

A Study on the Structural Properties of Epoxy Based Nanocomposites

이 상 현*
(Sang-Heon Lee)

Abstract - In this paper, epoxy nanocomposites, focusing on the electrical properties of the composites to understand controllers, circuit breakers, bushings and power to apply to the modified instrument was carried out basic research. Composed of composites of this study to develop a power unit to control the dispersion synthesis technology is essential electrical appliances such as electrical properties analysis techniques will also need basic research skills and experience accumulated in this study, several areas of applied technology. In this study, promotion and application of nano-composite material application technology power devices than conventional insulation materials and excellent electrical properties and easy synthesis and high reliability are expected to be practical if you expect that its effects are very large Therefore, this study has very importance.

Key Words : Structural property, Epoxy, DSC, EPMA

1. 서 론

전력기기, 전력 케이블의 응용을 위하여는 보수성과 절연성이 우수한 고기능성의 고분자 절연재료의 개발이 필수적이다. 이러한 고분자 절연재료의 특성을 보완하고, 효율적인 성능 개선을 위하여는 첨가제로서 산화제 및 충전제등이 고분자 절연재료에 배합 되고 있다[1]. 최근에는 나노테크놀로지 전력기술의 핵심기술로서 주목을 받고 있는 고분자 절연재료의 분야에서도 입자의 크기가 수십에서 수백nm에 이르는 충전제 재료를 첨가한 포괄적인 나노 복합재료의 전력 절연 재료 적용을 위한 연구가 활발하게 추진되고 있다 [2-5]. 전기소재에 첨가되는 나노 필러는 마이크로 필러와 비교하여도 입자가 매우 작으므로, 시료에 첨가되면 복합 재료중에 많은 입계를 형성 한다. 따라서 첨가되는 나노 필러에 의한 전기 시료 내부에 형성 되는 입계 계면의 증가로 인하여 나노 복합재료의 전기적 구조적 특성의 향상이 크게 기대 된다. 본 연구에서는 기존의 물리적, 화학적 제조기법을 개선하기 위하여, 제조 단가가 저렴하며 조성의 제어가 용이한 간단한 제조 공정을 적용하였다. 특히 본 연구팀의 다년간 know-how를 이용하여 저가의 경쟁력 있는 전력전송용 케이블 재료 및 에폭시 소재의 합성 기술을 전기 기기용 복합소재의 개발에 적용하였으며, 본 기술은 21C 나노 고도 산업화 사회로의 진입을 위해 반드시 연구 개발되어야 할 기반 기술이라 할 수 있다. 특히 향후 이 분야의 산업발

달로 인하여 기하급수적으로 폭등할 것으로 예측되는 전력 수급 문제의 해결과 전기 전자소재 및 전력기기 등의 신뢰성을 유지하기 위해서는 꼭 필요한 연구라고 예측된다. 본 연구에서 개발하고자 하는 고 기능성 전력케이블용 전기소재의 개발은 장치비용이 많이 드는 공정을 피하고 원료비가 적게 들고 수율이 우수한 방법을 채택함으로써 에너지 대체기술로서의 원가절감과 효율 향상을 가져와 고품질의 전력 에너지 제반 기술을 변압기, 제어기, 부성등의 고 기능성 전력기기의 기반 핵심기술로 제공할 수 있다. 이와 같이 본 연구에서 추진하고자 하는 산화물과 에폭시의 복합재료 합성기술의 개발은 전력기기, 전기설비, 에너지 저장 및 전력계통 전반에 걸친 다양한 응용 가능성을 가지고 있으며, 국내산업의 취약분야인 MRI, NMR 등의 의료 및 생명공학 분야에도 접목이 가능한 국가적 기초 기반기술로서, 향후 정책적이며, 체계적이고 집중적인 연구지원이 필요한 미래의 전기 에너지 관련 개발의 핵심 기술이다. 본 연구의 에폭시 수지는 중전기기의 주형용 수지로서 본격적으로 사용되기 시작하였으며, 현재까지도 많이 쓰이고 있는 에폭시 수지는 우수한 기계적 강도를 지니고 있으며 가소성 첨가제를 사용함에 따라 우수한 내열성을 가질 수 있다. 에폭시 수지에 내열성이 높은 왁스나 물-에-문제뿔제적외선 필설택제 능성계 수지를 첨가한 수지배합이 사용되기도 한다. 분자량이 큰 고흡수지는 경화시의 발열이나 수축이 적으며 내열충격에도 뛰어난 이점을 가지고 있다. 본 연구에서 활용하는 에폭시 수지는 단 분자 속에 2개 이상의 반응성 에폭시기를 가지는 화합물을 말한다. 특히 본 연구에서는 산화물 첨가제와 에폭시와의 복합재료의 물성을 분석하여 산화물/에폭시 복합소재의 전기적 특성 향상을 좌우 하는 전기소재의 구조적특성을 중심으로 연구를 수행하였다. 본 연구 목적을 위하여 산화마

