mW/mK}$ の間である。

30

#### 【0024】

本発明の実施に使用されるエンベロープは、減圧下又は不完全真空下での容量の形成及び保持に使用可能な、任意のシール可能な材料であってよい。ある実施例では、エンベロープは、実質的に空気を通さない高分子材料である。限定しない実施例では、エンベロープの材料は、15乃至20年もの長い間、減圧(大気圧よりも低圧)を維持可能であるため、エンベロープの継ぎ目からの漏れによる気圧の増加はない。ある実施例では、高分子材料又は膜が、IR乳白剤といった金属物質で任意にコーティングされて熱的性質を改善する。ある限定しない実施例では、エンベロープの材料は、Mylarという商品名の下で市販されているアルミニウムめっきが施された高分子膜である。また、他の実施例では、エンベロープとして相対的に硬く又は剛性のある材料を用意する。さらに任意の実施例

40

#### 【0025】

本発明に係る構造体の曲げ半径は、約1/2インチよりも小さいか、又は約1/4インチよりも小さいか、又は約1/8インチよりも小さい。図5及び図6は、 $90^\circ$ 以上に曲げられた本発明に係る真空断熱パネル(VIP)のエアロゲル複合材料の柔軟性を示している。図6は、1/2インチよりも小さい曲率半径を示す測定基準を含んでいる。

#### 【0026】

減圧下での本発明に係る構造体の熱伝導率は、約 $2\text{ mW/mK}$ と $18\text{ mW/mK}$ との間、又は約 $4\text{ mW/mK}$ と $18\text{ mW/mK}$ との間に及ぶ。これは、エアロゲル単体のほぼ大気圧での約 $11\text{ mW/mK}$ と $18\text{ mW/mK}$ との間の伝導率と比較される。

50



## 【 0 0 2 7 】

もう一つの態様では、一つ以上の層を含む複合材料エアロゲルを含む構造体及び品物が、真空封入されたエンベロープ内に存在する。このように、エアロゲル複合材料の一つ以上の層を、本発明の実施で使用してよい。構造体全体の断熱特性、又は熱流量に対する抵抗は、このような実施例で改善可能である。エアロゲル複合材料の一つ以上の層を、同じ又は異なるタイプのエアロゲルにしてもよい。

## 【 0 0 2 8 】

断熱材では、熱流量に対する抵抗 ( R ) が、( 多層構造では ) 各断熱層が特定の R / インチ厚の値を呈する R 値として典型的に測定される。圧縮による各層における断熱材厚さの減少は、著しく R 値全体を減少させる可能性がある。標的密度の調整は、圧縮抵抗を制御する一つの方法である一方、無機ネットワーク内の有機ポリマーといった強化成分の分子の配合が、もう一つの方法である。ここに記載されている断熱構造を、低密度、高圧縮強さ、高柔軟性及び低熱伝導率特性を有するよう最適化してもよい。曲げ強度に関しては、本発明に係るエアロゲル複合材料は、少なくとも約 1 0 0 p s i の強度を有する。

10

## 【 0 0 2 9 】

さらなる態様では、本発明は、エンベロープに減圧下で共にシーリングされた、少なくとも一つの層の複合材料エアロゲル、及び少なくとも一つの層の繊維性又は非繊維性材料を含む構造体及び品物を提供する。このような方法で構造体全体の R 値を上げてよい。限定しない実施例では、繊維性材料が、ポリエステル、石英シリカの詰め物、カーボンフェルト又はこれらの組み合わせであってよい。

20

## 【 0 0 3 0 】

本発明の実施では、包まれたエアロゲル複合材料の構造体を、エンベロープの中の圧力の減少に先だって所望の構造に曲げたり又は形作ってよい。ある実施例では、エンベロープが、エアロゲル複合材料の形状又は構造の保持に参与するよう十分に柔軟性を有する。このため、エンベロープを、複合材料の形状及び構造に適合するよう十分に柔軟性のあるものにしてよい。代替的に、エンベロープの材料を、比較的柔軟性が無い又は硬いが、複合材料の形状又は構造の維持に参与するよう形成してもよい。

## 【 0 0 3 1 】

所望の形状又は構成が、曲げ角度が、約 9 0 ° よりも小さい、約 8 0 ° よりも小さい、約 7 0 ° よりも小さい、約 6 0 ° よりも小さい、約 5 0 ° よりも小さい、約 4 0 ° よりも小さい、約 3 0 ° よりも小さい、約 2 0 ° よりも小さい又は約 1 0 ° よりも小さい、2 枚の平板を含めることができる。このような曲げられた形状の曲率半径は、約 1 インチ、約 2 インチ、約 3 インチ、約 4 インチ、約 5 インチ、約 6 インチ、約 7 インチ、約 8 インチ、約 9 インチ又は約 1 0 インチ及びそれ以上である。曲げられたエアロゲル複合材料を示す図 1 乃至図 4 を参照すると、いかなる目にも見える割れ目は見られない。

30

## 【 0 0 3 2 】

理論に縛られることなく、本発明の理解の改善が与えられて、曲げのときに目に見える ( 肉眼で見える ) 割れ目が無いことは、本発明に係るエアロゲル複合材料の熱伝導率特性に顕著な変化がないものと考えられている。この考えは、限定されるわけではないが、以下に基づいている。まず、熱伝導率の固体伝導成分は、付加的な固体伝導経路が形成されなければ、顕著に増加しない。次に、熱伝導率の空気伝導成分は、曲げにより大きな空隙が形成される場合に増加する可能性があるが、この影響は本発明の減圧下で無視できる。さらに、熱伝導率の放射成分は、存在する固体 ( 塊 ) の総量に本質的に依存し、これは割れ目が形成されても変化しない。

40

## 【 0 0 3 3 】

さらに他の形態では、本発明は、ここに提供されているような包まれたエアロゲル複合材料を具える真空断熱パネル ( V I P ) 又は真空断熱ボックス ( V I B ) を提供する。V I P のケースでは、包まれたエアロゲル複合材を、V I P それ自体として使用したり、又は V I P を形成するよう他の材料とともに用いてもよい。限定しない実施例では、本発明に係る包まれた構造体を、V I P になるボックスの壁の中に配置してもよい。代替的に、

