



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2017-0116861
(43) 공개일자 2017년10월20일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

D06M 11/79 (2006.01) A41D 31/00 (2006.01)
A62B 17/00 (2006.01) B63C 11/02 (2006.01)
D06B 15/00 (2006.01) D06B 19/00 (2006.01)
D06B 3/10 (2006.01) D06M 15/643 (2006.01)

(52) CPC특허분류

D06M 11/79 (2013.01)
A41D 31/0011 (2013.01)

(21) 출원번호 10-2016-0045059

(22) 출원일자 2016년04월12일

심사청구일자 2016년04월12일

(71) 출원인

충남대학교산학협력단

대전광역시 유성구 대학로 99 (궁동, 충남대학교)

(72) 발명자

정영규

대전광역시 유성구 온천로 45, 유성푸르지오시티
알파동 2329호

최형열

대전광역시 유성구 문화원로 106, 유성캠퍼스타워
404호

염정

대전광역시 유성구 대학로 99 충남대학교 공학1호
관 232호

(74) 대리인

김홍균

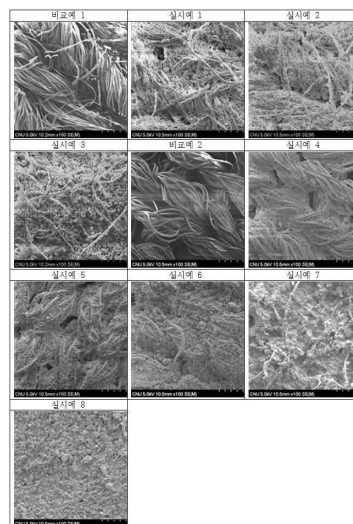
전체 청구항 수 : 총 5 항

(54) 발명의 명칭 실리카 에어로젤이 도입된 의류용 단열섬유 및 이의 제조방법

(57) 요약

본 발명은 단열성능 향상된 실리카 에어로젤 분산액을 함침한 의류용 섬유소재와 그 제조공정에 관한 것이다. 본 발명에서는 섬유소재에 적용 가능한 실리카 에어로젤 분산액의 제조 방법과 실리카 에어로젤 입자의 탈락을 방지하는 PDMS 코팅 방법과 모든 제조 공정이 포함된다. 본 발명에서의 실리카 에어로젤 분산액이 함침된 섬유소재는 직물, 편물, 부직포 등의 모든 섬유소재에 적용가능하며 다양한 단열성능이 향상된 섬유제품의 제조에 사용할 수 있다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

A62B 17/003 (2013.01)

B63C 11/02 (2013.01)

D06B 15/00 (2013.01)

D06B 19/0011 (2013.01)

D06B 3/10 (2013.01)

D06M 15/643 (2013.01)

D10B 2501/00 (2013.01)

D10B 2505/12 (2013.01)

D10B 2505/18 (2013.01)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 2015-0918-01

부처명 산업통상자원부

연구관리전문기관 중소기업청

연구사업명 산학연공동기술개발 지원사업

연구과제명 생활안전복 및 보호장비에 활용 가능한 에어로젤이 함침된 패브릭소재 개발

기 여 율 1/1

주관기관 충남대학교산학협력단

연구기간 2015.06.01 ~ 2016.05.31

명세서

청구범위

청구항 1

실리카 에어로젤을 증류수에 1:1 내지 1:5의 중량비로 용해하여 실리카 에어로젤 분산액을 제조하는 단계; 및
섬유를 상기 실리카 에어로젤 분산액에 침지시켜 교반한 후, 건조하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 의류용 단열소재의 제조방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 건조하는 단계 이후, 섬유 표면에 폴리디메틸실록산을 코팅하는 단계를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 의류용 단열소재의 제조방법.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 건조는 10~100 ℃의 온도에서 0.5~24시간 동안 실시하는 것을 특징으로 하는 의류용 단열소재의 제조방법.

청구항 4

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 기재된 제조방법으로 제조된 의류용 단열소재.

