



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2025-0067404
(43) 공개일자 2025년05월15일

- | | |
|--|--|
| <p>(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
 <i>C08K 9/08</i> (2006.01) <i>C08K 7/02</i> (2006.01)
 <i>C08L 21/00</i> (2006.01) <i>C08L 77/10</i> (2006.01)
 <i>C08L 83/04</i> (2006.01) <i>C08L 9/00</i> (2006.01)</p> <p>(52) CPC특허분류
 <i>C08K 9/08</i> (2013.01)
 <i>C08K 7/02</i> (2013.01)</p> <p>(21) 출원번호 10-2023-0153503
 (22) 출원일자 2023년11월08일
 심사청구일자 2023년11월08일</p> | <p>(71) 출원인
 충남대학교산학협력단
 대전광역시 유성구 대학로 99 (궁동, 충남대학교)</p> <p>(72) 발명자
 구자승
 대전광역시 유성구 지족로 343, 201동 301호 (지족동, 반석마을아파트2단지)</p> <p>박가람
 경상남도 진주시 평거로115번길 5, 101동 414호 (신안동, 평거1차현대아파트)</p> <p>(74) 대리인
 특허법인오암</p> |
|--|--|

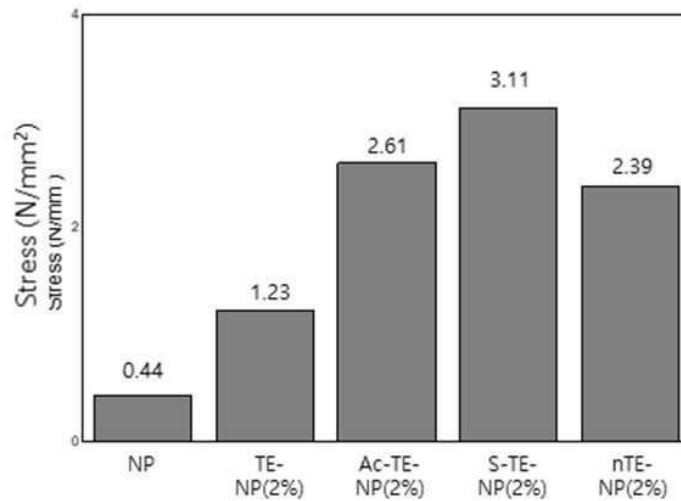
전체 청구항 수 : 총 13 항

(54) 발명의 명칭 내열성이 향상된 공중합 아라미드 섬유를 포함하는 고무 복합재 제조방법

(57) 요약

본 발명에 의한 공중합 아라미드 섬유를 포함하는 고무 복합재 제조방법은 공중합 아라미드 섬유 표면을 아세톤으로 처리하여 아세톤 처리된 공중합 아라미드 섬유를 제조하는 제 1단계; 상기 아세톤 처리된 공중합 아라미드 섬유의 표면을 고무로 코팅하여 고무 코팅된 공중합 아라미드 섬유를 제조하는 제 2단계; 및 상기 고무 코팅된 공중합 아라미드 섬유와 고무를 혼합하고 가교하는 제 3단계;를 포함한다.

대표도 - 도2



(52) CPC특허분류

C08L 21/00 (2013.01)

C08L 77/10 (2013.01)

C08L 83/04 (2013.01)

C08L 9/00 (2013.01)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	1711190375
과제번호	2021M3H4A3A01043764
부처명	과학기술정보통신부
과제관리(전문)기관명	한국연구재단
연구사업명	나노소재기술개발
연구과제명	복합재용 극한성능 유기섬유 부직포 중간재 설계 및 제조기술 연구
기 여 율	1/1
과제수행기관명	울산과학기술원
연구기간	2021.04.26 ~ 2025.12.31

명세서

청구범위

청구항 1

공중합 아라미드 섬유 표면을 아세톤으로 처리하여 아세톤 처리된 공중합 아라미드 섬유를 제조하는 제 1단계;
상기 아세톤 처리된 공중합 아라미드 섬유의 표면을 고무로 코팅하여 고무 코팅된 공중합 아라미드 섬유를 제조하는 제 2단계; 및
상기 고무 코팅된 공중합 아라미드 섬유와 고무를 혼합하고 가교하는 제 3단계;를 포함하는 공중합 아라미드 섬유를 포함하는 고무 복합재 제조방법.

청구항 2

제 1항에 있어서,
상기 제 1단계는 공중합 아라미드 섬유를 아세톤에 침지한 뒤, 30 내지 120분간 초음파 처리하는 단계인 것을 특징으로 하는 공중합 아라미드 섬유를 포함하는 고무 복합재 제조방법.

