

창립
40주년 학술대회
논문 87-F-20-10

마이카/ 에폭시 복합재료의 개발에 관한 연구(2)

박정후
부산수산대

정은식
동의전문대학

김기범^o
부산수산대

A Study of development on Mica/Epoxy Composite (2)

Chung Hoo Park
N.F.U.P.

Eun Shik Jeung
Dong Eui Tech. Co

KiB Beom Kim
N.F.U.P

Abstract

Dielectric and Mechanical Properties of Mica flake/ Epoxy Composite are investigated. The Mica content is about 50 wt% and its thickness is about 240 μ m. The finished Mica flake/Epoxy Composite contains about 0.1-1.0 wt% of aminosilane coupling agent. Ruby Mica filler and high temperature curing Epoxy resin are used. From the viewpoint of dielectric and mechanical properties, the optimum properties is obtained for the sample post cured at 130 $^{\circ}$ C for 5 hours after curing at 80 $^{\circ}$ C for 2 hours and with 0.5 weight % silane coupling agent.

1. 서 론 .

복합절연재료의 강화제(필러)는 섬유상의 것과 판상(리본 혹은 플레이트상)으로 대별할 수 있다. 지금까지는 주로 섬유상의 필러가 사용되어 왔으나 기계적 성질의 이방성 및 가격의 면에서 고가이고 내부의 보이드 함유율이 높아 많은 전기적 기계적 성질이 문제시 되어왔다.¹⁾ 이와는 달리 판상재료는 기계적 인장특성의 등방성을 가질 뿐만 아니라 관측방향의 절연특성이 뛰어난 전기절연재료의 필러로서는 주로 마

이카나 판상유리가 실험대상으로 되어 왔다. 특히 마이카는 무기질 전기절연재료로서 관측방향의 절연강도가 높아 옛날부터 배를 수없는 내열성재료로 판상 마이카가 주로 사용되어 왔다. 그러나 1970년 이후부터 마이카를 분쇄한 마이카편(Mica flake)이 사용되기 시작하여 현재에는 주로 이 마이카편을 초지법에 의해 집성마이카 시트로 만들어 마이카 필러로 사용되고 있다. 에폭시 수지, 나일론, ABS, PP, 등에 함침시켜서 복합절연재료로 사용되어지고 있다. 이 강화된 절연재료를 소위 마이카편 강화 플라스틱(Mica flake reinforced plastic)이라고 하며 관측방향으로 훌륭한 절연내력을 가지며 평면방향으로 훌륭한 기계적특성을 나타낸다고 알려져 있다.²⁾ 최근에는 회전기를 중심으로한 전기기기의 사용환경이나 운전책무의 다양화, 가혹화 및 소형경량화가 진행되고 있어 코일절연층에 가해지는 전계 및 기계적 응력이 증가하는 추세에 있다. 이에 상응하는 절연재료로서 마이카편 강화 플라스틱이 사용되기 시작하고 있다.

본 연구에서는 마이카/에폭시 복합절연재료의 전기적 절연특성의 개선 및 제작방법의 확립을 위한 기초자료로서 마이카 플레이크를 이용한 집성마이카 필러를 내열성 에폭시 수지에 함침한 마이카편 강화 플라스틱을 제작하여 이 시료의 전기적, 기계적 특성을 고찰하였다. 특히 마이카와 에폭시의 경계면의 접착상태를 양호하게 하기 위하여 마이카 시트상에 계면활성제를 적용하여 복합재료를 구성하였을 때의 전기적 기계적 특성을

구하여 계면활성제가 시료의 전기적 기계적 특성에 미치는 효과에 관하여 연구하였다.

2. 실험 방법 .

(1) 구성 재료

마이카 플레이크, 에폭시 복합재료의 기본 재료는 경질 루비마이카 및 내열성 에폭시 수지이다. 그 물성은 표 1과 같다.

표 1

재료	루비 마이카	내열성 에폭시
밀도 (ρ)	3.0	1.2
인장강도	260 - 300	8 - 13
$Tan \delta$ (50Hz)	0.5	0.65
	5	2.5

한편 마이카 플레이크는 자연산 마이카를 워터 젯트법에 의하여 분쇄하여 얻었다. 이 방법으로 얻어진 마이카 플레이크를 350 \times 의 전기로에서 건조한 후 주어진 계면 활성제의 수용액에 투입한 후 초지법에 의거 집성마이카를 제작할 수 있었으며 집성 마이카의 구성은 표 2 와 같다.

표 2

마이카 최대직경 (μm)	5.0
마이카 평균직경 (μm)	2.0
마이카 평균두께 (μm)	3.1
평균 어스펙트 비 ($\frac{직경}{두께}$)	645
시료의 평균두께 (μm)	110

한편 집성마이카와 에폭시의 계면접착력을 증가시키고 또 시트를 형성했을 경우 마이카 상호간의 접착력을 향상시키기 위해 아미노 실란 카프링 용액내에서 초지법에 의해 집성마이카를 제작하였다. 일반적으로 계면 활성제는 $X_2Si(C_2H_5)_Y$ 여기서 $n = 0 - 3$ 이며 X 는 Si 에 대한 가수성기이며 Y 는 주어진 수지에 대한 유기 기능기이다) 의 구조를 가지고 있다. 이 계면 활성제는 밀려증량의 약 0.1 - 0.5% 정도가 적용되고 있으며 일반적으로 용액상으로 이용된다. 수용액상에는 다음과 같은 중간 활성상태의 실라놀 이

형성되며 적용 필러의 계면에 쉽게 적용될 수 있다.