50

本発明に係る包まれた構造体を、VIPを形成するよう他の材料で包んでもよい。

【0034】

また、VIPを、より一般に、真空断熱構造体（又はVIS）として称してもよい。さらなる実施例では、VISが、エアロゲル複合材料に組み込まれ、又はエアロゲル複合材料の外側にある付加的な強化材料を具えていてもよい。強化材料を、構造体の支持を与えるのに使用したり、及び/又は形状又は曲げの維持に対するVISの適合性を強化するのに使用してもよい。付加的な強化成分は、少なくともVIPのエアロゲル複合材料及び/又は包んでいる材料とともに曲げることができ、VISを所望の形態に保持するようこの屈曲した状態を保つことが可能である。

【0035】

強化材料として、塑性変形下におけるそれらの性質に基づいて様々な材料を使用してよい。このような材料の限定しない実施例は、ステンレス鋼、銅又は鉄といった金属元素、及び他の金属、半金属、及び合金材料を、これらに限定されないが、含んでいる。強化成分として使用される材料は、当然のことながら、VISの使用温度及び環境において、安定し及び/又は機械的に影響されないように選択される。このように、強化成分は、VISの使用状態下での特定の形態を保持する能力を保つ。また、強化成分を、VISの使用環境で存在する化学種に対する化学的耐性のあるものを選択してもよい。

【0036】

これらの機械的特性は様々な方法で活用可能であるため、様々な物理的形態の強化材を使用することができる。非限定的な例は、これに限定されないが、メッシュ、網、例えば「金網」など他の共有の類似形状を含む。強化材はエアロゲル材料に、ゲル構造が完全に形成（ゲル化）する前に混入される。得られるエアロゲル合成材は、組み込まれた（一体化された）強化材を含み、VISで利用可能である。

【0037】

代替的に、またはこれとともに、本発明のエアロゲル合成材を内包する包まれた量の近く、あるいはその中に、強化材を設けてもよい。したがって、この強化材は層であってもよく、またVIS内のエアロゲル混成材の中であってもよい。さらなる代替例として、強化材は、減圧された内部にあるよりも外側から補強するように、エアロゲル合成材の近く、あるいはその外であってもよい。強化材を含む実施例では、得られるVISは、このVIS（断熱構造）の所望の最終形状に応じて曲げられ変形される。

【0038】

このような本発明の強化VISは、上述したように様々な応用例で使用することができ、限定されないが、これは液化天然ガスや他の炭化水素や水素ベース燃料を内包するあるいは輸送するパイプやパイプラインの断熱を含む。

【0039】

VIBの場合、本発明のエンベロープ構造は非限定的な例として1以上のVIBの側部を有する。代替的に、本発明のエンベロープ構造は、VIBの全部あるいは一部に用いられるよう設計されていてもよい。本発明の1つの非限定的な実施例は、VIBの切断及び組立技術を含み、選択的に最小限の継ぎ目を伴う。真空断熱構造の芯材は、上述したように有機、無機または有機-無機母材のエアロゲルとすることができる。有機-無機の混成母材のブランケットは、非限定的な例では、本発明の1つの好適な実施例として、無機（例えばシリカ）または有機のエアロゲルブランケットを用いて同じまたは類似の特性が得られる。このようなブランケットは、非常に丈夫で、VIB内が1気圧のときに芯材が圧縮されたとき、厚みと熱抵抗のロスが最小限である。

【0040】

断熱材料の熱抵抗は、一般に減圧（真空）下で密封された場合に増大する。これが熱抵抗を増大させ、VIBの面に比べて些細だった熱流束路が重大となってくる。真空断熱パネル（VIP）間およびカバーとボックス間の界面を通る熱流束は、ボックス壁を通る流束がすべてドロップする場合に重大となる。このような構造体で継ぎ目の数を最小限とする設計アプローチが、封入物の熱性能に重大な作用を及ぼす。

10

20

30

40

50

## 【0041】

V I Bの製造において継ぎ目を最小限にするアプローチは、フィルムカプセル化および構造体の製造に適した排出方法に沿ったV I B芯材の製造パターン及び技術からなる。この継ぎ目を最小限にするアプローチは、束ねられV I Bを形成する1以上のV I Pの一般的な方法を除去する。V I Bは、エアロゲル複合材の能力を減圧下でより低い熱伝導性で実現する。このような減圧は、約 $10^{-6}$  トールから約760トールの間、あるいは約 $10^{-2}$  トールから約760トールの間とすることができる。約760トールから約1トールの間、あるいは約1から約10トールの間の減圧も利用することができる。得られるV I Bの設計は、真空断熱ボックス型構造の製造の既存のアプローチの重大な改良となる。

## 【0042】

V I Bの製造プロセスは、以下の3つの部分を含む：芯材の製造、袋詰め、吸引である。混成エアロゲルは、約 $90^\circ$ の角度及び/又は1/8インチより大きな曲率半径で、目に見える破断なくボックスの端（突出コーナ）の曲率に従うのに十分な柔軟性を示す。ある実施例では、エアロゲルブランケットの芯材は、折り畳む際に取り付けタブのオプションを有するクロスに似ており、結果として可動式のヒンジカバーを有する5面体のボックスとなる。これが他の構成と同様に、図11に示されている。

## 【0043】

図11に示すタブ（B, C, Dに部分を示す。）は、いかなる熱の漏れ路も作らず、この芯材構造をボックス型を形成するよう固定するのに使用される。一旦ボックスを形成したら、真空バッグフィルム（エンベロープ）が最終製品の形状にぴったりと従う。これにより、V I Bのフィルムに皺がよらなくなる。バッグの皺は、ひだ無し又は継ぎ目無し真空バッグ構造が用いられる場合の結果となる。

## 【0044】

図11の部分Dの5面体ボックスは、第1及び第2の5面体形状を用意するのに用いられ、第1が第2の開口部にフィットして、第2の「蓋」又は「カバー」として機能する。言い換えると、第1と第2は従来のタイトフィットする靴箱のような関係を有し、この靴箱のカバーは5面体形状で、靴箱の5面体形状の基部の上にフィットする。第1及び第2の形状の寸法は、これら2つの間の隙間が最小限となるよう設計され、内容物を最大限断熱できるようにしている。

