

李 銳 浩, 李 圭 喆, 黃 永 漢*

울산대학교 전기공학과

For optimum fabrication conditions and effect of silane coupling agent of
composite materials

Lee, Jong-Ho, Lee, Kyu-Chul, Hwang, Yeong-Han

Dept. of Electrical Engin., Ulsan University

- Abstract -

Optimum conditions of fabrication and the effects of silane coupling agent on Glass-cloth/unsaturated Polyester composite materials were investigated.

Dielectric strength and mechanical tensile strength were significantly improved in the sample with epoxy silane treatment, compared with the case without epoxy silane treatment. Treatment rate of interface coupling agent in composite materials were increased with increases of glass-fiber layers and content of glass fiber.

1. 序 論

最近高分子化學의 급속한 진보에 따라 예폭시樹脂 혹은 不飽和 폴리에스테르樹脂 등이 도입되면서 부터絕緣性能이 크게改善되어絕緣의耐熱性 및小型輕量化에 크게 기여하였다.[1] 그러나 이와같은有機高分子絕緣材料는高温下에서機械的特性이 크게低下하기 때문에 200°C를 넘어 연속적인運轉을 행할 수 없어材料技術에 크게 의존하여 왔다. 그러므로高温下에서高效率 및高性能의電氣機器를 제작하기 위해서는 이러한有機高分子材料의問題점을 해소하고,高温 및複合스트레스하에서도 충분히諸般特性을 발휘할 수 있는絕緣材料의開發이國內 및國外에서도 점심히 요구되어 왔다. 이러한 상황하에서新素材로 등장한것이有機高分子材料와無機高分子材料로서 형성된複合絕緣材料이다.[2,3]

新素材로 등장한 유리강화複合材料는構造材로서 뿐만아니라電氣 및電子分野의絕緣材料로서도 훌륭한諸般特性을 나타내어產業基盤材料로서國外의產業體 및學界에서 이複合材料의設計와製作技術 및諸般特性改善에 관한研究가 활발하게進行되고 있다.

일반적으로複合材料固有의理論上特性에 가까운性能을 발휘할 수 있도록設計 및製作되는데 해결해야 할問題들이 남아 있다. 즉,複合材料의 공통된 문제점중에서 가장 중요한 사항은複合材料에서 가장 큰弱點으로 알려져 있는필라와메트릭스사이의界面接着狀態를改善하는문제이다.[3,4]

이界面領域은複合材料의特性을 지배하는 가장 중요한부분으로서機械的으로는外部應力を필라에서메트릭스로 전달하여應力を분담하는 중요한부분이다. 그러므로界面接着力이양호해야 할 필요가 있으나,接着強度가지나쳐도材料가유연성을잃게되고,剩餘에너지를충분히방출할수없어 다른성능이劣화한다. 그리고電氣的으로는材料의製作時나,機械的應力등으로界面에크랙,界面의薄利및보이드등이형성되면이缺陷을통하여部分放電이일어나고,誘電體損失이증가하여결국界面에따라絕緣破壞가일어난다.

最近國外研究者들은界面에보이드가없는複合材料의製作條件에관한研究[7]를활발히진행시키고있는반면,複合材料의界面結合劑를開發하여[5]이들結合劑가複合材料의界面에미치는效果를研究하여좋은성과를얻고있다. 지금까지알려진結合劑의效果로서는化學結合說, 股音의 향상, 緩衝效果, 單層效果 및耐吸濕效果 등 많은機理가齊唱되고있으나, 어느說도 확실치못한점이 많다.

本研究에서는化學的性質, 物理的性質 및耐熱성이우수한不飽和 폴리에스테르樹脂를적용한 유리纖維強化複合材料(Glass-cloth/unsaturated polyester)의最適製作條件 및界面의活性劑의最適效果를糾明하기위하여最適硬化條件糾明, 界面結合劑處理方法 및處理量 등에관한糾明 및電氣的特性과機械的特性와의相關關係糾明등을體系적으로행하고자한다.

