



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2008-0078039
(43) 공개일자 2008년08월26일

(51) Int. Cl.

B64D 33/00 (2006.01) *C08L 79/08* (2006.01)

(21) 출원번호 10-2008-7016294

(22) 출원일자 2008년07월04일

심사청구일자 없음

번역문제출일자 2008년07월04일

(86) 국제출원번호 PCT/US2006/046508

국제출원일자 2006년12월05일

(87) 국제공개번호 WO 2008/054413

국제공개일자 2008년05월08일

(30) 우선권주장

60/742,248 2005년12월05일 미국(US)

(71) 출원인

이 아이 듀폰 디 네모아 앤드 캄파니

미합중국 델라웨어주 (우편번호 19898) 월밍톤시
마아캣트 스트리트 1007

(72) 발명자

크리잔, 티모티, 디.

미국 19810 델라웨어주 월밍톤 펜닝톤 드라이브
2613

쉬메크페퍼, 마크, 알.

미국 19348 펜실베이니아주 케넷 스쿼어 가든 드라
이브 718

(74) 대리인

김영, 양영준, 양영환

전체 청구항 수 : 총 8 항

(54) 폴리이미드 항공기 엔진 부품

(57) 요약

윤활 충전제를 함유하고 전기적으로 전도성인 물질을 극히 소량으로 함유하거나 또는 전혀 함유하지 않는 폴리이미드 조성물은 베어링, 부싱 및 와셔와 같은 항공기 엔진 부품뿐만 아니라 다른 용도에 유용하다. 바람직하게는, 폴리이미드는 불용해성이다.

특허청구의 범위

청구항 1

폴리이미드 및 약 5 중량% 내지 약 70 중량%의 윤활 충전제를 포함하되, 전기적으로 전도성인 물질을 5 중량% 미만으로 함유하며 (상기 중량 백분율들은 조성물의 총 중량을 기준으로 한 것임), 항공기 엔진의 부품으로서 사용될 때 금속과 접촉하는 조성물을 포함하는 항공기 엔진 부품.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 윤활 충전제가 질화붕소, 카올리나이트, 운모 또는 활석으로 이루어진 군으로부터 선택된 것인 항공기 엔진 부품.

청구항 3

제1항에 있어서, 상기 윤활 충전제가 시트 실리케이트인 항공기 엔진 부품.

청구항 4

제3항에 있어서, 상기 윤활 충전제가 약 15 중량% 내지 약 40 중량%의 양으로 존재하는 것인 항공기 엔진 부품.

청구항 5

제1항 내지 제4항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 폴리이미드가 불용해성인 것인 항공기 엔진 부품.

청구항 6

제1항 내지 제5항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 폴리이미드가 테트라카르복실산 무수물과 약 60 몰% 내지 약 85 몰%의 p-페닐렌디아민 및 약 15 몰% 내지 약 40 몰%의 m-페닐렌디아민; 또는 3,3',4,4'-비페닐테트라카르복실산 이무수물과 m-페닐렌디아민, 말레산 무수물 및 비스(4-아미노페닐)메탄; 또는 3,3',4,4'-벤조페논 테트라카르복실산 이무수물, 톨루엔디아민 및 m-페닐렌디아민; 또는 3,3',4,4'-벤조페논 테트라카르복실산 이무수물, 비스(4-아미노페닐)메탄 및 나딕산 무수물; 또는 트리멜리트산 무수물과 m-페닐렌디아민; 또는 트리멜리트산 무수물과 비스(4-아미노페닐)에테르; 또는 3,3',4,4'-비페닐테트라카르복실산 이무수물과 비스(4-아미노페닐)에테르; 또는 3,3',4,4'-비페닐테트라카르복실산 이무수물과 m-페닐렌디아민; 또는 3,3',4,4'-비페닐테트라카르복실산 이무수물과 p-페닐렌디아민; 또는 3,3',4,4'-벤조페논 테트라카르복실산 이무수물과 4,4'-디아미노벤조페논으로부터 유도된 것인 항공기 엔진 부품.

청구항 7

제1항 내지 제5항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 폴리이미드가 테트라카르복실산 무수물과 약 60 몰% 내지 약 85 몰%의 p-페닐렌디아민 및 약 15 몰% 내지 약 40 몰%의 m-페닐렌디아민으로부터 유도된 것인 항공기 엔진 부품.

청구항 8

제1항의 부품을 포함하는 항공기 엔진.

명세서

기술분야

<1> 본 발명은 폴리이미드, 윤활 충전제 및 임의로는 다른 물질을 포함하나, 전기적으로 전도성인 물질을 함유한다 하더라도 극히 소량으로 함유하며, 항공기 엔진의 부품으로서 유용한 폴리이미드 조성물에 관한 것이다.