## 【0045】

別の実施例では、このようなカバー及び基部ボックスデザインは、熱伝導層を具えることができる。このカバー及び底部ボックスを、図11の部分Dの五角形ボックスデザインを使用して、選択的に準備することができる。熱伝導層は、以下に記載されるようなものであってよい。本発明のこの態様の非限定的例示は、図12に示され、これは、カバー10と本体（ボックス）11を有するV I B断面を示す。このV I Bは、ボックス内に通じる熱流束を伝導しうる熱伝導層12を具える。カバー10と本体11との間の空間によって、ボックス内部の冷たい気体14を外に出すことができる。図13は、図12のV I B横断面の一部の例示（左上部）である。この図で、カバー20と本体21との間の隙間から放出されようとしている冷却ガス23が、（熱伝導層22により加えられた熱で）隙間を通過して放出される冷たい気体24として示されている。

## 【0046】

更なる実施例では、しわを最低限にするためのアプローチを提供する。このアプローチは、エアロゲル芯材の内部及び外部に設置できる2つの5面体バッグを形成するステップを含む（図14参照）。これらのバッグは、非限定的例としてC O T Sフィルム縫合技術を用いる等によって、頂部で一緒に縫い合わされる。真空ポンプ及び一方向弁を用いて、真空にする。ここで適用される真空は、約 $10^{-6}$  トールから760トールの間、または約 $10^{-2}$  トールから760トールの間の減圧を得るよう適用される。およそ1から760トールの間、あるいはおよそ1から10トールの間の減圧を用いてもよい。

## 【0047】

図14に描かれたアプローチは、ほとんど縫い目のない（3シーム対12シーム）V I

10

20

30

40

50

Bとなる。V I Bに対するほとんど縫い目のないアプローチにより、ボックスの縫い目を通る熱流束の主なソースが事実上取り除かれる。低真空 (soft vacuum) レベルで動作する能力に基づいて、真空遮蔽ボックスの寿命もまた長くすることが期待される。高真空 (hard vacuum) レベルに吸引したV I Bは、インスティールフォーム (Instill foam) 等の他の芯材材料と比較して筐体内へのガスの既知の漏出速度に基づいて、熱パフォーマンスを長期間維持する。もちろん本発明はさらに、第1及び第2のこのようなほとんど縫い目のないV I Bに用いることができ、上述した従来の靴箱のタイトフィッティングの方法のように、第1が第2の頂部にくるのではなく第1が第2の周囲にフィットする。再び、第1及び第2の形状のサイズは、内部体積を最大限に遮蔽できるように、これら2つの間の隙間が最小となるように設計される。

10

#### 【0048】

上述したV I Bは、冷凍輸送 (トラック、電車等を使った)、家庭用冷蔵庫、及び病院用の低温冷凍断熱材といった矩形の冷蔵庫 / 冷凍庫の封入技術に適用することができる。同様に、このようなV I Bは、例えばパン加工オープンやピザ宅配バッグのように、内容物を暖かく維持する作用がある。

#### 【0049】

さらなる付加的な実施例では、本明細書で述べるような柔軟なエアロゲルブランケットが、多様な面に沿って変形する。非限定的な例として、エンベロープで覆われたブランケットをある面に沿うよう作成し、このエンベロープがある面に当接した後に吸引される際に遮断されるようにして、適合した遮断封入物を実現する。この封入物は、吸引の後にシールされてもよく、あるいは最適の熱パフォーマンスを確保すべく連続的にポンプ注入してもよい。

20

#### 【0050】

このエアロゲルブランケットの別の実施例では、50 p s i - 2000 p s i に予め加圧されており、金属のボックスインボックス (box-in-box) ユニットの内壁と外壁の間に配置される。この密封スペースは約  $10^{-6}$  トールから約760トールの間、あるいは約  $10^{-2}$  トールから約760トールの間に減圧されている。約1から約760トールの間、あるいは約1から約10トールの間を適用してもよい。この応用例は、国際宇宙ステーション (ISS) 用または宇宙の他のアプリケーション用の低温科学サンプル冷凍庫を含み、約 -193 °C の低温を維持する。

30

#### 【0051】

さらなる実施例では、袋 (エンベロープ) が相転移材料 (Phase Change Material : PCM) で構成される。粘着剤を用いたエアロゲルシートを、ジョイントのシールに用いる (図15の内側パウチデザイン参照)。6" x 4" の密封されたビニール袋に200mlの水を入れ、P R B Cを繰り返す。複数層のPCMエアロゲルが、真空下で熱パフォーマンスの試験がされてきた。

#### 【0052】

他の態様では、本発明はこの構成を通る熱流速が減少するように、導電層をエアロゲル複合V I BまたはV I P内に配置する。前記導電層は金属シートであってもよく、また、構造体から逃れる温度がこの導電層と接触する、2つのエアロゲル複合材の間に配置されてもよい。

40

#### 【0053】

##### 繊維強化エアロゲル複合材ブランケット

本発明の実施で使用する繊維材料を具えるエアロゲルブランケットを用意できる。このような複合材料は、2つの部分、即ち強化繊維及びエアロゲルマトリックスを有すると考えられる。いくつかの実施例では、強化繊維は、熱可塑性ポリエステルかシリカ繊維のどちらか、選択的に、個別に不規則に分配された短繊維 (マイクロファイバ) と組み合わせ、に基づくもの等の高次繊維構造 (例えば、詰め物) の形である。高次の詰め物強化物の使用は、支持されないエアロゲルの体積を最小にするように働くが、一般的にエアロゲルの熱性能を向上する。更には、非常に小さいデニールの繊維からなる切れ目のない不織

50

詰め物といったエアロゲルマトリックスを高次詰め物材料によって強化する場合、得られる複合材料は、高い伸縮性のドレープ可能な形状 (drape-able form) の一体型のエアロゲルの熱特性を少なくとも保持する。高次繊維詰め物とマイクロファイバの組み合わせで強化されたエアロゲルはまた、規模の位数 (例えば、燃焼を数秒から数時間へと増やす)、断熱材構造としてのエアロゲルの収縮、焼結、及び最終的な失敗の率のいずれか 1 以上によって遅延を示す。

