



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2025년01월16일
(11) 등록번호 10-2756318
(24) 등록일자 2025년01월14일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C04B 28/00 (2006.01) C04B 12/04 (2006.01)
C04B 14/10 (2006.01) C04B 14/48 (2006.01)
C04B 18/08 (2006.01) C04B 22/06 (2006.01)
F16D 69/02 (2024.01) C04B 111/00 (2006.01)
- (52) CPC특허분류
C04B 28/006 (2013.01)
C04B 12/04 (2013.01)
- (21) 출원번호 10-2021-7007725
- (22) 출원일자(국제) 2019년08월23일
심사청구일자 2022년07월19일
- (85) 번역문제출일자 2021년03월15일
- (65) 공개번호 10-2021-0046029
- (43) 공개일자 2021년04월27일
- (86) 국제출원번호 PCT/IB2019/057109
- (87) 국제공개번호 WO 2020/039396
국제공개일자 2020년02월27일
- (30) 우선권주장
102018000008182 2018년08월24일 이탈리아(IT)
- (56) 선행기술조사문헌
EP03128201 A2*
JP2015518462 A
*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

- (73) 특허권자
아이티티 이탈리아 에스.알.엘.
이탈리아, 라이네이트 (엠아이) 아이-20020,
41/43, 코르소 유로파
- (72) 발명자
신 시콜라 아구스틴
이탈리아 12032 바르게 (치엔네) 비아 산 마르티
노 87 아이티티 이탈리아 에스.알.엘. 내
반누치 프란체스코
이탈리아 12032 바르게 (치엔네) 비아 산 마르티
노 87 아이티티 이탈리아 에스.알.엘. 내
(뒷면에 계속)
- (74) 대리인
김태홍, 김진희

전체 청구항 수 : 총 15 항

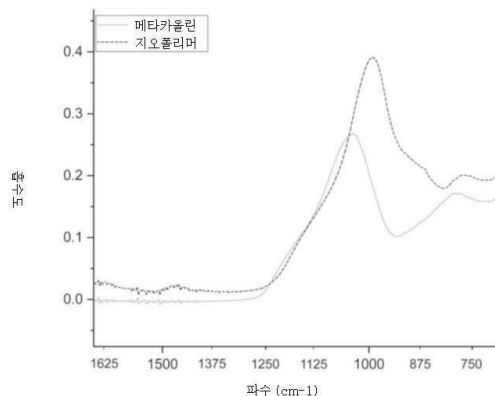
심사관 : 류동연

(54) 발명의 명칭 **마찰 재료의 제조, 특히 브레이크 패드 및 관련 브레이크 패드의 제조 방법**

(57) 요약

마찰 재료의 블록을 갖는 브레이크 패드를 생성하는 방법으로서, 수산화나트륨과 규산나트륨을 물에 용해시키고, 수산화나트륨과 규산나트륨의 수용액을 습식 페이스트가 수득될 때까지 상업용 메타카올린과 혼합하고, 건조된 지오폴리머 응집체가 얻어질 때까지 상기 습식 페이스트를 형성하고 건조하고, 응집체가 분말로 분쇄되고, 건조된 분쇄 응집체는 마찰 재료 화합물에서 배타적 또는 거의 배타적인 무기 지오폴리머 결합제로 사용되고, 원료 화합물은 몰딩 온도에서 물 포화 압력보다 큰 압력 하에서 고온 몰딩된다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

C04B 14/106 (2013.01)

C04B 14/48 (2013.01)

C04B 18/08 (2013.01)

C04B 22/062 (2013.01)

F16D 69/028 (2013.01)

C04B 2103/0043 (2013.01)

C04B 2111/00362 (2013.01)

F16D 2200/0043 (2013.01)

(72) 발명자

콜롬보 파올로

이탈리아 12032 바르게 (치엔네) 비아 산 마르티노

87 아이티티 이탈리아 에스.알.엘. 내

콘테 알베르토

이탈리아 12032 바르게 (치엔네) 비아 산 마르티노

87 아이티티 이탈리아 에스.알.엘. 내

명세서

청구범위

청구항 1

석면이 없는 마찰 재료의 블록 또는 층을 생성하기 위한 방법으로서,

- a)- 규산알칼리 분말을 물에 용해시켜, 사전 고정된 pH로 규산알칼리와 수산화물 염기성 수용액을 취득하는 단계; 또는 실리카의 일반적인 공급원을 염기성 수산화나트륨 또는 수산화칼륨 용액에 용해시켜 상기 규산알칼리와 수산화물 염기성 수용액을 취득하는 단계;
- b)- 습식 페이스트를 취득할 때까지, 상기 수산화물 및 규산알칼리의 수용액을, 메타카올린, 카올린, 플라이 애쉬, 이들의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택된 재료와 혼합하는 단계;
- c)- 건조된 지오폴리머 응집체를 취득할 때까지, 상기 습식 페이스트를 형성하고 건조시키는 단계;
- d)- 상기 건조된 지오폴리머 응집체를 분말로 분쇄하는 단계;
- e)- 결합체로서 적어도 90 중량%의 분쇄 건조된 지오폴리머 응집체를 갖는 원료 마찰 재료 화합물을 취득할 때까지, 상기 분쇄 건조된 응집체를 마찰 재료 화합물의 무기 결합체로서 사용하고, 이를 무기 및/또는 유기 및/또는 금속성 섬유와, 적어도 하나의 마찰 개질제 또는 윤활제와, 그리고 적어도 하나의 필러 또는 연마재와 혼합하는 단계;
- f)- 적어도 90 중량%의 지오폴리머를 결합체로서 갖고 따라서 사용시 열 분해에 민감하지 않은 마찰 재료의 블록을 얻기 위해, 40° C 내지 300° C의 몰딩 온도에서 물 포화 압력보다 더 높은 압력 하에 상기 원료 마찰 재료 화합물을 고온 몰딩하는 단계인, 방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 건조 후에 상기 지오폴리머 결합체의 총 중량에 대해 30 중량% 미만으로 계산된 최종 수분 함량을 얻을 때까지, 단계 c)를 수행하는 것을 특징으로 하는, 방법.

청구항 3

제2항에 있어서, 30 중량% 미만의 최종 수분 함량에 대응하는, 원래 중량의 5 내지 50%의 최종 산물의 중량을 얻을 때까지, 단계 c)를 수행하는 것을 특징으로 하는, 방법.

청구항 4

제1항에 있어서, pH가 12 내지 14인 규산나트륨의 알칼리 수용액을 취득할 때까지, 단계 a)를 수행하는 것을 특징으로 하는, 방법.

청구항 5

제1항에 있어서, 0 내지 10%의 소다 또는 탄산칼륨; 기계적 교반에 의해 혼합된 가성 수산화물/알칼리규산염 용액 및 메타카올린, 카올린 또는 플라이 애쉬의 중량 백분율을 얻음으로써 단계 b)를 수행하여, 상기 용액에 분산되지 않은 메타카올린, 카올린 또는 플라이 애쉬의 응집체를 함유하지 않는, 균일한 점성 페이스트의 형성을 취득하는 것을 특징으로 하는, 방법.

청구항 6

제5항에 있어서, 소다 또는 탄산칼륨의 중량 백분율은 3.5%인 것인, 방법.

청구항 7

제1항에 있어서, 단계 c)는 20° 내지 300° C의 온도로, 그리고 대기압 하에서 또는 진공 상태까지 중의 하나로 수행되는 것을 특징으로 하는, 방법.

청구항 8

제1항에 있어서, 단계 d)는 볼 밀에 의해 수행되고, 800 μm 미만의 과립도 측정 분말로 분쇄된 건조 지오폴리머 응집체로 이루어진 산물을 수득할 때까지 수행되는 것을 특징으로 하는, 방법.

청구항 9

제1항에 있어서, 상기 규산알칼리 분말은 나트륨 또는 칼륨을 갖는 것인, 방법.

청구항 10

제1항에 있어서, 상기 단계 a)에서, 상기 규산알칼리 분말에 펄릿 또는 플레이크 형태의 수산화나트륨, 또는 수산화칼륨을 추가하는 것인, 방법.

청구항 11

제1항에 있어서, 단계 b)에서, 오직 상업용 분말 메타카올린만 사용되는 것인, 방법.

청구항 12

제1항에 있어서, 상기 실리카의 일반적인 공급원은 석영, 콜로이드성 실리카, 이들의 혼합물로 이루어진 군에서 선택되는 것인, 방법.