청구항 3

제 1항에 있어서,
상기 제 2단계는 고무 용액에 아세톤 처리된 공중합 아라미드 섬유를 침지하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 공중합 아라미드 섬유를 포함하는 고무 복합재 제조방법.

청구항 4

제 3항에 있어서,
상기 고무 용액은 고무와 유기 용매를 혼합하여 제조된 것으로,
상기 유기 용매는 벤젠, 톨루엔, 에틸벤젠 및 자일렌에서 선택되는 하나 또는 둘 이상인 것을 특징으로 하는 공중합 아라미드 섬유를 포함하는 고무 복합재 제조방법.

청구항 5

제 4항에 있어서,
상기 고무 용액은 유기 용매 100 ml 당 고무 15 내지 40 g을 투입하여 제조된 것을 특징으로 하는 공중합 아라미드 섬유를 포함하는 고무 복합재 제조방법.

청구항 6

제 1항에 있어서,
상기 제 3단계에서 혼합되는 고무 코팅된 공중합 아라미드 섬유는 평균 길이가 0.1 내지 3 mm인 것을 특징으로 하는 공중합 아라미드 섬유를 포함하는 고무 복합재 제조방법.

청구항 7

제 1항에 있어서,

상기 제 3단계는 상기 고무 100 중량부 대비 고무 코팅된 공중합 아라미드 섬유를 15 내지 40 중량부 혼합하는 것을 특징으로 하는 공중합 아라미드 섬유를 포함하는 고무 복합재 제조방법.

청구항 8

제 1항에 있어서,

상기 제 3단계는 상기 고무 코팅된 공중합 아라미드 섬유와 고무를 혼합한 뒤, 가교 활성화제 및 가교제를 투입하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 공중합 아라미드 섬유를 포함하는 고무 복합재 제조방법.

청구항 9

제 1항에 있어서,

상기 고무는 네오프렌 고무 또는 실리콘 고무인 것을 특징으로 하는 공중합 아라미드 섬유를 포함하는 고무 복합재 제조방법.

청구항 10

제 1항에 있어서,

상기 공중합 아라미드 섬유는 3,4 '-디아미노디페닐에테르를 단량체로 포함하여 중합된 것을 특징으로 하는 공중합 아라미드 섬유를 포함하는 고무 복합재 제조방법.

청구항 11

제 1항 내지 제 10항에서 선택되는 어느 한 항의 공중합 아라미드 섬유를 포함하는 고무 복합재 제조방법으로 제조된 공중합 아라미드 섬유를 포함하는 고무 복합재.

청구항 12

제 11항에 있어서,

상기 고무 복합재는 인장강도가 12.5 N/mm² 이상인 것을 특징으로 하는 공중합 아라미드 섬유를 포함하는 고무 복합재.

청구항 13

제 12항에 있어서,

상기 고무 복합재는 공중합 아라미드 섬유를 포함하지 않는 고무와 대비하여 유리전이온도가 37 ℃ 이상 높은 것을 특징으로 하는 공중합 아라미드 섬유를 포함하는 고무 복합재.

발명의 설명

기술 분야

본 발명은 내열성이 향상된 공중합 아라미드 섬유를 포함하는 고무 복합재 제조방법에 관한 것이다.

[0001]

배경 기술

- [0002] 섬유강화 복합재료는 섬유를 투입하여 기계 강도, 탄성률 등의 물성을 향상시킨 것으로, 설계 및 제조가 용이한 장점이 있어 고강도 또는 고성능을 필요로 하는 분야에 다양하게 이용되고 있다. 섬유강화 복합재료에 사용되는 섬유는 기계강도 등의 물성이 우수한 섬유를 이용한다.
- [0003] 아라미드 섬유는 강도가 뛰어난 장점이 있어 고무와의 복합화를 통해 타이어, 기계용 벨트 또는 높은 내충격성을 필요로 하는 복합 재료에 응용되고 있다. 그러나, 아라미드 섬유는 고무와의 계면 접착성이 불량하여 반복 사용 시 고무 재료에서 탈리되는 문제가 있다.
- [0004] 이러한 문제를 해결하기 위하여 아라미드 섬유의 표면을 플라즈마 처리하는 방법이 고안되었다. 파라 아라미드 섬유로 지칭되는 상용 Twaron, kevlar 등은 플라즈마 처리를 통하여 표면 요철을 형성하여 상용성을 향상시킬 수 있다. 그러나, 공중합 아라미드 섬유의 경우 이러한 플라즈마 처리를 수행하더라도 상용성이 향상되지 않는 한계가 있다. 공중합 아라미드 섬유는 파라 아라미드 섬유들 중 가장 높은 기계강도를 가지며, 내열성이 우수하여 섬유보강 복합재료에 적용이 적합한 특징이 있다. 이에, 공중합 아라미드 섬유의 상용성을 높이는 방법 및 이를 적용한 고무 복합재의 개발이 필요한 실정이다.