청구항 5

제4항에 기재된 의류용 단열소재를 포함하는 제품.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 실리카 에어로젤이 도입된 의류용 단열섬유 및 이의 제조방법에 관한 것으로, 보다 상세하게는 실리카 에어로젤 수분산액을 범용 의류용 섬유소재인 면 또는 폴리에스터(PET) 패브릭에 직접 함침 함으로써 우수한 단열성 및 유연성을 갖는 의류용 단열섬유 및 이의 제조방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 실리카 에어로젤은 이산화규소(SiO_2) 나노 구조체가 부직포처럼 얹혀 이루어져있으며, 그 내부는 80~99.9%의 기공율과 1~50 nm 범위의 기공크기를 가지는 공기가 대부분인 다공성 구조체이다. 비중은 0.1 이하로 극초경량성이 특징이며, 비표면적이 $600\sim1600 \text{ m}^2/\text{g}$ 인 현재까지 개발한 고체 물질 중에서 가장 가볍고 단열성이 가장 우수한 소재이다.

[0003] 또한, 열 차단성뿐만 아니라 흡음성이 매우 우수하여, 우주항공분야, 자동차분야, 건축 분야, 환경 분야 등 산업 전반에 걸쳐 초경량, 초단열 내/외장재로서 다양하게 사용되고 있다.

[0004] 또한, 실리카 에어로젤은 1500℃ 까지도 타지 않고, 영하 200 ℃에서 영상 650 ℃ 까지 사용이 가능하며, 발수성을 지녀, 반영구적으로 사용이 가능하다.

[0005] 이러한 실리카 에어로젤은 일반적으로 초미세입자의 분말형태로 제조되므로 단독으로는 사용이 불편하여 다양한 고분자 등의 재료에 혼입시켜 매트릭스 구조의 형태로 제조하여 사용하는 것이 일반적이다. 이때, 고분자 매트릭스의 고유 성능을 저하시키지 않고 균일하게 분산 혼입시키는 것이 중요하다.

[0006] 하지만 현재 산업에서 사용되어 지고 있는 내/외장재로서의 실리카 에어로젤 매트릭스들은 우수한 단열성 및 내열성, 흡음성 등을 지니고 있지만 단순한 구조적 형태를 가지고 있어 유연한 의류용 소재로서는 이용분야가 제

한되어 있다. 또한, 현재까지 개발된 에어로젤 섬유소재의 경우 부직포에 실리카 에어로젤을 도입함으로써 우수한 단열성 및 내열성을 가지고 있지만 유연성은 매우 부족하였으며, 또한 응용분야도 대부분 우주항공분야 또는 토목건축용 분야에 제한되어 있다. 한편, 안전복, 보호복, 방한복, 레저스포츠복, 해양잠수복 등의 의류용 패브릭 섬유소재에 대해서는 우수한 단열 및 내열 특성뿐만 아니라 우수한 유연성이 필수적이다.

[0007] 따라서, 의류용 섬유소재의 본래의 성질을 유지하면서 우수한 단열성 및 내열성을 갖는 실리카 에어로젤 복합 의류용 섬유소재 개발이 필요한 실정이다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0008] 본 발명은 의류용 범용 섬유소재(면 및 PET 패브릭)에 적용 가능한 실리카 에어로젤 미세입자 제조 및 에어로젤 분산액을 제조하고, 제조한 분산액을 침지법을 이용하여 의류용 섬유소재(직물, 편물)에 균일하게 도입함으로써, 단열성 및 유연성이 우수한 의류용 단열섬유 및 이의 제조방법을 제공하는 것을 목적으로 한다.

과제의 해결 수단

[0009] 상기한 목적을 달성하기 위하여, 본 발명은 실리카 에어로젤을 증류수에 1:1 내지 1:5의 중량비로 용해하여 실리카 에어로젤 분산액을 제조하는 단계; 및 섬유를 상기 실리카 에어로젤 분산액에 침지시켜 교반한 후, 건조하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 의류용 단열소재의 제조방법을 제공한다.

[0010] 이때, 상기 건조하는 단계 이후, 실리카 에어로젤 입자를 섬유로부터의 탈착없이 고정하기 위하여, 섬유 표면에 폴리디메틸실록산을 코팅하는 단계를 더 포함하는 것이 바람직하다.

[0011] 또한, 상기 건조는 10~100 ℃의 온도에서 0.5~24시간 동안 실시하는 것이 바람직하다.

[0012] 아울러, 본 발명은 상기 제조방법으로 제조된 의류용 단열소재와, 상기 의류용 단열소재를 포함하는 의류 제품도 제공한다.