청구항 13

브레이크 패드용 석면이 없고 사용시 열 분해에 민감하지 않은 마찰 재료 블록을 생성하기 위한 무기 결합체로서,

- 30 중량% 미만의 수분 함량;
- 1.5-6의 Si/Al 비율;
- 800 μm 미만의 과립도 측정;
- 혼합 단계에서 0 내지 10%의 알칼리 수산화물 함량;
- 메타카올린의 경우인 1038 cm^{-1} 의 초기 위치에서, 규산염 및 알칼리 수산화물 용액과의 혼합 단계 및 건조 후에 수득된 지오폴리머의 경우인 1000 cm^{-1} 미만의 값으로 이동하는 Si-O 결합의 대칭 진동과 관련된 피크를 갖는 FTIR 스펙트럼;
- 합성 단계 후의 비정질 구조;
- 150 내지 2000 kg/cm^2 와 100-250° C의 압력 및 온도에 노출되는 경우에 재경화하는 능력;

경화 단계 후에도 비정질 구조를 유지하는 능력을 갖는, 지오폴리머의 분말 분쇄된 혼합물로 구성되는 것을 특징으로 하는, 무기 결합체.

청구항 14

성분 재료로서 무기 및/또는 유기 및/또는 금속성 섬유, 적어도 하나의 결합제, 적어도 하나의 마찰 개질제 또는 윤활제, 및 적어도 하나의 필러 또는 연마재를 포함한 비-석면 마찰 재료의 블록을 갖는 브레이크 패드로서, 상기 결합제는 1000 cm^{-1} 미만의 값에서 Si-O 결합의 대칭 진동과 관련된 피크를 갖는 FTIR 스펙트럼과 비정질 구조를 갖는 비정질 지오폴리머의 혼합물 또는 비정질 지오폴리머의 적어도 90 중량%로 구성되고, 상기 마찰 재료의 블록은 제1항에 따른 방법에 의해 수득된 것을 특징으로 하는, 브레이크 패드.

청구항 15

제1항에 따른 방법에 의해 수득되는 마찰 재료의 블록을 포함하는 브레이크 패드로서, 비-석면 마찰 재료에 함유된 상기 윤활제와 연마제 사이의 부피 비는 1:1 내지 1:4인 것인, 브레이크 패드.

발명의 설명

기술 분야

- [0001] 관련 출원에 대한 상호 참조
- [0002] 본 특허 출원은, 2018년 8월 24일에 출원된 이탈리아 특허 출원 제102018000008182호의 우선권을 주장하며, 전체 개시 내용이 참조로서 본원에 포함된다.
- [0003] 기술분야
- [0004] 본 발명은 마찰 재료의 제조, 특히 브레이크 패드의 제조 방법이다. 본 발명은 또한, 관련 브레이크 패드에 대한 것이다. 본 발명의 마찰 재료는 브레이크 요소, 즉 차량 브레이크 패드 또는 블록, 밧/또는 마찰 디스크, 비-석면과 같은 마찰 요소용 마찰 층/블록의 제조를 위해 특정적으로 의도되며, 마찰 재료의 NAO("비-석면 유기 마찰 재료"), "로우 스틸(Low Steel)" 및 "세미-메트(Semi-met)" 등급에 속한 것들과 유사하거나 더 나은 성능을 갖는다.

배경 기술

- [0005] 참조만으로 필요한 경우에 그 내용이 본원에 포함된, 동일한 출원인의 명의의 유럽 특허 출원 제3128201호로부터, 지오폐리머로 적어도 90% 구성된 브레이크 패드용 결합체뿐만 아니라, 마찰 재료 및 관련 브레이크 패드를 수득하기 위한 이전 공정이 존재한다.
- [0006] 두 번째 EP3128201 공정은, 가성 소다 플레이크를 건식 분쇄하고 이어서 소다 분말을 카올린과 건식 혼합하는 공정을 통해, 결합체의 제조를 기대한다. 이 절차는 화학적으로 효율적이긴 하지만, 작업자에게 일련의 상당한 잠재적 안전 위험성을 요구한다.
- [0007] 가성 소다의 건식 분쇄는 고 위험 공정인데, 그 이유는 이 공정이 매우 미세하고 휘발성인 수산화나트륨 분말, 상당히 가성이고 자극적인 분말을 생산하기 때문이며, 산물을 언로딩하기 위해, 예를 들어 기계의 청소 중에 분쇄기를 여는 경우에 작업자가 흡입할 수도 있다.
- [0008] 건식 분쇄는 또 다른 단점을 갖는다: (공기 중에서 수행된) 분쇄 중에 그리고 분쇄기의 개방 및 산물의 언로딩 중에, 소다 분말은 주변 환경으로부터 상당한 양의 수분을 흡수할 수 있다(소다는 매우 흡습성이 높고, 이러한 특성은 표면적이 높은 분말형 제품에서 강화됨).
- [0009] 이러한 잔류 수분은, 카올린과 마찰 재료 화합물에 첨가된 다른 필러와 후속하여 혼합되어 소다에 의해 보유하고, 브레이크 패드의 고온 몰딩 동안에 증기의 형태로 방출되어 완성된 마찰 재료의 층/블록에 심각한 제조 문제(이는 벗겨지고 균열이 생기는 경향이 있음)를 초래한다.
- [0010] 지오폐리머의 사용을 포함한 다른 공지된 공정은, 이들 문제를 해결하지 않는다.
- [0011] 예를 들어, Lee 등의 SAE Int. J. Passeng. Cars - Mech. Syst. 6권, 제3호(2013년 11월)는 가능한 친환경적 마찰 재료를 연구하고, 여기서 유기 섬유 밧/또는 구리 또는 구리 기반 합금이 헴프와 같은 천연 섬유로 대체되고, 통상적인 페놀 수지 기반 유기 결합체의 일부가 지오폐리머 결합체로 대체된다.
- [0012] WO2014081277A1은, 브레이크 패드의 제조를 위해 의도된 마찰 재료의 혼합에 사용될 화산재에 기초한, 지오폐리머 복합체의 가능한 조성물을 제공하고 있지만, 이러한 지오폐리머를 사용한 마찰 재료의 혼합물 또는 지오폐리머의 데이터, 예시 또는 제조 방법을 제공하지 않는다.
- [0013] Lee 등의 WEAR, 302권, 1-2호, Jan. 9, 2013, 페이지 1404-1413은 상기에 나타낸 SAE Int. J. Passeng. Cars에 이전 공개된 동일 연구 결과를 요약하고, (제조 방법이 전혀 설명되지 않는) 지오폐리머가 테스트 브레이크 패드에 사용된 결합체의 단지 작은 부분(대략 1/3)이며, 여기서 결합체의 나머지는 전통적인 페놀계 유기 결합체임을 특정한다.
- [0014] 마지막으로, US7208432는, 결합체가 지오폐리머와는 완전히 상이하고 이들과 공통적인 특성을 갖지 않는 유리 또는 세라믹 매트릭스 재료로 구성된 브레이크 요소용 마찰 물질의 무기 조성을 교시하며, 또한 무기 화합물인 것과 별도로, 이는 또한 브레이크 패드를 얻기 위해 현재의 공정과 양립할 수 없는 매우 높은 처리 온도를 수반한다.