선행기술문헌

비특허문헌

- [0005] (비특허문헌 0001) 한국섬유공학회지 제47권 제3호 2010년 205-211페이지 “아라미드 섬유의 플라즈마 처리에 따른 클로로프렌 고무와의 계면접착 특성”

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0006] 본 발명의 목적은 내열성이 향상되며, 기계강도 저하를 최소화 할 수 있는 공중합 아라미드 섬유를 포함하는 고무 복합재 제조방법을 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

- [0007] 본 발명에 의한 공중합 아라미드 섬유를 포함하는 고무 복합재 제조방법은 공중합 아라미드 섬유 표면을 아세톤으로 처리하여 아세톤 처리된 공중합 아라미드 섬유를 제조하는 제 1단계;
- [0008] 상기 아세톤 처리된 공중합 아라미드 섬유의 표면을 고무로 코팅하여 고무 코팅된 공중합 아라미드 섬유를 제조하는 제 2단계; 및
- [0009] 상기 고무 코팅된 공중합 아라미드 섬유와 고무를 혼합하고 가교하는 제 3단계;를 포함한다.
- [0010] 본 발명의 일 실시예에 의한 공중합 아라미드 섬유를 포함하는 고무 복합재 제조방법에서 상기 제 1단계는 공중합 아라미드 섬유를 아세톤에 침지한 뒤, 30 내지 120분간 초음파 처리하는 단계인 것을 특징으로 할 수 있다.
- [0011] 본 발명의 일 실시예에 의한 공중합 아라미드 섬유를 포함하는 고무 복합재 제조방법에서 상기 제 2단계는 고무 용액에 아세톤 처리된 공중합 아라미드 섬유를 침지하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 할 수 있다.
- [0012] 본 발명의 일 실시예에 의한 공중합 아라미드 섬유를 포함하는 고무 복합재 제조방법에서 상기 고무 용액은 고무와 유기 용매를 혼합하여 제조된 것으로, 상기 유기 용매는 벤젠, 톨루엔, 에틸벤젠 및 자일렌에서 선택되는 하나 또는 둘 이상인 것을 특징으로 할 수 있다.
- [0013] 본 발명의 일 실시예에 의한 공중합 아라미드 섬유를 포함하는 고무 복합재 제조방법에서 상기 고무 용액은 유기 용매 100 ml 당 고무 15 내지 40 g을 투입하여 제조된 것을 특징으로 할 수 있다.
- [0014] 본 발명의 일 실시예에 의한 공중합 아라미드 섬유를 포함하는 고무 복합재 제조방법에서 상기 제 3단계에서 혼합되는 고무 코팅된 공중합 아라미드 섬유는 평균 길이가 0.1 내지 3 mm인 것을 특징으로 할 수 있다.
- [0015] 본 발명의 일 실시예에 의한 공중합 아라미드 섬유를 포함하는 고무 복합재 제조방법에서 상기 제 3단계는 상기

고무 100 중량부 대비 고무 코팅된 공중합 아라미드 섬유를 15 내지 40 중량부 혼합하는 것을 특징으로 할 수 있다.

[0016] 본 발명의 일 실시예에 의한 공중합 아라미드 섬유를 포함하는 고무 복합재 제조방법에서 상기 제 3단계는 상기 고무 코팅된 공중합 아라미드 섬유와 고무를 혼합한 뒤, 가교 활성화제 및 가교제를 투입하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 할 수 있다.

[0017] 본 발명의 일 실시예에 의한 공중합 아라미드 섬유를 포함하는 고무 복합재 제조방법에서 상기 고무는 네오프렌 고무 또는 실리콘 고무인 것을 특징으로 할 수 있다.

[0018] 본 발명의 일 실시예에 의한 공중합 아라미드 섬유를 포함하는 고무 복합재 제조방법에서 상기 공중합 아라미드 섬유는 3,4 '-디아미노디페닐에테르를 단량체로 포함하여 중합된 것을 특징으로 할 수 있다.

