

에폭시-층상실리케이트 나노복합재료 초음파 적용 최적 분산조건

박재준, 엄지용, 김호균, 윤병재, 윤여욱, 박구현, 황병준

Optimal Dispersion Condition for Application of Power Ultrasonic on Epoxy-Layered Silicate Nanocomposites

Jae-Jun Park, Ji Yong Um, Ho-Kyoun Kim, Byung Jae-Yoon, Yo-Wook Yun, Gu-Hyun Park, Byung Joon Hwang
Department of Electrical Electronic Engineering, Joongbu University

Abstract - 친환경적인 분산기법으로 강력초음파 분산기법이 최근에 여러 연구자들에 의해 적용되어 그 성과를 나타내고 있다. 에폭시-층상실리케이트 제조기법 중 가장 중요한 물성향상이 동반 상승되는 경우 분산처리를 통한 나노복합재료 제조에 있다. 분산능력의 최적상태를 찾기 위해 초음파 적용시간을 4가지 적용시간을 달리하여 제조된 나노복합재료 기계적, 전기적 강도를 측정하여 와이블 확률분포 통계처리를 한 결과 전기적 절연과 파괴강도와 기계적 굴곡강도에서 최적의 분산상태를 얻을 수 있었다.

히 제거한 후 고온 오븐에서 150°C × 2시간 동안 경화 1차 경화만을 실시하여 실험 샘플로 사용하였다.

3. 실험결과 및 고찰

3.1 유리전이온도

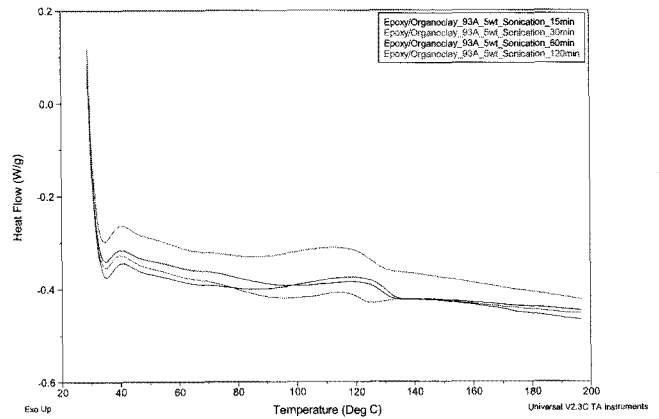


Fig 1. 초음파 적용시간 변화에 대한 Epoxy/Organoclay_93A Nanocomposites의 유리전이 온도 특성

1. 서 론

계면 특성의 향상이 이루어지면 나노복합재료의 향상이 종래의 복합물질과 비교하여 물리적, 기계적 특성(즉, 높은 강도, 탄성계수 나 열 변형온도)이 향상되는 것을 나타내었다. 그런 나노복합재료 얻기 위해 성공적인 방법은 모노머의 중합과 Clay의 층간갭에서 prepolymer하는 것이다. 이런 연구의 시간은 도요타 연구진에 시작되었다. 지난 수 십년 동안 대부분의 연구는 나노복합재료 모폴로지 메커니즘과 물리적 기계적에 상응된 연구가 대부분이었다.

본 연구에서는 친환경적 분산기법으로 강력초음파를 이용한 분산기법을 연구하였다. 강력한 초음파는 층상실리케이트의 층간간격을 증가하게 되어 에폭시 축쇄의 삽입으로 층간간격을 증가하게 된다. 이와같은 초음파 적용시간의 최적 시간을 얻기 위해 X-RD를 이용한 구조적 특성과 열적특성인 유리전이온도, 기계적 굴곡강도 그리고 절연과 파괴특성을 연구하였다.