발명의 내용

- [0015] 따라서, 본 발명의 목적은, 브레이크 요소, 예를 들어 차량 브레이크 패드 또는 블록과 같은 마찰 요소용 마찰 층/블록을 제조하기 위한 방법을 제공하는 것, 및 EP3128201 공정에서 전술한 문제점이 없는 마찰 관련 재료 및 각각의 무기 결합제를 제조하는 것이고, 이는 브레이크 중에 발생된 열에 저항성이 있는 마찰 재료 및 관련 브레이크 패드를 쉽게 얻고 동시에 브레이크 성능과 최적의 마찰 특성을 제공한다.
- [0016] 따라서, 본 발명은 브레이크 요소, 예를 들어 차량 브레이크 패드 또는 블록과 같은 마찰 요소용 마찰 층/블록을 생성하는 방법이고, 첨부된 청구범위에 정의된 바와 같다.
- [0017] 본 발명은 관련 결합제 및 마찰 요소, 특히 브레이크 패드 또는 블록에 또한 관한 것으로, 본 발명의 방법으로 제조된 마찰 층 또는 블록을 제공한다.
- [0018] 상이한 유형의 지오폐리머 결합제를 개발하여 전술한 문제를 처리하였다. 이 공정은 카올린 대신에 메타카올린과 함께 작용하며, 어떤 경우에도 반응물로서 사용될 수 있는, 최소의 수산화나트륨을 갖는 수성 규산나트륨 용액과 함께 작용한다. 일반적으로, 규산알루미늄의 다른 공급원은 메타카올린 이외에, 예컨대 카올린 또는 플라이 애쉬가 사용될 수 있다. 그러나, 카올린은 긴 반응 시간을 갖는 반면에, 플라이 애쉬의 하나의 부정적인 측면은 공급업체가 시간에 따라 변하지 않는 조성물을 제공하지 않는다는 사실이다. 이러한 이유로, 비록 전술한 다른 원료, 즉 실리카의 일반적인 공급원, 예컨대 석영 또는 염기성 수산화나트륨 또는 수산화칼륨 용액에 용해된 콜로이드성 실리카가, 적절한 조건 하에서 임의의 경우에 본 발명의 일부임에도 불구하고, 메타카올린이 이하에서 참조될 이유이다.
- [0019] 유사하게, 규산나트륨 및 수산화나트륨 시스템 이외에, 수산화칼륨 및 규산칼륨 시스템이 사용될 수 있고 또한 본 발명의 일부이며; 유사하게, 지오폐리머가 개발될 수 있는 다른 알칼리 금속, 즉 리튬, 세슘 및 루비듐이 또한 본 발명에 포함되어, 대안으로서 사용되거나 나트륨 및/또는 칼륨과 조합하여 사용될 수 있다. 그러나, 간략화를 위해, 나트륨계 시스템은 이하에서 참조될 것이다.
- [0020] 메타카올린에 전술한 용액을 첨가함으로써 생성된 습식 모르타르는, 기계적으로 혼합되고, 이어서 대기압 건조 공정을 통해 건조되고, 이 공정은 진공 상태(즉, 0.018 mBar 이상의 값)가 20° C 내지 300° C의 온도로 달성될 때까지 조건이 조절될 수 있다. 이러한 특정 경우에, 건조는 80° C 내지 200° C의 온도에서 대기압에 의해 행해진다. 건조는 또한, 동결 건조를 포함하여, 건조의 모든 단계에 대해 다른 가능한 기술, 온도, 및 압력을 사용하여 임의의 경우에 수행될 수 있다.
- [0021] 따라서, 건조된 산물을 수득하고, 원래 중량으로부터 5% 내지 40%의 손실을 갖고, 이는 최종 중량에서 30% 미만으로 제어된 잔류 수분과 관련된다. 그런 다음, 이 산물은 800 μm 이하, 바람직하게는 400 μm 미만의 크기가 달성될 때까지 분쇄된다. 이 값이 바람직하는데, 그 이유는 최상의 성능을 제공하기 때문이다. 이 최종 값을 아래에 제공된 구현 예시에서 수행된 비교 시험에 대해 선택하였고, 최종 건조 및 분쇄 산물을, 원래의 EP3128201 공정에서 했던 유사한 브레이크 패드용 화합물의 제조용 분말 결합제로서 사용하였다. 본 발명에 따른 혁신적인 공정의 단계는 이하에서 상세히 설명된다.
- [0022] 특히, 본 발명의 방법에 따른 마찰 재료는 그의 성분 재료로서, 무기 및/또는 유기 및/또는 금속 섬유; 지오폐리머에 의해 또는 지오폐리머의 혼합물에 의해 거의 완전히 또는 완전히 그리고 배타적으로 구성되는 결합제; 예를 들어 황 및/또는 탄소 재료 또는 나노 재료를 포함한 적어도 하나의 마찰 개질제 또는 윤활제; 및 적어도 하나의 무기 또는 금속 필러 또는 연마제를 포함한다.
- [0023] 그러나, 본 발명의 마찰 재료의 주요 연마 작업은, 결합제에 의해 생성된 패드의 지오폐리머 매트릭스에 의해 수행된다.
- [0024] 이하, "지오폐리머로 거의 전체 구성된 결합제"는, 제공된 결합제의 총량의 적어도 90%를 지오폐리머 또는 지오폐리머 화합물이 구성하는, 마찰 요소용 결합제를 지칭한다.
- [0025] 지오폐리머 결합제는 바람직하게는, 그러나 반드시 그렇지는 않지만, 본 발명에 따른 마찰 재료의 화합물에, 화합물의 총 부피에 대해 계산된 부피가 5% 이상 또는 더욱 더 바람직하게는 부피가 20%를 초과하는 양으로 존재한다. 실제로, 실험은, 너무 적은 양의 무기 결합제로는, 결합제의 유형 및 화합물에 사용되는 다른 재료의 성질에 따라, 마찰 재료로서 사용되는 데 필요한 기계적 특성을 달성할 수 없음을 보여주었다.
- [0026] 따라서, 본 발명의 방법에 따른 마찰 재료는, 유기 결합제(중량이 10% 이하인 양으로 최대 존재할 수 있음)가

거의 완전히 또는 전적으로 결여되어 있고, 이러한 이유로 고온에서, 예를 들어 300° C 초과, 및 최대 600° C의 온도에서 산화를 통해 열 분해를 거칠 수 없다.

[0027] 본 발명의 방법에 따라 제조되고 본 발명에 따라 단일 및 주요 결합제로서 마찰 재료에 사용되며, 따라서 전통적인 유기 결합제가 완전히 또는 거의 완전히 없는, 우세한(즉, 제공된 총 결합제의 적어도 90%를 구성한) 지오폐리머 결합제는, SiO₂ 및 Al₂O₃와 같은 무기 전구체로부터 시작하는 화학 반응을 통해 획득되고, 특히 본 발명의 중요한 양태에 따라, 예를 들어 "네덜란드 PQ Corporation"라는 회사로부터 상업용 규산나트륨(또는 칼륨)을 사용하고, 아마도 소량의 수산화나트륨 또는 수산화칼륨(이는 거의 완전한 수산화물이 없는 경우에도 작용함) 및 상업용 메타카올린, 예를 들어, 특정 회사로부터의 카올린 "Imerys Refractory Minerals - Argical-M 1200S"을 고온 하소하여 얻은 메타카올린을 첨가하고, 메타카올린은, 약 55% SiO₂ 및 39% Al₂O₃ 외에 Fe₂O₃, TiO₂, K₂O, Na₂O, CaO, 및 MgO 불순물을 추가 함유하고, 이는 일반적으로 하기 일반 화학식을 갖는 것으로 가정된다:

[0028] Al₂O₃ · 2SiO₂

[0029] 본 발명에 따라, 무기 지오폐리머 결합제는 부분적으로 미리 혼합된 형태로 제조되고, 그런 다음, 바람직하게는 Loedige 믹서 또는 마찰 재료용으로 보통 사용되는 다른 믹서, 예를 들어 Henschel 또는 Erich 믹서에서, 마찰 재료의 혼합물의 다른 모든 성분 재료에 첨가된다.

[0030] 이처럼 획득된 미완성 화합물은, 이어서 몰딩 공정을 거쳐 원하는 마찰 요소, 예를 들어 브레이크 패드 또는 블록을 생성한다.

[0031] 지오폐리머 결합제의 합성

[0032] 본 발명에 따라, 브레이크 요소용 마찰 화합물에 사용되는 지오폐리머 결합제는, EP3128201에 설명된 수열 합성 및 용액 합성 둘 다와는 상이하게 제조된다.

[0033] 전술한 바와 같이 그리고 EP3128201에 상세히 설명된 바와 같이, EP3128201의 수열 합성에서, 상업용 카올린은 상업용 펠릿에 의해 미리 분쇄된 가성 소다(수산화나트륨)와 (분말의 형태로) 건식 혼합되며, 따라서 분말이 형성되고(1: 1 비율로 물과 미리 수화되거나 여전히 분말 형태임), 그 다음 획득된 사전 혼합 분말을 마찰 재료 화합물의 다른 성분과 혼합하고; 이러한 최종 혼합물(완전 화합물, 즉, 결합제와 다른 모든 성분)을 브레이크 패드에 직접 몰딩하고, 물과 혼합하거나, 그런 다음 고온에서 오븐 건조시키고, 분쇄하고, 브레이크 패드로 몰딩한다. 하이드로소달라이트의 제조와 함께 지오폐리머 합성 반응은 몰딩 단계 중에 발생했다.

[0034] 용액에서의 합성 변형에 따라, 그 대신, 우리는 메타카올린으로 시작하였고, 이는 소다 또는 가성 탄산칼륨의 수용액과 반응하도록 만들어졌다. 그러나, EP3128201에 나타낸 바와 같이, 이 혼합물은 반응하지 않았으므로, 이규산나트륨을 가성 용액에 첨가하지 않는다면, 지오폐리머의 형성을 초래하지는 않았다. 또한, 이 방법은 비정질 지오폐리머의 형성을 초래하였는데, 이는 추가의 열처리를 통해서만 적어도 부분적으로 결정질 형태로 변환될 수 있다.