발명의 효과

[0013] 본 발명의 실리카 에어로젤을 함유한 섬유소재(예, 면, PET)는 초미세입자의 분말형태를 지니고 있어, 그 자체로 사용이 어려운 실리카 에어로젤을 물을 이용하여 실리카 에어로젤 입자가 손상되지 않고 섬유소재 표면 및 내부에 고르게 함침하여 우수한 단열성 및 유연성을 지닌 섬유소재를 얻을 수 있다.

[0014] 또한, 본 발명은 실리카 에어로젤의 특성이 섬유소재에 함침한 후에도 그 특성이 유지되어 단열성 의류용 섬유소재로서 보호복, 방한복, 레저스포츠복 등에 적용할 수 있는 중저온 온도범위(-20~60 ℃)에서 우수한 단열성 및 유연성을 갖는 에어로젤 섬유소재를 제공한다.

도면의 간단한 설명

[0015] 도 1은 본 발명에서 미처리 면(비교예 1)과 PET(비교예 2), 실리카 에어로젤 분산액을 함유한 면 패브릭소재(실시에 1~3)와 실리카 에어로젤 분산액을 함유한 PET 패브릭소재(실시에 4~6), 그리고 실리카 에어로젤 분산액 함침 후 폴리디메틸실록산(PDMS)로 코팅된 섬유소재(실시에 7~8)의 표면을 주사전자현미경을 이용하여 촬영한 사진이다.

도 2는 본 발명에서 실리카 에어로젤 분산액을 함유한 면, 패브릭 소재(실시에 1~3)와 실리카 에어로젤 분산액을 함유한 PET 패브릭 소재(실시에 4~6), 미처리 면(비교예 1)과 PET(비교예 2), 그리고 실리카 에어로젤 파우더의 열 안정성을 미분열중량곡선(derivative thermogravimetry : DTG)으로 나타낸 것이다.

도 3은 본 발명에서 실리카 에어로젤 분산액을 함유한 섬유소재의 단열성능을 평가하기 위한 실험 조건 모식도를 나타낸 것이다.

도 4는 본 발명에서 실리카 에어로젤 분산액의 농도에 따른 섬유소재의 단열성을 나타낸 것이다.

도 5는 본 발명에서 실리카 에어로젤 분산액을 함유한 섬유소재를 3겹과 5겹으로 적층 후 미처리 면과 PET의 단열성능을 비교하여 나타낸 것이다.

도 6은 본 발명에서 실리카 에어로젤을 분산액을 함유한 섬유소재의 단열성을 열적외선 카메라를 사용하여 촬영

한 것이다.

도 7은 본 발명에서 실리카 에어로젤 분산액을 함침한 섬유소재와 실리카 에어로젤 분산액 함침후 PDMS로 코팅한 섬유소재의 단열성능을 비교하여 나타낸 것이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

이하, 본 발명을 상세히 설명한다.

본 발명은 실리카 에어로젤을 증류수에 1:1 내지 1:5의 중량비로 용해하여 실리카 에어로젤 분산액을 제조하는 단계; 및 섬유를 상기 실리카 에어로젤 분산액에 침지시켜 교반한 후, 건조하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 의류용 단열소재의 제조방법을 제공한다.

또한, 상기 건조는 10~100 ℃의 온도에서 0.5~24시간 동안 실시하는 것이 바람직하나, 이에 한정되는 것은 아니다.

한편, 상기 실리카 에어로젤 분산액을 함침하는 경우 용매가 건조된 후 실리카 에어로젤 입자가 낮은 밀도로 인하여 섬유로부터의 탈착이 쉬어 이를 방지하기 위하여, 상기 건조하는 단계 이후 폴리디메틸실록산(PDMS)을 코팅하는 단계를 더 포함하는 것이 바람직하다.

전술한 바와 같이 제조된 단열섬유는 실리카 에어로젤을 증류수를 이용하여 실리카 에어로젤 입자가 손상되지 않고, 섬유 표면 및 내부에 고르게 함침하여 우수한 단열성 및 유연성을 지닌 섬유를 얻을 수 있다.

또한, 본 발명의 단열섬유는 중저온 온도범위(-20~60℃)에서 우수한 단열성 및 유연성을 갖기 때문에, 안전복, 방화복, 방한복, 레저스포츠복, 해양잠수복 등의 의류 제품 및 보호장비, 자동차실내내장재, 건축단열재 등이 산업용 제품에 적용할 수 있다.

