

수용성 Acrylamide 겔캐스팅에 대한 화학적 변수의 영향

윤 석 은 · 우 상 국* · 배 강* · 김 동 표†

충남대학교 공업화학과, *한국에너지기술연구소
(1999년 5월 10일 접수, 1999년 6월 28일 채택)

Effect of Chemical Parameters on Aqueous Acrylamide Gelcasting

Seog-Eun Yun, Sang-Kuk Woo*, Kang Bae*, and Dong-Pyo Kim†

Department of Industrial Chemistry Chungnam National University

*Korea Institute of Energy Research

(Received May 10, 1999; accepted June 28, 1999)

요약: 아크릴아마이드계 단량체와 실리콘분말의 혼합 슬러리를 이용한 겔캐스팅법에 있어서 단량체의 혼합비, 각종 첨가제(고분자 중합 개시제, 촉매, 분산제)의 양, 실리콘 분말 함량, 건조시 습도 등과 같은 화학적 변수가 점도, 겔화시간 등 성형변수와 성형체의 수축율과 강도에 미치는 영향을 조사하였다. 겔화시간은 개시제의 양이 증가할수록 단축되지만 개시제의 양에 대한 의존성이 더 크게 나타났고, 슬러리의 겔화시간은 단량체용액에 비해 약 1/2 이하로 대폭 감소되었으며, 가교제 MBAM 비율이 높을수록 겔화는 지연되었다. 또한 분산제의 함량이 0.6 wt % 이상일 때는 슬러리의 유동성이 낮아졌다. 성형체는 98%의 높은 습도 하에서 300시간 이상 건조 처리할 때 7% 이하의 균일한 수축에 의해 균열과 뒤틀림 현상이 발생하지 않았으며 40, 50 vol % 실리콘 분말을 함유한 건조 겔체는 각각 평균 64 MPa, 36 MPa의 강도를 보였다.

Abstract: In gelcasting process of the Si powder slurry mixed with acrylamide monomers, it was characterized the effects of chemical parameters such as monomers and additives (polymerization initiator, catalyst and dispersant), Si powder and humidity at drying on processing parameters such as viscosity and idle time as well as on shrinkage and mechanical strength of green bodies. Generally, idle time decreased as initiator and catalyst amounts were increased, but rather depended on initiator. Idle times of the slurries greatly decreased to less than 1/2 time of the premix solutions in which gelation was delayed at higher MBAM portion as a crosslinking monomer. And fluidity of the slurries became worse at greater than 0.6 wt % dispersant. The green bodies showed only less than 7% of linear shrinkage without crack and distortion when dried for longer than 300 hrs under 98% humidity. Typically, the dried bodies containing 40, 50 vol % of Si powder displayed 64 and 36 Mpa in average, respectively.

Keywords: Gel casting, Acrylamide, Greenbody, Slurry, Flexural strength

1. 서 론

겔캐스팅(gelcasting)은 유기단량체용액에 세라믹분말을 혼합하여 제조한 슬러리를 몰드에 부어 겔화시키는 방법으로 기존의 세라믹 분말성형공정에 고분자합성이 접목된 새로운 성형기술로 주목받고 있다[1]. 기존의 세라믹 성형공정으로는 압축성형(pressing), 주입성형(slipcasting), 사출성형(injection molding) 등이 있는데, 압축성형은 장치가 간단하여 성형에 따른 비용이 적은 장점이 있지만 가압방향이 한 방향이므로 분체와 금형 벽면과의 마찰이 크고 입자간의 압력전달이 좋지 않아 성형체 형상에 따라 밀도가 불균질하며 건조 및 소성과정에서 변형이나 균열을 일으키기 쉽고 복잡한 모양을 가진 성형체의 제조가 불가능하다. 한편 유동성이 큰 슬러리를 석고 틀에 부어서 성형하는 주입성형은 슬립의 조정이 가장 중요한 영향인자로 복잡한 모양을 가진 성형체의 제조가 가능하나 장시간의 성형공정시간이 요구되는 단점이 있다[2,3]. 이에 비해 사출성형은 장치뿐만 아니라 플라스틱 사출성형 공정과 거의 유사하여 복잡한 모양을 가진 성형체의 제조가 가능하나, 고가의 사출성형장치가 필요하며 바인더제거에 장시간이 소요되며 성형체

의 크기에 제한(지름 < 3 cm)되는 단점이 있다[3]. 이에 반하여 겔캐스팅은 분말과 단량체가 혼합된 슬러리의 우수한 유동성을 이용하여 복잡한 형상의 성형체 제조가 용이하다. 몰드에 슬러리를 유입한 이후에 고분자 중합반응에 의한 겔화와 건조과정을 거쳐 고형 화하고, 기계 가공하여 텅스텐, 흑연, 마이크로웨이브 소결로 등에서 고온으로 열처리하여 고강도의 세라믹 소결체를 얻을 수 있다[4,5]. 이에 현재 전기, 자동차, 방위산업 등에서 저렴한 제조 비용과 단순한 세라믹재료 제조공정으로 관심의 대상이 되고 있다.