배경기술

<2> 폴리이미드, 특히 용융되지 않는 (불용해성인) 폴리이미드는 마모 및/또는 낮은 마찰 및/또는 낮은 마멸이 높은 온도에서 중요하고/하거나 다양한 종류의 화학물질이 존재하는 분야에서 특히 유용하다. 이러한 분야로는 항공

기 엔진 부품, 항공기 마모 패드, 자동차 트랜스미션 부싱(bushing) 및 실 링(seal ring), 텐터프레임(tenterframe) 패드 및 부싱, 재료 가공 장비 부품, 및 펌프 부싱 및 실(seal)이 포함된다. 전형적으로, 사용되는 조성물은 흑연 분말 및/또는 탄소 섬유와 같은 일부 형태의 탄소 및 폴리이미드를 함유한다. 그러나, 이러한 조성물로부터 제조되고 또한 금속과 접촉하는 부품은, 특히 이들이 염(예를 들면, 소금물로부터의 염)에 노출되었을 경우, 금속의 부식을 촉진할 수 있다는 것이 밝혀졌다(예를 들어, 미국 특허 제6,107,990호 참조). 미국 특허 제6,107,990호에는 폴리이미드 조성물을 함유하나 복잡한 구조를 가져 제조하는 데 있어 더 많은 비용이 드는 제트 엔진 부싱의 용도가 제안되어 있다. 따라서, 상기한 용도(예를 들면 적절한 마모, 마찰 및/또는 마멸 특성)에 적합하며 금속의 부식을 촉진하지 않는 보다 단순한 폴리이미드 부품이 필요하다.

<3> 미국 특허 제5,789,523호에는 폴리이미드용 충전제로서의 카올리나이트의 용도가 기재되어 있다. 충전제로서의 질화붕소에 대해선 언급되어 있지 않다.

<4> 미국 특허 제5,886,129호에는 특정 폴리이미드 중합체, 및 이들 폴리이미드 중합체와 함께 사용할 수 있는 특정 충전제가 기재되어 있다. 질화붕소에 대해선 언급되어 있지 않다. 본원에 참고로 인용되는 상기 특허에는 또한 내열성 폴리이미드, 및 폴리이미드의 열안정성을 시험하는 방법이 기재되어 있다.

<5> <발명의 개요>

<6> 간단히 말하면, 본 발명의 일 양태에 따라, 폴리이미드 및 약 5 중량% 내지 약 70 중량%의 윤활 충전제를 포함하되, 전기적으로 전도성인 물질을 5 중량% 미만으로 함유하며(상기 중량 백분율들은 조성물의 총 중량을 기준으로 한 것임), 항공기 엔진 중에서 금속과 접촉하는 조성물을 포함하는 부품을 포함하는 항공기 엔진이 제공된다.

<7> 본 발명의 또다른 양태에 따라, 폴리이미드 및 약 5 중량% 내지 약 70 중량%의 윤활 충전제를 포함하되, 전기적으로 전도성인 물질을 5 중량% 미만으로 함유하며(상기 중량 백분율들은 조성물의 총 중량을 기준으로 한 것임), 항공기 엔진 중에서 금속과 접촉하는 조성물을 포함하는 항공기 엔진 부품이 제공된다.

발명의 상세한 설명

<8> 본원에서 특정 용어를 사용하였으며, 이들 용어들은 하기와 같이 정의된다.

<9> "폴리이미드"란 반복 단위 사이의 연결기 중 약 80% 이상, 보다 바람직하게는 약 90% 이상, 특히 바람직하게는 본질적으로 모두가 이미드기인 중합체를 의미한다.

<10> 본원에서 "불용해성"이란 폴리이미드가 분해되는 온도 미만에서 폴리이미드가 액화되지 않는 것, 즉 폴리이미드의 용점 및/또는 유리 전이 온도가 폴리이미드의 분해 온도보다 높음을 의미한다. 전형적으로, 분말 금속을 부품으로 형성하는 것과 같이, 이러한 불용해성 폴리이미드 조성물의 부품은 열 및 압력 하에 형성된다(예를 들어, 본원에 참고로 인용되는 미국 특허 제4,360,626호 참조).

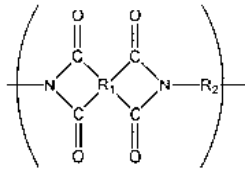
<11> "전기적으로 전도성"이란 낮은 전기 저항(높은 도전율)을 갖는 것으로 일반적으로 생각되는 물질을 의미한다. 이러한 물질로는 탄소(다이아몬드를 제외한 모든 형태), 모든 금속(금속으로 코팅된 섬유와 같은 다른 "복합" 물질 포함), 및 폴리아닐린, 폴리피롤 및 폴리티오펜과 같은 전도성 중합체가 포함된다.

<12> "금속과 접촉하는"이란 접촉하는 물질이 항공기 엔진 또는 다른 기구가 조립되고 일상적으로 사용될 때의 적어도 일부 시간 동안 금속과 접촉하는 것을 의미한다.

<13> 본원에서(바람직한) 조성물을 언급하는 경우, 이들 조성물은, 적절한 경우, 본원에 기재되는 항공기 엔진 및 다른 기구 및 부품 종류에서 또한 사용될 수 있다. 하기하는 바람직한 조성물 실시양태 모두는 임의의 다른 바람직한 조성물 실시양태와 조합되어 특히 바람직한 실시양태를 형성할 수 있다.