이하, 본 발명을 실시예에 의해 상세히 설명하기로 한다. 그러나 이들 실시예는 본 발명을 구체적으로 설명하기 위한 것으로서, 본 발명의 범위가 이들 실시예에 한정되는 것은 아니다.

실시예 1 내지 6

실리카 에어로젤로는 알이엠텍(주)에서 제공하는 실리카 에어로젤(모델명: AEROGEL-W)과 실리카 에어로젤을 함침시킬 섬유소재로는 상업용으로 시판되는 의류용 섬유소재인 면과 폴리에스터(PET) 패브릭을 사용하였다.

실리카 에어로젤을 섬유소재에 함침시키기 위하여 실리카 에어로젤을 증류수에 1:1, 1:3, 1:5 비율(중량비)로 용해하여 3가지 조건의 실리카 에어로젤 분산액을 제조하였다.

제조한 실리카 에어로젤 분산액에 면과 폴리에스터 패브릭에 함침시키기 위한 방법으로 면과 폴리에스터를 3가지 조건의 실리카 에어로젤 분산액에 침지시켜 충분한 시간 교반시키고, 섬유소재의 모든 표면에 고르게 분산시켰다. 이후, 열풍건조기에서 60℃에서 24시간 건조시켜 섬유소재의 용매를 제거함으로써 하기 표 1과 같이 실리카 에어로젤 분산액을 함침 한 섬유소재를 제조하였다.

비교예 1 및 2

상업용으로 시판되는 의류용 섬유소재인 면과 폴리에스터(PET) 패브릭을 사용하였다.

표 1

	섬유소재	실리카 에어로젤 분산액 (실리카 에어로젤:증류수)
비교예 1	면	미처리
실시예 1	면	1:5

실시예 2	면	1:3
실시예 3	면	1:1
비교예 2	폴리에스터	미처리
실시예 4	폴리에스터	1:5
실시예 5	폴리에스터	1:3
실시예 6	폴리에스터	1:1

[0036] 실시예 7 및 8

[0037] 제조한 실리카 에어로젤 분산액을 함침한 섬유소재 중 실시예 3과 실시예 6을 선택하여 PDMS(Sylgard 184 Silicone Elastomer Kit, Dow Corning)를 사용하여 섬유소재의 앞면과 뒷면에 고르게 분산시켜 하기 표 2와 같은 조건의 시료를 제작하였다. 실리카 에어로젤 분산액을 함침하는 경우 용매가 건조된 후 실리카 에어로젤 입자가 낮은 밀도로 인하여 섬유로부터의 탈착이 쉬워 이를 방지하고자 PDMS로 코팅하였다.

표 2

	섬유소재	설명
실시예 7	면	실시예 3에 PDMS 코팅
실시예 8	폴리에스터	실시예 4에 PDMS 코팅

[0041] 실험예 1: 형태 측정

[0042] 도 1은 실리카 에어로젤 분산액을 함침한 각각의 섬유소재(실시예 1 내지 8)과 비교예 1 및 2의 섬유소재의 SEM 이미지를 주사전자현미경 (S-4800, HITACHI)을 사용하여 촬영한 것으로, 실시예 1 내지 8은 섬유와 섬유사이에 실리카 에어로젤 입자가 분산되어 있는 것을 확인할 수 있다.

[0044] 실험예 2: 열 안정성 측정

[0045] 실시예 1 내지 8, 비교예 1 및 2에서 각각 제조한 섬유소재의 열 안정성을 측정하기 위하여 열 중량 분석기 (TGA 4000, Perkinelmer Inc.)를 사용하여 질소 25-700℃ 에서 10 ℃/분의 승온 속도로 질소 분위기 하에서 조사하였다. 동시에 순수한 실리카 에어로젤 파우더의 열 안정성도 조사하였다.

[0046] 도 2에 나타난 바와 같이 실리카 에어로젤 분산액을 함침한 섬유소재(실시예)의 열 안정성 변화가 차이가 있었다. 보다 자세한 비교를 위해, 도 2로부터 확인한 중량의 10% 손실 지점온도를 T_{90} , 650℃에서의 분해가 끝나고 남은 중량을 $R_{650℃}$ 으로 표기하여 표 3에 나타내었다.

