

# Centrifugal 분산기법을 이용한 여러종류 Epoxy-Organoclay 나노복합체의 전기적 특성

박재준, 김주호, 박용범, 이동운  
충부대학교 전기전자공학과

## Electrical Characteristics for Epoxy-Organoclay Nanocomposites of Several Types using Centrifugal Dispersion Technique

Jae-Jun Park , Ju-Ho Kim, Young-Bum Park, Dong- Yoon Lee  
Department of Electrical Electronic Engineering , Joongbu University

**Abstract :** 고압절연용 에폭시-나노복합체의 전기적, 기계적, 열적특성이 동반적 물성의 상승을 가져오기 때문에 활발한 연구가 진행 중에 있다. 에폭시 매트릭스 내에서 유기화된 층상구조를 갖는 나노입자의 분산정도에 따라 여러 가지 물성에 영향을 나타내고 있다. Centrifugal 분산기법으로 나노복합체제조시 에폭시분자의 층간내로 층분한 삽입으로 박리가 발생하였다. 전기적 특성로서 기본적 구조적 특성인 X-RD특성과 TEM의 관찰로 분산을 확인할 수있었고, DSC의 측정으로 가교도를 알 수 있는 Tg값이 원형수지에 비하여 11℃향상된 여러종류의 나노복합체를 개발하였다. 유전특성 및 절연파괴 특성으로도 원형수지에 비하여 나노복합체의 향상된 특성을 얻을 수 있었다.

**Key Words :** Epoxy/Organoclay Nanocomposites , Centrifugal Dispersion, Modified Layered Silicate nanoparticles

### 1. 서 론

본 연구에서는 에폭시기반 여러종류의 Organoclay 나노복합체가 전력설비 절연시스템인 고압 전동기, 발전기 고정자권선(Stator Winding) 주 절연재료, 건식타입 몰딩변압기를 개발하는데 필수불가결 한 것이다. 이처럼 전력설비의 동작동안 절연은 전기적 스트레스뿐만 아니라 기계적 스트레스 즉, 발전기 고정자 권선의 경우 발전기 운전중 발생하는 전자력에 의한 가진 주파수인 120Hz 부근에 고유 특성이 분포되어 권선 공진의 가능성이 비교적 높게 나타나며, 이는 발전기 운전에 따른 진동에 의한 권선을 구속하고 있는 절연재들의 구속력이 감소되어 강성이 저하된 점이 주원인으로 보고하고 있다[1]. 이와 같이 절연재료에는 다중스트레스가 일어난다. 그렇지만 고분자 매트릭스 자체만으로는 이와 같은 다중로드를 견디어야 하는 어려움이 있다. 또한 전류가 이동하는 도체에 의해 발생된 열을 잘 방출시킬 수 있고 고온에 양호한 절연을 가질 수 있는 절연재료의 개발이 필요한 실정이다. 이와 같은 이유로 복합화된 여러 특성을 만족할만한 재료를 개발하고자 한 것이다.

현재의 연구는 에폭시기반 유기적으로 변경된 층상실리케이트를 Centrifugal기법으로 분산시켜 여러종류 나노복합체를 제작하였다[2]. 기본적 특성은 구조적 특성으로 Wide Angel X-Ray Diffraction(WAXD)와 TEM을 이용하여 Morphology적으로 층간 삽입과 박리의 분산 상태를 조사하였고, DSC, DMA, TGA를 이용하여 열분석이 이루어졌

다. 기계적 특성으로 고압전력설비에는 더욱더 필요한 굴곡강도를 측정하였으며, 전기적 특성으로는 교류절연파괴강도와 유전율 및 유전손실에 대한 유전특성을 전류-전압 특성을 연구하였다.

### 2. Epoxy/Organoclay 나노복합체 제조

Diglycidyl ether of bisphenol-A의 Epoxy resins (DGEBA, EPOKUKDO\_YD\_128 , KUKDO. Chem. co, Korea)와 산무수물계(Hardener of Acid Anhydride : HN-2200) 경화제를 사용하여 경화하였다.

DGEBA/Organoclay (2MBHT:10A,이하5가지) nanocomposites을 균일한 혼합(Homogeneous Mixtures)위해 수지를 90℃로 예열하여 점도를 아주 낮게 하였고, Nanoclay은 100℃에서 10시간동안 내부에 존재하는 미량의 수분을 제거 후 Nanoclay Powder를 중량 비 5wt%의 비율로 혼합 후, "Planetary Centrifugal Mixer"를 이용하여 1차 혼합(Mixing)과 탈포(Defoaming)과정을 12분/2000rpm, 8분/2000rpm으로 실시하여 충분히 분산과 intercalate 과 exfoliate가 되도록 교반시켰다.

고압절연물에 사용될 Nanocomposites 시편을 제작하기위해서 Epoxy Resins과 Hardener의 비율을 1:0.8로 혼합한 후 2차 교반/탈포 과정을 1차과정과 동일과정으로 다시 실시하였다. 완전히 탈포된 혼합물의 정도가 크게 떨어진 상태에서 예열된 금형(95℃)으로 혼합물을 주입하였다. 금형에 주입된 혼합물의 기포 제거를 위하여 3차 과정으로 진

공 탈포를 실시하였다. 진공오븐(1 torr)에서 몰드금형내의 기포를 충분히 제거한 후 고온 오븐에서 150℃× 2시간 동안 1차 경화, 2차 경화 3시간동안 후경화를 하였다. 경화된 Nanocomposites는 초음파 세척 후 건조하여 다음과정의 실험을 실시하였다.

