

Homogenizer+Ultrasonic을 이용한 Epoxy-Layered Silicate Nanocomposites의 구조적, 열적, 전기적 특성연구

박재준, 엄지용, 이창훈, 김민규, 백관현*
전기전자공학과 중부대학교, 두원공과대학*

Morphology, Thermal, Electrical Properties for Epoxy-Layered Silicate Nanocomposites using Homogenizer +Ultrasonic Dispersion Method

Jae-Jun Park , Ji-Yong Um, Chang-Hun Lee, Min-Kyu Kim, Kwan Hyun Baek*

Department of Electrical Electronic Engineering Joongbu University, Doowon Technical College*

Abstract : 에폭시-층상실리케이트 나노복합체의 균질분산과 층상실리케이트내로 침투되는 박리정도를 향상시키기 위해 친환경적 분산기법인 물리적방법으로 Homogenizer와 Power Ultrasonic을 적용한 기법을 실시하였다. Homogenizer의 최적속도를 얻기 위해 분산시킨 나노복합체의 박리정도, 유리전이온도를 구할 수 있었고, Homogenizer와 Ultrasonic을 동시에 적용하여 최적시간을 구하기 위해 적용된 나노복합체를 절연파괴 강도의 Weibull Plots을 통하여 판단할 수 있는 좋은 결과를 얻을 수 있었다.

Key Words : Dispersion Method, Homogenizer+Power Ultrasonic Dispersion, Nanocomposites, Weibull Plots, X-RD

1. 서론

에폭시나노복합체의 여러특성향상의 가장 크게 영향을 미치는 요소가 균질분산, 계면처리 그리고 층상실리케이트와같은 나노입자의 경우는 층상실리케이트 사이로 고분자쇄의 삽입(intercalate)와 박리(exfoliation)정도라 할 수 있다. 나노복합체의 경우 나노입자가 최소 100nm이상의 경우는 나노복합체로서 향상된 특성을 얻기가 어려워 100nm이하를 나노복합체 범주 여러연구자들은 이야기하고있다. 또한 층상실리케이트의 경우 나노복합체로서 박리의 경우 X-RD측정시 d-spacing간격을 100Å 이상일때 박리가 일어났다고 한다. 즉, 그 이상이 분산이 이루어질때 구조적, 열적, 기계적,전기적 물성특성이 동반상승되는 효과를 기대할 수 있는 것이다. 현재까지도 대부분의 연구가 이와같은 나노입자의 분산처리 및 제조기술에 대부분의 연구가 진행되어왔다. 나노복합체 분산및 제조를 위한 여러 연구자들은 에폭시메트릭스에 나노크레삼입으로 여러가지 방법을 사용하여 진행하고 있다. 첫째, 직접분산법(direct mixing), 용액법(solution mixing),용융층간삽입법(melt intercalation method), 최근에 각광 받고있는 친환경적 기법으로 초음파법(power ultrasonic method) 그리고 전기장법이 사용되고 있다.

본 연구에서는 유기용매를 사용하지 않고 물리적 분산기법으로 제조된 친환경적인 분산법인 Homogenizer단독, Homogenizer+Power Ultrasonic Processor를 동시에 적용된 기법으로 나노복합체를 제조하여 열적, 기계적, 전기적 특성을 연구하였다. 열적특성으로 DSC를 이용한 유리전이온도분석과 층상실리케이트의 박리정도를 측정하는 X-RD 측정 그리고 전기적특성으로 절연파괴특성으로 통계적분석을 Weibull Plots를 통하여 연구하였다.

2. 실험

2.1 실험장치

DGEBA / Organoclay (2MBHT:10A)나노복합체 나노복합체, Southern Clay Products로부터 구입된 제품으로 Cloisite®10A(이하 Organoclay_10A)을 균일한 혼합(Homogeneous Mixtures)위해 에폭시수지를 100℃에서 30분 동안 예열하여 정도를 아주 낮게 하였고, Nanoclay은 100℃에서 10시간동안 내부에 존재하는 미량의 수분을 제거 후 Nanoclay Powder를 중량 비 5wt%의 비율로 혼합 후, Homogenizer(speed :4000, 6000, 10000, 1500rpm)+ Power Ultrasonic을 2가지 분산기를 동시에 적용한 경우로서 적용시간을 20분, 60분 동안 실시하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1. X-RD 특성

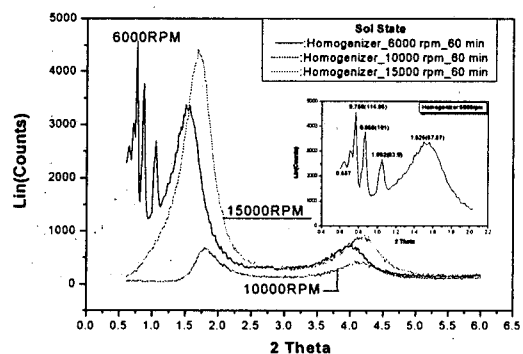


그림 1. Homogenizer 분산속도 변화에 대한 X-RD 특성

Homogenizer의 분산속도를 3가지 레벨에 따른 X-RD 측정 결과를 나타내었다. 6000, 10000, 15000rpm으로 60분 동안 적용한 결과를 나타내었다. 그 결과에 대해서 그림1에서 나타내었다. 최적의 분산 상태는 층상실리케이트내로 고분자인 에폭시분산체의 층간삽입과 박리가 6000rpm으로 60분 동안 분산한 결과 X-RD결과 $2\theta=0.768^\circ$ 를 나타내었고 d-spacing으로는 114.96Å으로 박리된 결과 최적의 속도를 알 수 있었다.