[0019] 본 발명은 또한 공중합 아라미드 섬유를 포함하는 고무 복합재를 제공하며, 본 발명에 의한 공중합 아라미드 섬유를 포함하는 고무 복합재는 본 발명의 일 실시예에 의한 공중합 아라미드 섬유를 포함하는 고무 복합재 제조방법으로 제조된 것일 수 있다.

[0020] 본 발명의 일 실시예에 의한 공중합 아라미드 섬유를 포함하는 고무 복합재는 인장강도가 12.5 N/mm² 이상인 것을 특징으로 할 수 있다.

[0021] 본 발명의 일 실시예에 의한 공중합 아라미드 섬유를 포함하는 고무 복합재는 공중합 아라미드 섬유를 포함하지 않는 고무와 대비하여 유리전이온도가 37 °C 이상 높은 것을 특징으로 할 수 있다.

발명의 효과

[0022] 본 발명에 의한 공중합 아라미드 섬유를 포함하는 고무 복합재 제조방법은 공중합 아라미드 섬유 표면을 아세톤으로 처리하여 아세톤 처리된 공중합 아라미드 섬유를 제조하는 제 1단계; 상기 아세톤 처리된 공중합 아라미드 섬유의 표면을 고무로 코팅하여 고무 코팅된 공중합 아라미드 섬유를 제조하는 제 2단계; 및 상기 고무 코팅된 공중합 아라미드 섬유와 고무를 혼합하고 가교하는 제 3단계;를 포함하여 고무 복합재가 높은 내열성을 나타내며, 섬유 투입에 따른 기계강도 저하를 최소화할 수 있는 장점이 있다.

도면의 간단한 설명

[0023] 도 1은 본 발명의 일 제조예에 의한 공중합 아라미드 섬유를 포함하는 고무 복합재의 가교 전 표면을 육안 및 SEM(Scanning Electron Microscope)으로 관찰하고 이를 도시한 것이다.

도 2는 본 발명의 일 제조예에 의한 공중합 아라미드 섬유를 포함하는 고무 복합재의 가교 전 인장강도 측정 결과를 도시한 것이다.

도 3은 본 발명의 일 제조예에 의한 공중합 아라미드 섬유를 포함하는 고무 복합재의 가교 후 표면을 SEM으로 관찰하고 그 결과를 도시한 것이다.

도 4는 본 발명의 일 제조예에 의한 공중합 아라미드 섬유를 포함하는 고무 복합재의 가교 후 인장강도 측정 결과를 도시한 것이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0024] 본 발명의 실시예들에 대한 이점 및 특징, 그리고 그것들을 달성하는 방법은 첨부되는 도면과 함께 상세하게 후술되어 있는 실시예들을 참조하면 명확해질 것이다. 그러나 본 발명은 이하에서 개시되는 실시예들에 한정되는 것이 아니라 서로 다른 다양한 형태로 구현될 수 있으며, 단지 본 실시예들은 본 발명의 개시가 완전하도록 하고, 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자에게 발명의 범주를 완전하게 알려주기 위해 제공되는 것이며, 본 발명은 청구항의 범주에 의해 정의될 뿐이다. 명세서 전체에 걸쳐 동일 참조 부호는 동일 구성요소를 지칭한다.

[0025] 본 발명의 실시예들을 설명함에 있어서 공지 기능 또는 구성에 대한 구체적인 설명이 본 발명의 요지를 불필요하게 흐릴 수 있다고 판단되는 경우에는 그 상세한 설명을 생략할 것이다. 그리고 후술되는 용어들은 본 발명의 실시예에서의 기능을 고려하여 정의된 용어들로서 이는 사용자, 운용자의 의도 또는 관례 등에 따라 달라질 수 있다. 그러므로 그 정의는 본 명세서 전반에 걸친 내용을 토대로 내려져야 할 것이다. 아울러 본 발명에서 특별히 한정하지 않는 경우 %는 중량%로 본다.