【0054】

高次繊維材料は、高次詰め物と、著しく異なる厚さ、長さ、及び/又はアスペクト比の 1 又はそれ以上の繊維材料の組み合わせであってよい。短く、高アスペクト比のマイクロファイバ (1 の繊維材料) が、連続的な高次繊維詰め物 (第 2 の繊維材料) に浸透するエアロゲルの母材に分散すると、2 つの繊維材料系の 1 つの組み合わせが製造される。

10

【0055】

エアロゲルのマトリックスは、有機、無機、又はこれらの組み合わせであってよい。エアロゲルを準備するのに用いるウェットゲルは、当業者に既知であるゲル形成技術のいずれかによって準備することができる。非限定的な例は、ゲル化が起こる時に、希釈金属酸化物ゾルの pH 及び/又は温度を調節するステップを含む。無機エアロゾルを形成する好適な金属酸化物材料として、珪素、アルミニウム、チタン、ジルコニウム、ハフニウム、イットリウム、バナジウム等の金属の酸化物が挙げられる。その入手しやすさと低価格から、主として加水分解した珪酸エステル (アルコゲル: alcogel) のアルコール溶液から形成したゲルを使用することができる。

20

【0056】

一般的に、エアロゲルの調製を例示するために、ある種の圧迫成型構造物の強化詰め物にゲル前駆体を加える。ゲル前駆体はマイクロファイバ材料と混合され連続的な高次の繊維詰め物材料へとキャストされ、非限定的な複合材料が生成される。例えば、無機エアロゲルを形成する主たる合成方法は、適切な金属アルコキシドの加水分解及び濃縮である。低い温度で使用されるエアロゲルを形成するのに使用する好適な材料は、金属の酸化物形成に基づいた非難溶性の金属アルコキシドである。

【0057】

代替的に、代替方法を用いてエアロゲル複合材料を生成することができる。例えば、水溶性で、塩基性の金属酸化物前駆体を水中で酸性化させてゲル化し、ヒドロゲルを生成する。珪酸ナトリウムがこの目的のため広く用いられている。イオン交換及び/又は次に作成されるゲルを水で洗うことにより、塩類の副産物が珪酸前駆体から除去される。対極の有機溶剤、例えばエタノール、メタノール、アセトンと交換することにより、ゲルの細孔から水分を除去することができる。得られる乾燥したエアロゲルは、同じ有機溶剤でなるゲルの超臨界抽出で直接形成されたものと同じ構造を有する。別の代替方法は、ウェットゲル状態のマトリックス材料の化学変化により、表面の水酸基群をトリメチルシリコンに転化させ、溶剤の臨界点以下の温度と圧力でエアロゲル材料の乾燥を実現するために、溶剤と細孔の界面で毛管圧力の損傷の減少が必要である。

30

【0058】

高次詰め物は、嵩高で弾性 (嵩の全部を回復するか否かに拘わらず) の特性を示す繊維材料である。好適な形態はこの材料の柔軟なウェブである。高次詰め物強化材料を使用すると、エアロゲルの熱性能の大きな低下を回避しつつ、支持されていないエアロゲルを最小限とすることができる。詰め物は、よく裏地キルト又は詰め物、包装又は断熱ブランケットとして用いられる複数枚又は複数層の繊維材料である。

40

【0059】

複合材における強化繊維材料は、高次繊維詰め物の 1 以上の層である。通常、「詰め物 (batting)」は、繊維にカーディングやガーネットイングを行ってシート状の柔軟なウェブを形成するが、本発明の目的において「詰め物」はさらに、「高次 (bulky)」とすべく十分に開いたシート状でないウェブも含む。通常詰め物は一般に、裏地キルト、詰め物、包装、又は断熱ブランケットとしてのものをいう。この詰め物として適切な繊維は比

50

較的細く、一般に約15デニール以下又は10以下である。このウェブの柔軟性は、繊維ウェブの生成に用いられる比較的細く多方面に配向する繊維の副産物である。

#### 【0060】

詰め物が、十分な量のいくつかの個別の、同じ材料の非強化エアロゲル本体と比較して強化複合材の熱特性が大きく変更しないフィラメント（又は繊維）を含む場合、それが「高次」となる。通常これは、最終的なエアロゲル複合材の断面を見ると、繊維の断面積が断面の合計面積の10%以下、8%以下、又は5%以下である。この高次詰め物は、室温または圧力で50 mW / m - K以下の導電性を有し、低温導電エアロゲル複合材の生成を容易にしている。

#### 【0061】

詰め物が十分に高次かを判定する別の方法は、その圧縮性と弾性を評価することである。高次詰め物の条件は、(i)自然の厚みから少なくとも約50%、少なくとも約65%、少なくとも約80%圧縮し、(ii)圧縮後に数秒で元の厚みの少なくとも約70%、少なくとも約75%、少なくとも約80%に回復するほど十分に弾性がある。したがって、高次詰め物とは、圧縮して空気（体積）を除去でき、さらに実質的に元の寸法と形状に戻るものをいう。例えば、ある詰め物は元の厚さ1.5"から最小で約0.2"の厚さに圧縮でき、力を取り除いたら即座に元の厚さに戻る。この詰め物は、1.3"の空気（体積）と、0.2"の繊維を有すると解釈することができる。これは87%まで圧縮可能で、ほぼ100%元の厚さに戻る。家の断熱材に用いられているガラス繊維の詰め物は、同じような大きさに圧縮でき元の厚さの約80%まで戻るが、これは非常に遅い。

#### 【0062】

ここで述べる詰め物は、「密集して縮れた、又は厚くもつれた塊」すなわち密集して比較的堅い繊維構造が隣接する繊維とのオープンスペースが最小である、繊維マットとは実質的に異なる。ここでいう高次詰め物は密度が低く、例えば約0.1から約16 lbs / ft<sup>3</sup> (0.001 - 0.25 g / cc)である。通常、マットは約20%以下まで圧縮可能であり、弾性がまったくないか僅かである。ある詰め物は、ゲル形成液が注がれた後にもその厚みの約50%を保つ。