<14> 폴리이미드는 특징적인 -CO-NR-CO-기를 중합체 골격의 주쇄에 따라 선형 또는 헤테로고리형 단위로서 함유한다. 폴리이미드는, 예를 들면 유기 테트라카르복실산, 또는 이들의 해당 무수물 또는 에스테르 유도체와 지방족 또는 방향족 디아민과 같은 단량체들의 반응으로부터 수득할 수 있다.

<15> 폴리이미드를 제조하기 위해 사용되는 폴리이미드 전구체는 가열되거나 화학적으로 처리될 경우 해당 폴리이미드로 되는 유기 중합체이다. 이와 같이 수득한 폴리이미드의 특정 실시양태에서, 이들의 중합체 사슬의 반복 단위 중 약 60 내지 100 몰%, 바람직하게는 70 몰% 이상, 보다 바람직하게는 약 80 몰% 이상이 하기 화학식으로 나타내지는 폴리이미드 구조를 갖는다.



<16>

<17>

상기 식에서,

<18>

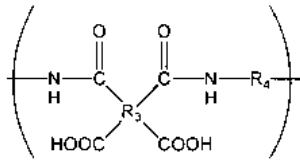
R₁은 탄소 원자수 6의 벤제노이드-불포화 고리가 1개 내지 5개인 4가 방향족 라디칼이며, 여기서 4개의 카르보닐기는 R₁ 라디칼의 벤젠 고리의 상이한 탄소 원자에 직접 결합하고, 카르보닐기의 각 쌍은 R₁ 라디칼의 벤젠 고리의 인접 탄소 원자에 결합하며,

<19>

R₂는 탄소 원자의 벤제노이드-불포화 고리가 1개 내지 5개인 2가 방향족 라디칼이며, 여기서 2개의 아미노기는 R₂ 라디칼의 벤젠 고리의 상이한 탄소 원자에 직접 결합한다.

<20>

바람직한 폴리이미드 전구체는 방향족이며, 이미드화되었을 때, 방향족 화합물의 벤젠 고리가 이미드기에 직접 결합하는 폴리이미드를 제공한다. 특히 바람직한 폴리이미드 전구체로는 예를 들어 하기 화학식으로 나타내지는 반복 단위를 갖는 폴리아믹산이 포함되며, 여기서 폴리아믹산은 단일중합체 또는 2종 이상의 반복 단위의 공중합체일 수 있다.



<21>

<22>

상기 식에서,

<23>

R₃은 탄소 원자수 6의 벤제노이드-불포화 고리가 1개 내지 5개인 4가 방향족 라디칼이며, 여기서 4개의 카르보닐기는 R₃ 라디칼의 벤젠 고리의 상이한 탄소 원자에 직접 결합하고, 카르보닐기의 각 쌍은 R₃ 라디칼의 벤젠 고리의 인접 탄소 원자에 결합하며,

<24>

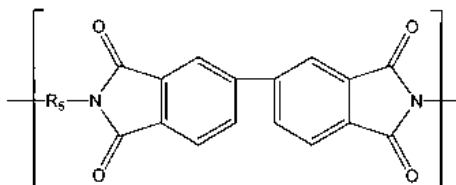
R₄는 탄소 원자의 벤제노이드-불포화 고리가 1개 내지 5개인 2가 방향족 라디칼이며, 여기서 2개의 아미노기는 R₄ 라디칼의 벤젠 고리의 상이한 탄소 원자에 직접 결합한다.

<25>

상기 화학식으로 나타내지는 반복 단위를 갖는 폴리아믹산의 전형적인 예로는 피로멜리트산 이무수물 ("PMDA")과 디아미노디페닐 에테르 ("ODA")로부터 취득되는 것 및 3,3',4,4'-비페닐테트라카르복실산 이무수물 ("BPDA")과 ODA로부터 취득되는 것이 있다. 폐환시킬 경우, 전자는 폴리(4,4'-옥시디페닐렌피로멜리트이미드)가 되고, 후자는 폴리(4,4'-옥시디페닐렌-3,3',4,4'-비페닐테트라카르복시아미드)가 된다.

<26>

용액 이미드화 공정에 의해 제조된 폴리이미드의 전형적인 예로는 하기 반복 단위를 갖는 경질의 방향족 폴리이미드 조성물이 있다.



<27>

<28>

상기 식에서,

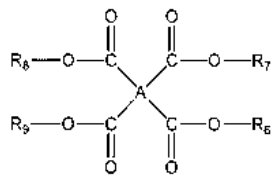
<29>

R₅는 60 몰% 초과 내지 약 85 몰%의 p-페닐렌디아민 ("PPD") 단위 및 약 15 몰% 내지 40 몰% 미만의 m-페닐렌디아민 ("MPD") 단위이다.

<30>

본 발명의 실시예 바람직하게 사용되는 테트라카르복실산, 또는 본 발명의 실시예 유용한 유도체가 제조될 수

있는 테트라카르복실산은 하기 화학식의 테트라카르복실산이다.