[0035] 본 발명에 따라, EP3128201의 용액 합성 방법과 유사하게, 염기성 규산나트륨 수용액이 (예를 들어, 가성 소다의 첨가에 의해) 먼저 형성되고, 임의의 형태의 규산나트륨을 물에 용해시키고, 상업용 소다 펠릿을 첨가할 수 있다. 그런 다음, 메타카올린을 이러한 염기성 수용액에 한 번에 첨가하거나, 혼합하는 동안에 점진적으로 첨가하거나, 또는 그 반대로 염기성 소다 및 규산염 용액을 메타카올린 분말에 첨가하여, EP3128201에서 보고된 카올린-소다 지오폐리머화 기술에 의해 획득된 것보다 더 높은 SiO₂/Al₂O₃ 비율로 균질한 페이스트를 획득하였고, SiO₂/Al₂O₃ 비율은 3 내지 10의 범위/간격이었고, 즉 "x"가 SiO₂/Al₂O₃ 몰 비율이라 하면, 유효한 비율은 다음과 같아야 한다:

[0036] 3 < x < 10

[0037] 본 발명의 주요 단계는 다음이다. 이러한 습식 페이스트를 혼합기에서 취해, 본 발명의 중요한 양태에 따라 다음 공정을 거치고, 이 공정은 적절한 형성 및 건조 시스템, 예를 들어 테이프 캐스팅을 사용하고, 염기성 분위기에 민감하지 않고 중성 또는 알칼리 페이스트/모르타르에 적합한 특정 재료, 예를 들어 중성 또는 알칼리 페이스트/모르타르에 적합한 Mylar 또는 다른 유형의 재료를 사용하여, 최대 300° C의 임의의 온도 체제에서 임의의 대기압 체제로(따라서 또는 진공 하에) 성형 및 건조하는 공정이다. 페이스트의 형성(이 경우, 페이스트에 대한 높은 전단 응력을 갖는 기계적 응력을 인가하는 것이 또한 적합함) 및 건조 중에, 지오폐리머화 반응이 일

어나고, 여기서 메타카올린이 규산알칼리나트륨 용액에 용해된다. 그런 다음, 형성된 올리고머는 함께 응축되어 3D 지오폐리머 네트워크를 생성한다. 100 내지 250° C의 온도에서 수행된 건식 처리가 종료하는 시점에, 건조된 응집체 잔류물은 비정질 지오폐리머로서 수득되며, 초기 가변 중량 손실은 10 내지 50%이고, 잔류 수분 함량은 규산염-메타카올린-소다 "혼합전 상태"의 총 중량에서 30% 미만의 중량이다.

[0038] 이렇게 건조된 응집체(따라서 EP3128201에서와 같이 완전한 마찰 화합물은 아님)는 상이한 분쇄 시스템, 바람직하게는 볼 분쇄기 또는 자 밀(jar mill)을 사용하여 분쇄되고 분말로 감소되어, 600 μm 미만의 과립도 측정, 바람직하게는 400 μm 미만을 수득하였다: 최종 산물은 본 발명에 따른 무기 결합체를 구성하는 지오폐리머로, 이는 비정질 형태로 그러나 특히 유리 수산화나트륨을 갖지 않는 양성 양태를 갖는 분말로서 제공하고; 그런 다음, 이러한 최종 산물을 마찰 화합물의 다른 통상적인 성분, 예컨대 필러, 윤활제, 연마제, 섬유 등과 혼합하여 EP3128201에서와 같이 몰딩된 마찰 재료의 혼합물을 얻는다. 몰딩하는 동안에 단순히 압력 및 온도의 인가로 인해, 이전에 합성된 지오폐리머 입자는 경화되고 비정질로 잔류해서 마찰 요소, 전형적으로는 브레이크 패드를 생성하고, 여기서 상기 성분 재료는 비정질 지오폐리머 무기 결합체로만(유기 결합체의 가능한 제한 양, 10% 미만은 제외) 구성된 매트릭스 내에 분산된다.

[0039] 이와 같이 수득된 마찰 요소는, 수십 MPa 정도의 압력을 사용하여도, 균열 또는 박리로 인한 폐기물을 생성하지 않는다. 그 결과 EP3128201에 견줄만한 몰딩 조건과 브레이크 패드의 정상적인 몰딩 조건 하에서 분말을 재경화하여, EP3128201의 열수 합성에 따라 제조된 마찰 재료와 비슷한 브레이크 성능을 생성하고 EP3128201에 따라 제조된 동일한 성분의 것과 유사한 사용으로부터 재료 및 디스크 마모성을 갖는다.

[0040] 지오폐리머 분말의 재경화를 위한 몰딩

[0041] 본 발명의 방법으로 수득된 브레이크 패드의 몰딩은 원료 화합물을, 또한 금속 지지체 또는 백플레이트를, "하부층"으로 불리는 공지의 댄핑/절연층 유무로 처리된 특성을 갖는 몰드 안으로 위치시킴으로 수행되고, 몰딩 단계 동안에, 존재하는 경우의 하부층 위에 가능한 마찰 재료의 층 또는 블록을 형성할 뿐만 아니라, 이 층 또는 블록이 금속 지지체에 접촉되는 것을 또한 달성한다.

[0042] 몰딩은 40 내지 250° C의 온도 및 50 내지 2000 Kg/cm²의 압력에서 1 내지 30분 동안 수행되거나, 원료 화합물 또는 혼합물을 몰드 작업하고, 그 다음 40 내지 250° C의 온도 및 150 내지 2000 kg/cm²(14.7-49 MPa)의 압력에서 3 내지 15분 동안 백플레이트 상에 미리 형성된 화합물을 몰딩한다.

[0043] 대안적으로, 원료 화합물은 마찰 재료 블록을 얻도록 몰딩될 수 있고, 이는, 예를 들어 페놀계 또는 실리콘계 접착제를 사용하여, (하부층이 있거나 없는) 금속 지지체 또는 백플레이트에 단지 연결된다.

[0044] 마찰 재료의 다른 성분

[0045] 본 발명에 따라 제조될 마찰 재료의 조성물 또는 원료 화합물의 성분은, 현재의 유기 결합체를 상기 방법으로 수득된 무기 결합체로 완전히 대체하는 단일 예방 조치와 함께, 당해 기술에 이미 공지된 마찰 재료에 사용되는 성분일 수 있으며, 동시에 연마제의 함량을 감소시키고 윤활제의 함량을 증가시킨다.

[0046] 본 발명에 따라 얻을 수 있는 마찰 재료는 또한, 바람직하게는 구리 및/또는 이의 결합체가, 분말 및 섬유 형태 둘 다에 없는 것이 바람직하다.

[0047] 특히, 섬유로 만들어진 성분은, 석면 이외의 임의의 유기 또는 무기 섬유로, 또는 마찰 재료에 일반적으로 사용되는 임의의 금속 섬유로 이루어질 수 있으며, 바람직하게는 구리 및 이의 결합체를 배제한다. 예시적인 예는 무기 섬유, 예컨대 유리 섬유, 울 또는 암 섬유, 왈라스토나이트, 세피올라이트 및 아타펄자이트, 및 유기 섬유, 예컨대 아라미드 섬유, 폴리이미드 섬유, 폴리아미드 섬유, 페놀 섬유, 셀룰로오스 및 아크릴 섬유 또는 PAN(폴리아크릴로니트릴), 금속 섬유, 예컨대 스틸 섬유, 스테인리스 강, 알루미늄 섬유, 아연 등을 포함한다.

[0048] 섬유는 짧은 섬유 또는 분말의 형태로 사용될 수 있다.

[0049] 섬유의 양은, 바람직하게는 전체 마찰 재료의 총 부피에서 2% 내지 30%의 부피, 보다 바람직하게는 8% 내지 15%의 부피이며, 섬유 성분은 바람직하게는 항상 암 섬유를 포함하고, 이는 결합체로서 사용된 지오폐리머와 강한 친화도를 갖는 것으로 나타난다.

[0050] 본 기술에서 공지된 수많은 재료가, 유기 또는 무기 필러로서 사용될 수 있다. 예시적인 예는 침전된 탄산칼슘, 황산바륨, 산화마그네슘, 수산화칼슘, 플루오르화칼슘, 소석회, 활석, 운모를 포함한다.

[0051] 이들은 단독으로 또는 둘 이상의 조합으로 사용될 수 있다. 이들 필러의 양은, 바람직하게는 마찰 재료의 총 조

성을 기반으로 2% 내지 40%의 부피이다.