#### 【0063】

高次詰め物で作成した複合材が、柔軟性があり、丈夫で、熱伝導性が低く、耐焼結性が高くある一方、このエアロゲル複合材の機能は、複合材にマイクロファイバを無作為に分散させることにより実質的に向上され、特にマイクロファイバは耐久性を向上させダストを低減するとともに焼結を防止する。このマイクロファイバは複合材料へ、これをゲル前駆物質液に分散させることにより混合され、その後この液体を高次詰め物にしみ込ませるのに使用する。適切なマイクロファイバは一般に、直径約0.1から100 μm、アスペクト比が高く(L/d > 5、好適にはL/d > 100)、複合材料に比較的均一に分散している。アスペクト比が高いと複合材料の機能が向上するため、できるだけ長いマイクロファイバが望ましい。しかしながら、マイクロファイバは、高次詰め物による濾過を最小限とするに十分なほど短く、得られる複合材の熱性能と機械性能が最大限機能するように十分に長くあるべきとなる。このマイクロファイバは熱伝導率が200 mW / m - K以下であり、熱伝導率が低いエアロゲル複合材を容易に形成することができる。

#### 【0064】

高次詰め物とマイクロファイバの双方を形成する適切な繊維材料として様々な繊維形成材料があり、限定しないが、ガラス繊維、石英、ポリエステル(PET)、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリベンゾイミダゾール(PBI)、ポリフェニレンベンゾピソクサソール(Polyphenylenebenzo-bisoxazole: PBO)、ポリエチルエーテルケトン(polyetherether ketone: PEEK)、ポリアリレート(polyarylate)、ポリアクリレート、ポリテトラフルオロエチレン(PTFE)、ポリメタフェニレンジアミン(Nomex)、ポリパラフェニレンテレフタルアミド(Kevlar)、超高分子量ポリエチレン(UHMWPE)、ノボロイド樹脂(novoloid resin: Kynol)、ポリアクリルニトリル(PAN)、PAN/カーボン、カーボン繊維がある。詰め物とマイクロファイバの双

10

20

30

40

50

方に同じ繊維材料を用いてもよく、異なる材料の組み合わせを用いてもよい。

#### 【0065】

このエアロゲル複合材はまた、熱伝導層を含んでもよい。非限定的な例として、カーボン繊維織物または単方向カーボン繊維の層を2枚直行配置したものを複合材の中央に配置すると、高熱下で高度のIR混濁で熱ブレークスルーバリアとなり、そして熱エネルギー消費層構造が複合材料のx-y平面に熱を放出する。このエアロゲルの厚さにおける中間部の熱伝導層は、複合材の剛性への影響が最小となるよう選択することができる。さらに、必要に応じて、この層は順応性または本質的に従順であり、得られるエアロゲル複合材も従順であり、例えばエアロゲル複合材の中間層に配置された銅のワイヤメッシュは従順性を示し複合材が曲げられたときに変形する。さらに、この導電メッシュはまた、耐RF I・EMI性を有する。金属メッシュを1以上の中間層として用いられると、ドレープ可能または柔軟となるばかりか、曲げた後にその形状を保持する従順性を有するエアロゲル複合材料を製造できる利点がある。

10

#### 【0066】

##### シリカエアロゲルブランケット

いくつかの実施例では、繊維材料と無機エアロゲルマトリクス得とでなるエアロゲルブランケットが用意される。このエアロゲルマトリクスは、限定しないが、シリカ、チタニア、ジルコニア、アルミナ、ハフニア、イットリア、から個別に選択される酸化物に基づき、あるいは個別に選択される様々な炭化物、窒化物、あるいはこれらの多様な組合せに基づいてもよい。繊維材料は、ポリエステル、石英シリカ、カーボン繊維に基づいてもよい。もちろん、繊維材料の組合せを用いることもできる。エアロゲル複合材はその後、エンベロープ内に配置され、約760トールから $10^{-6}$ トールの間まで減圧すべく吸引される。760トールから1トールの間の減圧や、1から約10トールの間を用いてもよい。

20

#### 【0067】

##### シリカ/PMAブランケット

別の実施例では、有機-無機混成のエアロゲルマトリクスと内部に混合される繊維材料とでなるエアロゲル複合材が用意され、エンベロープ内に配置され約760トールから約 $10^{-6}$ トールの間まで減圧される。760トールから1トールの間の減圧や、1から約10トールの間を用いてもよい。エアロゲルマトリクスの無機部分は、限定しないが、シリカ、チタニア、ジルコニア、アルミナ、ハフニア、イットリア、から個別に選択される酸化物に基づき、あるいは個別に選択される様々な炭化物、窒化物、あるいはこれらの多様な組合せに基づいてもよい。有機部分は、限定しないが、ウレタン、レゾルシノールホルムアルデヒド、ポリアミド、ポリアクリラート、キトサン、ポリメチルメタクリル酸塩、低重合体のアクリル酸塩系の要素、トリアルコキシシリル基末端ポリジメチルシロキサン (trialkoxysilyl terminated polydimethylsiloxane)、ポリオキシアルキレン (polyoxyalkylene)、ポリウレタン、ポリブタジエン、ポリエステル系材料の要素、またはこれらの組合せなどの混合剤に基づく。

30

#### 【0068】

もちろん、本発明のいくつかの実施例では、エアロゲル複合材はシリカ/PMAマトリクスではない。

40

#### 【0069】

##### シリカ/キトサン混成

さらなる実施例では、シリカのエアロゲル及びブランケットにキトサンを混ぜたものが用意される。このようなブランケットはエンベロープ内に配置され約 $10^{-6}$ トールから約760トールの間、又は約 $10^{-2}$ トールから約760トールの間まで減圧される。760トールから1トールの間の減圧や、1から約10トールの間を用いてもよい。この真空の密封構造の1つの非限定的なアプリケーションとして、個別パック赤血球 (PRBC) 輸送ユニットの輸液体がある。非限定的な例として、このキトサン-シリカ混成エアロゲルブランケットは、AmeriVac LLC社から入手可能なMylar (登録商標) 350SBL300フィルムで真空封入される。他のシール材も市販されており、当業

50

者であれば利用可能である。いくつかの実施例では、密封ボックスの圧力は2.5トール以下である。これらの真空封入構造(VSA)の機能は表1, 2, 3に示されている。