2. 나노복합재료 제조

DGEBA / Organoclay (M2Ht:93A, Dihydrogenatedtallow, Tertiary Ammonium) 나노복합재료, Southern Clay Products로부터 구입된 제품으로 Cloisite®93A(이하 Organoclay_93A)을 균일한 혼합(Homogeneous Mixtures)위해 에폭시수지를 예열하여 점도를 아주 낮게 하였고, Nanoclay은 내부에 존재하는 미량의 수분을 제거 후 Nanoclay Powder를 중량 비 5wt%의 비율로 혼합 후, Power Ultrasonic을 4가지의 시간을 분류하였다. 15분, 30분, 60분, 120분으로 초음파 시간을 조절 하였다. 초음파적용 시 시간이 증가할수록 점도는 크게 증가하여 층상실리케이트 내로 에폭시분자가 삽입 즉, intercalation와 exfoliation 되는 과정을 확인 하였다. 여러 가지 공정과정을 통하여 몰드금형에 나노복합재료 혼합물을 주입 후 금형내의 기포를 충분히

본 연구에서는 경화조건을 150°C × 2시간 만으로 실시한 경우이다. 2차 경화를 실시하지 않은 샘플이다. 이와같은 초음파 적용시간을 찾아 최종 함량별 나노복합재료를 개발하기 위해 사전 연구를 실시 한 것이다. 그림 1에서는 초음파 적용시간에 따라 각기 다른 유리전이온도를 측정 할 수 있었다. 15분 적용에서, 129.32 [W/g], 30분에서 120.92, 60분 적용에서 129.28, 120분 적용에서 124.94의 결과를 얻었다. 이상의 결과로부터 15분 초음파를 적용한 경우와 60분초음파를 적용한 경우가 거의 같은 값을 얻었다. 그러나 1차 경화만의 결과로서 2차 경화과정을 걸치면 더욱더 상승된 Tg값을 얻을 것으로 사료된다. DSC의 증가와 감소에 대해서는 연구자들 모두 의견이 일치되지 않는다. 원형에폭시수지의 값보다 낮은 경우는 경화제 가교반응에 따라 Nanoclay가 축쇄성의 효과로 설명하였고[16], 또 다른 연구자들도 분자량[17], 자유체적[18], 에폭시와 층상실리케이트 계면의 접촉성문제[18]로 설명하였다.

3.2 Weibull Plot을 통한 절연파괴 특성

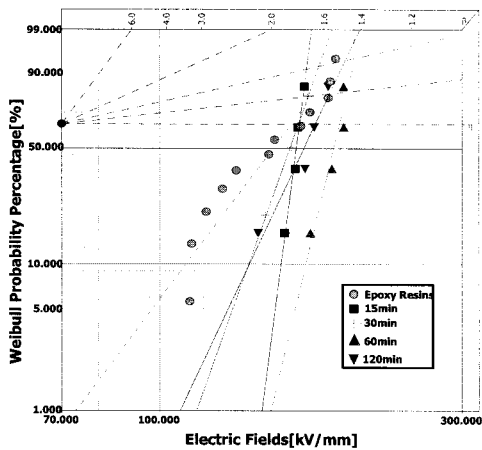


그림2. 초음파 적용시간 변화에 대한 절연파괴특성의 Weibull Plot

표1. 절연파괴 Weibull Plot의 parameter 특성

Power Ultrasonic Application Time [min]	scale parameter [kV/mm]	shape parameter [-]
Epoxy Resins	161.24	5.88
15min	166.2	33.62
30min	165.56	12.43
60min	192.28	18.43
120min	176.08	9.37

그림2에서는 Epoxy/Organoclay_93A Nanocomposites의 초음파 적용시간에 대한 교류절연파괴 특성을 나타내고 있다. 전기적 절연파괴특성은 무엇보다 유전체의 절연성능을 측정하는데 중요한 파라미터이다. 이유는 절연파괴는 전력설비에 있어서 치명적 고장의 원인이 되기 때문이다. 연구에 사용되는 측정 샘플의 두께는 200[μ m] 정도 오목한 반구형 요철로 샘플을 제작하였다. 이는 연면방전을 방지하기위해 고안한 샘플로 파괴가 잘 이루어질 수 있도록 제작하였다. 인가전압은 교류 400KV까지 발생 가능한 고전압 발생장치를 사용하였으며, 1kV/s로 승압하여 파괴에 이를 때까지 승압하였다. 측정은 상온에서 실시하였다.