2. 試料製作 및 實驗種類

2-1. 試料製作

本研究에 사용되어진 Glass-cloth/unsaturated polyester複合材料의 필라로서 E種 平織 유리(Plain weave glass cloth, WEA 116 E107, 原反社, Japan)을 사용하였다. 그리고本研究에 사용되어진 유리纖維의層間結合形態는 1層과 2層의纖維組織이 같은方向과 45°方向인 2종류의 유리纖維組織이다. 이러한유리纖維를 350°C로 유지된電氣爐內에서 약 30분간表面의有機物質 및異物質을除去하고, 表面上에 애폭시系 실란結合劑(epoxy silane coupling agent, S510, Chiso Co.)로서處理한다. 이때, 실란結合劑를 0% ~ 2.0%를

일코을 溶液에 溶解시킨 溶液이다. 즉, 電氣爐에서 끼집어낸 유리纖維를 0% ~ 2.0%의 실란溶液에 含浸시킨 후, 真空시스템(10⁻³ torr, 周圍溫度 : 100°C)내에서 약 10분간 乾燥 시킨다. 다음 表面處理가 끝난 유리纖維를 80°C에서 1次으로 보이드가 제거된 不飽和 폴리에스테르樹脂(unsaturated polyester resin: DAHAN INK Co., DVB-2152)에 약 1시간 정도 真空含浸하였다. 含浸이 끝난 試料는 120°C에서 板狀으로 몰드하여 本研究室에서 製作한 加壓 試料 製作裝置[6]를 이용하여 不飽和 폴리에스테르樹脂의 결합점 부근에서 약 0.5[MPa]로 加壓하여 120°C에서 약 2시간 동안 1次硬化 시킨 후, 다시 160°C, 180°C 및 200°C에서 反復硬化法[17]에 의하여 2次硬化를 5시간, 10시간, 15시간, 20시간 및 25시간 각각 행하였다. 이때 試片의 크기는 10cm×10cm×100μm±10μm로 하였다.

2-2. 實驗種類

120°C에서 2시간 1次硬化를 행한 試料를 反復의 方法으로 2次硬化 행한 후, 다음과 같은 實驗을 행하였다.

- 1) 실란結合劑의 效果特性
- 2) 실란結合劑의 處理量(유리纖維의 層數 및 組織變化) - $\tan\delta$, ϵ_r 特性
- 3) 실란結合劑의 處理量(유리纖維의 層數 및 組織變化) - 交流絕緣破壞電壓特性
- 4) 실란結合劑의 處理量(유리纖維의 層數 및 組織變化) - 機械的 引張強度 및 應力特性
- 5) 最適 試料의 $\tan\delta$ 및 ϵ_r 特性(2次硬化時間, 周圍溫度), 絶緣強度特性(2次硬化時間에 따른), 및 機械的 引張強度 - 引張應力特性
- 6) 試料의 絶緣破壞 痕迹觀察 및 實란結合劑의 處理量에 따른 機械的 引張試驗 후의 破斷面 觀察(SEM 사진 촬영)

3. 實驗結果 및 考察

그림 1은 複合材料內의 유리纖維의 層數를 1層, 2層 및 3層으로 하였을 때, 實란界面結合劑의 處理量에 따른 $\tan\delta$ 및 ϵ_r 特性를 나타내고 있다. 이때, 試片의 纖維組織은 2層 및 3層에 있어서 같은 軸方向으로 하였으며, 2次硬化는 200°C에서 2시간 행한 경우이다. 그리고 測定電壓은 0.5[kV]이고, 周波數은 60[Hz]로 일정하게 하였다. 이 그림에서 알 수 있듯이 複合材料의 $\tan\delta$ 特性은 2次硬化溫度에 상관없이 유리纖維가 單層일 때는 界面結合劑의 0.2%水溶液에서 가장 우수하게 나타났고, 유리纖維의 層數가 2層 및 3層일 때는 각각 界面結合劑의 0.5% 및 1.0%水溶液에서 가장 우수한 $\tan\delta$ 特性이 나타났다. 즉, 複合材料의 製作에 있어, 유리纖維의 層數를 높일 수록, 그리고 複合材料에 있어, 유리纖維含有量이 커질 수록 界面結合劑의 處理量이 많아 짐을 알 수 있다.