[0052] (필러의 전부 또는 일부를 포함할 수 있는) 마찰 개질제는, 탄소 재료 또는 그래핀과 같은 나노 재료 이외에, 캐슈 더스트와 같은 유기 필러, 고무 더스트, 분말 트레드 고무, 다양한 비가황 고무 입자, 다양한 가황 고무 입자, 무기 필러, 예컨대 황산바륨, 탄산 칼슘, 수산화칼슘, 질석 및/또는 운모, 연마재, 예컨대 실리콘 카바이드, 알루미늄, 규산지르코늄, 금속 실과이드계 윤활제, 예컨대 몰리브덴 이황화물, 황화주석, 황화아연, 철 및 비철 황화물, 구리 및 구리 합금 이외의 금속 입자, 및/또는 상기 조합의 합성을 포함할 수 있다.

[0053] 연마재는 다음과 같이 분류될 수 있다(아래 목록은 단지 예시일 뿐이며, 반드시 완전한 것은 아니며, 한정적이지 않다):

[0054] · 경 연마재(모스 1-3): 활석, 수산화칼슘, 티탄산칼륨, 운모, 카올린, 질석;

[0055] · 중 연마재(모스 4-6): 황산바륨, 산화마그네슘, 플루오르화칼슘, 탄산칼슘, 알라스토나이트, 규산칼슘, 산화철, 실리카, 크로마이트, 산화아연;

[0056] · 강 연마재(모스 7-9): 실리콘 카바이드, 지르콘 모래(지르코늄 산화물), 규산지르코늄, 지르코늄, 강옥, 알루미늄, 멀라이트.

[0057] 바람직하게는, 그러나 반드시 그렇지는 않지만, 본 발명에 따라 얻을 수 있는 마찰 재료는, 강 연마재를 함유하지 않고, 단지 중 또는 경 연마재만을 함유하는데, 그 이유는 결합제로서 생산된 지오폴리머 자체가 이미 중 연마재이기 때문이다.

[0058] 본 발명에 따라 제조된 마찰 재료는 또한, 마찰 재료의 총 조성을 기반으로 5% 내지 15%의 부피로 그래파이트를 바람직하게 포함한다.

[0059] 원하는 마찰 특성에 따른 윤활제의 총 함량은, 바람직하게는 마찰 재료의 전체 부피의 4% 내지 20%이며, 특히 그래핀을 포함할 수 있다.

[0060] 경화 및 도장

[0061] 가압 중에 경화되고 이러한 간단한 가압 몰딩 후에 일반적으로 이미 사용 가능한 몰딩 제품(브레이크 패드)은, 제형 및/또는 설계 규격에 의해 필요한 경우에, 선택적으로, 80 내지 450° C에서 10분 내지 15시간 동안 보충 열처리를 통해 추가로 사후 경화된 다음, 분무- 또는 분말-페인팅되고, 오븐-건조되고, 완제품을 제조하기 위해 필요한 곳에서 가능한 기계적으로 가공된다.

[0062] 본 발명의 방법에 의해 수득된 마찰 재료는, 간단한 프레스 몰딩 후 및 가능한 선택적인 보조 열 처리 이후에, 자동차, 트럭, 기차 및 다양한 다른 유형의 차량 및 산업 기계용 디스크 브레이크 패드, 슈즈 및 라이닝과 같은 응용예에 사용될 수 있거나, 클러치 디스크로 사용될 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0063] 본 발명은 이제 첨부된 도면 중 도 1 내지 도 6을 참조하여 완전하지 않은 실제 구현 예시를 참조하여 보다 상세히 설명될 것이다.

- 도 1은 형성, 열처리 및 분쇄 후의 메타카올린과 지오폴리머에 대해 각각 수행된 분석에 따른, 푸리에-변환 적외선 분광법(FTIR)의 결과를 개략적으로 나타낸다.

- 도 2는 본 발명에 의해 설명된 방법에 따라 수득된 분말 샘플 순수 지오폴리머 결합제의 분말 샘플의 X-선 회절계 스펙트럼을 나타낸다.

- 도 3 및 도 4는 본 발명의 방법에 따라 그리고 EP3128201의 카올린-소다 시스템 각각에 따라, 결합제만의 몰딩 후에 무기 결합제 샘플의 X-선 회절 스펙트럼을 나타낸다.

- 도 5는, 종래 기술의 마찰 재료 제형(점선) 및 동일한 제형이나 본 발명에 따라 제조된 마찰 재료 제형(연속선)으로 제조된, 동일한 브레이크 패드의 AKM 표준에 따라, 단순화된 그래픽 형태로 비교 브레이크 효율 테스트 결과를 나타낸다.

- 도 6은 동일한 마찰 재료 제형으로 제조되거나 종래 기술 방법(도 6a)과 본 발명의 방법(도 6b)을 각각 사용한 브레이크 패드 및 개별 브레이크 디스크의 일련 사진으로 AKM 표준에 따른 브레이크 효율 테스트의 종료 시점을 나타낸다

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0064] 실시예 및 비교예는 예시의 목적으로 본원에 보고되며, 본 발명을 제한하려는 것은 아니다.
- [0065] 종래 기술 - 비교예
- [0066] EP3128201에 설명된 바와 같이, 수산화나트륨은 공기 중 해머 밑에서 분쇄된다. 그런 다음, 수산화나트륨과 카울린을 공지된 믹서, 예를 들어 Loedige 또는 Eirich를 사용하여 건식 분말 조건에서 혼합하여, 카울린과 가성 소다인 NaOH 간에 78:22의 중량비로 미가공 결합제(아직 중합되지 않음)를 수득한다.
- [0067] 이렇게 생성된 결합제는 공지된 믹서, 예를 들어 Loedige 또는 Erich를 사용하여, 선택된 마찰 재료 혼합물 또는 조성물에 의해 요구되는 다른 원료에 첨가된다.
- [0068] 이렇게 수득된 "소성전" 마찰 재료의 혼합 또는 조성물은 이어서 가압 하에 고온 성형되어 제1 시리즈의 브레이크 패드를 얻는다.
- [0069] 본 발명에 따른 방법 - 작동 실시예
- [0070] 상업용 소다 펠릿을 물에 직접 용해시켜 용액을 pH 14로 함으로써, 물(H₂O) 중의 규산나트륨 및 NaOH 용액을 NaOH 중량의 1 내지 6%로 제조한다.
- [0071] 이러한 알칼리 용액과 상업용 메타카울린을 $1 < x < 10$ [sic] 범위의 Si/Al 몰비에 대해 1 내지 10(포함)의 용액/메타카울린 중량비로 혼합하고, 이 범위는 바람직하게 2 내지 6 범위일 수 있다. 더 높은 Al 또는 Si 함량을 갖는 상이한 비율도 가능하다. 그러나, 실험 결과 및 이론적 계산은, 본 발명이 2 내지 6의 Si/Al 비율로 최대 효율로 작동한다고 결론을 낸다.
- [0072] 규산염 용액과 가성 소다와 메타카울린 용액을 기계적 교반을 통해 혼합하여 균질한 페이스트를 형성한다.
- [0073] 이렇게 수득된 페이스트를 "테이프 캐스팅" 기술을 사용하여 플라스틱 매트 상에 펴 바른 다음, 10'(분) 내지 90'(분) 범위의 시간 동안 70-250° C의 온도에서 대기압 하에 건조시켜, 혼합물의 중량을 원래 중량의 최대 10-40%까지 감소시키고, 이를 순수한 비정질 지오폴리머로 변환시킨다.
- [0074] 건조된 규산염-소다-메타카울린 지오폴리머 시스템은 건조기로부터 제거되고 불 분쇄기로 분쇄된다. 최종 수분 함량은 35 중량% 미만이어야 한다. 이러한 함량은, 시스템이 잃을 수 있는 물의 최대 양(0%의 분말 수분에 대응함)을 고려하여 계산된다. 이 값 미만의 중량 손실은, 잔류수와 건조 후 중량 사이의 비율과 동일한 수분 함량 일 것이다.
- [0075] 이렇게 생성된 결합제는 분말 형태이고, 공지된 믹서, 예를 들어 Loedige 또는 Eirich를 사용하여, 건식 혼합용으로 선택된 마찰 재료 혼합물 또는 조성물에 의해 요구되는 다른 원료에 첨가된다.
- [0076] 이렇게 수득된 "소성전" 마찰 재료의 혼합 또는 조성물은 이어서 가압 하에 고온 성형되어 제2 시리즈의 브레이크 패드를 얻는다.
- [0077] 몰딩
- [0078] 전술한 두 가지 방법 모두에 따른 몰딩 단계는, 60 내지 250° C의 온도로 가열된 몰드(몰드 및 브레이크 패드의 인용된 성분은 공지되어 있고 단순화를 위해 미도시) 내에 원료 화합물 또는 "소성전" 화합물, 및 가능한 하부층을 갖는 금속 지지체를 몰드 내에 배치하는 단계, 상기 원료 화합물을 150 내지 2000 Kg/cm²의 몰딩 압력으로 1 내지 15분의 시간 동안 인가하는 단계, 또는 원료 화합물 11[sic]을 몰드 내에 사전 형성한 다음에 상기 사전 형성된 화합물을 상기 금속 지지체 상에 몰딩(100 내지 250° C의 온도에서 150 내지 2000 kg/cm²의 몰딩 압력으로 1 내지 15분의 시간 동안 작동함)하는 단계를 포함한다.
- [0079] 대안적으로, 원료 화합물은 금속성 지지체 없이 몰딩되어 마찰 재료의 블록만을 얻도록 하고, 이는 절연체/댐핑층(공지) 또는 하부층의 유무에 상관없이 그 다음에 공지된 방식으로 후속하여 금속성 지지체에 접촉될 수 있고, 페놀계 또는 실리콘계 접착제를 사용하여, 예를 들어 가능하면 하부층을 갖는 금속성 지지체에 대해 마찰 재료의 블록을 가압하고, 180° C의 온도에서 30초 동안 작동시킨다.
- [0080] 임의의 경우에, 몰딩 압력은 항상 몰딩 온도에서의 물 포화 압력보다 커야 한다.
- [0081] 따라서, 전술한 두 가지 공정의 종료 시점에, 무기 및/또는 유기 및/또는 금속성 섬유, 적어도 하나의 결합제,