- [0026] 본 발명에 의한 공중합 아라미드 섬유를 포함하는 고무 복합재 제조방법은 공중합 아라미드 섬유 표면을 아세톤으로 처리하여 아세톤 처리된 공중합 아라미드 섬유를 제조하는 제 1단계;
- [0027] 상기 아세톤 처리된 공중합 아라미드 섬유의 표면을 고무로 코팅하여 고무 코팅된 공중합 아라미드 섬유를 제조하는 제 2단계; 및
- [0028] 상기 고무 코팅된 공중합 아라미드 섬유와 고무를 혼합하고 가교하는 제 3단계;를 포함하는 것을 특징으로 한다.
- [0029] 본 발명에 의한 공중합 아라미드 섬유를 포함하는 고무 복합재 제조방법은 상기 제 1단계 내지 제 3단계를 포함하여 공중합 아라미드 섬유의 상용성을 향상시키며, 복합재의 높은 내열성 및 기계강도를 확보할 수 있다.
- [0030] 본 발명에 의한 공중합 아라미드 섬유를 포함하는 고무 복합재 제조방법은 공중합 아라미드 섬유의 표면을 아세톤으로 처리하여 아세톤 처리된 공중합 아라미드 섬유를 제조하는 제 1단계를 포함한다. 구체적으로 제 1단계는 공중합 아라미드 섬유를 아세톤에 침지한 뒤, 30 내지 120분, 총계는 35 내지 100분간 초음파 처리하는 단계일 수 있다.
- [0031] 통상적으로 알려진 파라 아라미드 섬유는 파라페닐렌디아민과 염화테레프탈로일을 축합시켜 제조된 것을 의미하며, 본 발명에 의한 공중합 아라미드 섬유는 파라페닐렌디아민과 염화테레프탈로일 뿐만 아니라 3,4 '-디아미노디페닐 단량체를 더 포함하여 중합된 것을 의미한다. 상세하게는 공중합 아라미드 섬유는 파라페닐렌디아민 : 3,4 '-디아미노페닐 : 염화테레프탈로일을 약 1:1:2의 몰비로 혼합하여 중합된 것일 수 있다. 아울러 공중합 아라미드 섬유는 단일 필라멘트 직경이 5 내지 30 μm , 총계는 7 내지 20 μm 인 것을 이용할 수 있으며, 이러한 공중합 아라미드 섬유를 이용하여 내열성 향상 효과를 극대화할 수 있다.
- [0032] 제 2단계는 아세톤 처리된 공중합 아라미드 섬유의 표면을 고무로 코팅하여 고무 코팅된 공중합 아라미드 섬유를 제조하는 단계이다. 구체적으로 제 2단계는 고무 용액에 아세톤 처리된 공중합 아라미드 섬유를 침지하는 단계를 포함하여 제조될 수 있다. 이때 고무 용액은 고무와 유기용매를 혼합하여 유기용매에 고무를 용해시켜 제조한 것으로, 유기용매는 벤젠, 톨루엔, 에틸벤젠 및 자일렌 등에서 선택되는 하나 또는 둘 이상을 이용할 수 있다. 구체적으로 고무 용액은 유기 용매 100 ml 당 고무 15 내지 40 g, 총계는 17 내지 30 g을 투입하여 제조된 것일 수 있으며, 고무 용액에 고무 투입량이 적은 경우 고무 코팅층이 충분히 형성되지 않을 수 있으며, 고무 투입량이 많은 경우 고무 코팅층의 두께가 지나치게 두꺼워져 고무 코팅에 의한 상용성 향상 효과를 충분히 나타내기 어려울 수 있으며, 제 2단계를 거친 고무 코팅된 공중합 아라미드 섬유는 공중합 아라미드 섬유 10 g 당 0.5 내지 3 g, 총계는 0.7 내지 2 g의 고무층이 도입된 것일 수 있다.
- [0033] 본 발명에 의한 공중합 아라미드 섬유를 포함하는 고무 복합재 제조방법은 제 2단계 후 고무 코팅된 공중합 아라미드 섬유와 고무를 혼합하고 가교하는 제 3단계를 포함한다. 이때 제 3단계에서 혼합되는 고무 코팅된 공중합 아라미드 섬유는 평균 길이가 0.1 내지 3 mm, 총계는 0.2 내지 1 mm일 수 있으며, 구체적으로 제 2단계 후 고무 코팅된 공중합 아라미드 섬유를 분쇄하는 단계를 더 포함할 수 있다.
- [0034] 제 3단계는 고무 100 중량부 대비 고무 코팅된 공중합 아라미드 섬유를 15 내지 40 중량부, 총계는 20 내지 35 중량부 혼합하는 단계일 수 있으며, 이러한 범위를 만족하여 섬유를 포함하지 않는 고무와 대비하여 본 발명의 일 실시예의 제조방법으로 제조된 고무 복합재의 유리전이온도가 35 $^{\circ}\text{C}$ 이상, 총계는 37 $^{\circ}\text{C}$ 이상 높아지는 특징이 있다.
- [0035] 제 3단계는 상기 고무 코팅된 공중합 아라미드 섬유와 고무를 혼합한 뒤, 가교 활성화제 및 가교제를 투입하는 단계를 포함할 수 있으며, 이때 가교 활성화제는 산화아연이며, 가교제는 산화마그네슘일 수 있다. 구체적으로 가교 활성화제는 고무 코팅된 공중합 아라미드 섬유와 고무를 혼합한 혼합물 100 중량부 대비 1 내지 5 g, 총계는 3 내지 4.5 g 투입될 수 있으며, 가교제는 고무 코팅된 공중합 아라미드 섬유와 고무를 혼합한 혼합물 100 중량부 대비 1.5 내지 5 g, 총계는 2.5 내지 4 g 투입될 수 있다.
- [0036] 제 3단계는 가교 활성화제 및 가교제를 투입한 후, 120 내지 150 $^{\circ}\text{C}$, 총계는 130 내지 150 $^{\circ}\text{C}$ 온도에서 15 내지 30 MPa, 총계는 17 내지 25 MPa의 압력으로 가압하는 단계를 포함할 수 있다.
- [0037] 본 발명의 일 실시예에 의한 공중합 아라미드 섬유를 포함하는 고무 복합재 제조방법에서 고무는 총계는 네오프렌 고무 또는 실리콘 고무일 수 있다.
- [0038] 본 발명은 또한 고무 복합재를 제조하며, 본 발명에 의한 고무 복합재는 본 발명의 일 실시예에 의한 공중합 아라미드 섬유를 포함하는 고무 복합재 제조방법으로 제조된 것일 수 있으며, 본 발명의 일 실시예에 의한 고무