한편, ϵ_r 特性은 界面結合劑의 處理量의 증가에 상관없이 거의 일정한 값으로 나타남을 알 수 있으며, 그 범위는 대략 3.1 ~ 4.0이다.

그림 2은 複合材料內의 유리纖維層을 1層, 2層 및 3層으로 하고, 纖維組織을 같은 方向 즉, 1層과 2層 및 3層의 纖維組織이 같은 軸方向으로 하였을 때, 界面結合劑의 處理量에 따른 交流絕緣強度特性을 나타내고 있다. 이때, 試片의 硬化條件은 200°C에서 2시간 2次硬化를 행한 경우이다. 이 그림에서 絶緣強度特性은 저하하고, 界面結合劑의 處理量이 많아짐을 알 수 있다.

維組織層이 單層일 때는 0.2%水溶液의 界面結合劑 일 때, 最大 絶緣強度 값이 나타났으며, 2層 및 3層일 때는 0.5% 및 1.0%水溶液의 界面結合劑 일 때, 最大 絶緣強度 값이 나타났다. 즉, 그림에서 複合材料內의 纖維組織의 層數가 증가할 수록 絶緣強度特性은 저하하고, 界面結合劑의 處理量이 많아짐을 알 수 있다.

그림 3는 複合材料內의 유리纖維組織을 각 層사이의 纖維組織을 45° 方向으로 하였을 때, 界面結合劑의 處理量에 따른 交流絕緣強度特性을 나타내고 있다. 이때, 試片의 硬化條件은 200°C에서 2시간 2次硬化를 행한 경우이다. 이 그림에서 알 수 있듯이 유리纖維의 層數가 높아질 수록 絶緣強度特性은低下하고, 또한 界面結合劑의 處理量이 많아 짐을 알 수 있다. 그리고 이러한 交流絕緣強度에 있어, 界面結合劑의 處理量의 特性은 그림 1에서와 같이 $\tan\delta$ 및 ϵ_r 特性에 있어, 界面結合劑의 處理量의 特性과 類似하게 나타남을 알 수 있다. 즉, 複合材料內의 纖維層이 2層 및 3層인 경우 界面結合劑의 處理量이 각각 1.0% 및 1.5%水溶液일 때, 最大 絶緣強度값을 갖임을 알 수 있다.

또한, 이 그림의 絶緣強度特性과 그림 2의 絶緣強度特性과 비교했을 때, 纖維組織이 纖維軸 方向일 때가 45° 方向일 때보다 絶緣強度 값이 높게 나타남을 알 수 있다. 이러한 이유는 纖維組織을 45° 方向으로 힘으로서 纖維軸間의 交叉Point이 많아져서 즉, メトリックス와의 界面이 많아진다. 이러한 界面의 증가는 複合材料內의 缺點으로 나타나므로 絶緣強度特性이低下하는 것으로 생각된다.