<31>

<32>

상기 식에서,

<33>

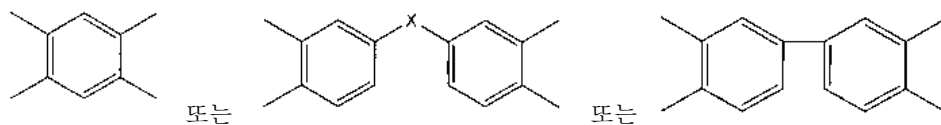
A는 4가 유기기이고,

<34>

R₆ 내지 R₉는 수소 또는 저급 알킬, 바람직하게는 메틸, 에틸 또는 프로필을 포함한다.

<35>

4가 유기기인 A는 하기 구조 중 하나를 갖는다.


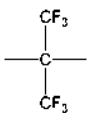


<36>

<37>

상기 식에서,

<38>

X는 , -O-, -S-, -SO₂-, -CH₂-, -CH₂CH₂- 및  중 적어도 하나를 포함한다.

<39>

방향족 테트라카르복실산 성분으로서, 방향족 테트라카르복실산, 이들의 산 무수물, 이들의 염 및 이들의 에스테르를 언급할 수 있다. 방향족 테트라카르복실산의 예로는 3,3',4,4'-비페닐테트라카르복실산, 2,3,3',4'-비페닐테트라카르복실산, 피로멜리트산, 3,3',4,4'-벤조페논테트라카르복실산, 2,2-비스(3,4-디카르복시페닐)프로판, 비스(3,4-디카르복시페닐)메탄, 비스(3,4-디카르복시페닐)에테르, 비스(3,4-디카르복시페닐)티오에테르, 비스(3,4-디카르복시페닐)포스핀, 2,2-비스(3',4'-디카르복시페닐)헥사플루오로프로판, 2,2-비스[4-(3,4-디카르복시페녹시)페닐]프로판 이무수물 및 비스(3,4-디카르복시페닐)술폰이 포함된다.

<40>

이들 방향족 테트라카르복실산은 단독으로 또는 배합하여 사용할 수 있다. 방향족 테트라카르복실산 이무수물이 바람직하고, 3,3',4,4'-비페닐테트라카르복실산 이무수물, 피로멜리트산 이무수물, 3,3',4,4'-벤조페논테트라카르복실산 이무수물 및 이들의 혼합물이 특히 바람직하다.

<41>

유기 방향족 디아민으로서, 당업계에서 공지되어 있는 1종 이상의 방향족 및/또는 헤테로고리형 디아민을 사용하는 것이 바람직하다. 이러한 방향족 디아민은 화학식 H₂N-R₁₀-NH₂ (여기서, R₁₀은 탄소 원자수가 16 이하이고 고리에 -N-, -O- 또는 -S-를 비롯한 하나 이하의 헤테로원자가 임의로 함유되는 방향족기임)로 나타내질 수 있다. R₁₀이 디페닐렌기 또는 디페닐메탄기인 R₁₀기를 함유하는 것도 또한 이에 포함된다. 이러한 디아민의 대표적인 예로는 2,6-디아미노피리딘, 3,5-디아미노피리딘, m-페닐렌디아민, p-페닐렌디아민, p,p'-메틸렌 디아닐린, 2,6-디아미노톨루엔 및 2,4-디아미노톨루엔이 있다.

<42>

방향족 디아민 성분의 단지 예시적인 다른 예로는 1,4-디아미노벤젠, 1,3-디아미노벤젠 및 1,2-디아미노벤젠과 같은 디아민; 4,4'-디아미노디페닐에테르, 3,4'-디아미노디페닐에테르, 3,3'-디아미노디페닐에테르 및 4,4'-디아미노디페닐티오에테르와 같은 디페닐(티오)에테르 디아민; 3,3'-디아미노벤조페논 및 4,4'-디아미노벤조페논과 같은 벤조페논; 3,3'-디아미노디페닐포스핀 및 4,4'-디아미노디페닐포스핀과 같은 디페닐포스핀 디아민; 3,3'-디아미노디페닐메탄, 4,4'-디아미노디페닐메탄, 3,3'-디아미노디페닐프로판 및 4,4'-디아미노디페닐프로판과 같은 디페닐알킬렌 디아민; 3,3'-디아미노디페닐술폰 및 4,4'-디아미노디페닐술폰과 같은 디페닐술폰 디아민; 3,3'-디아미노디페닐술폰 및 4,4'-디아미노디페닐술폰과 같은 디페닐술폰 디아민; 및 벤지딘 및 3,3'-디메틸벤지딘과 같은 벤지딘류가 포함된다.

<43>

다른 유용한 디아민은 하나 이상의 비(非)헤테로원자를 함유하는 방향족 고리, 또는 관능기로 연결되는 2개 이상의 방향족 고리를 갖는다.