【0070】

表1は、キトサン-シリカ混成エアロゲル複合材の真空封入前後の特性を示す(\* Mylarフィルム重量を含む)。表2は、ポリエステル被覆シールで強化した混成エアロゲル複合材の特性を示す(\* Mylarフィルム重量を含む)。表3は、真空封入被覆試験片(キトサン-シリカ混成)の特性を示し、\* Mylarフィルム重量を含む。

【表1】

キトサン ドーピング (%)	カーボン ブラック (%)	標的密度 (g/cc)	大気圧における 熱伝導率 (mW/mK)	密度 (g/cc)	真空シーリング試片		
					シーリング 圧 (torr)	熱伝導率 (mW/mK)	密度 VSA* (g/cc)
4	0	0.055	12.8	0.108	10.1	6.6	0.135
3	5	0.055	12.3	0.108	4.3	5.38	0.150
3	5	0.055	11.4	0.110	4.3	5.0	0.132

10

【表2】

標準ブラン ケット 層のNo.	厚さ (mm)	熱伝導率 (mW/mK)	密度 (g/cc)	真空シーリング試片			
				シーリ ング圧 (torr)	熱伝導率 (mW/mK)	厚さ VSA* (mm)	真空シーリン グによる変形 (%)
1	5.4	12.3	0.108	4.3	5.4	4.6	14.8
1	5.8	11.4	0.110	4.3	5.0	5.2	10.3
2	10.7	14.1	0.074	2.9	5.6	6.9	35.5
2	8.3	13.0	0.094	2.8	5.8	6.0	27.7
3	10.8	14.0	0.087	2.7	6.5	5.9	45.4
4	11.6	15.3	0.078	2.7	4.6	6.1	47.4

20

30



【表 3】

積層標準 ブランケット 試片のNo.	厚さ (mm)	密度 (g/cc)	大気圧における 熱伝導率 (mW/mK)	真空シーリング試片			
				シーリング圧 (torr)	熱伝導率 (mW/mK)	厚さ VSA* (mm)	真空シーリング による変形 (%)
2 (x2 layers)	17.2	0.073	14.2	2.8	5.0	12.2	29.0
2 (x2 layers)	15.9	0.094	13.5	2.9	4.6	13.3	16.3

10

20

30

40

## 【0071】

ブランケットのいくつかのシートを被覆し真空封入すると、VSAの厚みが増しR値が向上する。各試験片はゾル注入により個別に成型され可能な限り繊維で強化し、その後試験片を一緒にパックとして真空封入する。

## 【0072】

## シリコン結合線状重合体を含むormosilエアロゲルブランケット

本発明の実施例では、有機変更シリカ (organically modified silica「ormosil」) エアロゲルブランケットが用意される。このormosilマトリクス材料は、非常に小さな細孔 (1 mに数十億のオーダ) を有する構造を規定する重合体 (無機、有機、

50

または無機/有機の構成)のゾル-ゲル処理で最も良く導かれる。重合体のゲル化する時点より先に繊維材料を加えて母材を強化する。この繊維強化は、上述した高次の繊維構造(詰め物またはウェブ)であってもよいが、独立して無作為に配向するマイクロファイバや、織った又は不織の繊維を含む。より具体的には、繊維強化材は、有機(例えば、熱可塑性プラスチックポリエステル、高強度カーボン、アラミド、高強度配向ポリエチレン)、低温無機(Eガラスなど様々な金属酸化物ガラス)、耐熱性(例えば、シリカ、アルミナ、アルミニウム燐酸塩、アルミノ珪酸塩)のいずれかに基づいている。

#### 【0073】

エアロゲルの構造内に強化剤として線状重合体を含むormosilエアロゲルを用いることができる。いくつかの実施例では、重合体が無機構造に共有結合し、線状重合体強化材構成される。多数の異なる重合体をシリカ網に組み入れて得られるormosilの機械特性を向上させてもよい。シリカより従順な透明なモノリスを作成して用いてもよい。これらのormosil材料の弾力性が向上すると、繊維強化混合剤の柔軟性も向上し、ダスト(dustiness)が低減する。

10

#### 【0074】

ormosilエアロゲル混合材は、重合体のカーボン原子と網状組織の珪素原子がC-Si結合することにより、一方または両方の端部がエアロゲルのシリカ網に共有結合された線状重合体を有する。この重合体は、網状組織の分子を含む1の珪素の両端部に共有結合され、これにより分子内リンクし、または網状組織の分子を含む2つの別の珪素の2つの端部に共有結合し、これにより分子内リンクする。線状重合体の鎖は、トリアルコキシシリル基を末端に有し、トリアルコキシシリル基末端ポリジメチルシロキサン、ポリオキシアルキレン、ポリウレタン、ポリブタジエン、ポリオキシプロピレン又はポリオキシプロピレン-コポリオキシエチレンから選択されるポリエーテル族の一員である。別の言い方をすれば、直鎖高分子を、トリアルコキシシリル基末端ポリジメチルシロキサン、トリアルコキシシリル基末端ポリオキシアルキレン、トリアルコキシシリル基末端ポリウレタン、トリアルコキシシリル基末端ポリブタジエン、トリアルコキシシリル基末端ポリオキシプロピレン、トリアルコキシシリル基末端ポリオキシプロピレン-コポリオキシエチレン、又は、ポリエーテル族の一員のトリアルコキシシリル基末端から生成してもよい。

20

#### 【0075】

このようなエアロゲルの構造を、室温及び大気状態でシリカ前駆体を有するトリアルコキシシリル基末端直鎖高分子反応により準備してもよい。トリアルコキシシリル基末端直鎖高分子は、室温で適切な溶液におけるアミノ(NH)基末端直鎖高分子有する3-イソシアネートプロピル トリエトキシシラン(isocyanatopropyl triethoxysilane)の反応を具える方法により準備される。トリアルコキシシリル基末端直鎖高分子を準備する方法、及びトリアルコキシシリル基末端直鎖高分子を準備する方法は、公知である。代替的に、シリカ前駆体を有するトリアルコキシシリル基末端直鎖高分子を共に濃縮する方法を使用してもよい。