한편 겔캐스팅에 대한 연구는 ORNL(Oak Ridge National Laboratory)을 중심으로 많은 연구가 이루어졌으며, 일반적으로 유기용매에 비해서 수용성 용매 하에서 Al_2O_3 , Si_3N_4 , SiAlON, ZrO_2 분말을 이용하여 성형체를 제조하기 위한 연구가 주로 보고되었다[6,7]. 일반적으로 수용액상에서 Al_2O_3 의 분말함량은 60 vol%, Si_3N_4 는 40 vol%, SiAlON은 55 vol%까지 성형이 가능하다고 보고되었다. 따라서 유기고분자 결합제를 이용한 기존 성형공정에 비해 분말 함량이 월등히 높지만 성형체의 기계적 강도가 높고 단기간의 소결공정에 의해 고밀도 소결체를 얻을 수 있는 장점이 있다. 또한 최근에는 실리콘 분말을 이용한 겔캐스팅법과 기상 질화반응 소결법으로 Si_3N_4 구조 세라믹스를 제조하기 위한 연구가 보고되었다[5,6]. 이때 슬러리내의 유기단량체와 세라믹 분말의 함량 비율은 성형체의 강도에 영향을 줄 것으로 기대된다. 또한 분산제, 고분자

† 주 저자 (e-mail: dpkim@hanbat.chungnam.ac.kr)

중합에 필요한 개시제와 촉매의 첨가량이 슬러리의 점도변화뿐만 아니라 겔화시간에 영향을 주게 되므로, 최적 성형 공정 변수의 도출을 위해서는 위와 같은 화학적 변수에 대한 정밀한 조절이 필요하다고 판단된다. 즉 겔캐스팅법으로 구조 세라믹스를 제조하기 위한 재현성 있는 공정 확립을 위해서는 우선 성형체를 제조하기 위한 각종 화학적 변수에 대한 정확한 이해와 검량이 요구되며 이에 대한 기초 연구가 선행되어야 한다.

이에 본 연구에서는 상대적으로 연구가 미진한 초미립 실리콘 분말과 중합성 아크릴아마이드를 출발물질로한 겔캐스팅에 있어서 각종 첨가제가 성형공정 변수에 미치는 화학적 영향을 분석하고자 하였다. 즉 고분자 중합 개시제, 촉매, 분산제의 첨가량, 실리콘 분말 함량이 단량체 용액이나 실리콘 분말 슬러리의 겔화시간 및 점도에 미치는 영향을 조사하였다. 또한 성형체를 건조할 때에 건조 속도에 따른 무게감소율과 수축율의 변화를 조사하고, 제조된 성형체의 기계적 강도를 측정하였다.

2. 실험 방법

2.1. 시 약

유기단량체로는 1관능형인 acrylamide(CH₂=CHCONH₂, AM; Aldrich; 97%)와 2관능형 가교제인 N,N'-methylenebisacrylamide(CH₂=CHCONH-CH₂-NHCOCH=CH₂, MBAM; Aldrich; 99%)를 정제없이 사용하였으며, 세라믹 분말의 분산을 위한 분산제로는 Darvan C(ammonium polymethacrylate, M_w = 15000)를 사용하였으며, 실리콘분말은 SICOMILL™(d₅₀ = 2 μm)사의 제품을 사용하였다. 고분자 중합 개시제와 촉매로는 ammonium persulfate((NH₄)₂S₂O₈, APS; Aldrich; 98%)와 N,N,N',N'-tetramethylethylenediamine ((CH₃)₂NCH₂CH₂N(CH₃)₂, TEMED; Aldrich; 98%)를 각각 정제없이 사용하였다.

2.2. 성형체 제조

Figure 1에 성형체를 제조하기 위한 전체공정을 나타내었다. 유기단량체인 AM과 MBAM의 비율을 14.4:0.6 wt % 또는 14.0:1.0 wt %로 달리하여 85.0 wt %의 증류수에 용해시킨 단량체 용액(premix solution)을 제조한 후 슬러리 전체에 대하여 0.2~1.0 wt %로 분산제인 Darvac C를 첨가하였다. 실리콘 분말은 전체 슬러리에 대하여 40, 42.5, 45, 47.5, 50 vol %가 되도록 첨가하였으며, 미분산된 실리콘 분말 혼합용액은 알루미늄 불을 사용하여 불 밀링법으로 12시간 동안 분산시켜 슬러리를 얻었다. 제조한 슬러리는 불밀링시 알루미늄 불에 의한 마찰로 슬러리내에 기포를 발생하게 되며, 이는 기계적 강도 저하를 유발시키므로 발생한 기포의 제거는 용매의 과잉증발을 방지하기 위하여 슬러리의 온도를 약 2~5 °C로 유지하면서 더 이상 기포가 나오지 않을 때까지인 약 10분 동안 진공펌프로 제거하였다. 슬러리의 점도측정은 회전식점도계(Brookfield DV-III+)를 사용하여 측정하였으며, 몰드에 주입시의 전단속도와 유사한 전단속도(2.5 s⁻¹)에서 측정하였다. 기포가 제거된 슬러리에 유기단량체의 고분자중합을 위하여 0.3~0.5 g/L의 개시제 APS와 1~5 mL/L의 촉매 TEMED를 첨가하여 균일하게 혼합한 후 아크릴 몰드(35×7×10 mm)에 부어 실온에서 겔화시켰으며, 몰드에서 탈거를 위한 이형제는 첨가하지 않았다. 본 연구에서는 플라스틱몰드를 사용하였으나 유리, 왁스, 금속과 비금속 등도 사용이 가능하다고 알려져 있다[2].