- <44> 이들 방향족 디아민은 단독으로 또는 배합하여 사용할 수 있다. 1,4-디아미노벤젠, 1,3-디아미노벤젠, 4,4'-디아미노디페닐에테르 및 이들의 혼합물이 방향족 디아민 성분으로서 바람직하게 사용된다.
- <45> 폴리아믹산은 방향족 디아민 성분과 방향족 테트라카르복실산 성분을 유기 극성 용매 중에서 바람직하게는 실질적인 동일 몰량으로 중합하여 수득할 수 있다. 용매 중의 모든 단량체의 양은 약 5 내지 약 40 중량%, 보다 바람직하게는 약 6 내지 약 35 중량%, 가장 바람직하게는 약 8 내지 약 30 중량%일 수 있다. 반응 온도는 일반적으로 약 100℃보다 높지 않고, 바람직하게는 약 10℃ 내지 80℃이다. 중합 반응 시간은 일반적으로 약 0.2 내지 60시간이다.
- <46> 폴리이미드가 제조되는 방법은 또한 중합체를 구성하는 단량체 본질에 따라 달라질 수 있다. 예를 들어, 지방족 디아민과 테트라카르복실산을 중합하는 경우, 단량체들은 주변 온도에서 착염을 형성한다. 약 100 내지 약 150℃의 온화한 온도에서 이러한 반응 혼합물을 가열하면 저분자량의 올리고머 (예를 들면, 폴리아믹산)가 산출되며, 이어서 이들 올리고머는 약 240℃ 내지 약 350℃의 승온에서의 추가적인 가열에 의해 보다 높은 분자량의 중합체로 전환될 수 있다. 테트라카르복실산 대신에 이무수물을 단량체로서 사용하는 경우, 디메틸아세트아미드 또는 N-메틸피롤리디논과 같은 용매가 계에 전형적으로 첨가된다. 지방족 디아민 및 이무수물도 또한 주변 온도에서 올리고머를 형성하고, 이어 약 150℃ 내지 약 200℃로 가열하면 용매가 제거되고 해당 폴리이미드가 산출된다.
- <47> 상기한 바와 같이 지방족 디아민 및/또는 지방족 이산 또는 이무수물을 사용하는 것의 대안으로서, 방향족 디아민을 테트라카르복실산보다는 이무수물과 전형적으로 중합하며, 이러한 반응에서, 용매 이외에 촉매가 종종 사용된다. 질소 함유 염기, 페놀 또는 양쪽성 물질을 이러한 촉매로서 사용할 수 있다. 방향족 디아민을 중합하기 위해선 보다 긴 시간 동안의 가열이 필요할 수 있다.
- <48> 열 처리, 또는 피리딘과 아세트산 무수물, 피콜린과 아세트산 무수물, 또는 2,6-루티딘과 아세트산 무수물 등과 같은 고리화제가 사용되는 공정과 같은 전형적으로 사용되는 방법에 의해 폐환을 또한 수행할 수 있다.
- <49> 본원에서 사용되는 바람직한 폴리이미드는 불용해성 폴리이미드이다. 일부 바람직한 폴리이미드에서, 본질적인 모든 연결기가 이미드기이다. 바람직한 폴리이미드로는 테트라카르복실산 무수물 (예를 들면, 피로멜리트산 이무수물 및/또는 3,3',4,4'-비페닐테트라카르복실산 이무수물)과 약 60 몰% 내지 약 85 몰%의 p-페닐렌디아민 및 약 15 몰% 내지 약 40 몰%의 m-페닐렌디아민으로부터 제조된 폴리이미드 (본원에 참고로 인용되는 미국 특허 제5,886,129호 참조); 3,3',4,4'-비페닐테트라카르복실산 이무수물과 m-페닐렌디아민, 말레산 무수물 및 비스(4-아미노페닐)메탄으로부터 제조된 폴리이미드; 3,3',4,4'-벤조페논 테트라카르복실산 이무수물, 톨루엔디아민 및 m-페닐렌디아민으로부터 제조된 폴리이미드; 3,3',4,4'-벤조페논 테트라카르복실산 이무수물, 비스(4-아미노페닐)메탄 및 나딕산 무수물로부터 제조된 폴리이미드; 트리멜리트산 무수물과 m-페닐렌디아민으로부터 제조된 폴리이미드; 트리멜리트산 무수물과 비스(4-아미노페닐)에테르로부터 제조된 폴리이미드; 3,3',4,4'-비페닐테트라카르복실산 이무수물과 비스(4-아미노페닐)에테르로부터 제조된 폴리이미드; 3,3',4,4'-비페닐테트라카르복실산 이무수물과 m-페닐렌디아민으로부터 제조된 폴리이미드; 3,3',4,4'-비페닐테트라카르복실산 이무수물과 p-페닐렌디아민으로부터 제조된 폴리이미드; 및 3,3',4,4'-벤조페논 테트라카르복실산 이무수물과 4,4'-디아미노벤조페논으로부터 제조된 폴리이미드가 포함된다. 특히 바람직한 폴리이미드는 테트라카르복실산 무수물 (예를 들면, 피로멜리트산 이무수물 및/또는 3,3',4,4'-비페닐테트라카르복실산 이무수물)과 약 60 몰% 내지 약 85 몰%의 p-페닐렌디아민 및 약 15 몰% 내지 약 40 몰%의 m-페닐렌디아민으로부터 제조된 폴리이미드이다.
- <50> 윤활 충전제는 폴리이미드 조성물이 또다른 부품, 일반적으로는 금속 부품에 대해 움직이면서 접촉할 때의 마찰 및/또는 마모를 (폴리이미드 단독에 비해) 감소시키는 것들이다. 이러한 충전제는 당업계에 공지되어 있으며, 이로는 무기 물질이며 경도가 낮고 열적으로 안정한 시트 실리케이트, 예를 들면 백운모 (muscovite mica), 활석 또는 카올리나이트 (본원에 참고로 인용되는 미국 특허 제5,789,523호 참조) 및 질화붕소와 같은 무기 물질, 및 폴리테트라플루오로에틸렌 또는 고도로 불화된 다른 열가소성 물질과 같은 유기 물질이 포함된다. 무기 윤활 충전제가 바람직하며, 질화붕소 및 시트 실리케이트 (예를 들면, 카올리나이트, 운모 및 활석)가 바람직한 무기 충전제이며, 시트 실리케이트가 특히 바람직하고, 카올리나이트가 매우 바람직하다. 또한, 인산아연이 무기 윤활 충전제, 특히 시트 실리케이트의 존재 하에 보조제로서 사용될 수 있다.
- <51> 사용되는 질화붕소 또는 다른 윤활 충전제는 일반적으로 미세 분말의 형태이어서, 이는 부품 형성 전에 폴리이미드 분말에 용이하게 분산될 수 있거나 또는 폴리이미드 중합체가 형성될 때 반응 구성성분 중에 용이하게 분산될 수 있다. 바람직하게는, 조성물 중의 질화붕소 또는 다른 윤활 충전제(들)의 최소량은 약 10 중량%, 보