적어도 하나의 마찰 개질제 또는 윤활제, 및 적어도 하나의 필러 또는 연마재를 포함하는, 석면이 없는 마찰 재료가 수득되며, 여기서 결합제는 실리카-알루미늄 지오폐리머에 의해 적어도 90%로 구성된다.

- [0082] 원료 화합물의 성분 재료는 적절한 양으로 무기 결합제에 첨가되어, 무기 지오폐리머 결합제의 총량이 바람직하나 반드시 아니지만 부피가 10% 이상이고 바람직하게는 전체 부피의 25%를 초과한다.
- [0083] 또한, EP3128201에서 보고된 것과 비교하면, 본 발명에 따라, 메타카올린은 나트륨과 소다의 수용액에 용해되었기 때문에, 수득된 마찰 재료의 무기 지오폐리머 결합제는 완전히 비정질인 구조를 나타내며, 이는 심지어 지오폐리머 분말의 경화로 인해 몰딩 후에도 비정질로 유지된다.
- [0084] 본 발명에 따른 방법에서, 상기 결합제를 수득한 이후이나 경화 단계(일반적으로 몰딩 단계와 일치함) 이전에, 마찰 재료 화합물, 석면 또는 과생물 또는 구리 또는 그 결합제는 성분 재료로서 추가되지 않는다; 따라서, 본 발명에 따라 수득된 마찰 재료는 유기 결합제가 실질적으로 없거나 거의 없고, 구리 또는 이의 결합제 및/또는 구리 또는 이의 결합제의 섬유가 실질적으로 없고, 바람직하나 반드시 필요한 것은 아니지만, 강 연마제가 실질적으로 없고, 본원에서 그리고 이에 따라, 용어 "실질적으로 없는"은 표시된 물질이 대부분 불순물로서 존재할 수 있음을 의미한다; 따라서, 본 발명에 따른 마찰 재료에 포함된 적어도 하나의 연마제는 바람직하게는 그러나 반드시 필요한 것은 아니지만, 중 또는 경 연마제이고; 여기서 이러한 용어는 미리 전술한 다음 분류를 참조한다.
- [0085] · 경 연마제(모스 1-3의 정도): 예를 들어, 활석, 수산화칼슘, 티탄산칼륨, 운모, 질석, 카올린;
- [0086] · 중 연마제(모스 4-6의 정도): 예를 들어, 황산바륨, 산화마그네슘, 플루오르화칼슘, 탄산칼슘, 왈라스토나이트, 규산칼슘, 산화철, 실리카, 크로마이트, 산화아연;
- [0087] · 강 연마제(모스 7-9의 정도): 예를 들어, 실리콘 카바이드, 지르콘 모래(지르코늄 산화물), 규산지르코늄, 지르코늄, 강옥, 알루미늄, 멀라이트.
- [0088] 본 발명의 다른 양태에 따라, 마지막으로 형성될 마찰 재료에 함유된 윤활제와 연마제 사이의 부피 비가, 바람직하게는 1:1 내지 1:4로 선택된다(비교를 위해, 이 비율은 유기 결합제를 갖는 공지된 마찰 재료에서 일반적으로 1:8 이상임).
- [0089] 또한, 지오폐리머 결합제를 수득하기 위한 출발 원료는, 본 발명에 따른 마찰 재료 내의 무기 지오폐리머 결합제가 3 내지 10의 $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 비율 및 3 내지 10의 $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ 비율을 갖도록 선택된다.
- [0090] 보다 일반적으로, 무기 지오폐리머 결합제는, 본 발명에 따라 그리고 EP3128201과는 다르게, 원하는 마찰 재료를 몰딩하기 전에 수득된다. 마찰 재료의 블록의 몰딩은, 액체 상태에서 물을 갖도록, 몰딩 온도에서의 물의 포화 압력(수증기 장력)을 더한 압력(P) 하에, 80° C 내지 500° C, 바람직하게는 110° C 내지 250° C의 온도(T)에서 일어난다.
- [0091] 지오폐리머 분말의 조밀화는 몰딩 중에 수득된다.
- [0092] **실시예 1 - 결합제 합성 방법 간의 비교**
- [0093] "Imerys Refractory Minerals"사의 메타카올린 115.7 g을, 임의의 형태인, 이 경우 "PQ Corporation - Holland"사로부터의 139.4 g의 규산나트륨(이미 나타낸 바와 같이, 규산칼륨도 또한 작용함) 수용액 300.0 g, 및 사전에 준비된 펠릿 형태의 가성 소다 1.51 g과 5' 내지 45' 시간에 걸쳐 800 rpm의 속도로 혼합하였고, 중-고 점도 유체용 특정 혼합 휘스크와 함께 드릴 교반기를 사용하였다. 메타카올린을 규산나트륨-가성 소다 용액과 혼합하여 수득한 습식 페이스트를, 습식 및 알칼리 페이스트/모르타르에 특이적인 마일라 시트를 사용하여 펼치고 건조시키고, 다음의 파라미터를 사용한다: 0.1 내지 3 mm의 페이스트 펼친 두께, 40° 내지 250° C의 건조 온도, A3 내지 A4의 시트 크기, 10' 내지 90'의 건조 시간.
- [0094] 그런 다음, 고체 응집체 형태의 건조 결합제를 시트로부터 분리하고, 14시간 동안 275 회전/분으로 회전하는 볼 분쇄기로 분쇄하여, 산물의 과립화를 적어도 150 μm로 만든다.
- [0095] 최종 산물은 결합제로서 사용될 준비가 된 분말이다.
- [0096] 따라서, 생성된 분말형 결합제의 과립 특성은 다음의 표 1에 나타나 있다.

[0097] 표 1

샘플	d10	d50	d90
#24-1	8	66	295

[0098]

[0099] 알 수 있는 바와 같이, 분쇄 산물은 300 μm 내지 7.0 μm 의 과립도 측정값을 가지며, 산물의 적어도 50%는 대략 50-70 μm 의 과립도 측정값을 갖는다.

[0100]

따라서, 수득된 분말은 이렇게 특징을 갖는다.

[0101]

메타카올린 및 생성된 지오폴리머 분말에 대한 푸리에-변환 적외선 분광법은 도 1에 따른 그래픽을 생성한다. 메타카올린 중의 Si-O 결합체에 대한 1038 cm^{-1} 의 피크는 건조 후의 반응 지오폴리머에 대해 988 cm^{-1} 로 이동하는 것을 관찰할 수 있다.

[0102]

이러한 이동은, 나트륨의 존재로 기인해, 메타카올린에 함유된 알루미늄은 배위수 4를 가정하였고, 따라서 실리카의 3차원 망상으로 진입하여, 안정한 지오폴리머의 형성을 생성하는 사실을 나타낸 표시이다.

[0103]

X-선 회절 스펙트럼 분석은 도 2의 그래프를 생성한다. 이는 지오폴리머가 비정질 구조를 가짐을 나타내고, 이러한 유형의 지오폴리머를 수득하기 위해 설명된 반응 메커니즘으로부터 예상하는 것이 논리적이다.