단량체의 고분자중합반응은 적외선 분광기(FT-IR, Genesis II FTIR™)를 사용하여 확인하였으며, 겔화된 성형체의 건조시 건조 조건에 따른 무게감소율과 선형수축율 변화는 무게측정과 선형길이의 측정으로 조사하였다. 이때 성형체는 데시케이터 내에서 습도

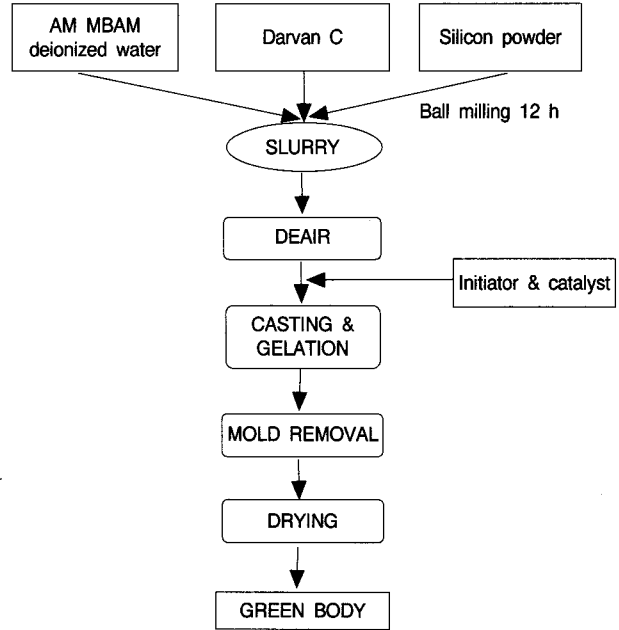


Figure 1. Flowchart for gelcasting process.

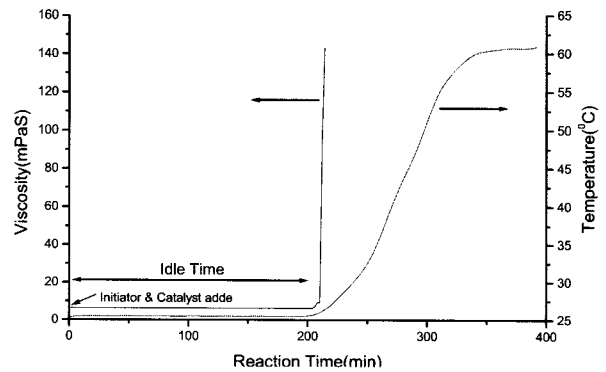


Figure 2. Change of temperature and viscosity on the gelation of premix solution (initiator: 0.4 g/L, catalyst: 5 mL/L).

를 98~70% 범위로 조절하여 수일간 건조함으로써 균일한 수축에 의해 균열이 없는 건조 성형체를 제조하고자 하였다. 건조된 성형체의 기계적 강도는 굽힘강도를 알아보기 위하여 4-point flexural strength(Universal Test Method, 0.5 mm/min)를 측정하였으며, 동일 조건에서 제조된 5개 이상의 시료(크기: 25×4×4 mm)를 측정하여 평균값으로 표시하였다. 또한 건조성형체의 충전도는 강도 측정으로 파괴된 시료의 단면을 SEM(HITACHI S-800)분석을 통해 관찰하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1. 유기단량체 용액과 슬러리의 겔화 반응

유기고분자의 겔화시간은 중합개시제와 촉매의 첨가량에 의존하며 반응온도에 의해서도 영향을 받는다고 알려져 있다. Figure 2에서는 유기단량체 용액의 대표적인 중합반응에 있어서 일어나는 점도 및 온도 변화[2]를 나타내었다. 아크릴아마이드 중합반응은 개시제 APS와 촉매 TEMED에 의해 형성된 라디칼에 의해 개시되어 AM이 선상 고분자로 성장하고 사슬간 MBAM이 가교되어 상호 침투하면서 3차원적 가교 구조(interpenetrating network)를 가진