### 3. 결과 및 고찰

#### 3.1. X-Ray Diffraction

표1. 원형의 Organoclay Powder의 X-RD 특성

종류	2 Theta	d-spacing (Angstrom)	Intensity Count	Intensity (%)
Organoclay_10A Powder	2.44(001)	36.18	23.3	48.9
	4.682(002)	18.865	47.1	100
Organoclay_15A Powder	2.822(001)	31.2786	27.3	100
Organoclay_20A Powder	3.514 (001)	25.123	60.8	100
Organoclay_93A Powder	3.665(001)	24.08	191	100
Organoclay_30B Powder	5.1(001)	17.3	11.4	100

나노복합재 고분자 삽입의 결과로서 층간간격이 팽창할 때, 피크위치는 낮은 각으로 이동하게 될 것이다. 그렇지만, 나노복합재 복잡성 때문에 즉, 질서 & 무질서, 그런 분석은 설득력이 있는지 매우 의심스럽다. 이유는 질서정연한 것 이내에 층들의 무질서는 의미 있는 회절피크가 넓어지는 원인이 될 수가 있고 그리고 종종 회절각의 사라짐조차도 있을 수 있다. 회절피크의 손실은 종종 박리의 첫 번째 징후이다. 그렇지만 여러 가지요소들이 이들 분석의 정확성에 영향을 준다. 첫 번째, 서로 엉겨 붙은 층의 stacking 정도의 감소는 피크가 넓어진 결과를 그리고 Intensity의 손실이 있게 된다[3]. 두 번째로 만일 실리케이트 농도가 낮거나 측정 장치의 능력을 벗어나게 되면 역시 특징이 없는 회절패턴을 얻게 될 것이다. 세 번째로 추가적으로 회절 시키면 X-Ray는 역시 흡수되고 특히 강력한 흡수원자가 존재한 것이다. 이것은 다시 피크강도의 감소를 가져올 것이고 그리고 피크의 손실결과를 가져오게 될 것이다. X-Ray 회절을 이용하여 구조분석에 영향을 주는 요소에 대한 상세한 논의는 최근에 Vaia 씨 등의 의해 나타내었다[4].

표1에서는 원형 Organoclay Powder의 X-RD 분석 결과를 나타내고 있다. Southern Clay Products에서 주어진 d-spacing경우와 실제 측정된 값이 거의 유사함을 알 수 있었다. 유기화되지 않은 NA+의 경우 11.71 Å을 유기화된 여러 종류의 파우더는 17.3 Å~ 31.28 Å의 범위에 존재하고 있다. 가장 d-spacing 이 큰 경우는 Organoclay\_15A가 나타내었다. 원형 파우더에 대한 X-RD의 결과는 표1에서 나타내었다. 램2은 Epoxy/Organoclay의 나노복합재를 제조하여 측정된 X-RD 측정결과로서 원형에 비하여 d-spacing 가 증가된 경우를 볼 수 있다.

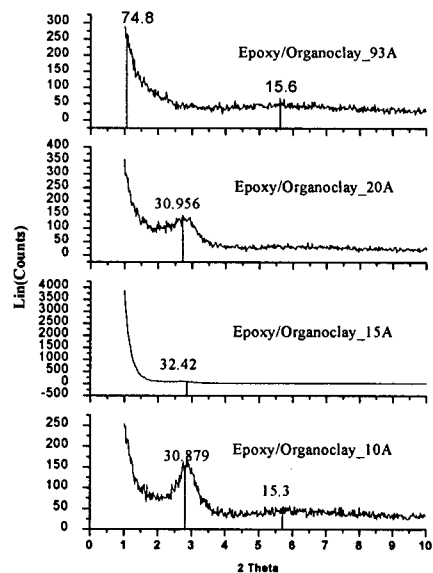


그림2. 여러종류의 Organoclay 나노복합재 X-RD특성

그원형에 비하여 10A는 12 Å, 15A는 1.15 Å, 20A는 5.83 Å, 93A는 57.58 Å을 interplanar spacing을 기록하였다. 이는 93A와 10A의 경우가 증가율이 크게 나타났다. 이는 Organoclay의 gallery 내부로 에폭시 분자가 침투하여 박리된 구조로 볼 수 있다. Interplanar spacing의 증가는 긴 알킬(long alkyl chain)을 갖는 ammonium에 의해 cation의 교환에 기인되는 것으로 볼 수 있다.[5]

### 4. 결론

Centrifugal 교반/탈포의 기법을 이용한 Epoxy/Organoclay 나노복합재가 제조되었다. 분산결과 삽입과 박리가 양호하게 이루어졌으며, 그 결과 열적, 구조적, 기계적 특성 연구에서 원형의 에폭시수지에 비하여 월등한 향상을 가져왔다. 여러종류 Organoclay (Cloisite@10A,15A,20A,30B, 93A)의 각각에 대한 물성연구를 실시한 결과 각각의 나노복합재 특성이 독립적인 결과를 가져왔다. 향후 상세한 결과는 논문발표장소에서 발표할 예정이다.

### 감사의 글

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

### 참고 문헌

- [1] 김희수, 배용체, 이두영, 김연환, 이현, 발전기 운전에 따른 고정자 권선의 진동 특성 변화, 한국소음진동공학회 2006년 춘계학술대회는논문집
- [2] Saeed Saber-Samandari, Akbar Afaghi Khatibi, Domagoj Basic, An experimental study on clay/epoxy nanocomposites produced in a centrifuge, Science Direct, 102-107 (2007)