

졸-겔 공정으로 제조된 SiO₂-PEG계의 초음파 조사에 의한 영향
Effect of Ultrasound Irradiation in Silica-Polyethyleneglycol System
Prepared by Sol-Gel Processing

인하대학교 정화영, 위창진, 황진명

1. 서론

초음파 조사는 일반적인 용매(알코올)의 첨가 없이 alkoxide + water 혼합에 대한 가수분해와 축 중합을 향상시키는데 사용될 수 있다. 이는 초음파 조사가 약간의 화학적인 반응을 향상시키고 계의 빠른 혼합에 의해 반응에 대한 효과적인 starter로서 역할을 함을 말해준다. 일반적인 용매를 사용하지 않기 때문에 전통적인 방법보다 높은 밀도와 그에 따른 특성 향상을 얻을 수 있다. 또한 SiO₂-PEG를 사용하여 얻어진 무기-유기 복합체는 광학재료, filter, 전기광학재료 등의 넓은 응용범위를 가지고 있다. 본 연구에서는 classic gel과 sonogel과의 비교를 통해 초음파 조사가 SiO₂-PEG 복합체에 미치는 영향을 구조적, 물리적 특성으로 분석하였다.

2. 실험방법

본 연구에서는 출발물질로 TEOS와 PEG를 사용하였으며, 공정변수로 전통적인 방법과 sonocatalytic 방법, ultrasonic irradiation time, PEG의 첨가량과 HCl/TEOS의 몰비를 변화시켜 제조하였다. 초음파는 20kHz (600watt model, 13mm probe)의 240±5watt를 일정하게 유지시켜주고 초음파 조사시간은 1분에서 15분, PEG 첨가량은 5wt%에서 60wt%, HCl/TEOS의 몰비는 0.01에서 0.2까지로 하여 제조 하였다. classic gels은 sonogel과의 동일한 실험 조건을 위하여 반응온도를 75±3℃로 유지하였으며, 반응시간은 1시간으로 고정하여 제조하였다. 제조된 졸의 숙성 온도는 50℃, 건조 온도는 125℃로 동일하게 하였고 초음파 조사가 겔에 미치는 영향을 겔화시간, DTA-TG, FT-IR, SEM, 밀도 등으로 classic gel과 비교하여 분석하였다. 제조된 졸의 액상 NMR 분광법은 초음파 조사전과 초음파 조사시간에 따라 측정하여 분석하였다.

3. 실험결과

전통적인 방법과 초음파조사 방법으로 제조된 겔의 겔화시간을 측정한 결과 초음파조사에 의한 겔의 겔화시간이 더 짧았으며 이는 cavitation현상으로 bubble의 collapse에 의한 가수분해와 축중합 반응의 촉진에 의한 것으로 사료된다. 또한 전통적인 방법에 비해 초음파조사에 의한 겔이 더 높은 밀도를 가졌으며 FT-IR분석을 통하여 classic gel과의 구조적 특성을 분석하였다. DTA-TG분석을 통해 초음파조사로 제조된 겔과 전통적인 방법으로 제조된 겔의 열처리에 따른 변화를 비교 분석하였다.

PEG의 첨가량이 증가할수록 밀도값은 감소하였으며 초음파조사에 의해 제조된 겔이 classic 겔에 비해 더 높은 밀도값을 나타내었다. 이는 SEM 분석결과와 일치함을 확인하였다. 또 HCl/TEOS의 몰비가 증가할수록 pH는 1.40에서 0.01까지 나타났으며 HCl/TEOS의 몰비가 0.01에서 0.05 몰비까지는 밀도가 증가하였고, 0.05에서 0.2 몰비로 갈수록 밀도는 감소하는 경향을 나타내었다. 액상의 NMR분석을 통해 SiO₂-PEG 복합체의 형성 mechanism을 연구하였다.