그림 4와 그림 5는 複合材料內의 유리纖維層을 1層, 2層 및 3層으로 하고, 纖維組織을 같은 方向 및 45° 方向으로 하여 製作하였을 때, 界面結合劑의 處理量에 따른 機械的 引張特性을 나타내고 있다. 이때, 試片의 硬化條件은 200°C에서 2시간 2次硬化를 행한 경우이다. 이들 그림에서 알 수 있듯이, 纖維組織 및 引張 方向에 상관없이 纖維層이 증가할 수록 引張強度 값이 높아짐을 알 수 있다. 또한, 纖維軸 方向의 引張特性이 45° 方向의 引張特性보다 높게 나타났다. 이러한 이유는 유리纖維強化複合材料에 있어 機械的 引張特性에서 가장 큰 短點으로 나타나는 異方性性質 때문인 것으로 생각된다. 그리고 이들 그림에서 引張 方向에 상관없이 纖維層이 單層일 때, 界面結合劑 處理量은 0.2%水溶液이고, 2層 및 3層일 때, 界面結合劑 處理量은 각각 0.5% 및 1.0%水溶液으로 나타났다. 이러한 界面結合劑의 特性은 그림 1, 그림 2 및 그림 3에서와 같이 誘電特性 및 絶緣強度特性일 때와 類似하게 나타남을 알 수 있다.

參考文獻

- [1] 三田達, "最新耐熱性高分子" 統合技術センター, 1989
- [2] D.Hull, "An Introduction to Composite Materials" Cambridge University Press, 1982
- [3] 久保輝外, "複合材料と界面" 統合技術出版, 1986
- [4] P.Ehrburger and J.B.Donnet, "Interface in Composite Materials" Phil. Trans. R. Soc. Lond., A294, pp.495-505, 1980
- [5] R.Yosomita, K.Morimoto, A.Nakajima Y.Ikada and T.Suzuki, "Adhesion and Bonding in Composites" Marcel Dekker Inc., 1989
- [6] J.S.Cho, S.W.Chi, J.K.Kim, K.C.Lee and J.H.Lee, "A study on the Development and Dielectric Properties of Insulating Materials for Super-Conductor(1)" KIEE, Vol.38, No.7, pp.511 ~ 523, 1989

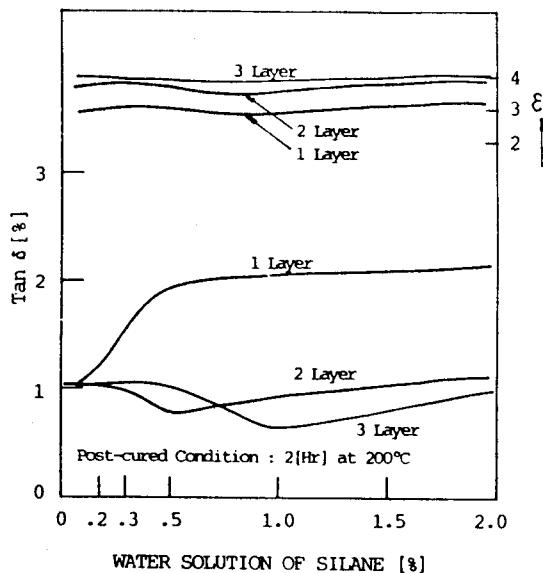


그림 1. 복합재료에 있어, 계면 결합제의 처리량 - $\tan \delta$ 및 ϵ_r 특성
Fig. 1. Water solution of silane - $\tan \delta$ and ϵ_r characterisits of composite materials as parameter of glass-cloth layers.

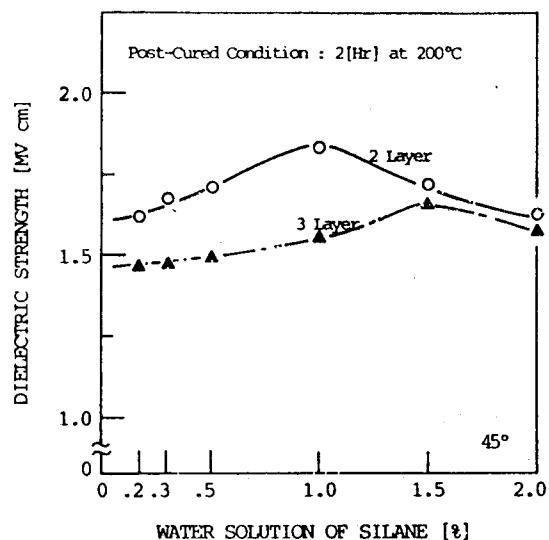


그림 3. 복합재료에 있어, 계면 결합제의 처리량 - 교류절연강도 특성(섬유구조 : 섬유축 45° 방향, 섬유층수 : 2 및 3층)
Fig. 3. Water solution of silane - ac dielectric strength characterisitscs of composite materials as parameter of glass-cloth layers.