다 바람직하게는 약 15 중량%이다. 바람직하게는, 조성물 중의 질화붕소의 최대량은 약 50 중량%, 보다 바람직하게는 40 중량%이다. 1종을 초과하는 윤활 충전제를 사용할 수 있으며, 이들의 양은 조성물 중의 상기 종류의 충전제 총 양을 나타냄을 이해하여야 한다.

- <52> 조성물은 전기적으로 전도성인 물질 (이러한 물질 전체)을 5 중량% 미만, 바람직하게는 2 중량% 미만으로 함유하며, 특히 바람직하게는 전기적으로 전도성인 물질을 함유하지 않는다. 일반적으로 말하면, 전기적으로 전도성인 물질이 덜 존재할수록, 조성물과 접촉하는 임의의 금속이 덜 부식되는 경향이 있을 것이다.
- <53> 다른 물질이 또한 조성물 중에 존재할 수 있다. 예를 들면, 이들은 안료, 산화방지제, 열 팽창 계수를 제어하기 위한 물질, 비윤활 충전제 등일 수 있다. 본 발명의 조성물은 본원에서 중량 백분율 기준으로 기재하였으며, 조성물의 모든 성분의 총 양은 100 중량%이고, 특정 실시양태에서 한 성분의 중량 백분율은 나머지 성분의 알고 있는 중량 백분율을 차감함으로써 유도할 수 있음을 당업자는 이해하여야 한다. 이에 따라, 폴리이미드 성분은 조성물의 약 95 중량% 내지 약 30 중량% 범위의 양으로 존재할 수 있다. 이러한 범위 내에서, 폴리이미드 성분의 중량 백분율은 조성물 중에 존재하는 다른 물질의 양에 따라 달라질 수 있다.
- <54> 바람직하게는, 본원에 기재되는 조성물의 물품이 사용되는 항공기 엔진 또는 다른 기구에서, 상기 물품은 기구가 조립되고 일상적으로 사용될 때의 적어도 일부 시간 동안 금속과 접촉한다. 또다른 바람직한 상황에서, 상기 물품을 함유하는 기구는 일상적으로 사용될 때 이온성 염과 의도적으로 또는 기구가 염에 노출됨에 따라 접촉하게 될 수 있다. 이러한 예로는 유정 드릴용 "머드(mud)"를 펌핑하는 펌프, 또는 소금물 분무 및/또는 염 입자가 (예를 들어 공기 중에) 존재할 수 있는 소금물 근처에서 가동되는 (특히, 착륙 및 이륙하는) 항공기 엔진이 포함된다.
- <55> 이들 조성물 및 이들로부터 제조된 부품은 불용해성 중합체 물질로부터 부품을 제조하기 위해 일상적으로 사용되는 기법에 의해, 즉 다양한 구성성분의 분말 혼합물체의 열 및 압력의 적용 (예를 들어, 본원에 참고로 인용되는 미국 특허 제4,360,626호 참조)에 의해 제조될 수 있다. 상기 분말 혼합물은 분말을 단순히 블렌딩함으로써 제조할 수 있거나, 또는 무기 분말을 폴리이미드 중합체의 제조를 위한 합성 공정에 첨가함으로써 중합체와 다른 구성성분의 고도로 치밀한 혼합물을 수득할 수 있다. 폴리이미드가 열가소성일 경우, 부품은 압출 또는 사출 성형과 같이 열가소성 부품을 형성하기 위해 전형적으로 사용되는 용융 성형 방법에 의해 형성될 수 있다.
- <56> 이들 조성물은 부싱, 베어링, 와셔, 실 링, 마모 패드 및 슬라이드 블록(slide block)과 같은 항공기 엔진 부품으로서 유용하다. 왕복식 피스톤 엔진 및 제트 엔진과 같은 모든 종류의 항공기 엔진이 유용하며, 제트 엔진이 바람직하다.
- <57> 조성물이 실, 와셔, 베어링, 부싱, 가스킷, 마모 패드, 실 링, 슬라이드 블록 및 푸쉬 핀(push pin)으로서 유용할 경우 (기구의 종류에 따름), 조성물은 자동차와 같은 다른 종류의 기구 및 다른 종류의 내연 엔진, 배기 가스 순환 계 및 클러치 계와 같은 다른 운송수단 하부성분, 펌프, 제트 엔진 (항공기의 제트 엔진 제외), 배기 터빈 과급기(turbocharger), 및 역추적 장치(thrust reverser), 나셀(nacelle), 플랩 계 및 밸브와 같은 다른 항공기 하부성분, 사출 성형기, 재료 처리 장치 컨베이어 및 텐터 프레임과 같은 재료 가공 장치에서 유용하다. 이들은 조성물로부터 제조된 부품이 염에 노출되는 용도에 특히 유용하며, 조성물로부터 제조된 부품이 염과 수분 모두에 노출되는 경우에 보다 특히 유용하다.