* 중신회원 : 선문대학교 공대 전자공학과 교수 · 공박

E-mail : shlee@sunmoon.ac.kr

접수일자 : 2011년 4월 4일

최종완료 : 2011년 4월 19일

그네습을 저밀도의 에폭시에 첨가한 산화마그네슘/에폭시의 복합재료를 구성하여 나노 시료의 구조적 특성을 분석하였다.

2. 실험방법

본 실험에 사용된 에폭시는 이관능성 에폭시 올리고머인 diglycidyl ether of bisphenol A를 사용하며 경화제로는 삼무수물계 HN-2200을 사용한다. 첨가제로 사용된 MgO는 순도 99.5 [%], 평균입자사이즈 50 [nm]를 사용하며 복합재료는 원시료와 MgO를 중량비로 0.2-0.4%까지 혼합 하였다. 첨가제는 에폭시 수지의 매트릭스 안에서 고른 분산성을 위해 에폭시 수지보다 점도가 낮은 경화제에 1시간 믹싱한 후 진공펌프를 이용하여 1차적으로 기포를 제거하고, 60 [°C]에서 미리 점성을 낮춘 에폭시에 혼합한 후 1시간 동안 믹싱한다. 2차적으로 기포제거. 믹싱된 에폭시를 60 [°C]로 미리 교반 된 몰드에 주입하여 MgO/에폭시 나노복합재를 제작하였다. 모든 가열처리는 대기중에서 수행 하였다. 완성된 복합재료는 구조적 특성 실험용 시료의 형상으로 크기는 15×15×1.0 [mm]이며, EPMA와 XRD 측정을 위하여 직경10×두께1 [mm]와 2.0×2.0×1.0 [mm]의 시료를 각각 가공하였다. 합성된 MgO/에폭시 복합재료의 전구체를 열 시차 분석-열중량 분석 (DSC-TGA) 장치를 이용하여 열분석을 수행하였다. 입도 분포는 레이저 회절식 입도 분포 측정 장치를 이용하여, 입자 분말을 이소프로필렌 알코올에 분산시켜 측정 하였다.

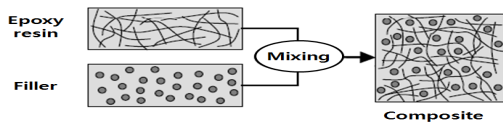


그림 1 에폭시 복합재료의 합성방법
Fig. 1 Preparation method of epoxy based composites.

3. 결과 및 고찰

에폭시 재료의 결정과 비정질의 고차구조를 조사하기 위해 MgO/에폭시 나노복합재료를 회절각 $\theta=0\sim 80^\circ$ 에서 X-선 회절을 하였으며, XRD로부터 각 시료들의 고차구조의 특징은 산형을 이루는 전형적인 무정형 고분자의 특성이 나타나고 있다. MgO/에폭시 나노복합재료의 시료에 분포하는 입자를 시각적으로 관찰하기 위해서 전구체 분말의 입도 분포를 측정하였다. 약 0.2 μm 의 분포중심을 갖는 밀도 분포가 얻어졌으며, SEM으로 관찰하면, sub 마이크론의 입자가 응집되어 있고, 2차 응집에 의하여, 수 μm 크기의 입자가 생성되어 있음을 알 수 있다. 이러한 현상은 이온 레벨에서 입자가 재 석출되는 process에 기인하는 것으로 사려 된다. MgO는 복합재료 시료 내부에 미세하고 균일하게 분포 되어 있음을 알 수 있다. 그림 2는 Epoxy/SiO₂ 복합재료의 시료의 파단면에 분포하는 입자를 시각적으로 관찰 하기 위해서 FESEM을 이용하여 시료의 단면을 측정 하였다. 매트릭스에 분산된 입자는 계면 접착력을 증진시킴으로서 강인화 효과를 증대하는 결정적인 역할을 한다.