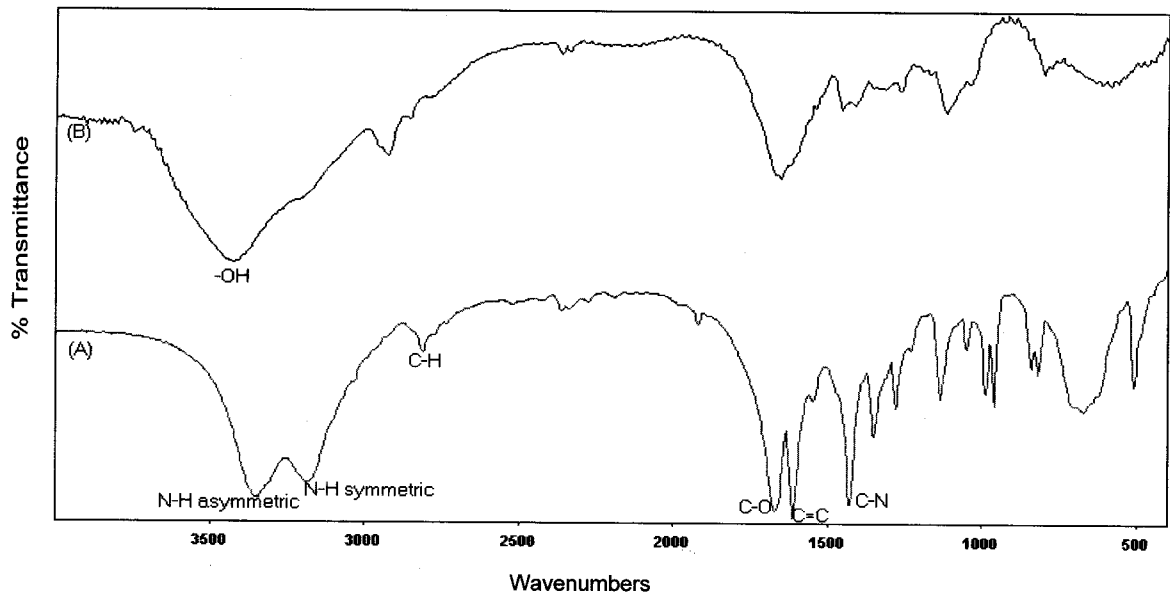


Figure 3. FT-IR spectra of (a) AM/MBAM monomer and (b) aqueous premix gel.

고분자 겔이 형성된다고 알려졌다[9]. 따라서 Figure 2와 같이 중합반응이 진행됨에 따라 점도가 서서히 증가하다가 겔화가 시작되면 약 5초 이내에 용액상태에서 겔로 전이가 이루어지기 때문에 점도의 급격한 증가가 관찰되며 발열중합반응으로 인해 겔화 2분 이내에 60°C까지 온도가 빠르게 상승하였다. 이때 형성된 겔은 무색 투명하며 유연성과 탄성을 지나다가 건조되면서 수축이 일어나고 단단한 겔로 전이된다. 이때 개시제와 촉매를 첨가한 이후 겔화에 이를 때까지의 시간(idle time)은 반응물, 개시제와 촉매의 첨가량에 따라 조절될 수 있는데 이에 대해서는 이후에 자세히 고찰할 예정이다.

Figure 3에서는 단량체의 고분자중합을 확인하기 위해 단량체와 중합에 의해 생성된 겔의 적외선 스펙트럼을 비교하였다. Figure 3의 (A)는 AM과 MBAM이 14.4:0.6 wt %로 혼합된 단량체의 스펙트럼으로서 3347, 3181 cm^{-1} 은 아마이드기의 N-H 비대칭 및 대칭 피이크이고 1683 cm^{-1} 은 C=O결합, 2822, 1429 cm^{-1} 은 각각 C-H과 C-N 결합을 나타내며, 라디칼 중합성 관능기인 C=C기는 1610 cm^{-1} 에서 나타났다[10]. 한편 Figure 3의 (B)에서처럼 수용액상에 개시제와 촉매를 첨가하여 고분자 중합된 겔의 경우에는 1610 cm^{-1} 영역에서의 C=C 피이크가 크게 감소하였을 뿐만 아니라 특성 피이크의 폭이 넓어지면서 1500 cm^{-1} 이하의 피이크 세기들이 감소되는 현상으로 미루어 중합이 되었음을 증명한다. 그리고 아마이드기의 N-H 피이크는 수용액상의 -OH 피이크(3340 cm^{-1} 영역)와 중복되어 나타내었다.

Figure 4에서는 개시제와 촉매의 첨가량에 따라 유기단량체 용액과 슬러리의 겔화시간의 변화를 나타내었다. 겔화시간(idle time)은 개시제와 촉매를 첨가한 후 고분자중합이 완료되어 겔로 형성하기까지의 시간을 측정된 값으로 육안으로 쉽게 판별 할 수 있었다. 대체로 겔화시간은 개시제 및 촉매의 첨가량이 증가함에 따라 겔화시간이 짧아지는 경향을 나타내었다. 이는 고분자중합시 개시제의 양이 증가할수록 촉매를 활성화시켜 라디칼 생성 속도가 빨라지고, 촉매의 양이 증가할수록 생성 라디칼의 양이 증가하여 C=C결합을 가지고 있는 단량체간 중합 반응을 동시다발적으로 일으키기 때문이다. 그리고 겔화시간은 촉매의 양보다는 개시제의 양에 더욱 민감하게 영향을 받는데, 이는 촉매가 개시제에 의존하여 중합반응의 속도가 결정되기 때문이다. 따라서 중합 촉매와 개시제를 함께 첨가하였을 때 반응속도가 가속되며 개시제만을 단독 첨