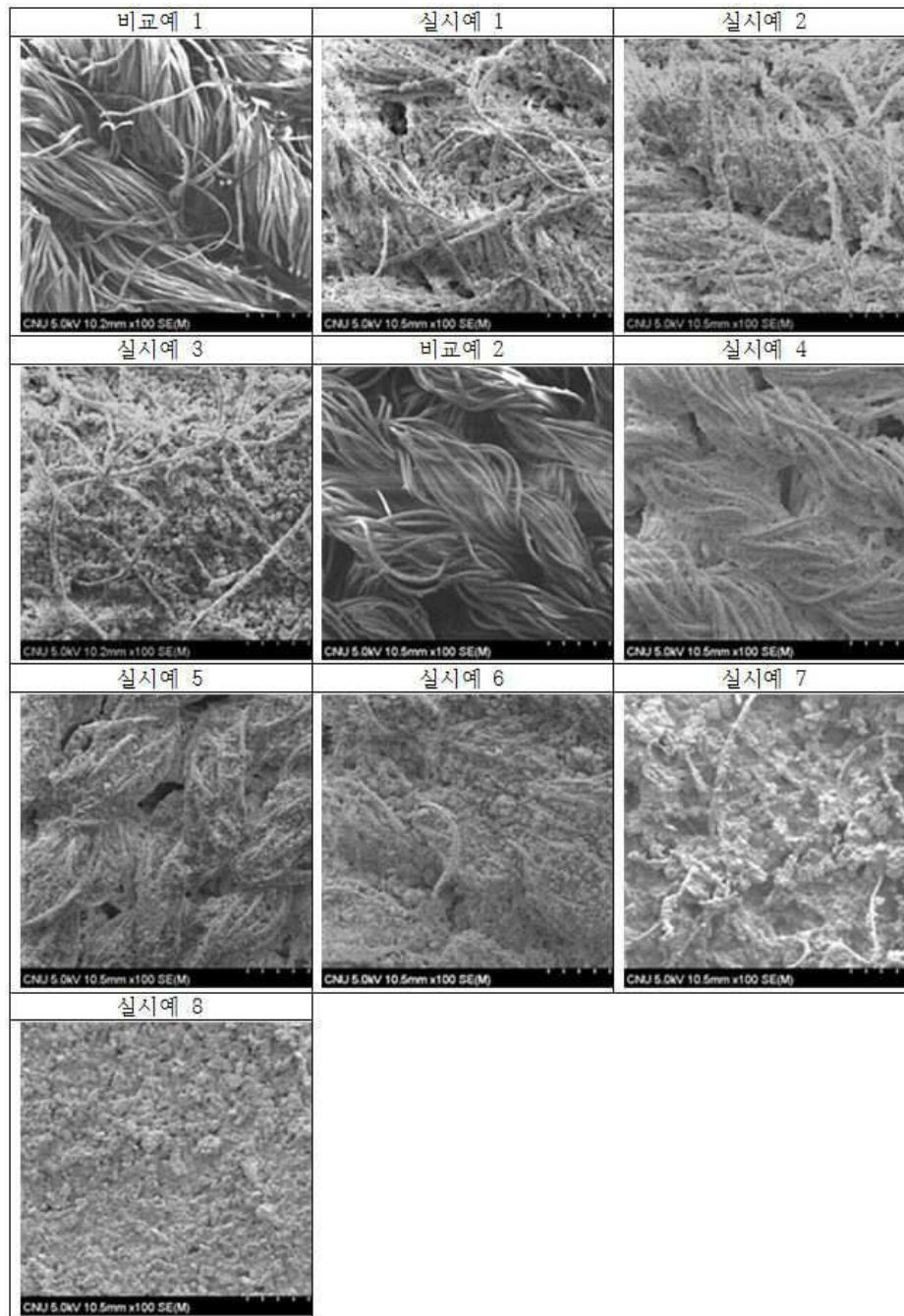
표 3

	T_{90} (℃)	$R_{650℃}$ (wt%)
실리카 에어로젤 파우더	-	93.8
비교예 1	345	0.9
실시예 1	344	10.4
실시예 2	344	14.9
실시예 3	345	17.3
비교예 2	415	13.7
실시예 4	413	23.2
실시예 5	414	28.3
실시예 6	415	36.3