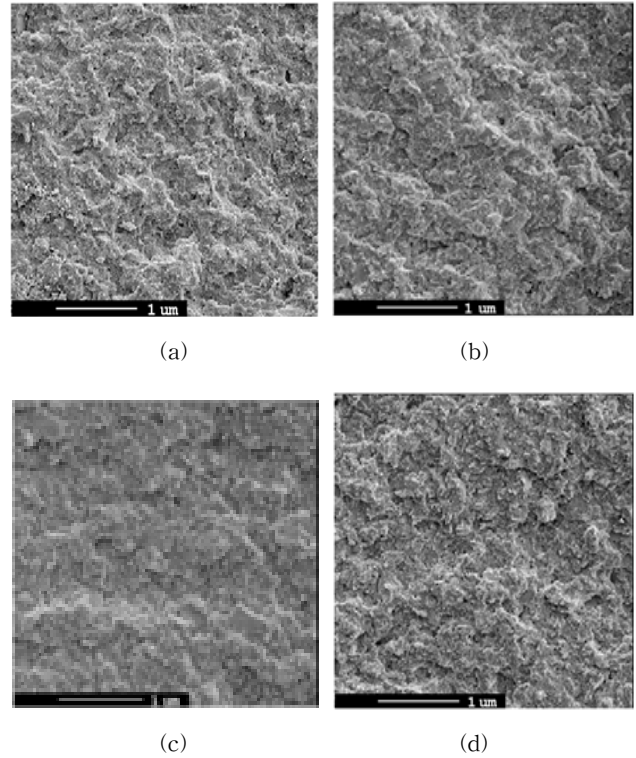


그림 2 MgO를 첨가한 복합재료의 FESEM
Fig. 2 FESEM images for the fracture surface of (a) unadded, (b) 0.2[wt%], (c) 0.4[wt%] and (d) 0.6[wt%] MgO added composite specimen.

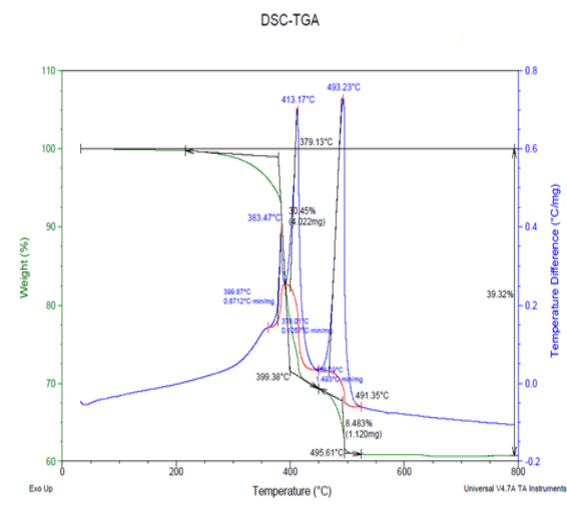
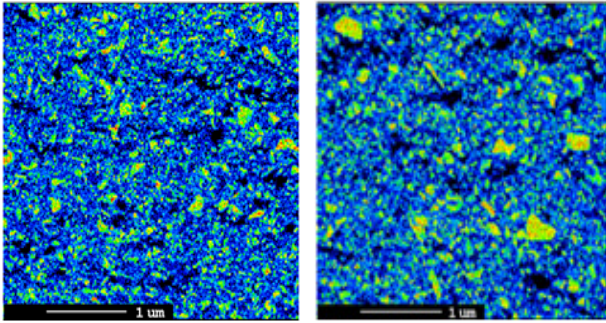


그림 3 MgO를 첨가한 복합재료의 DSC-TGA
Fig. 3 EPMA images for the 0.2 (wt%) MgO added composite specimen.