실시예

- <58> 실시예에서, 인장 특성은 ASTM 방법 D638을 이용하여 측정하였다. 비중은 ASTM 방법 D792를 이용하여 측정하였다. 모든 시험편은 미국 특허 제4,360,626호 (특히, 컬럼 2, 54 내지 60행)에 기재된 절차에 실질적으로 따른 절차를 이용하여 수지로부터 성형하였다.
- <59> 실시예에서, 하기 약어가 사용되었다.
- <60> BPDA - 3,3',4,4'-비페닐테트라카르복실산 무수물
- <61> MPD - m-페닐렌디아민
- <62> PPD - p-페닐렌디아민
- <63> PMDA - 피로멜리트산 이무수물
- <64> ODA - 4,4'-옥시디아닐린

<65> 실시예 1

<66> BPDA, PPD 및 MPD (PPD/MPD의 중량비 70/30)로부터 제조된 폴리아미드 40 중량%, 일반적으로 윤활 충전제로 고려되지 않는 이산화티탄 Ti-Pure (등록상표) R-101 (이 아이 듀폰 디 네모아 앤 컴파니 (E.I. DuPont de Nemours & Co., Inc., 미국 델라웨어주 월링톤 소재) 40 중량%, 질화붕소 (제너럴 일렉트릭 어드밴스드 매тери얼스 (General Electric Advanced Materials)로부터의 폴라텀 (Polartherm, 등록상표) PT 160) 5 중량%, 및 카울리나이트 (후버 엔지니어드 매тери얼스 (Huber Engineered Materials, 미국 30339 조지아주 아틀란타 소재)로부터의 폴리필 (Polyfil, 등록상표) DL) 15 중량%를 함유하는 폴리아미드 조성물의 입자를 미국 특허 제 5,886,129호 (예를 들면, 실시예 7)에 기재된 방법에 따라 제조하고 분쇄하여 20 메쉬 스크린에 통과시켰다. 인장 막대를 제조하고 측정한 결과, 인장 강도가 64.8 MPa이고 신장율이 0.4%이며 비중이 2.175 g/mL이었다.

<67> 실시예 2

<68> BPDA, PPD 및 MPD (PPD/MPD의 중량비 70/30)를 기재로 하는 폴리아미드 80 중량%, 질화붕소 10 중량%, 및 카울리나이트 10 중량%를 함유하는 폴리아미드 수지 조성물의 입자를 미국 특허 제 5,886,129호 (예를 들면, 실시예 7)에 기재된 방법에 따라 제조하고 분쇄하여 20 메쉬 스크린에 통과시켰다. 인장 막대를 제조하고 측정한 결과, 인장 강도가 88.9 MPa이고 신장율이 1.7%이며 비중이 1.536 g/mL이었다.

<69> 비교 실시예 A

<70> BPDA, PPD 및 MPD (PPD/MPD의 중량비 70/30)를 기재로 하는 폴리아미드 50 중량% 및 합성 흑연 50 중량%를 함유하는 폴리아미드 수지 조성물의 입자를 미국 특허 제 5,886,129호 (예를 들면, 실시예 7)에 기재된 방법에 따라 제조하고 분쇄하여 20 메쉬 스크린에 통과시켰다.

<71> 비교 실시예 B

<72> BPDA, PPD 및 MPD (PPD/MPD의 중량비 70/30)를 기재로 하는 폴리아미드 90 중량%, 합성 흑연 9 중량% 및 카울리나이트 1 중량%를 함유하는 폴리아미드 수지 조성물의 입자를 미국 특허 제 5,886,129호 (예를 들면, 실시예 7)에 기재된 방법에 따라 제조하고 분쇄하여 20 메쉬 스크린에 통과시켰다.