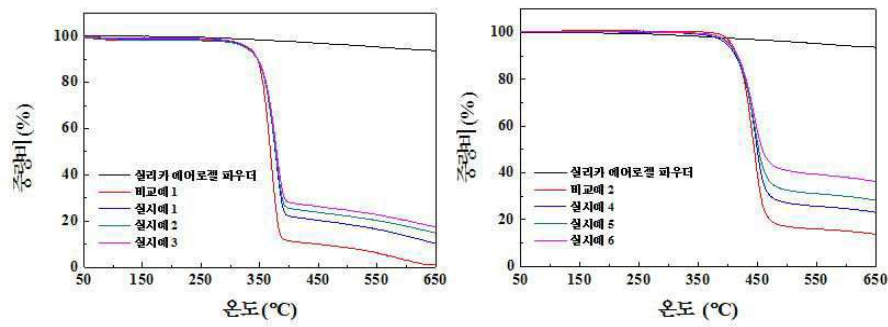
- [0050] 표 3에서 알 수 있는 바와 같이, 실리카 에어로젤 파우더는 높은 열적 안정성을 보여주었고, 650 °C에서도 중량을 93.8 wt%까지 유지하였다.
- [0051] 비교예 1과 실시예 1~3의 열적 안정성을 확인한 결과, 중량의 10% 손실 지점온도(T_{90})는 344~345°C로 비슷하지만 열 분해 시작온도(T_{peak})가 367°C에서 375°C로 향상된 성능을 보였다. 또한, 650°C에서의 분해가 끝나고 남은 중량($R_{650^{\circ}\text{C}}$)이 0.9 wt%에서 17.3 wt%로 증가한 것을 확인할 수 있다.
- [0052] 비교예 2와 실시예 4~6의 열적 안정성을 확인한 결과, 중량의 10% 손실 지점온도(T_{90})는 413~415로 비슷하지만, 열 분해 시작온도(T_{peak})가 445°C에서 447°C로 향상된 성능을 보였다. 또한, 650°C에서의 분해가 끝나고 남은 중량($R_{650^{\circ}\text{C}}$)이 13.7 wt%에서 36.3 wt%로 증가한 것을 확인할 수 있다.
- [0053] 이러한 결과로부터 실리카 에어로젤을 함침한 섬유소재는 기존 섬유대비 우수한 내열특성을 가짐을 발견하였다.
- [0055] 실험예 3: 단열성능 측정
- [0056] 실시예 1 내지 8, 비교예 1 및 2에서 각각 제조한 섬유소재의 단열성능을 측정하기 위하여, 도 3과 같은 조건으로 대기온도(T_{ambient})와 히팅 플레이트의 온도(T_{heater}), 직물 표면 온도(T_{fabric})를 열적외선 카메라로 각각 측정하였고, 섬유소재의 직물 표면 온도(T_{fabric})에 히팅 플레이트의 온도(T_{heater})를 뺀 값과 히팅 플레이트의 온도(T_{heater})와 대기온도(T_{ambient})를 뺀 값을 비교하였고, 실리카 에어로젤 분산액을 함침 한 섬유소재의 적층 후의 단열성능을 평가하기 위하여 한겹과 세겹 그리고 다섯겹을 적층하여 동시에 측정하였고 그 결과를 도 4에 나타내었다. 실리카 에어로젤 분산액을 함침 한 섬유소재(실시예2~6)는 미처리 면과 PET소재(비교예 1과 2)에 비하여 향상된 단열성능을 보여줬으며, 섬유사이에 사이에 존재하는 실리카 에어로젤은 단열 성능에 중요한 역할을 한다.
- [0057] 도 5는 실리카 에어로젤 분산액을 함침 한 섬유소재(실시예1~6)의 3겹과 5겹 적층한 것을 미처리 면과 PET소재(비교예 1과 2)에 비하여 향상된 단열성을 히팅 플레이트의 온도(T_{heater})와 대기온도(T_{ambient})를 뺀 값에 직접 비교하였다. 도 5의 결과와 같이 5겹으로 적층한 실시예1~6의 경우보다 3겹으로 적층한 실시예1~6의 더 효율적인 단열성능을 보였다. 또한, 실리카 에어로젤 분산액을 함침 한 면 소재(실시예1~3)는 열 전도성이 0.04 W/mK로 PET 소재(실시예4~6)의 열전도성인 0.15~0.4 W/mK 보다 낮아 실리카 에어로젤 분산액을 함침한 섬유소재로서는 면 소재가 더 효율적인 것을 확인할 수 있다.
- [0058] 도 6은 실리카 에어로젤 분산액을 함침 한 섬유소재(실시예 3과 6)를 미처리 면과 PET(비교예 1과 2)를 비교하여 단열성능에 의한 온도변화를 히팅 플레이트 상에서의 온도변화를 열적외선 카메라로 촬영한 것으로 미처리 섬유소재에 비하여 실리카 에어로젤 분산액을 함침 한 섬유소재가 단열성능의 온도 차이를 확인할 수 있다.
- [0059] 도 7은 실리카 에어로젤 분산액을 함침 한 섬유소재(실시예3과 6)에 PDMS를 코팅한 섬유소재(실시예 7과 8)의 단열성능을 측정하여 PDMS 코팅 후에도 단열성능을 유지하는지 확인하였다. PDMS의 높은 열 전도성 0.15 W/mK으로 인하여 실리카 에어로젤을 함침 한 섬유소재의 단열성능은 결과와 같이 크게 감소하지 않았다.
- [0060] 본 발명에서 제시하는 방법에 따라 제조된 실리카 에어로젤 분산액을 함침한 섬유소재는 실리카 에어로젤의 분산액의 농도와 섬유소재의 적층을 선택적으로 제조할 수 있으며, 상기 실험예의 결과로 입증되듯이 기존의 섬유 대비 향상된 단열성능을 가진다.
- [0061] 따라서, 실리카 에어로젤 분산액을 함침 한 섬유소재는 의류용(안전복, 방화복, 방한복, 레저스포츠복, 해양잠수복 등) 및 산업용 섬유제품(보호장비, 자동차실내내장재, 건축단열재)에 적용할 수 있는 중저온 온도범위(-20~50도)에서 우수한 단열성 및 유연성을 갖는 에어로젤 섬유소재로서 다양하게 적용될 수 있다.