MgO/에폭시 나노복합재 시료에 대하여 열 시차 분석-열 중량 분석(DSC-TGA) 실험을 수행 하였다. 그 결과를 그림 3에 제시 한다. 그림 3에서 417°C 부근에서 TG의 중량감소가 관측된다. 이는 전구체 중의 잔여물로서 존재하는 유기물들의 열분해에 기인하는 것으로 사려 된다. 약 493°C 부근에서는 DTA 및 승온라인에 외부의 열 변화에 의한 피

크가 발생한다. 이 온도에서 생성물의 급격한 산화반응 즉 연소 반응이 발생하는 것으로 사려 된다. 그림 3에 제시되어 있는 것과 같이 DTA의 흡열 피크가 관측되며, 동시에 TGA의 급격한 중량감소가 측정 되었다. 0.2(wt%)의 MgO를 첨가한 시료에서는 이 부분 용융개시에 기인하는 피크가 저온 측에 shift되어 있으며, 흡열 피크가 493°C 부근에 존재하며, TGA의 중량감소가 관측된다.



(a) (b)

그림 4 MgO를 첨가한 복합재료의 EPMA
Fig. 4 EPMA images for the fracture surface of (a) 0.2(wt%) and (b) 0.6(wt%) MgO added composite specimen.

EPMA에 의하여 MgO를 첨가한 나노 복합재 시료의 원소 분포 형태를 관측한 결과, 각각의 원소는 시료내부를 균일하게 분포하는 것으로 관측 되었다. 그림 4에 제시되어 있는 사진에서 알 수 있듯이 MgO는 수 μm 이하의 미세한 입자 형태로 분산 되어 있는 것으로 관측 된다. 그러나, 첨가량이 증가할수록 시료에 첨가된 MgO의 결정입자는 조대화 되어, 시료 내부에 분산 되어 있던 MgO입자는 서로 응집하여, 입자의 수가 감소하는 것으로 사려 된다. 이러한 MgO 입자의 응집과 관련하여, MgO 입자가 균일하게 분산된 0.2(wt%)를 첨가한 시료에서는 절연과피 전압이 비교적 높게 나타났으나, 0.6(wt%)로 첨가량이 증가할수록 입자가 서로 뭉치고 에폭시 내부에 계면을 증가시켜 절연과피강도가 감소하는 것으로 사려 된다. 따라서 첨가원소 및 첨가량의 변화에 따라 전기적 특성과의 밀접하게 관계있는 것으로 사려 된다.

4. 결 론

MgO의 첨가량에 따른 에폭시 복합재료를 이용하여 소재의 물성과 구조적 특성을 측정하여 복합재료의 전력기기 적용

가능성을 분석하였다. 열 시차 분석-열 중량 분석(DSC-TGA) 실험을 이용하여 에폭시 소재의 물성을 측정된 결과 MgO가 0.2(wt%) 첨가된 시료에서는 DTA 및 승온라인에 외부의 열 변화에 의한 용하여 발생한다. 이 온도에서 열분해 생성물의 급격한 반응이 발생하는 것으로 사려 된다. EPMA에 의하여 MgO를 첨가한 나노 복합재 시료의 원소 분포 형태를 관측한 결과, 각각의 원소는 시료내부를 균일하게 분포하는 것으로 관측 되었다. 그러나, 첨가량이 증가할수록 시료에 첨가된 MgO의 결정입자는 조대화 되는 현상을 관측된다.

감사의 글

본 연구(나노 복합체를 이용한 고효율 전기소재 설계 기술 개발)는 중소기업청에서 지원하는 2010년도 산학연공동기술개발사업(No. 00042332)의 연구수행으로 인한 결과물임을 밝힙니다.

참 고 문 헌

[1] T.J.Lewis : IEEE Trans, DEI, 1, 5, pp.812-823 (1994).
 [2] Y.Murata, Y.Sekiguchi, Y.Inoue, M.Tanaka, Proc. of ISEIIM, pp.650-653 (2005).
 [3] M.Akatsuka and Y.Takezawa, J.Appl. Polym. Sci. 89,9, pp. 2464-2467 (2003).
 [4] A.Shiota, C.K.Ober, J. Polym. Sci. Part A: Polym. Chem., 34, pp. 1291-1303 (1996).
 [5] K.Fukushima, H.Takahashi, Y.Takezawa, T.Kawahira, M.Itoh and J.Kanai, IEEJ, Trans. FM, 126, 11, pp.1167-1172 (2006).

저 자 소 개



이 상 헌 (李 尙 憲)

1989년 일본 TOKAI 대 전자공학과 졸업. 1994년 동 대학원 전자공학과졸업(공박). 현재 선문대 전자공학과 교수.
 Tel : 041-530-2357
 E-mail : shlee@sunmoon.ac.kr