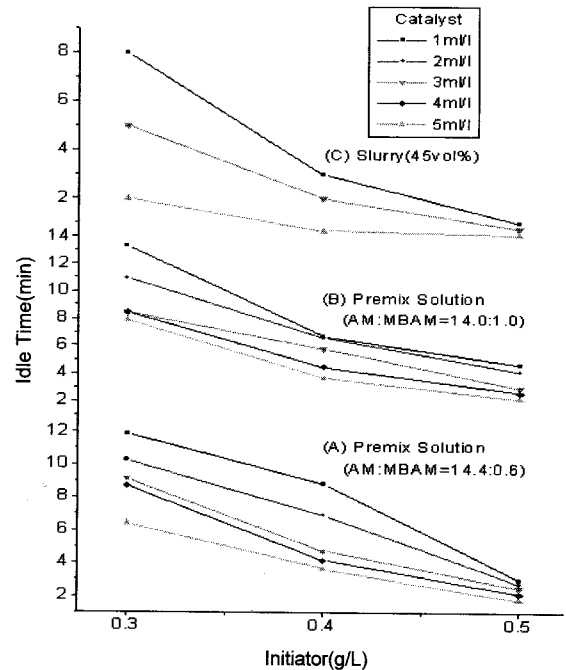


Figure 4. Effect of initiator and catalyst on idle time in premix solutions and slurry.

가하면 겔화시간은 약 50 시간으로 매우 길어진다고 보고되었다[2]. 한편, Figure 4의 (A)과 (B)를 비교하여 보면 동일조건에서 2관능형 가교제 MBAM의 첨가량이 겔화시간에 미치는 영향을 알 수 있다. 개시제 0.3 g/L하에서 MBAM이 0.6 wt %일 때는 촉매의 양에 따라 겔화시간이 12~6분내인데 반해, MBAM이 1.0 wt %로 증가하면 겔화시간이 14~8분내로 증가하였다. 개시제가 0.5 g/L일 때도 MBAM이 증가하면 겔화시간이 역시 증가함을 나타내었다. 이는 MBAM이 증가할수록 단량체의 반응자리인 아크릴기의 전체 수가 증가하여 겔화에 이르기 위한 라디칼 필요 양이 증가하게 되는데 일정량의 개시제와 촉매를 사용하는 조건에서는 중합반응이 길어지게 되어 겔화가 지연되기 때문이다. Figure 4의 (C)에서는 AM:MBAM의 비율이 14.4:0.6인 단량체 혼합용액에 45 vol

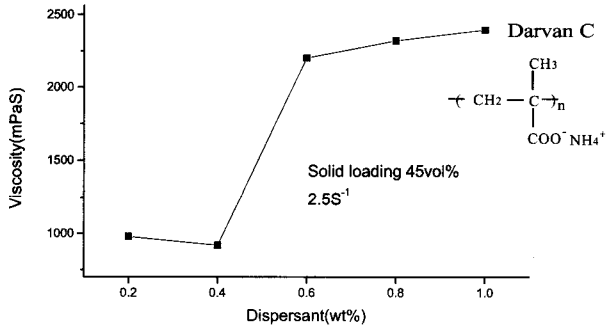


Figure 5. Effect of dispersant amount on viscosity of slurry.

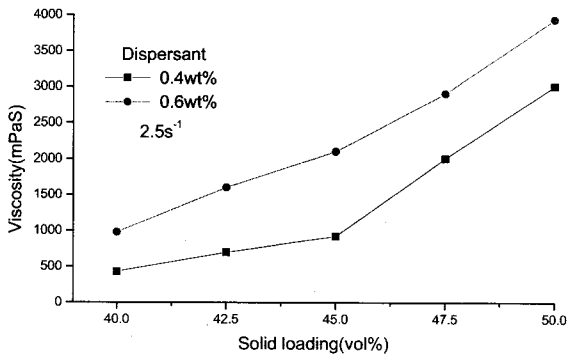


Figure 6. Viscosity of slurries as a function of solid loading.

%의 실리콘 분말이 혼합된 슬러리의 겔화시간을 보여주고 있다. 단량체용액의 겔화시간에 비해 약 1/2 이하로 매우 짧아졌는데, 이는 비교적 낮은 가교도를 가진 겔구조내에 분산된 실리콘 분말들이 물리적 가교역할을 할 뿐만 아니라 실리콘 분말 위의 아크릴계 분산제와 단량체간의 화학적 상호작용에 기인한 것으로 보인다. 이로서 겔화시간이 너무 짧다면 성형공정 중에 유동성이 급격히 낮아지게 되며, 반대로 겔화시간이 너무 길어지면 성형체 제조 소요시간이 과도하게 길어지게 되므로 각종 첨가제의 양에 따른 겔화시간의 검량을 통해 최적조건을 도출하여야 한다. 본 연구에서는 겔화시간을 최소 5분 이상 확보하고자 촉매 1 mL/L당 개시제 0.3 ~ 0.4 g/L를 첨가하여 성형체를 제조하였다.