한편 본 연구에서 사용된 활성제의 제원은 표 3과 같다

표 3

품명	S 330 (CAPS-E)
구조식	$H_2NCH_2(CH_2CN-Si(OCH_2CH_3)_3)$
분자량	221.4
비점	217 $^{\circ}C$
비중	0.94

이 방법에 의해 집성 마이카의 크기는 임의로 조절할 수 있으며 제작후에도 시료의 형상을 일정하게 유지시킬 수 있다. 한편 본 실험에서 사용한 에폭시는 비스페놀 A 와 산 무수물 경화제로 형성되는 내열성 에폭시 (MF-1, Seoul Epikote)이며 이시료의 전기적 기계적 특성에 관해서는 이미 보고한 바 있다.

(2) 마이카/ 에폭시 복합재료

위의 방법으로 제작한 집성 마이카시트를 100mm 사각의 크기로 절단한 후 진공장치내에서 $10^{-2} Torr$ 의 진공도로 유지하여 에폭시에 함침한 후 겹개 시작점에서 약 0.3MPa 로 가압한 후 마이카/ 에폭시 복합재료를 만들었다. 이때 복합재료의 두께는 $240 \pm 5 \mu m$ 였다. 마이카 함유율 (wt %) 은 60% 에서 2시간 소각한 후 구하였다. 경화조건은 80 $^{\circ}C$ 에서 2시간 동안 1차 경화한 후 각각 100 및 130 $^{\circ}C$ 에서 주어진 시간동안 2차 경화를 행하여 경화조건과 복합재료의 제성질과의 상관관계를 고찰하였으며 계면활성제의 최적적용량에 대하여서도 고찰하였다. 전기적 절연 특성에 미치는 계면활성제의 효과를 검토하기 위해 자연산 마이카 시트상에 전극을 설치한 후 계면활성제를 처리한 것과 처리하지 않은 시료를 에폭시 수지에 함침시켜 계면의 절연파괴전압을 고찰하였고 집성 마이카/에폭시 복합재료에 관해서도 유전적 특성 및 기계적 특성에 미치는 계면활성제의 효과를 고찰하였다. 한편 시료의 유전율을 측정하기 위해 복합재료상에 보호환 (Guard ring) 을 가진 원형상의 알루미늄 증착전극을 형성하여 Precision Tan δ meter 로서 $\tan \delta, \epsilon'$ 측정을 행하였다. 또한 고온에서의 특성도 구하였다.

3. 실험 결과 및 고찰

그림은 자연산 마이카 시트 표면에 실랑카플링을 처리했을 경우와 처리하지 않았을 경우 마이카/에폭시 복합재료에 대한 계면 절연 파괴강도의 특성을 나타내고 있다. 이 그림에서 알 수 있는 바와같이 마이카 표면에 계면활성제를 도포한 시료의 계면절연강도 특성이 크게 향상되고 있음을 알 수 있다. 이 그림에서 매트릭스로서 상온 경화용 에폭시와 내열성 에폭시에 대한 것을 동시에 나타내고 있다. 여기서 전극간격이 1mm인 마이카 표면에 은분으로 만든 원형전극사이의 간격을 의미한다. 이와 같이 계면활성제를 사용한 시료의 계면절연파괴강도가 높은 이유는 주로 계면접착이 양호하게 되어 계면상에 보이드의 함유율이 감소하게 되기 때문 인 것으로 사료된다. 한편 표는 집성 마이카를 내열성 에폭시 수지에 함침하여 함침하여 만든 집성 마이카/에폭시 복합재료의 상온에서 $\tan \delta, \epsilon'$ ($\delta \text{ at } 1 \text{ Hz}$) 값을 나타내고 있으며 계면활성제의 영향도 함께 나타내었다. 또 그림과 같은 고온에서의 $\tan \delta, \epsilon'$ 특성을 나타내고 있으며 역시 계면활성제의 효과도 같이 나타내었다. 이들 그림에서 알 수 있는 바와 같이 계면활성제를 사용한 경우의 시료가 계면활성제를 사용하지 않은 시료보다 $\tan \delta$ 및 ϵ' 값이 낮아짐을 알 수 있으며 표에서 손실계수인 ϵ'' 는 $\tan \delta \epsilon'$ 와 동일한 값으로 집성 마이카에 0.5(wt%)의 실랑 카플링을 사용하고 복합재료를 형성한 후 80℃에서 2시간 초기경화를 행한 후 130℃에서 5시간 후기경화를 행한 시료에서 최저값을 나타내었다. 이러한 결과는 에폭시 자체의 최적 특성과도 관계가 있다고 생각된다.³⁾ 한편 계면활성제의 최적 무게비율이 존재하는 이유는 다음과 같이 생각된다. 만일 계면활성제의 양이 적으면 마이카 표면에 균일하게 도포되지 않을 것이며 양이 과다하면 마이카 표면에 계면활성제의 층을 형성하게 되어 계면활성제의 역할인 유기질(에폭시)과 무기질(마이카)를 연계해 준다는 본래의 사명을 다할 수 없기 때문인 것으로 추정되며 단일 분자층이 도포되었을 경우가 최적인 것으로 사료된다.

