

백금촉매를 이용한 PCS와 γ -MPS의 copolymer의 제조
및 구조확인에 관한 연구

A Study on the preparation of PCS-MPS copolymer by platinum
catalyst and their structural properties

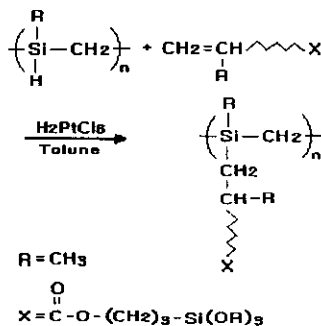
이준태, 황태성, 신경섭, 강운욱, 황대성, 박정기*, 육종일**

충남대학교 화학공학과, *한국과학기술원 화학공학과, **국방과학연구소

고분자 전구체들은 열분해에 의한 세라믹 전환시 중량감소율이 커서 고수율의 세라믹 제조가 어렵고, 복합재의 제조시 결합으로 작용하여 물성을 저하시키는 원인을 제공하는 단점을 지니고 있다. 따라서 물성을 향상시키기 위하여 결합내에 다른 무기원소를 도입하거나, 합성방법의 개선 등 많은 연구가 진행되고 있다. 따라서 본 연구에서는 백금촉매와 γ -methacryloxypropyltrimethoxysilane(γ -MPS)을 이용한 hydrosilylation 반응에 의해 세라믹의 brittle한 성질을 개선하고, 열분해시 중량감소가 적어 세라믹 전환율을 높일 수 있는 변성 PCS 세라믹 전구체를 합성하였고 이들의 구조를 확인하였다.

이때 단량체로는 γ -MPS와 trunk polymer로 polycarbosilane(PCS)을 사용하였으며, 용매는 toluene을 사용하였다. 후처리에 필요한 용매로는 n-hexane과 메탄올을 사용하였고, 촉매로는 $H_2PtCl_6 \cdot 6H_2O$ 을 사용하였다. Hydrosilylation반응에 의해 세라믹 공중합체를 합성하기 위하여 4구 플라스크에 toluene 같은 용매를 넣고 일정량의 PCS와 $H_2PtCl_6 \cdot 6H_2O$ 촉매를 넣은 후 γ -MPS를 서서히 가한 후 온도를 일정하게 유지하고 질소가스를 일정유속으로 주입하면서 12~24시간 동안 충분히 반응시켰다. 얻어진 생성물로부터 미반응 모노머를 제거하고, 일정온도의 진공오븐에서 감압건조하여 세라믹 공중합체를 합성하였다. 또한 이들의 구조확인을 위하여 FT-IR, NMR, X-ray 및 GPC 등의 분석기기를 이용하여 분자량 및 구조특성을 확인하였다.

Hydrosilylation 반응메커니즘은 Scheme 1에 나타나 있으며 copolymer의 구조확인을 위한 FT-IR 결과 $1723cm^{-1}$ 부근에서 C=O 신축진동피크가 강하게 나타나고 $822cm^{-1}$ 와 $1092cm^{-1}$ 부근에서 Si 특성피크가 증가되는 것으로부터 PCS-MPS 세라믹 공중합체가 합성되었음을 확인할 수 있었다.



Scheme 1

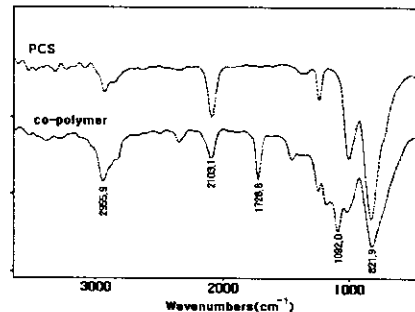


Fig. FT-IR spectra of PCS and γ -MPS copolymer