

에폭시/산무수물계의 발열거동에 미치는 경화촉진제의 영향

(Effect of accelerator on exothermic behavior in an
epoxy/anhydride system)

김득수, 김종현, 박원호, 이종근
금오공과대학교 고분자공학과

1. 서론

에폭시/산무수물계는 전기절연 특성이 우수하여 전기 및 전자 제품을 보호하기 위한 molding용 재료로 많이 사용되고 있다¹. 이것을 경화시킬 때는 발열반응이 일어나며 특히 molding용으로 사용될 때는 경화물의 양이 많으므로 그 발열반응에 의하여 재료 내부의 온도가 급격히 상승하게 된다². 이러한 온도의 상승 정도는 경화물의 물성에 크게 영향을 미치므로 발열 시 peak온도가 적당한 온도 범위에서 유지되도록 해야 한다. 경화가 진행되는 동안 이러한 발열 거동에 영향을 주는 요소는 여러 가지가 있으나, 본 연구에서는 에폭시/산무수물계에 첨가되는 경화촉진제를 다양하게 선택하여 경화온도와 그 촉진제의 양을 변화시켜 발열거동을 조사하였다.

2. 실험 방법

본 연구에서는 DGEBA(diglycidyl ether of bisphenol A, n=0.11) 에폭시 수지와 MTHPA (methyl tetrahydrophthalic anhydride) 경화제를 당량비(100:90)로 혼합하였다. 그리고 여기에 경화촉진제로는 2E4MZ-CN(1-cyanoethyl-2-ethyl-4-methylimidazole), BDMA(N,N-dimethyl benzyl amine), DMP-30(2,4,6 tris(dimethylaminomethyl)phenol)을 각각 1.0, 1.5, 2.0, 2.5phr 첨가하였다. 균일하게 혼합한 시료를 150g씩 종이컵에 넣어 건조로 내에서 온도를 65, 70, 85, 95°C로 하여 8.5시간 유지하였다. 이때 온도 변화를 관찰하기 위한 열전대는 각 시료의 중앙에 고정시켰다. 이 실험이 끝난 후 경화된 시료는 시차주사 열분석기(DSC, differential scanning calorimetry)를 이용하여 T_g 를 측정하였다.

3. 결과

에폭시/산무수물/경화촉진제 3성분계에 대한 발열거동은 모든 시료에 대하여 다음과 같이 3개의 구간으로 나타났다. 먼저 상온에서 경화온도까지 상승하고(구간 I) 이 후 온도가 급격히 상승한 후 다시 하강하여 peak를 나타내며(구간 II) 그 후 온도의 변화가 없이 유지된다(구간 III). 이 구간들 중 급격한 온도 상승이 일어나는 구간 II에서 거의 모든 반응이 일어나는 것으로 생각된다. 따라서 이 구간 내에서 나타나는 발열 peak온도(T_{peak})와 peak정점까지의 시간(t_{peak})을 중심으로 조사해 보았다. 그 결과를 보면 BDMA와 DMP-30의 경우는 경화온도가 상승하거나, 촉진제의 함량이 증가할수록 T_{peak} 가 증가하고 t_{peak} 는 짧은 시간에서 나타났다. 그러나 2E4MZ-CN의 경우는 경화온도가 비교적 높은 경우(85, 95°C) 촉진제의 함량이 증가함에 따라 T_{peak} 는 오히려 감소하였다. 이는 본격적인 발열반응이 일어나기 전 구간 I에서의 경화량과 밀접한 관계가 있는 것으로 생각된다.

4. 참고 문헌

- 1) J.D.B. Smith, J. Appl. Polym., 26, 979 (1981).
- 2) J.-M. Vergnaudand and J. Bouzon, "Cure of Thermosetting Resins", Ch.16, Springer-Verlag, London, 1992.