

여러종류의 물리적 분산기법에 따른 Epoxy/Organoclay Nanocomposites의 구조적, 열적, 전기적 특성 연구

박재준, 조희수, 조민성, 황병준
중부대학교 전기전자공학과

Structural, Thermal, Electrical Characteristics for Epoxy/Organoclay Nanocomposites according to Physical Dispersion Method of Several Types

Jae-Jun Park, Hee-Su Cho, Min-Sung Cho, Hwang Byung-Joon
Department of Electrical Electronic Engineering, Joongbu University

Abstract : 유기용매를 사용한 나노분산체의 경우, 유기용매를 완전하게 제거하는 것은 극히 어렵다. 이는 유기용매와 유기고분자와의 일부 반응되는 경우가 발생되어 전기적 물성에 영향을 줄 수 있다. 본 연구는 친환경적인 분산기법으로 물리적 분산기법을 제안하는 바이다. 양호한 분산체를 얻기 위해 균질한 상태인 마이크로적 분산기법과 층상실리케이트인 층간사이에 고분자인 에폭시분자가 삽입되어 박리가 양호하게 일어나게 하는 나노적인 분산기법을 동시에 적용하여 분산이 훌륭하게 일어나는 경우를 개발하였다. 마이크로적인 분산을 위해 사용된 Homogenizer의 적용속도와 적용시간에서 원형인 Organoclay_10A Powder의 d-spacing이 262%, 263%로 증가되는 결과를 얻었다. 또한 DSC의 유리전이온도 분석에서도 적용시간의 증가에 따라 유리전이온도가 되어 원형에폭시수지에 비하여 9℃상승된 결과를 얻을 수 있었다.

Key Words : Dispersion Method, Epoxy/Organoclay Nanocomposites, Homogenizer

1. 서론

최근 나노복합재료의 여러 가지 성과들 첫째 고분자 matrix내 높은 강도를 갖는 층상실리케이트의 독특한 나노미터 크기 때문에 최소한 수 wt%의 나노입자로도 aspect ratio, 비표면적이 크기 때문에 결과적으로 얻어지는 절연의 성능이 여러 가지로 높게 평가되었고, 이의 결과를 수반하기 위해서는 균질한 분산이 선행되어야만 한다 [1-7]. 둘째 마이크로 크기 입자에 비하여 계면의 향상으로 여러 성능이 크게 향상 되었다. 셋째, 일반적으로 나노복합재료는 두 개의 상을 포함하고 있다. 기존에폭시 매트릭스 와 분산상 나노 복합재료는 분산된 입자크기가 100nm이하 일 때 이틀이 붙은 경우이다. 필러로서 Organoclay 작은판(platelet)를 갖는 고분자수지의 보강은 탄성계수와 절연파괴강도를 증가 시키고 침투성(투과성=permeability)를 감소시키고 덜 수축하고[8-10] 전통적 신소재에 비하여 열 저항이 감소하고 경량재료에 결과 한다 [11]. 넷째 보강재료로 Organoclay의 선택은 상당히 설득력이 있는 이유는 비용, 높은 열적 관성, 환경적으로 친화적인 특성을 갖기 때문이다. 경제적인 면을 비교하여 볼 때 원형의 나노입자와 nanoclay 가격면의 비교는 상대적으로 구상의 나노입자 비용이 크다. 다섯째 무기입자의 낮은 충진으로 경제성을 유지할 수 있으며 상업화 및 산업화에서도 종래의 고분자 공정과정을 이용할 수 있다는 큰 장점을 가지고 있다. 여섯째 층상실리케이트를 유기용매 없이 Melting Mix 고분자에 가능한 Vaia et al[12]에 의해 보고되어졌다. 층의 두께는 약 1nm 이고, 측면 길이

는 30nm~수백nm로 변화되고 크기는 층상실리케이트에 의존적이다. 본 연구에서는 유기용매를 이용하지 않고 물리적인 방법만으로 분산을 연구하였다. 즉, 마이크로적인 분산기법과 나노적인분산기법을 동시에 적용된 분산체를 얻기 위해 주로 구조적인 관점과 열적인 특성에 관정을 두어 X-RD, TEM, DSC, DMA을 측정하였다.

2. 실험

2.1 분산 및 나노복합재료 제조

2.1.1 분산기법

DGEBA / Organoclay (2MBHT:10A)나노복합재료, Southern Clay Products로부터 구입된 제품으로 Cloisite®10A(이하 Organoclay_10A)을 균일한 혼합(Homogeneous Mixtures)위해 에폭시수지를 100℃에서 30분 동안 예열하여 점도를 아주 낮게 하였고, Nanoclay은 100℃에서 10시간동안 내부에 존재하는 미량의 수분을 제거 후 Nanoclay Powder를 중량 비 5wt%의 비율로 혼합 후 최적의 분산기법을 연구하기 위해 다음과 같은 물리적 분산기법을 사용하였다. IKA(T25D)의 Homogenizer를 이용하여 수만 rpm의 강한 회전력을 가진 모터에 의해 회전하는 Rotor의 순간속도(tip speed)는 약 20 m/sec에 이르는데 이 속도에 의해 분산대상물이 엄청난 속도로 Rotor / Stator 사이를 통과하게 된다. 이때 Rotor와 Stator 사이의 간격 즉 Rotor/Stator Gap은 0.1 mm 정도로서 매우 작은 Gap을 이루는데 분산대상물이 강한 회전속도로 좁은 rotor/stator gap을 통과할 때 엄청난 Shearing Effect가 발생해 입자의 크기가 순간적으로 매

우 작게 잘라지게 되어 마이크로적인 분산이 이루어지게 된다. 얻어진 분산체를 Centrifugal 방법인 교반과 탈포과정을 통하여 최종의 분산체를 얻게 된다.