도면

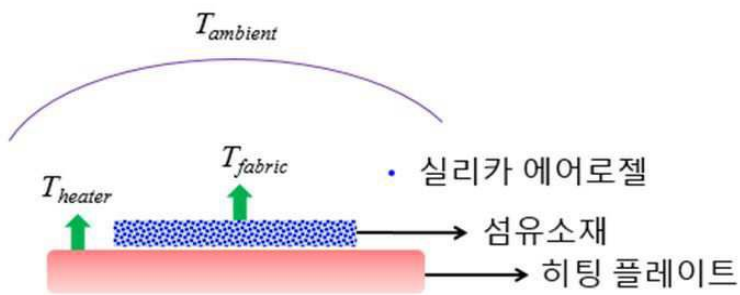
도면1



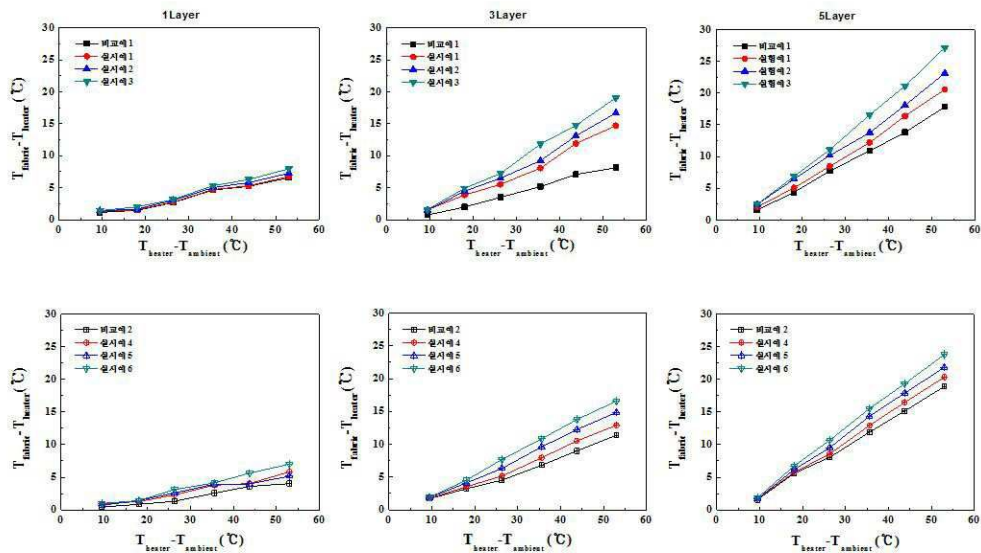
도면2