<73> 비교 실시예 C

<74> PMDA 및 ODA를 기재로 하는 폴리아미드 70 중량% 및 합성 흑연 30 중량%를 함유하는 폴리아미드 수지 조성물의 입자를 미국 특허 제 4,755,555호에 기재된 절차에 따라 제조하고 분쇄하여 20 메쉬 스크린에 통과시켰다. 미국 특허 제 5,886,129호에 기재된 절차 (357°C, 100시간, 480 kPa (절대))에 따라 측정한 중량 손실은 9.7%이었다.

<75> 실시예 3

<76> BPDA, PPD 및 MPD (PPD/MPD의 중량비 70/30)를 기재로 하는 폴리아미드 70 중량% 및 질화붕소 30 중량%를 함유하는 폴리아미드 수지 조성물의 입자를 미국 특허 제 5,886,129호 (예를 들면, 실시예 7)에 기재된 방법에 따라 제조하고 분쇄하여 20 메쉬 스크린에 통과시켰다. 인장 막대를 제조하고 측정한 결과, 인장 강도가 12.6 MPa이고 신장율이 2.4%이며 비중이 1.760 g/mL이었다.

<77> 실시예 4

<78> BPDA, PPD 및 MPD (PPD/MPD의 중량비 70/30)를 기재로 하는 폴리아미드 70 중량% 및 카울리나이트 30 중량%를 함유하는 폴리아미드 수지 조성물의 입자를 미국 특허 제 5,886,129호 (예를 들면, 실시예 7)에 기재된 방법에 따라 제조하고 분쇄하여 20 메쉬 스크린에 통과시켰다. 인장 막대를 제조하고 측정한 결과, 인장 강도가 91 MPa이고 신장율이 1.5%이며 비중이 1.617 g/mL이었다.

<79> 실시예 5

<80> 실시예 4에서 제조한 폴리아미드 수지 조성물의 입자를 10 중량%의 인산아연 분말과 건식 블렌드하였다. 인장 막대를 제조하고 측정한 결과, 인장 강도가 75 MPa이고 신장율이 1.0%이었다.

<81> 실시예 6

<82> 부싱을 비교 실시예 A, B, C, 및 실시예 4 및 5에서 제조한 수지로부터 제조하였다. 이들을 제테 (Jethete) M-152 강철로 제조된 부품에 넉넉히 가압 조립하였다. 이러한 조립된 시편을 실온에서 5% 염화나트륨 수용액 중

에 담근 후, 16시간 동안 공기 중에 매달은 후, 8시간 동안 150℃ 오븐에 두었다. 이러한 절차를 10회 반복하였다. 부식과 강철 계면에서 관찰된 부식 정도를 하기 표 1에 기록하였다.

표 1

명명	부식 정도
비교 실시예 A*	심각
비교 실시예 B*	보통
비교 실시예 C*	심각
실시예 4	무
실시예 5	무
* 이들 조성물은 상업용 제트 엔진 부품을 나타냄.	

<83>

<84>

실시예 7

<85>

디스크를 비교 실시예 A 및 실시예 3에서 제조한 수지로부터 제조하고, 각각을 316 스테인리스 강철 쿠폰과 단단히 접촉시켰다. 이 후, 이러한 조립체에 대해, 끓는 3% NaCl 수용액에 6시간 동안 잠근 후 80℃에서 18시간 건식 사이클 처리하는 사이클을 총 15회 수행하였다. 이 후, 실시예 3의 수지로부터 제조된 디스크와 접촉하는 강철 쿠폰의 표면에서는 부식이 관찰되지 않았으며, 비교 실시예 A의 수지로부터 제조된 디스크와 접촉하는 표면에서는 상당한 부식이 관찰되었다.

<86>

실시예 8

<87>

PMDA 및 ODA를 기재로 하는 폴리이미드 70 중량% 및 카울리나이트 30 중량%를 함유하는 폴리이미드 수지 조성물의 입자를 미국 특허 제3,179,614호에 기재된 방법에 따라 제조하고 분쇄하여 20 메쉬 스크린에 통과시켰다. 인장 막대를 제조하고 측정한 결과, 인장 강도가 52.4 MPa이고 신장율이 1.5%이며 비중이 1.570 g/mL이었다. 미국 특허 제5,886,129호에 기재된 절차 (357℃, 100시간, 480 kPa (절대))에 따라 측정한 중량 손실은 5.7%이었다.

<88>

따라서, 본 발명에 따라, 상기한 목적 및 이점을 완전히 충족시키는 폴리이미드 항공기 엔진 부품이 제공됨이 명백하다. 본 발명을 본 발명의 특정 실시양태와 관련하여 기재하였으나, 많은 대안, 변경 및 변형이 당업자에게 명백할 것임은 자명하다. 따라서, 첨부된 특허청구범위의 취지 및 범위 내에 포함되는 이러한 모든 대안, 변경 및 변형을 포함하고자 한다.