복합재는 인장강도가 12.5 N/mm² 이상, 구체적으로 13 내지 16 N/mm²을 만족하는 특징이 있다.

- [0039] 본 발명의 일 실시예에 의한 공중합 아라미드 섬유를 포함하는 고무 복합재는 높은 내열성 및 기계강도로 다양한 분야에 적용이 가능하며, 구체적으로 건축자재, 항공기, 선박, 육조, 헬멧 및 타이어 등에 적용될 수 있다.
- [0041] 이하, 본 발명을 실시예 및 비교예에 의해 구체적으로 설명한다. 아래 실시예는 본 발명의 이해를 돕기 위한 것일 뿐이며, 본 발명의 범위가 아래 실시예에 의해 한정되는 것은 아니다.
- [0042] [제조예 1]
- [0043] 1. 아라미드 섬유의 전처리 및 개질
- [0044] 공중합 아라미드 필라멘트(Technora) 5 g을 500 ml의 아세톤에 투입하고 실온에서 50분간 초음파 처리를 수행한다. 이후, 공중합 아라미드 필라멘트를 건져 흠 후드에서 24시간 동안 건조하여 아세톤 처리된 공중합 아라미드 필라멘트를 제조하였다. 이때 공중합 아라미드 필라멘트는 단일 필라멘트 직경이 12 내지 13 μ m인 것을 이용하였다.
- [0045] 네오프렌 고무 20 g을 톨루엔 100 ml과 혼합한 뒤 24시간 동안 용해하여 네오프렌 용액을 제조하였다. 제조된 네오프렌 용액에 아세톤 처리된 공중합 아라미드 필라멘트를 침지하고 건져낸 뒤, 흠 후드에서 24시간 동안 건조하여 네오프렌 처리된 공중합 아라미드 필라멘트를 제조하였다. 제조된 네오프렌 처리된 공중합 아라미드 필라멘트는 공중합 아라미드 필라멘트 10 g 당 1 g의 네오프렌 고무 코팅층이 형성된 것을 확인하였다.
- [0047] 2. 공중합 아라미드 필라멘트-고무 복합재의 제조
- [0048] 네오프렌 처리된 공중합 아라미드 필라멘트를 평균 길이가 0.5 mm가 되도록 분쇄하였다. 이와 별개로 네오프렌 고무를 가로, 세로, 높이가 각각 1 cm가 되도록 잘라 네오프렌 고무 입자를 제조하였다. 분쇄된 네오프렌 처리된 공중합 아라미드 필라멘트와 네오프렌 고무 입자를 혼합하여 총 50 g을 준비하였으며, 여기에 산화아연 2 g을 첨가하여 균일하게 혼합하였다. 이후, 밀폐식 혼합기에 준비된 재료를 넣고 50 rpm으로 10분간 혼합한 뒤, 여기에 산화마그네슘 1.6 g을 투입하고 30초간 추가로 혼합하였다. 혼합된 혼합물을 핫프레스를 이용하여 140 $^{\circ}$ C, 20 MPa의 조건에서 27분간 가열, 가압하여 네오프렌 고무 복합재 샘플(Ac-TE-NP)을 제조하였다.
- [0050] [제조예 2]
- [0051] 제조예 2(S-TE-NP)는 제조예 1과 같이 제조하되, 실란 처리된 공중합 아라미드 필라멘트를 이용하였다. 구체적으로, 증류수 : 에탄올이 6:4의 부피비로 혼합된 혼합용액 100 ml에 비닐트리에톡시실란 0.6 g을 투입하고 pH가 3.9가 될 때까지 HCl을 첨가하여 개질제 용액을 제조하였다. 제조된 개질제 용액에 아세톤 처리된 공중합 아라미드 필라멘트 10 g을 투입하고 90분 동안 침지한 뒤, 에탄올/증류수를 이용하여 각각 여러번 세척하고 흠 후드에서 24시간 동안 건조하여 실란 개질된 공중합 아라미드 필라멘트를 제조하였으며, 이후 네오프렌 용액에 침지하고 네오프렌 고무와 혼합하여 고무 복합재를 제조하였다.
- [0053] [비교 제조예 1 및 2]
- [0054] 비교 제조예 1(NP)은 아무런 처리도 되지 않은 네오프렌 고무를 이용하였으며, 비교 제조예 2(TE-NP)는 아무런 처리도 되지 않은 공중합 아라미드 필라멘트를 혼합한 네오프렌 고무를 이용하였다.
- [0056] [비교 제조예 3]
- [0057] 비교 제조예 3은(nTE-NP)은 나노화 처리된 공중합 아라미드 섬유를 제조예 1과 동일한 네오프렌 용액에 침지하고 건조하여 코팅하였으며, 코팅된 나노화 공중합 아라미드 섬유 제조예 1과 같은 방법으로 네오프렌 고무와 혼합하여 복합재를 제조하였다.
- [0058] 이때 섬유의 나노화 처리는 DMSO(Dimethyl sulfoxide) 500 ml에 KOH 1500 mg를 투입한 염기성 용액에 아라미드