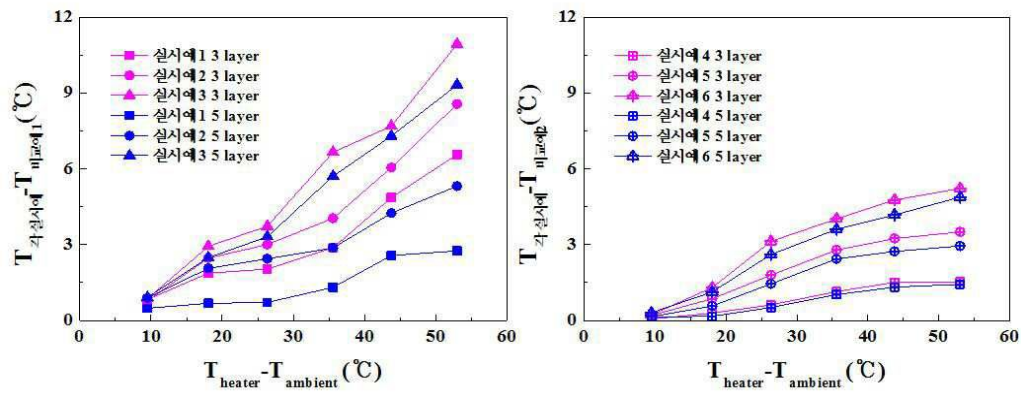
도면3



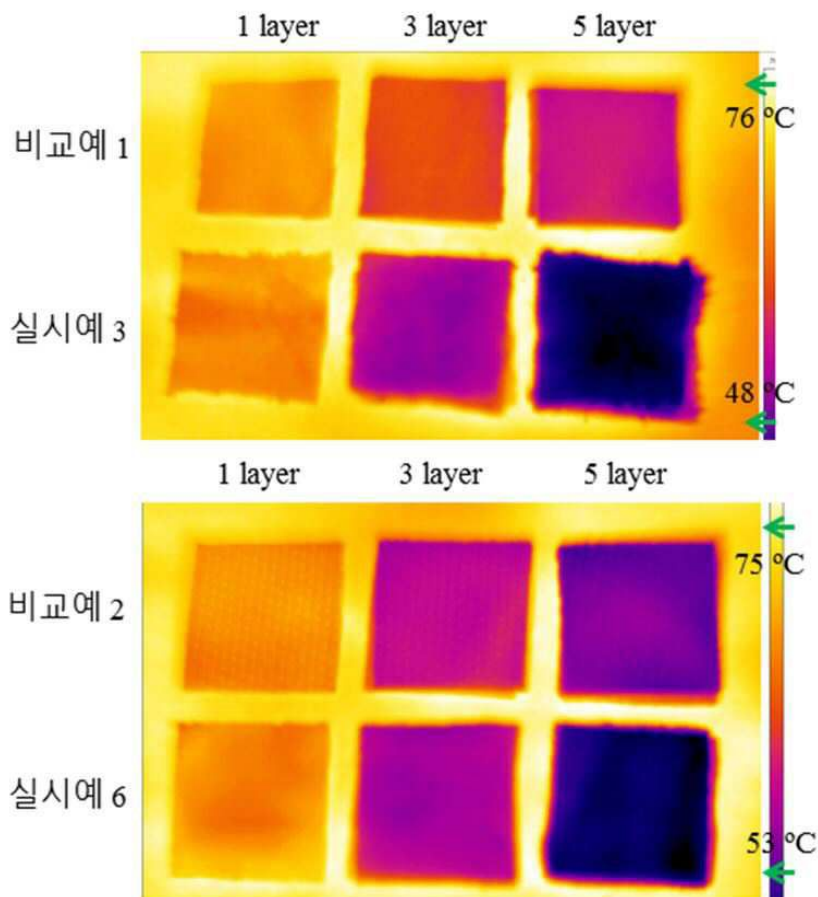
도면4



도면5



도면6



도면7