3.2. 분산제가 슬러리 점도에 미치는 영향

Figure 5는 분산제로 사용된 Darvan C의 함량변화에 따른 슬러리의 점도변화를 나타내었다. 분산제는 유기사슬구조에 주기적으로 높은 극성기(-COO⁻NH₄⁺ 이온)가 붙어있는 고분자이며 일종의 계면활성제이다. 따라서 분산제의 비극성 유기사슬이 소수성 실리콘 분말 표면에 흡착하고, 반대편 암모늄 이온은 수용액을 향할 때 실리콘 분말은 친수성을 가지게 되어 수용액 내에서 분산성이 향상되는 것이다. 그러나 분산제의 함량이 0.4 wt % 이상으로 증가할수록 점도가 급격히 증가하여 슬러리의 유동성이 크게 저하되는 것이 관찰되었다. 이는 분산제의 함량이 높아지면 실리콘 분말 위에 흡착되어 있는 고분자가 탈착 되므로서 분말들이 분산성을 잃고 응집되기 때문인 것으로 설명된다. 이는 공기중이나 수용액상에서 실리콘 표면은 쉽게 수화되어 상당히 많은 -OH기가 존재한다고 보고되었는데[11], 이러한 실리콘 표면상태는 분산제에 대한 화학적 친화성을 약화시켜 흡착력도 매우 낮은 것으로 판단된다. 0.6 wt % 이상의 분산제가 첨가될 때 분산제간의 응집 현상에 의해 미셀(micelle)을 형성하거나 혹은 분산제 사슬간 다리걸기(bridging) 현상[12] 일어나게 됨에 따라 분산력이 급감된 분말들이 응집함으

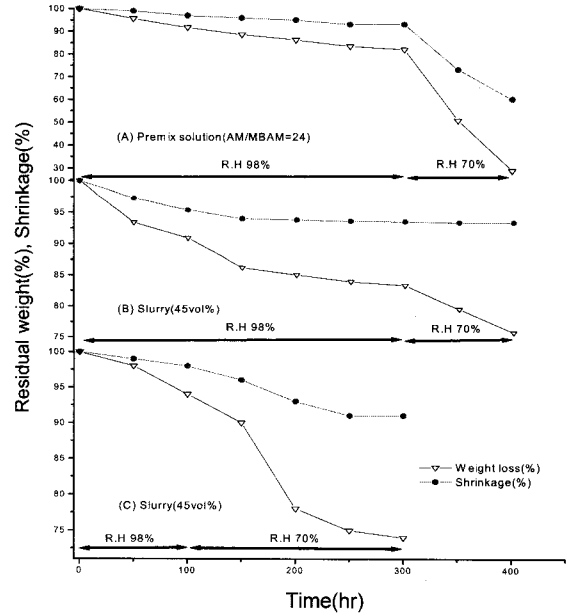


Figure 7. Effect of drying conditions on weight loss and linear shrinkage of various green bodies (initiator: 0.4 g/L, catalyst: 1 mL/L).

로서 유동성이 저하되는 것이다. 이러한 현상은 각종 유기고분자계 분산제에서 자주 관찰되는 현상이다[13]. 한편 유사한 연구결과로 알루미늄분말에 0.2 wt % 이상의 분산제 Tiron(4,5-dihydroxy-1,3-benzenedisulfonic acid disodium salt monohydrate)을 첨가할 때 슬러리의 점도가 증가하는 경향을 보였다[14]. 또한 Figure 6에서도 40~50 wt %의 실리콘 분말 슬러리에 있어서 분말 함량이 증가할수록 점도도 서서히 증가하지만, 0.4 wt %의 분산제를 포함한 슬러리가 분산제 0.6 wt %의 슬러리보다 일관되게 유동성이 양호하였다. 따라서 슬러리의 유동성과 성형체의 기계적 강도를 확보하기 위해서 각종 분말표면 특성에 적합한 분산제의 선택은 매우 중요하다.

3.3. 성형체의 건조

일반적으로 알려져 있듯이 신속한 건조를 위해서는 낮은 습도와 높은 온도 하에서 공기의 흐름을 증가시켜야 하지만 성형체의 균열과 뒤틀림의 문제가 발생하는 단점이 있으므로 건조속도 조절은 매우 중요하다[15]. 따라서 성형체의 건조공정에 대한 습도의 영향을 조사하기 위해 본 연구에서는 닫힌 데시케이터내에서 성형체를 건조하였다.