[0104]

실시예 2 - 브레이크 패드의 제조

[0105]

각각의 성분에 대해 아래 표 2에 보고된 간격의 평균 값을 사용하고, "결합제 혼합물"로서 표시된 실시예 1을 통해 수득된 분말을 결합제로서 사용하여, 두 개의 동일한 마찰 재료 제형을 제조하였다.

[0106] 표 2

지오폴리머	혼합 재료
	부피%
섬유	8-25
마찰 분말	0.5-3
탄소	8-20
고무	1-4
중 연마재	5-15
경 연마재	9-12
황	3-10
무기 결합제 혼합물	20-60
총	100

[0107]

[0108] 일반적인 계획에 따라, 결합제 혼합물을 상기 혼합물의 다른 성분에 첨가한다: 결합제 20-60의 중량%

[0109]

- 다른 성분 40-80의 중량%; 혼합은 Loedige 혼합기로 수행된다.

[0110]

이어서, EP3128201 및 본 발명에 따른 결합제의 사용 사실을 제외하고, 양과 성분이 동일한 두 가지 혼합물을 수득한 상태로, 두 개의 일련의 동일한 브레이크 패드를 몰딩하는 것을 진행하고, 원료 또는 "소성전" 화합물과 금속 지지체를 하나의 몰드 내에 배치한다. 몰딩은 100-150/70-135/70- 135° C의 온도에서 단계적으로

일어나고, 원료 화합물을 250-720 Kg/cm²의 몰딩 압력으로 2-15분 동안에 인가한다.

- [0111] 이렇게 수득된 마찰 재료는 특성화를 위해 분석된다.
- [0112] 첫 번째 특성화는 X-선 회절 스펙트럼 분석이다. 그러나, 이는 중요한 명확화를 필요로 한다. 이미 지적인 바와 같이, 본 발명에 따라 수득된 지오폐리머 분말은 비정질 구조를 나타내므로, 몰딩 후 마찰 재료 시스템의 비정질 분석을 평가하는 것은 어렵다. 이는, 비정질 재료가 결정질 재료보다 훨씬 낮은 신호 반응을 제공하고 잘 정의된 회절 피크의 존재를 특징으로 하지 않기 때문이다.
- [0113] 또한, XRD 분석을 위한 신호 품질 측면에서 매우 높은 반응을 갖는 흑연의 존재로, 비정질 재료는 XRD 그래프의 베이스라인과 구별하기 어렵다. 이러한 이유로, 결합제만이 상기에 나타난 동일한 방법에 따라 성형되고, 따라서 도면에 나타난 XRD 분석은 몰딩 후에 매트릭스에서만 수행하였다. 브레이크 패드 시스템의 측정은 실제로 가능하지 않다. 그러나, 본 발명에 따라 수득된 순수 지오폐리머 매트릭스, 단독으로 성형된 것과 브레이크 패드의 내부에 몰딩된 동일한 매트릭스 사이에 차이가 없다는 결론을 내리는 것이 명백한 것으로 보인다.
- [0114] 수용액에 소다와 규산염을 용해시키고, 분말인 메타카올린과 혼합한 다음에 건조함으로써(이하 "습식 혼합 방법") 제조된 결합제를 갖는 마찰 재료의 X-선 회절 스펙트럼을 분석한 결과, 수득된 지오폐리머 분말의 고온 몰딩 이후에, 이의 경화를 유발하는 그래프를 도 3에 나타낸다.
- [0115] EP31228201에 따른 결합제로 생성된 마찰 재료의 X-선 회절 스펙트럼 분석은, 관련 결합제의 고온 몰딩 후의 그래프를 도 4에 나타낸다.
- [0116] 알 수 있는 바와 같이, 본 발명에서, 구조체는 몰딩 후조차 비정질로 남는데, 그 이유는 이미 반응된 지오폐리머로부터 시작되었기 때문이며, 고체 블록으로 분말의 재경화만을 가능하게 하는 반면에, EP31228201의 경우에, 구조체는 결합제의 결과적인 지오폐리머화 반응과 함께 몰딩되기 때문에, 하이드로소달라이트가 형성한다.
- [0117] 본질적으로, 경화 단계 후에도 비정질 구조를 유지하는 본 발명의 지오폐리머 결합제의 능력은, 종래 기술에 따른 수열 합성을 통해 수득될 수 있는 것과의 명확한 구별을 허용함이 명백하다.
- [0118] **실시예 3 - 브레이크 테스트**
- [0119] 설명된 바와 같이 제조된 브레이크 패드의 두 개의 배치에 대해 다음 시험을 수행하였다:
- [0120] AKM에 따른 **효율 테스트**: 안착 브레이크, 다른 유체 압력에서의 브레이크, 냉온(50° C 미만) 평가 브레이크, 시뮬레이션된 고속도로 브레이크, 회생 브레이크 시리즈와 산재된 두 개의 고-에너지 브레이크(제1 페이드 테스트). 이 테스트로부터, 산업 기술자에게 공지된 방법을 사용하여, 브레이크 패드 및 디스크가 받는 마모를 외삽하는 것이 또한 가능하다.
- [0121] 얻어진 결과는 도 5에 나타나 있으며, 이는 수득된 실험 곡선의 중요한 데이터의 추출을 개략적으로 나타낸다. 도 5의 점선 그래프는 EP3128201에 따른 "건식" 방법을 사용하여 생산된 결합제를 갖는 브레이크 패드를 나타내는 반면에, 실선 그래프는, 본 발명에 따른 "습식" 방법과 건식을 사용하여 얻은 결합제로 제조된 브레이크 패드를 연이어 나타낸다.
- [0122] 알 수 있는 바와 같이, 실험 결과는 본 발명에 따라 제조된 재료에 대해 완전히 견줄만 하고, 임의의 경우에 더 양호하다.
- [0123] 브레이크 테스트의 종료 시점에서, 브레이크 패드와 디스크가 탈착되고, 검사되고, 사진이 찍히고, 그 결과는 도 6과 표 3에 보고하였고, 이는 브레이크 패드와 브레이크 디스크 모두에서 계산된 마모를 보여준다.

[0124] 표 3

	내부 패드 마모 [g]	예상 브레이크 마모 [g]	디스크 마모 [g]	디스크 라인	디스크 상의 재료
건식 비교 방법	15.7	17.00	6.3	예	예
습식 발명 방법	15.3	16.6	6.1	아니요	아니요

- [0125]
- [0126] 알 수 있는 바와 같이, 본 발명에 따라 제조된 브레이크 패드는 매우 유사한 패드 및 디스크 마모를

보여주지만, 크게 다르지 않다. 그러나, 브레이크 디스크는, 본 발명의 절차를 사용하여 수득된 지오폴리머 결합제를 갖는 패드에 의해 오염되거나 마킹되지 않음을 알 수 있다.

[0127]

[0128]

설명된 것으로부터, 본 특허에 설명된 방법의 장점은 명백하다.

[0129]

· 모든 결과적 안전 문제를 갖는 유리 또는 휘발성 가성 소다 분말을 사용할 필요가 없다;

[0130]

· 최종 건조된 산물은, 이미 반응하고 출발 시약보다 훨씬 덜 알칼리인 지오폴리머 분말을 갖기 때문에, 공격적이지 않다;

[0131]

· 최종 수분의 제어가 더 양호하다.

[0132]

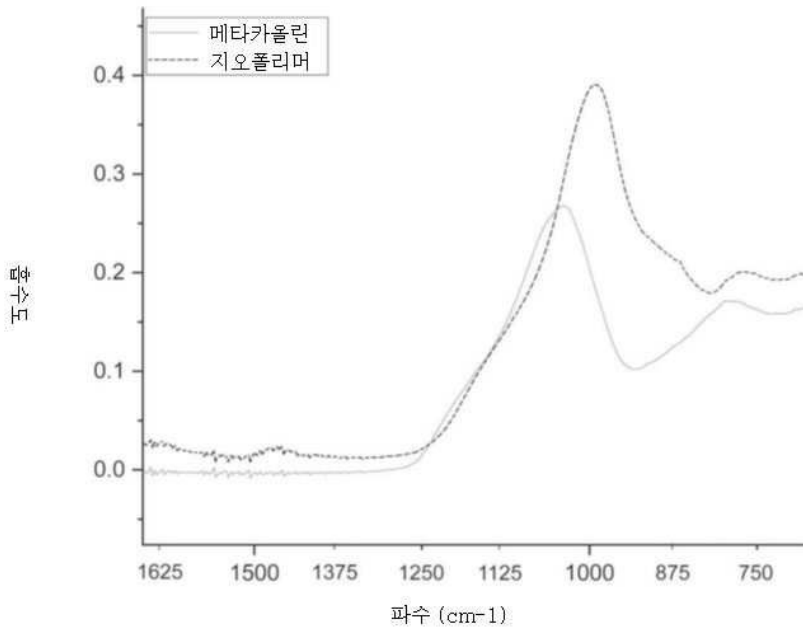
· 이렇게 수득된 제품은 카올린-소다 기반 시스템보다 훨씬 덜 흡습성이며; 이는 훨씬 더 공기 안정적인 분말을 허용하며, 따라서 수분 흡수에 연관된, 기존 설명의 몰딩 문제를 제공하지 않는다.