섬유 1 g을 투입하여 반응시킨 뒤 건조하여 제조된 것을 이용하였다.

[0060] 가교 전 기계적 물성 확인

[0061] 가교 전 고무 복합재의 분산성을 확인하기 위하여 Dog-bone 샘플을 제조하였으며 제조된 샘플을 UTM을 이용하여 인장강도를 측정하였다. 제조된 샘플의 가교 전 표면을 SEM으로 관찰한 결과를 도 1의 첫 번째 줄에 도시하였으며, 제조된 Dog-bone 샘플을 두 번째 줄에 도시하였고, 인장강도 측정후 파단면을 SEM으로 관찰하고 그 결과를 도 1의 세 번째 줄에 도시하였다. 아울러 인장강도 측정 결과를 도 2로 나타내었다. 이때 샘플은 네오프렌 처리된 공중합 아라미드 필라멘트 1 g과 네오프렌 고무 입자 49 g이 혼합된 것을 이용하였다.

[0062] 도 1 및 도 2를 참고하면, 실란 처리된 공중합 아라미드 필라멘트를 포함하는 샘플의 인장 강도가 가장 높은 것을 확인할 수 있으며, 이를 바탕으로 실란 처리된 공중합 아라미드 섬유를 포함하는 샘플의 분산성이 가장 높은 것을 확인할 수 있다.

[0064] 가교 후 기계적 물성 확인

[0065] 실시예 및 제조예의 샘플을 140 ℃, 20 MPa의 조건에서 27분간 가열, 가압한 샘플을 SEM으로 관찰하고 도 3으로 나타내었으며, Dog-bone 샘플을 제조하여 제조된 샘플의 인장강도를 측정하고 그 결과를 도 4로 나타내었다.

[0066] 도 3 및 4에서 Ac-TE-NP(10%)는 제조예 1에서 네오프렌 처리된 공중합 아라미드 필라멘트 5 g과 네오프렌 고무 입자를 45 g 혼합하여 제조한 샘플이며, Ac-TE-NP(20%)는 제조예 1에서 네오프렌 처리된 공중합 아라미드 필라멘트 10 g과 네오프렌 고무 입자를 40 g 혼합하여 제조한 샘플이며, S-TE-NP(20%)는 제조예 2에서 네오프렌 처리된 공중합 아라미드 필라멘트 10 g과 네오프렌 고무 입자를 40 g 혼합하여 제조한 샘플이다.