2.1.2 나노컴포지트 제조

Homogenizer의 회전속도의 최적을 구하기 위해 4000,6000,10000,15000rpm 4단계로 각각 60min 적용한 결과 분산체를 이용하였고, 또한 6000rpm으로 일정하게 적용한 결과 최적의 적용시간을 구하기 위해 10min,20min,30min,60min 4단계로 분산된 분산체를 “Planetary Centrifugal Mixer”를 이용하여 12분/2000rpm, 8분/2000rpm으로 실시하여 양호한 분산체를 얻을 수 있었다. 고압절연물에 사용될 Nanocomposites시편을 제작하기위해서 Epoxy Resins과 Hardener의 비율을 1:0.8로 혼합한 후 2차 교반/탈포 과정을 1차과정과 동일하게 적용되었다. 완전히 탈포된 혼합물의 점도가 크게 떨어진 상태에서 예열된 금형(95℃)으로 혼합물을 주입하였다. 금형에 주입된 혼합물의 기포 제거를 위하여 3차 과정으로 진공 탈포 기에서 진공탈포를 실시하였다. 진공오븐(1 torr)에서 몰드금형내의 기포를 충분히 제거한 후 고온 오븐에서 130℃×4시간+150℃×24시간 동안 경화하였다. 경화된 Nanocomposites는 초음파 세척 후 건조하여 다음과정의 측정과정을 실시하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1 DSC 분석

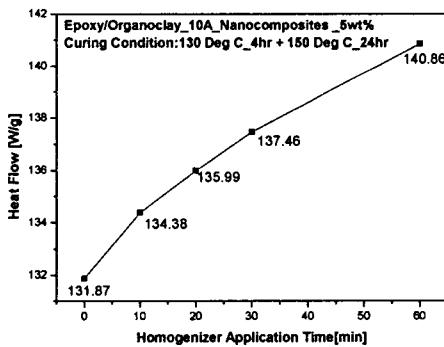


그림 1. Homogenizer를 이용한 Epoxy/Organoclay Nanocomposites DSC 특성분석

그림1에서는 Epoxy/Organoclay 나노컴포지트 최적분산체를 얻기위해 Homogenizer 회전속도를 6000rpm으로 10, 20, 30, 60[min]4단계로 분산시킨 나노컴포지트의 DSC(Tg)의 특성을 연구하였다. 그 결과 원형에폭시수지 경우 131.87℃ 유리전이온도를 나타내었고, 일정속도로 가진시킨 분산체 나노컴포지트의 유리전이온도는 거의 선형적인 증가경향을 나타내었다. 원형에폭시수지에 비하여 60min적용한 결과 Tg값은 약9°가 상승된 결과를 얻었다.

3.2. X-Ray Diffraction

표1. Homogenizer의 나노분산체에 적용된 회전속도 및 시간

속도변화 [rpm]	X-RD	적용시간변화 [min]	X-RD
	d-spacing[Å]		d-spacing[Å]
4000	33.17	10	32.41
6000	49.61	20	33.88
10000	46.28	30	33.8
15000	48.15	60	49.61

Epoxy/Organoclay_10A 나노컴포지트의 분산능력을 연구하기위해 즉, 층상실리케이트 사이의 d-spacing을 구하기 위해 X-Ray Diffraction을 구하였다. 원형 Powder의 d-spacing은 (001)에서 18.865Å로 조사되었고, 그 결과와 비교할 때 나노컴포지트는 층상실리케이트내로 에폭시 분자의 삽입과 팽창의 결과로 Homogenizer의 회전속도가 6000rpm인 경우 49.61Å로 262%가 증가되는 결과를 가져왔다. 또한 6000rpm으로 일정하게 나노분산체에 적용한 결과 적용시간의 증가에따라 d-spacing은 증가되는 결과를 가져왔고, 최대의 증가는 60min 적용 결과로 나타났다. 원형Powder와 비교하여 불래 역시 263%가 증가되었다.

4. 결론

Epoxy/Organoclay_10A 나노컴포지트에서 무엇보다 중요한 것은 마이크로적인 분산과 나노적인 분산이 양호한 결과가 여러 가지 전기적, 열적, 기계적 특성에 영향을 가져오기 때문이다. 본 연구에서는 유기용매를 사용하게 되면 유기물과 유기용매사이 일부의 반응에 기여되어 완전한 제거는 기대하기 어렵다. 이런 유기용매가 나노컴포지트 물질내부에서 케리어로 작용되는 경우 전기적 물성저하의 원인이 된다. 이런 이유로 물리적인 방법 마이크로분산의 경우 Homogenizer의 회전속도와 적용시간을 나노컴포지트 구조적인 관점의 결과 6000rpm과 60min이 양호한 결과 원형파우더에 비하여 262%,263%의 층간사이간격이 증가되는 삽입과 박리가 잘 일어나는 양호한 분산기법을 개발하였다.

감사의 글

본 연구는 산업자원부 전력산업연구개발 (R-2005-7-297) 연구비 지원으로 수행되었음.

참고 문헌

- [1]. Chenggang Chen, Mohammad Khobaib, David Curliss, Epoxy layered-silicate nanocomposites, Progress in Organic Coatings 47, pp. 376-383, 2003.