Figure 7의 (A)는 유기단량체 용액만으로 제조된 겔체를 초기 300 시간 동안은 98% 습도내에서, 이후 100 시간 동안 70% 습도내에서 건조할 때의 무게감소율과 수축율을 나타내었다. 총 400 시간 동안 건조 후에는 71.2%의 무게감소율을 나타내었는데 단량체용액 제조 시 첨가된 85%의 수분이 완전히 건조되지 않았음에도 불구하고 39.7%의 과도한 수축율을 보였다. Figure 7의 (B)에서는 45 vol % 실리콘 분말을 함유한 슬러리로부터 제조된 겔체를 (A)와 동일한 조건에서 건조하여 특성을 조사하였다. 총 400 시간 동안 6.7%의 수축율과 24.3%의 무게감소율을 보임으로써 유기고분자 겔체에 비교하여 건조 및 수축율이 크게 감소되어 성형체의 형태 안정성이 높아졌다. 또한 무게 감소율이 슬러리 제조시 첨가된 26.3%의 수분함유량과 근사한 값을 나타내어 거의 완전한 건조가 이루어졌다. 또한 Figure 7의 (C)에서는 98%습도 하에서 96 시간만을, 70% 습도에서 약 200 시간을 건조하여 보다 급속히 건조시켰

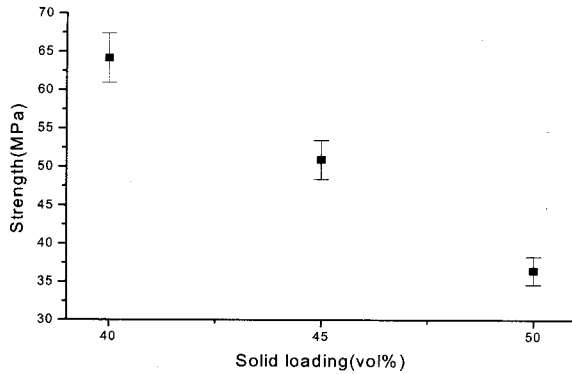


Figure 8. Flexural strength of green bodies.

다. 총 300 시간 동안 무게감소가 26.1%로 (B)조건보다도 건조속도가 빨라졌고 이에 따라 수축율도 9.1%로 큰 것을 알 수 있었다. 분말이 함유된 겔캐스팅 성형체의 건조 속도가 유기고분자 겔체에 비해 상대적으로 빠른 이유는 건조과정중에 형성되는 분말 입자간 미세 기공을 통해서 내부의 수분이 모세관 현상에 의해 표면으로 쉽게 이동하여 공기 증으로 발산될 수 있기 때문인 것으로 보인다. 이는 금속알콕사이드의 졸-겔 공정에 의해 제조된 겔의 건조 속도 및 수축율 등이 기공특성에 의존함과 동일한 현상이다[16]. 무게감소 및 수축으로 인해 발생하는 성형체 내외부간 기계적 응력차를 최소화하여 성형체의 균열발생과 뒤틀림 현상을 방지하기 위해서는 높은 습도 하에서 균일하고 완만한 수축을 유도하여야만 한다.

3.4. 강도측정 및 파괴단면 분석

겔체의 강도는 유기단량체의 함량이나 내부응집상태 및 성형시 발생하는 내부균열에 의해 영향을 받는데, Figure 8은 앞에서 확립된 반응변수와 건조공정을 사용하여 제조된 겔체의 굽힘강도(4-point flexural strength)를 나타내었다. 40 vol % 실리콘 분말을 함유한 건조 겔체는 평균 64 MPa의 강도를 보였으며, 50 vol %에서는 평균 36 MPa의 강도를 보임으로서 유기결합체의 함량이 클수록 성형체의 강도가 우수하였다. 그러나 유기결합체의 함량이 높으면 결합체 연소공정시 높은 기공도를 나타내게 되어 소성 가공시 큰 수축율이 발생하고 고밀도화 하기가 어렵게 되는 문제도 고려해야 한다. Figure 9는 굽힘강도 측정 후 파괴된 단면의 SEM 사진으로서 실리콘 함량이 높아질수록 분산력이 저하되어 비균일한 입자 형상의 분포가 관찰되었고 입자들간의 약한 응집력으로 강도가 저하됨을 알 수 있었다. 이는 사용된 분산제 Darvan C가 실리콘 분말을 수용액상에서 충분히 분산시키지 못하였음을 의미하는데, 실리콘 표면과 화학적 친화성이 우수한 분산제를 선정함으로써 기계적 강도를 향상시키기 위한 후속연구를 진행하고 있다.

4. 결 론

본 연구에서는 겔캐스팅의 결합제로서 acrylamide 단량체와 가교제 MBAM의 혼합물의 반응에 대한 중합 개시제와 촉매, 실리콘 분말함량, 분산제의 첨가량 그리고 건조시 습도의 영향에 대하여 분석하였다.

1) 중합 개시제와 촉매의 양이 증가할수록 단량체 용액의 겔화 시간은 단축되었고 개시제의 첨가량에 대한 영향이 상대적으로 컸다. 실리콘 분말이 첨가된 슬러리의 겔화시간은 단량체용액에 비해 약 1/2 이하로 대폭 감소되었으며, 가교제 MBAM 비율이 증가하면 반응자리가 증가하여 동일한 양의 개시제와 촉매 하에서 겔화 시간은 지연되었다.