[0067] 통상적으로 고무에 섬유를 충전하는 경우 고무의 기계적 물성이 저하되며, 도 4를 참고하면 전체적으로 아무런 처리도 되지 않은 네오프렌 고무보다 인장강도가 낮아지는 것을 확인할 수 있다. 다만, 제조예 1에서 제조되며, 공중합 아라미드 필라멘트를 20 중량% 포함하는 경우 기계강도 저하를 최소화하여 인장강도가 12.5 N/mm² 이상인 것을 확인할 수 있으며, 실란 처리를 거친 경우 앞서 살펴본 바와 같이 분산성이 향상되는 효과는 있으나, 기계강도의 저하를 유발함을 확인할 수 있다. 또한 공중합 아라미드 필라멘트를 10 중량%로 소량 포함하는 경우 기계강도 저하가 현저히 큰 것을 확인할 수 있다.

[0069] 내열성 확인

[0070] 열중량 분석(TGA) 및 유리전이 온도를 측정하여 Ac-TE-NP(20%) 샘플의 내열성을 확인하고 그 결과를 하기 표 1로 나타내었다.

표 1

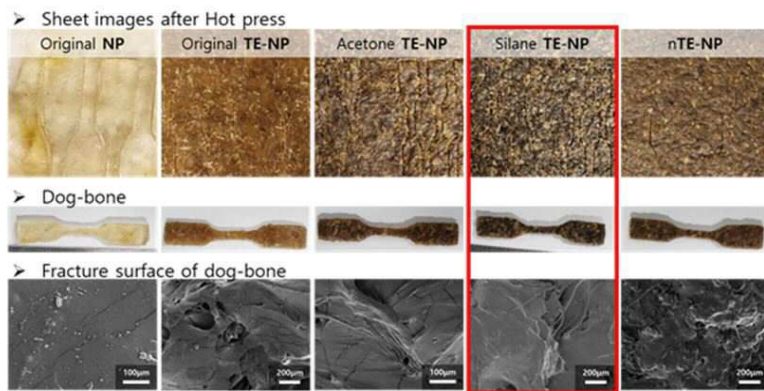
[0071]

샘플명	분해 온도(℃)		유리전이온도(℃)
	HCl	폴리머	
NP	324.0	431.3	-37.3
Ac-TE-NP(20%)	348.76	443.65	5.3

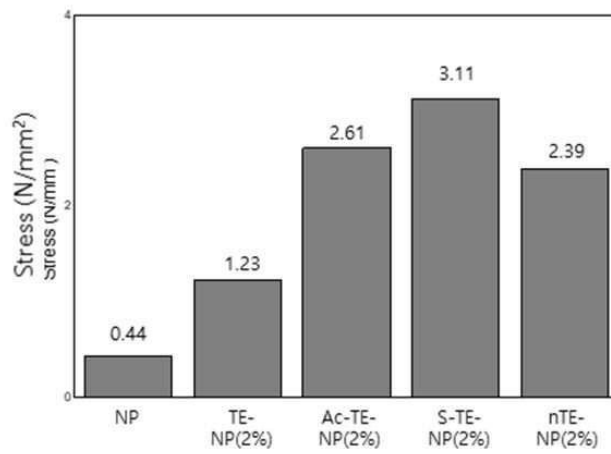
[0072] 표 1을 참고하면, Ac-TE-NP(20%)과 같이 아라미드 섬유를 포함하는 경우 내열성이 전체적으로 향상되는 것을 확인할 수 있다. 구체적으로 열중량 분석에서 HCl 방출 온도는 약 24 ℃ 높아지며, 폴리머 분해 온도는 약 12 ℃ 높아졌고, 유리전이온도는 약 42 ℃ 높아진 것을 확인할 수 있다. 결과적으로, 본 발명의 일 실시예에 의한 제조방법으로 공중합 아라미드 섬유를 고무에 분산시켜 복합재를 형성하는 경우 HCl 분해 온도는 20 ℃ 이상, 폴리머 분해 온도는 10 ℃ 이상, 유리전이온도는 37 ℃ 이상 높아지는 것을 확인할 수 있다.

도면

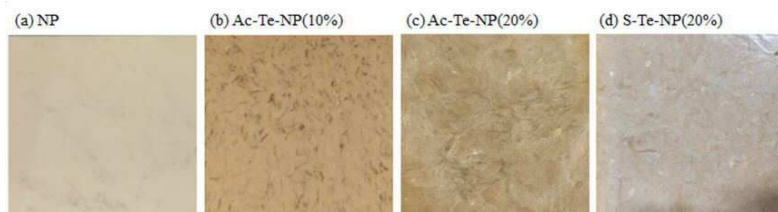
도면1



도면2



도면3



도면4