[0133]

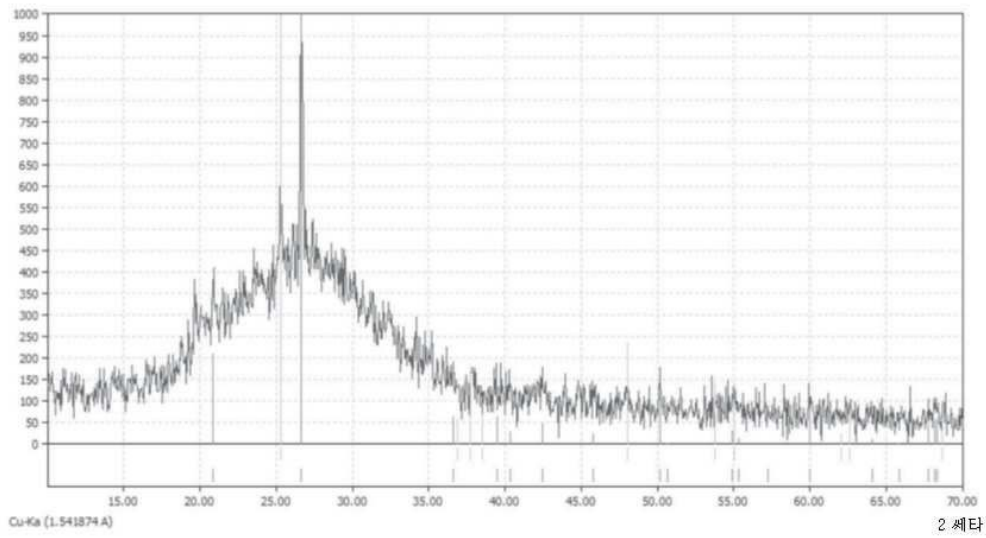
따라서, 발견의 목적은 완전히 달성된다.

도면

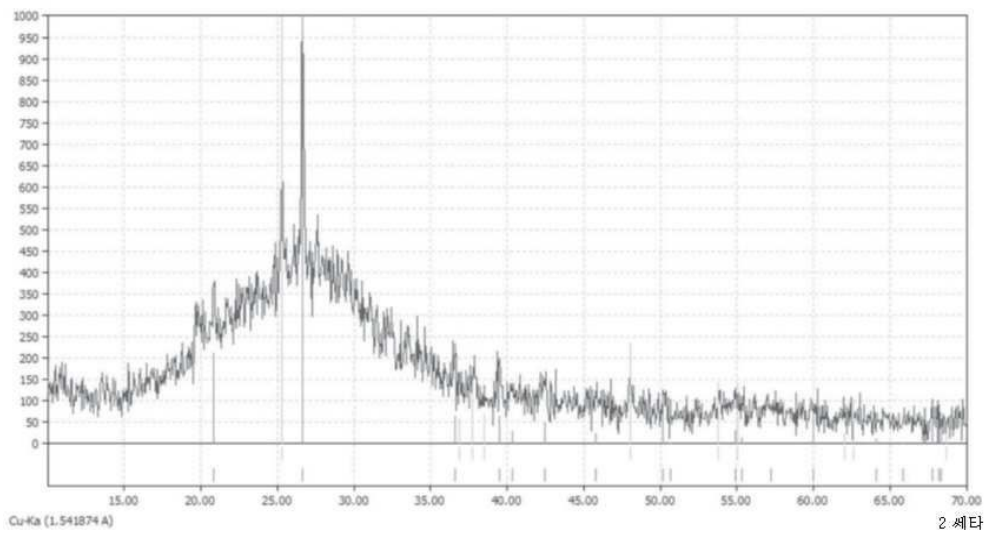
도면1



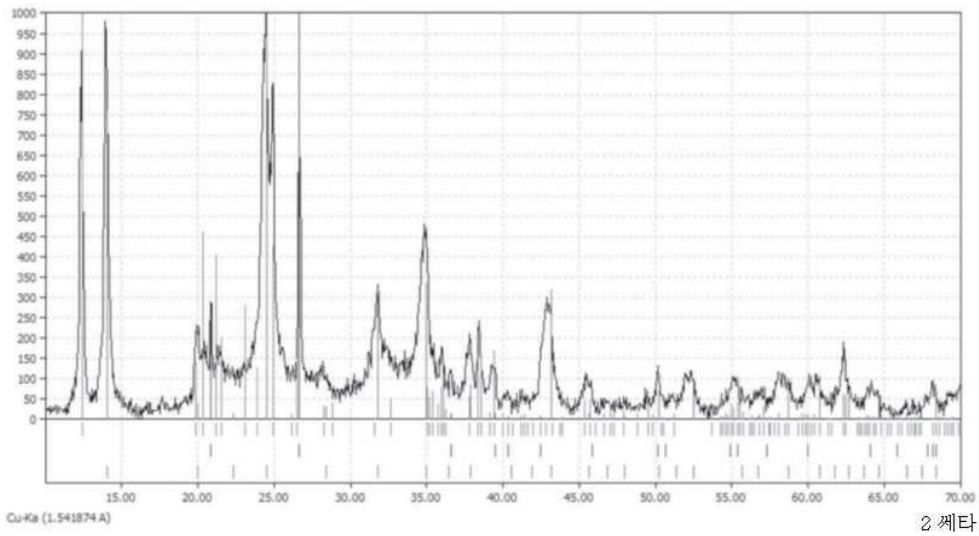
도면2



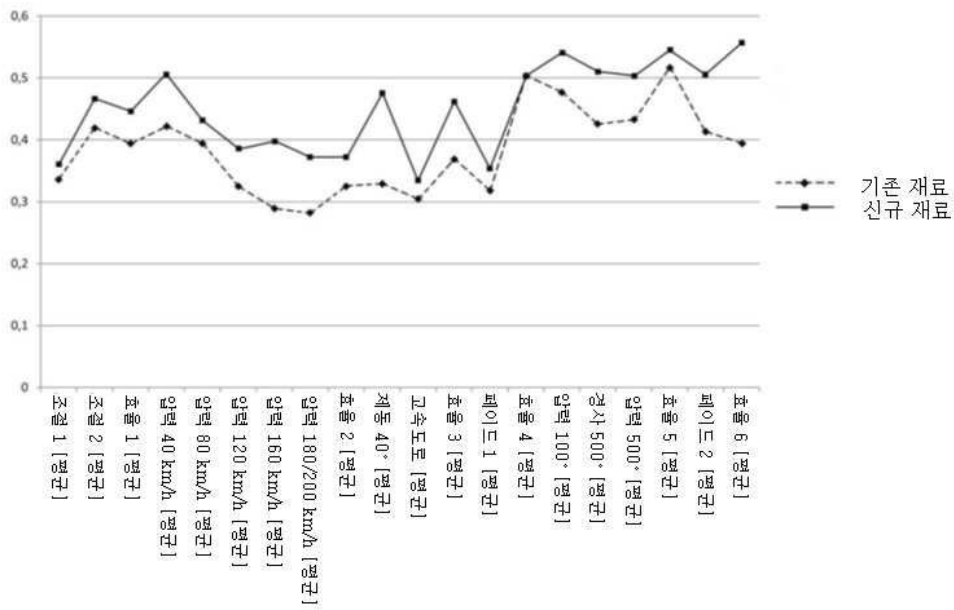
도면3



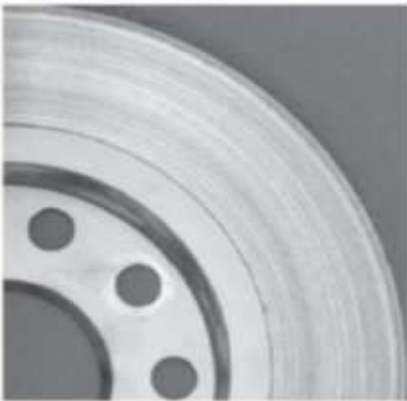
도면4



도면5



도면6a



도면6b