그림2에서는 초음파 적용시간의 최적조건을 알기위해 절연파괴의 측정값을 Weibull Plot의 통계적 분석을 실시하였다. 형상파라미터로서 Fitted line의 기울기는 동질적인 특성으로 기울기가 크면 절연파괴 강도에 대한 특성의 균질성을 나타낸 파라미터로 중요한 가치를 갖고 있다. 15분, 60분의 경우 33.62, 18.43으로 상대적으로 큰 기울기를 갖고 있다. 그러나 Scale parameter로서 63.2%의 weibull 확률 나타낸 경우로서 60분 초음파적용 시 가장 큰 값을 나타내었다. 또한 절연설계에 있어서 중요한 자료로서 제공되는 50% failure를 측정할 결과 원형에폭시 수지의 경우 151.26, 15분 적용의 경우 164.325, 30분의 경우 160.849, 60분의 경우 188.321, 120분의 경우 160.228kV/mm의 절연파괴강도를 기록하였다.

3.3 Weibull Plot을 통한 기계적 굴곡강도 특성

본 연구는 열경화성 플라스틱 일반실험방법인 JIS K 6911에 근거하여 샘플을 제작하였다. 시편의 길이는 80mm, 두께는 4 \pm 0.2mm, 폭은 10 \pm 0.5mm의 금형을 제작 150 \times 2Hr의 경화 조건에서 제조된 나노복합재료 굴곡강도 실험을 실시하였다.

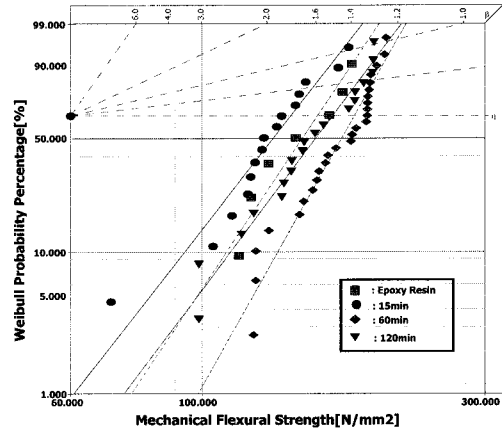


그림3. 초음파 적용시간 변화에 대한 기계적 굴곡강도특성의 Weibull Plot

표2. 기계적 굴곡강도 Weibull Plot의 Parameter 특성

Power Ultrasonic Application Time [min]	scale parameter [N/mm ²]	shape parameter [-]
Epoxy Resins	156.67	6.35
15min	141.238	5.45
60min	180.76	7.56
120min	166.09	5.67

그림3에서는 에폭시/층상실리케이트 나노복합재료의 초음파 적용시간에 대한 기계적굴곡강도 특성을 Weibull Plot의 통계적 처리를 통하여 분석하였다. 형상파라미터는 60분의 경우 가장 큰 기울기를 나타내었고, 그 값은 7.56로서 균질한 경우로서 스케일 파라미터의 값은 180.76으로 가장 큰 63.2% 와 이블 확률을 나타내었다 또한 50% failure 역시 원형에폭시가 148.2를, 15분에서는 132.28를, 60분에서는 172.28 그리고 120분에서는 156.15N/mm²를 나타내었다.

4. 결 론

본 연구에서는 에폭시-층상실리케이트 나노복합재료의 강력초음파 분산을 위한 최적조건을 위해 1차경화 조건만으로 열적, 기계적, 전기적 절연파괴강도를 측정하였다.

1. 전기적 절연파괴강도 그리고 기계적 굴곡강도 결과 60분의 적요 시간이 가장 우수한 결과를 얻었다. 스케일 파라미터의 경우 절연 파괴강도에서 192.28kV/mm,와 기계적 굴곡강도의 경우 180.78N/mm²를 얻었다.