4. 결론

마이카 플레이크를 초저법으로 만든 집성 마이카를 보강재(필러)로 해서 집성 마이카/에폭시 복합재료를 제작하여 이의 전기적 기계적 특성을 고찰하였다. 특히 복합재료의 제작에 가장 중요한 기술사의 문제는 유기 절연재료와 무기 절연재료의 경계면에 대한 기술적 처리에 있다고 알려져 왔다. 본 연구에서는 특히 계면활성제인 아미노 실랑 카플링을 사용하여 이의 활용과 전기적 및 기계적 특성에 미치는 계면활성제의 효과를 고찰하였다. 특히 유전적 특성이 가장 양호한 시료는 0.5(wt%)의 실랑 카플링을 사용하고 80℃에서 2시간 2차경화한 후 130℃에서 5시간 열처리한 시료에서 얻어 졌다.

5. 참고 문헌.

- (1) Chung-Ho Park, "A Study on the Dielectric and Mechanical Property Interaction on Mica-cloth/ Epoxy Composites" IEEE Trans. on EL, EL-22, No. 1987
- (2) 柳 容 의, "마이카 플레이크 에폭시 복합체의 특성" 강화 프라스틱 393, 1980.
- (3) 박 정우, 양 재우, 이 종호, 김 기범 "마이카/에폭시 복합재료의 개발에 관한 연구(1)" "내열성 에폭시 수지의 특성" 대한 전기 학회 제 36 권 제 6 호 1987.

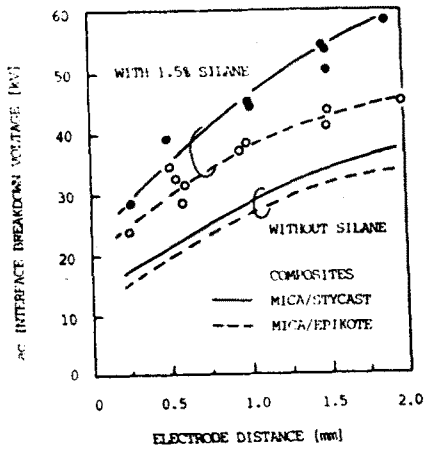


Fig 1. The effect of amino silane upon the ac inter-face breakdown voltage

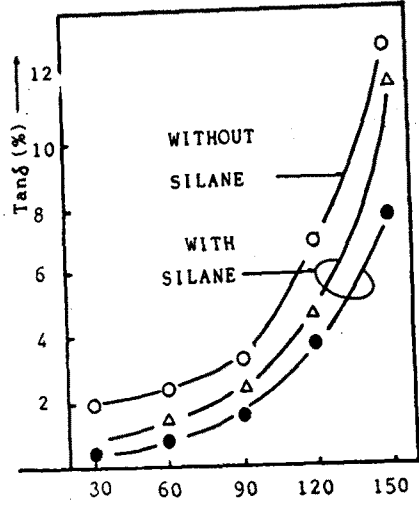


Fig 2 Relationship between ambient temperature and $\tan \delta$

유연제 (wt%)	2차 분쇄 / 분쇄 온도	Tan	ϵ'	ϵ''
0%	100/24	1.519	4.312	6.550
	130/5	1.823	4.196	7.649
0.1%	100/24	0.717	4.037	2.895
	130/5	1.587	3.578	5.678
0.5%	100/24	0.985	3.779	3.722
	130/5	0.623	3.797	2.278
1.0%	100/24	0.723	3.874	2.801
	130/5	0.784	3.467	2.718

Table 4. $\tan \delta$, ϵ' , ϵ'' at 30 °C

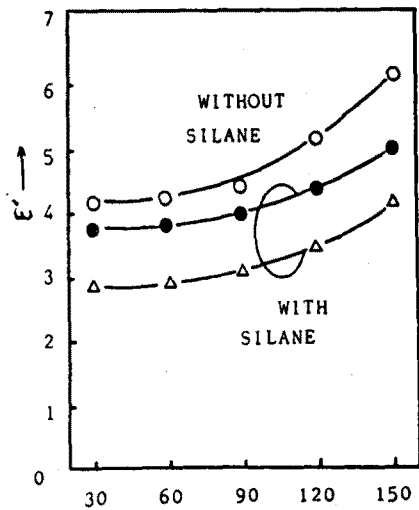


Fig 3 Relationship between ambient temperature and ϵ'