3.2. 유리전이온도 변화

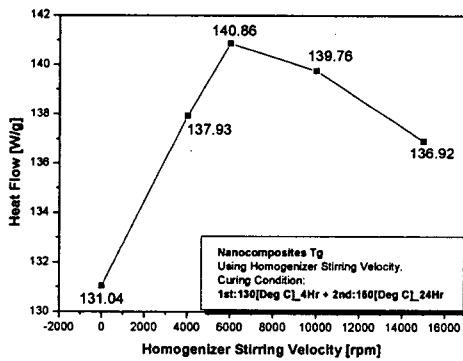


그림 2. Homogenizer Stirring Velocity에 따른 유리 전이 온도특성

유리전이온도는 경화된 나노복합재의 가교도를 알 수 있는 척도로서 적용되고 있다. Homogenizer의 속도에 따라 에폭시수지에 층상실리케이트 나노입자혼입으로 melting dispersion method로 최적의 속도를 구하기 위해 적용되었다. 그림 2에서는 Homogenizer 속도증가에 따라 유리전이온도가 증가되어 6000rpm에서 최대의 온도인 140.86°C를 나타내었고, 그 이상의 속도 즉, 10000, 15000rpm으로 증가할수록 오히려 유리전이온도가 감소되는 결과를 얻었다.

3.3 절연파괴 강도에 대한 Weibull Plots

절연파괴강도의 Weibull plots결과를 그림 3에서 나타내었다. 통계분석에서 50% 파괴강도는 원형에폭시수지의 경우 150.873kV/mm를 나타내었고, 균질분산기와 강력초음파를 병행한 경우 층상실리케이트 5wt%가 충전된 나노복합재의 경우 20분 동안 분산시킨 결과 204.659kV/mm를 나타내었고, 또한 균질분산기와 강력초음파를 병행한 경우 층상실리케이트 5wt%가 충전된 나노복합재의 경우 60분 동안 분산시킨 결과 226.892kV/mm를 얻을 수 있었다. 초음파와 균질기가 동시에 분산시킬 때 오히려 20분 경우보다 60분 동안 적용결과 더욱더 높은 결과를 얻었다.

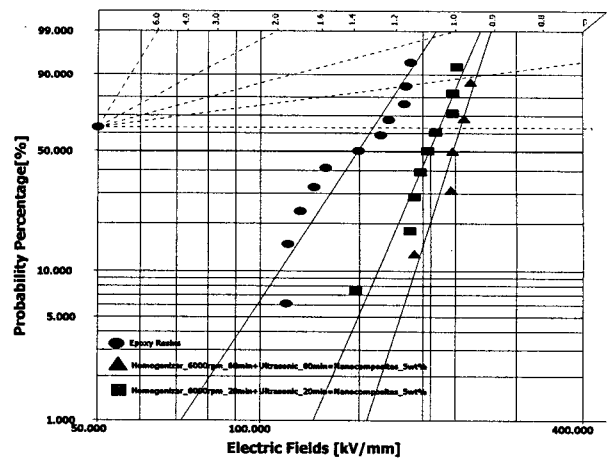


그림 3. 여러가지 경우 분산결과 절연파괴 강도에 대한 Weibull plots

표 1. 절연파괴 강도에 대한 Weibull Plots 특성파라미터

	β	n	ρ
에폭시	5.637	161.66	0.9445
20min	8.54	214.65	0.9643
60min	11.47	235.21	0.9573

4. 결론

본 연구에서는 균질분산과 층상실리케이트 박리정도를 높이기 위해 여러 가지 분산법중 homogenizer와 초음파를 동시에 적용한 연구를 실시하였다. 그 결과 homogenizer를 단독으로 분산을 실시한 결과 박리정도로써 X-RD측정결과 속도가 6000rpm적용 일 때 d-spacing가 114.96Å으로 최적의 분산정도를 나타내었고, 유리전이온도의 경우 6000rpm으로 분산된 나노복합재가 가교도로서 가장 양호한 140.86°C를 얻을 수 있었다. 또한 상기에서 측정된 균질기최적의 속도를 적용하여 강력 초음파와 동시에 병행한 연구를 실시하였다. 20분과 60분 두가지 분산시간제한된 나노복합재 절연특성중 하나로서 절연파괴 강도를 측정하여 Weibull Plots를 통계적으로 분석한 결과 60분 동안 분산을 실시한 나노복합재의 절연파괴특성이 20분 동안 적용 경우에 비하여 10.87%향상되었고, 원형에폭시수지에 비하여 50.38%가 향상된 결과를 얻었다.

참고문헌

- [1]. Chenggang Chen, Mohammad Khobaib, David Curliss, Epoxy layered-silicate nanocomposites, Progress in Organic Coatings 47, pp. 376-383, 2003.
- [2]. P.C. LeBaron, Z. Wang, T.J. Pinnavaia, Polymer layered-silicate nanocomposites: an overview, Appl. Clay Sci. 15(1999)11-29.
- [3]. R. Sarathi, R.K.Sahu, P. Rajeshkumar, "Understanding the thermal, mechanical and electrical properties of epoxy nanocomposites", Materials Science and Engineering A, 445~446(2007) 567~578