30

#### 【0076】

言うまでもなく、本発明に係るある実施例では、エアロゲル複合材料はormosil母材ではない。

40

#### 【実施例1】

#### 【0077】

エアロゲル複合材料を具える真空封入された構造体が準備され、このエアロゲル複合材料は、1/4インチの厚さを具え、ポリエステルの詰め物で強化されたシリカエアロゲルの母相を具える。この複合材料は、AR3103と称される。このような複合材料エアロゲルの様々な圧力及び温度での熱伝導率が、図7及び図8で示されている。

#### 【実施例2】

#### 【0078】

エアロゲル複合材料を具える真空封入された構造体が準備され、このエアロゲル複合材料は、1/4インチの厚さを具え、ポリエステルの詰め物で強化され及びカーボンブラッ

50

クで不透明にされたシリカエアロゲルの母相を具える。この複合材料は、A R 5 1 0 3 と称される。このような複合材料エアロゲルの様々な圧力及び温度での熱伝導率が、図 9 及び図 1 0 で示されている。

【実施例 3】

【0079】

0 . 1 0 g / c c の標的密度及び 5 0 w t % の高分子濃度を有する、P M A / シリカハイブリッドエアロゲルブランケットが準備された。1 7 . 5 p s i の負荷下での圧縮変形は、平均して約 1 2 . 5 % 、最小で 1 1 . 7 % であった。熱伝導率は、平均して約 1 7 . 8 m W / m K であった。真密度は、約 0 . 1 6 g / c c であった。このようなブランケットは、平均温度が 7 0 ° F で 4 0 ° F の温度範囲で 4 . 8 m W / m K の熱伝導率を呈した。この構造体は、約 1 / 2 インチ又は約 1 / 4 インチ又は約 1 / 8 インチよりも小さい曲率半径を有する少なくとも 9 0 ° の曲げに適合可能であった。排気に先だつて封入されたこの構造体は、所望の形状に曲げ又は物理的に操作可能で、真空及び封入ステップの適用がこれに続き、図 5 に例示されている真空封入された成形構造体を作製する。さらに、図 6 は、約 9 0 ° 又はそれ以下に曲げられるときの、このような構造体の一定の断面を示しており、さらに、1 / 2 インチよりも小さい曲率半径を示す。

10

【0080】

代替的に、同じ P M A / シリカ・ハイブリッド・エアロゲルブランケットであるが、標的密度が約 0 . 1 0 g / c c で高分子のローディングが約 2 0 % であるものが、準備される。

20

【0081】

本書で引用されている全ての引用文献は、上記において明確に盛り込まれているか否かにかかわらず、参照することによりそっくりそのまま本書に盛り込まれている。本書で使用されているように、「a」, 「an」及び「any」は、単一及び複数の形態をそれぞれ含むことを意図するものである。

【0082】

本発明についてここで十分記載されているが、当業者にとって当然のことながら、この発明の精神と範囲から逸脱することなく、必要以上の試験なしに、幅広い同等の条件、集合、状態の中で実施可能である。本発明は、特定の実施例に関連して記載されているが、当然のことながら、さらなる改良が可能である。本出願は、意図するものである。本願は、一般に本発明の原理に従い、及び本発明に関連する技術の中での周知又は慣行に近く、以上で説明した本質的特徴に適用される可能性のある本発明の開示からの逸脱を含む本発明のいかなる変更、用途、脚色をカバーすることを意図するものである。

30

【図面の簡単な説明】

【0083】

【図 1】図 1 は、エアロゲル複合材料 A R 3 1 0 3 の柔軟性を示す写真である。

【図 2】図 2 は、エアロゲル複合材料 A R 3 1 0 3 の柔軟性を示すもう一つの写真である。

【図 3】図 3 は、エアロゲル複合材料 A R 5 1 0 3 の柔軟性を示す写真である。

【図 4】図 4 は、エアロゲル複合材料 A R 5 1 0 3 の柔軟性を示すもう一つの写真である。

40

【図 5】図 5 は、本発明に係る真空断熱パネル ( V I P ) の試料及び折り置かれた 2 枚の平らな V I P を示す図である。

【図 6】図 6 は、測定基準を有する違う視点から折り置かれた 2 枚の平らな V I P を示す図である。

【図 7】図 7 は、エアロゲル複合材料 A R 3 1 0 3 の熱伝導率と ( 7 6 0 トールにおける ) 温度の関係を示す図である。

【図 8】図 8 は、エアロゲル複合材料 A R 3 1 0 3 の熱伝導率と ( 上の線が 3 8 ° C における、下の線が - 1 3 0 ° C における ) 圧力の関係を示す図である。