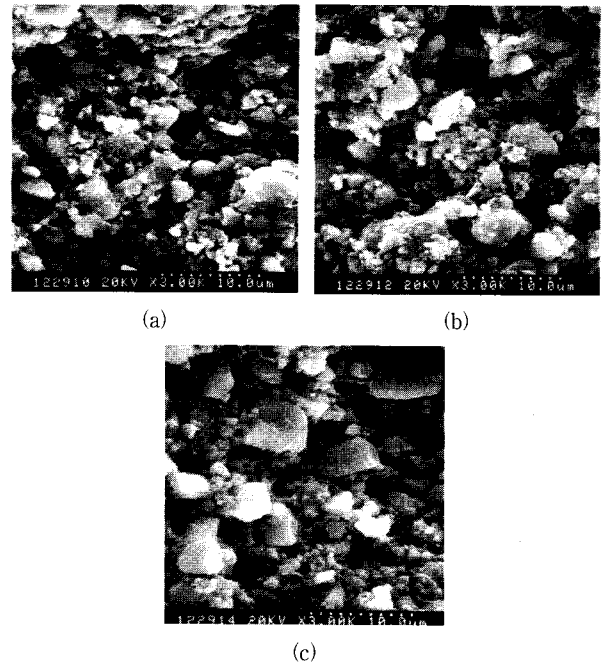


Figure 9. Fracture surface of green bodies loading (a) 40 vol %, (b) 45 vol %, and (c) 50 vol % of Si powder.

2) 수화된 실리콘 분말표면에 대한 분산제의 친화성과 흡착성이 낮아 분산제의 함량이 0.6 wt % 이상일 때 슬러리의 점도가 크게 증가하였다.

3) 초기 성형체의 건조시 98%의 높은 습도 하에서 300 시간 이상 건조할 때 7% 이하의 균일한 수축에 의해 균열과 뒤틀림 현상이 발생하지 않았다.

4) 건조 후 겔체의 강도는 유기결합체의 함량에 비례하여 증가하였으나 40 vol % 실리콘 분말을 함유한 건조 겔체는 평균 64 MPa의 강도를 보였으며, 50 vol %에서는 평균 36 MPa의 강도를 보였으며, 실리콘 분말의 분산력을 개선함으로써 결합체의 양을 줄이고 성형체의 강도를 향상시킬 수 있을 것으로 기대된다.

참 고 문 헌

- O. O. Omatete, M. A. Janney, and R. A. Strehlow, "Gelcasting-A New Ceramic Forming Process", *Am. Ceram. Soc. Bull.*, **70**, 1641(1991).
- A. C. Young, O. O. Omatete, M. A. Janney, and P. A. Menchhofer, "Gelcasting of Alumina", *J. Am. Ceram. Soc.*, **74**, 612(1991).
- O. O. Omatete, M. A. Janney, and Stephen. D. Nunn, "Gelcasting: From Laboratory Development Toward Industrial Production", Elsevier Science Limited, 407(1996).
- Stephen. D. Nunn, J. O. Kiggans, Jr., R. E. Simpson II, and J. P. Maria, "Gelcasting of Silicon Compositions for SRBSN", Powder Synthesis and Shape Forming Processes, *Am. Ceram. Soc., Trans.*, **62**, 255(1996).
- A. J. Moulson, "Reaction-bonded Silicon Nitride: Its Formation and Properties[REVIEW]", *J. of Materials Science*, **14**, 1017(1979).
- O. O. Omatete and a. Bleier, "Tailoring Suspension Flow for the Gelcasting of Oxide and Nonoxide Ceramics", *Mat. Res.*

- Soc. Symp. Proc.*, **346**, 357(1994).
7. A. Bleier, O. O. Omatete and C. G. Westmoreland, "Rheology of Zirconia-Alumina Gelcasting Slurries", *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.*, **271**, 269(1992).
 8. F. Doreau, G. Tari, C. Pagnoux, T. Chartier and J. M. F. Ferreira, "Processing of Aqueous Tape-casting of Alumina with Emulsion Binders", *J. European Ceramic Society*, **18**, 311(1998).
 9. Toyochi Tanaka, "Gels", *Sci. Am.*, **244**, 124(1981).
 10. R. M. Silverstein, G. Clayton Bassler, Terence C. Morrill, "Spectrometric Identification of Organic Compounds", John Wiley & Sons, Inc. (1991).
 11. H. Schmidt, "Applications of ORMOCERS", Sol-Gel Science and Technology, *Ceramic Transactions*, **55**, 253(1995).
 12. 국윤환외 3인, "콜로이드와 계면활성제", 대광서림, 96(1995).
 13. Paul C. Hiemenz, "Principles of Colloid and Surface Chemistry", 2nd Edition, Marcel Dekker, Inc., 428.
 14. C. Pagnoux, T. Chartier, M. de F. Granja, F. Doreau, J. M. Ferrira and J. F. Baumard, "Aqueous Suspensions for Tape-Casting Based on Acrylic Binders", *J. European Ceramic Society*, **18**, 241(1988).
 15. Ywh-Pyng Harn, Sarbajit Ghosal, Gurcan Aral, "Real-Time Model-Based control system Design and Automation for Gelcast Drying Process", *IEEE*, 271(1997).
 16. C. Jeffrey Brinker, "Sol-Gel Science, The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing", Academic Press. 453(1990).