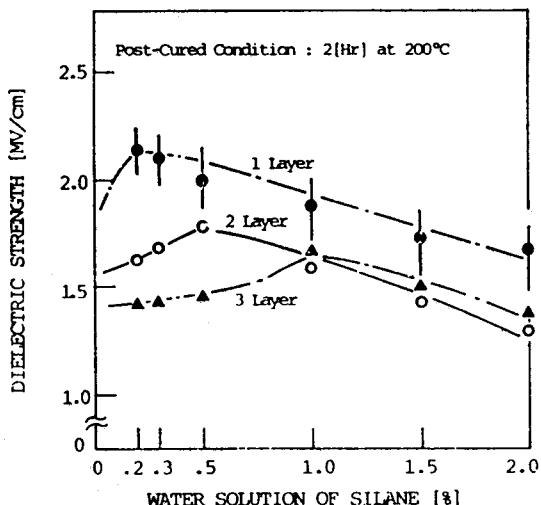


그림 2. 복합재료에 있어, 계면 결합제의 처리량 - 교류절연강도 특성(섬유구조 : 섬유축 방향)
Fig. 2. Water solution of silane - ac dielectric strength characterisitscs of composite materials as parameter of glass-cloth layers.

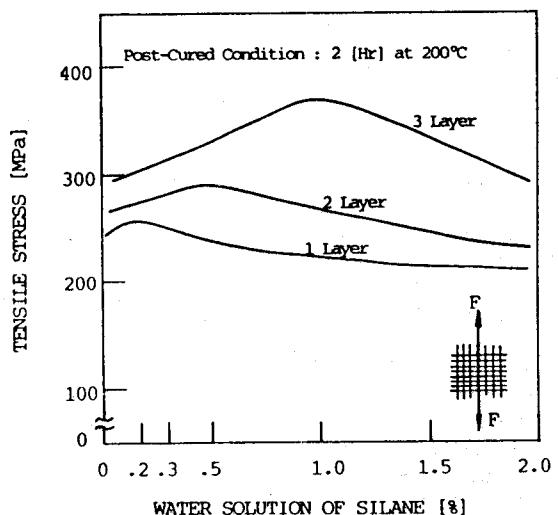


그림 4. 복합재료에 있어, 계면 결합제의 처리량 - 기계적 인장 강도특성(섬유구조 : 섬유축 방향)
Fig. 4. Water solution of silane - mechanical tensile stress characterisitscs of composite materials as parameter of glass-cloth layers.

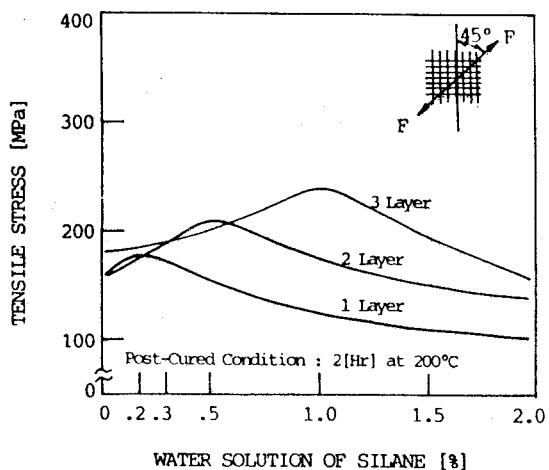


그림 5. 복합재료에 있어, 계면 결합제의 처리량 - 기계적 인장 강도특성(섬유구조 : 섬유축 45° 방향)

Fig. 5. Water solution of silane - mechanical tensile stress characteristics of composite materials as parameter of glass-cloth layers.