【図 9】図 9 は、エアロゲル複合材料 A R 5 1 0 3 の熱伝導率と ( 7 6 0 トールにおける

50

) 温度の関係を示す図である。

【図10】図10は、エアロゲル複合材料AR5103の熱伝導率と(上の線が20°Cにおける、下の線が-122°Cにおける)圧力の関係を示す図である。

【図11】図11A乃至Dは、エアロゲルVIB芯材材料の試料の「パターン」を示す図である。

【図12】図12は、VIBの実施例の概略断面図である。

【図13】図13は、図12の一部の拡大図である。

【図14】図14は、エアロゲル基VIBの作製のための試料包装方法を示す図である。

【図15】図15は、本発明に係る袋の実施例を示す概略図である。

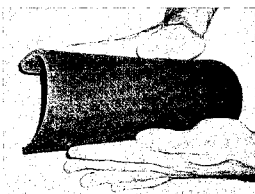
【図1】



【図2】



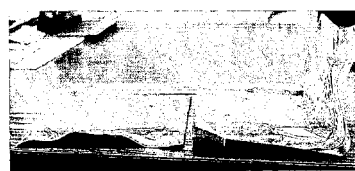
【図3】



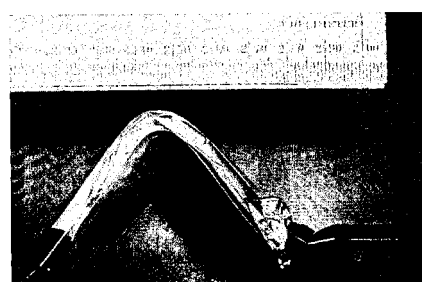
【図4】



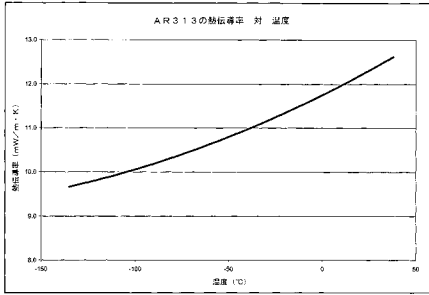
【図5】



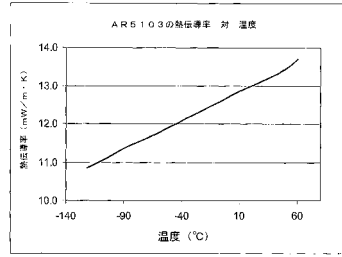
【図6】



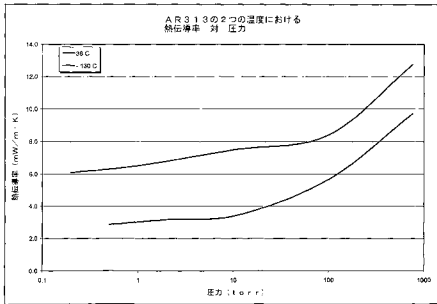
【図7】



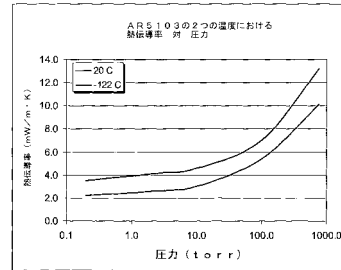
【図9】



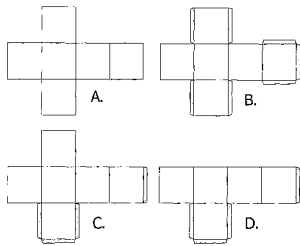
【図8】



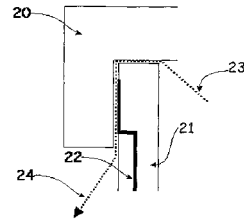
【図10】



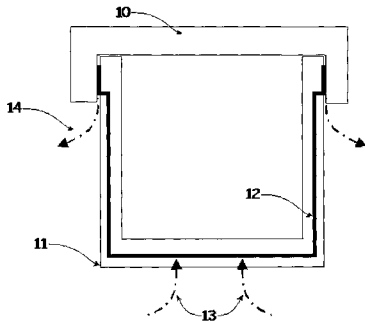
【図11】



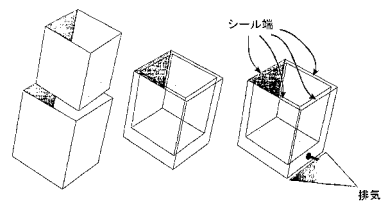
【図13】



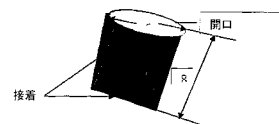
【図12】



【図14】



【図15】



【 国際調査報告 】

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/US2005/031552

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER  
INV. F16L59/065

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)  
F16L C03C

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

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

EPO-Internal

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 2003/203149 A1 (ALLEN MARK S [US] ET AL) 30 October 2003 (2003-10-30) paragraph [0026]	1-20
A	WO 03/033832 A (GETTERS SPA [IT]) 24 April 2003 (2003-04-24) page 1, line 31 page 3, line 25 - line 26	1-20
A	WO 03/072684 A1 (TECHNOLOGY APPLIC INC [US]) 4 September 2003 (2003-09-04) page 14, line 20 - line 22 page 4, line 1	1
	-/-	

 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 document 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.
- \*B\* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

12 December 2006

Date of mailing of the international search report

19/12/2006

Name and mailing address of the ISA/

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 apo nl,  
Fax: (+31-70) 340-3018

Authorized officer

Balzer, Ralf

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (April 2005)

60700470011  


page 1 of 2

13. 7. 2007

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No  
PCT/US2005/031552

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 03/069237 A (GETTERS SPA [IT]; MANINI PAOLO [IT]; DI GREGORIO PIERATTILIO [IT]; TIB) 21 August 2003 (2003-08-21) abstract page 2, line 3 - line 4 claim 2	1

3

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

Information on patent family members

International application No  
PCT/US2005/031552

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 2003203149 A1	30-10-2003	NONE	
WO 03033832 A	24-04-2003	IT MI20012190 A1 TW 591163 B US 2003124300 A1	21-04-2003 11-06-2004 03-07-2003
WO 03072684 A1	04-09-2003	AU 2003223212 A1	09-09-2003
WO 03069237 A	21-08-2003	AU 2003214637 A1 BR 0307089 A CA 2472780 A1 CN 1630797 A EP 1474639 A1 IT MI20020255 A1 US 2005005571 A1	04-09-2003 28-12-2004 21-08-2003 22-06-2005 10-11-2004 11-08-2003 13-01-2005



## フロントページの続き

(51) Int.Cl.		F I	テーマコード(参考)
<b>D 0 6 M 11/45</b>	<b>(2006.01)</b>	D 0 6 M 11/45	
D 0 6 M 101/00	(2006.01)	D 0 6 M 101:00	
D 0 6 M 101/32	(2006.01)	D 0 6 M 101:32	
D 0 6 M 101/40	(2006.01)	D 0 6 M 101:40	

(81) 指定国 AP(BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), EP(AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW

(72) 発明者 トリフ, ロクサナ

アメリカ合衆国 マサチューセッツ州 0 1 5 4 5, シュルーズベリー, アパートメント 1, ウィリアムズバーグコート 1 2

(72) 発明者 ウー, ドゥアン, リー

アメリカ合衆国 マサチューセッツ州 0 1 7 0 1, フレーミングハム, # 1 1 ウォルシュストリート 4 5

F ターム(参考) 4G072 AA28 BB05 CC08 HH19 JJ47 QQ02 TT04 TT30 UU30  
 4L031 AA18 AA27 AA29 BA09 DA00 DA17  
 4L047 AA03 AA06 AA21 AB08 CB05 CB06 CB10 CC14