

신 중홍^o 정 은식 박 정후
동의 전문 대학 동의 전문 대학 부산 수산대

A study on the Dielectric Properties of IPN based on the Epoxy /Silicon and Epoxy /Urethane.

Joong Hong Shin^o Eun Shik Chung Hoo Park
Dong Eui Tech. Coll Dong Eui Tech. Coll N.F.U.P.

Interpenetrating Polymer Networks (IPNs) are a unique type of polymer blend, synthesized by swelling a crosslinked polymer (Epoxy) with second polymer (Silicon) and also we adopted Urethane as the second polymer. The relationship between dielectric and mechanical properties of high temperature curing IPNs (E/S, E/U) are investigated. The ratios of weight that we formed were two kinds of things, one (E/S) about 1[wt%], 3[wt%], 5[wt%], 7[wt%], 10[wt%], and the other (E/U) about 5[wt%], 15[wt%], 25[wt%]. It was heat-cured for 24 hours at 100°C, 48 hours at 100°C, 5 hours at 130°C, 15 hours at 130°C in E/S and also for 5 hours at 130°C in E/U. From the viewpoint of dielectric and mechanical properties, the optimum condition is obtained from the sample cured for 5 hours at 130°C for 1[wt%] in the E/S, and also obtained from the sample cured for 5 hours at 130°C in E/U.

1. 서론

중합체의 그래프트 공중합체의 방식을 이용하여 얻어지는 고분자 혼합물은 일반적인 다른 공중합체에서 얻을 수 없는 새로운 성질을 얻을 수 있어 이 분야에 큰 진보를 가져왔다. 그러나 이 방식으로 얻어진 고분자 혼합물은 내충격성이 결여되고 열가소성 수지에만 적용될 수 있

다는 한계성이 있기 때문에 많은 개선을 요구하게 되었다. 따라서 열경화성 수지의 용융과 내충격성 등의 전기적 특성의 향상을 위하여 IPNs (Interpenetrating Polymer Net) 방식의 복합재료에 대한 연구가 활발히 진행되고 있다. 1960년 Miller 에 의해서 Styren/Di-Vinyl Benzene IPN 복합재료의 개발이 호시가 되어 1963년 진공증착한 박막의 외관을 현미경 사진에 의해서 관측도 가능하기에 이르렀다. 이러한 IPN 방식은 어떤 망목상의 고분자에 다른 망목이 파고 들어 서로 엉켜진 구조를 갖고 있는 형태를 말하는 것이며 이런 종류로는 SPIN, SIN 법과 이와 유사한 LIPN s 법등이 있는데 본 연구에서는 SIN 법을 이용하고 있다. 이것은 다른 방식으로 성장한 2종류의 프리 폴리머 (Pre-polymer)를 동시에 배합경화시켜서 얻은 방식이며 이 과정에서 에폭시 수지는 분자량과 점도가 증가하고 상극자 및 이온운동의 자유도가 감소할 뿐만 아니라 쇄상구조에서 망상구조인 고체상태로 변화하며 이 과정에서 실리콘이나 우레탄 수지상이 파고 들어가 새로운 입체적인 망목구조를 보이게 되므로 많은 물리적, 화학적 성질이 변화하게 된다. 따라서 다양한 물리적 화학적 성질을 가지고 있는 새로운 재료는 2종류 이상의 분자쇄가 서로 엉킴으로 인하여 물리적 결합점을 만들어서 운동하기 때문에 고분자 물질의 상용성, 분산상태, 계면의 친화성 등이 향상되어 전기적, 기계적 및 열안정성이 다른 고분자 혼합물 보다 향상됨을 알 수 있다. 그러나 이 방식이 구체적으로 전기분야에 활용하기에는 아직 많은 연구과제

가 남아 있다. 특히 경화조건변화에 대한 물리적 특성의 변화 및 최적 경화 조건에 있어서 전기기기의 절연 문제의 적응성에 대한 체계적인 연구가 되어 있지 않기 때문에 그에 대한 기초연구로서 경화조건에 따른 유전적 특성, 절연강도 특성, 기계적 인장 특성을 연구하여 각 경화조건에 따른 물리적 성질의 변화를 고찰하였다. 본 연구에서는 내열성 에폭시 수지 (MF-4 Seoul Epikote) 와 실리콘 수지 (TSR117), 또한 내열성 에폭시 수지와 우레탄 (KEL-270) 을 사용하였다. 내열성 에폭시 수지는 점도, 경화시의 수축, 경화의 용이성 및 경화후의 전기적, 열적, 화학적 측면에서 우수한 고분자이며 실리콘 수지는 약 350℃ 의 온도 범위에 이르기 까지 전기적, 열적으로 안정된 고분자로서 이 두 고분자의 결합으로 고온에서 열적으로 안정하며 전기, 기계적으로 우수한 특성을 가진 IPN복합재료를 개발하고자하며 또한 값비싼 실리콘 수지보다 값싼 에폭시 수지를 사용함으로써 경제적으로 큰 이점이 있으리라 기대한다. 또한 우레탄 수지는 탄성이 풍부한 고분자로서 에폭시와 우레탄을 결합시킬 경우 에폭시의 취성을 개선시켜 기계적으로 우수한 IPN복합재료가 되리라 기대한다.

2. 본론.

(실험 방법)

에폭시 수지를 약 60℃에서 10 분간 유지하여 점성을 낮게한 후 경화제와 잘 혼합한다. 경화제와 잘 혼합된 에폭시 수지에 실리콘을 첨가한다. 이때 에폭시 수지에 대한 실리콘 수지의 조성비율은 각각 100:1, 100:3, 100:5, 100:7, 100:10 으로 하였으며 또한 에폭시와 우레탄의 조성비율은 100:5, 100:15, 100:25 로 하였다. 각 조성비율로 혼합된 에폭시 수지/실리콘과 에폭시 수지/우레탄을 진공기내에서 5분간 진공을 행하여 기포를 완전히 제거시켰다. 기포를 제거한 에폭/실리콘, 에폭시/우레탄을 가압 겔화법에 의해 에폭시 수지의 겔화 시작점에서 약 0.3MPa의 압축응력을 가하여 두께 250 μ m의 에폭시/실리콘, 에폭시/우레탄

복합재료를 제작하였다. 한편 에폭시 수지는 강한 접착력으로 인하여 금형판에서 제작할 경우 경화후 이형이 어려우므로 이를 해소하기 위해 두께 5 μ m의 유리판위에 두께 50 μ m의 PET (쿠이바) 를놓고 그 위에서 시료의 제작을 행하였다. 이 방법으로 80℃까지의 온도에서 경화를 마친 후 이형제 없이 시료를 쉽게 분리할 수 있었다. 에폭시/실리콘 IPN복합재료는 60℃에서 1.5h 동안 건조로에서 유지한 후 30분에 걸쳐 80℃까지 온도를 높인 후 80℃에서 2h동안 경화시켜 1차 경화를 행하였으며 에폭시/우레탄은 80℃에서 2h동안 1차 경화를 행하였다. 에폭시/실리콘 IPN복합재료의 2차경화는 100℃/24h, 100℃/48h, 130℃/5h, 130℃/15h, 의 조건으로 각각 행하였으며 에폭시/우레탄 IPN복합재료의 2차경화는 80℃/5h, 100℃/5h, 130℃/5h 의 조건으로 행하였다. 2차 경화 온도를 이와 같은 온도조건으로 선택한 것은 에폭시 수지자체의 성질이 이 온도조건에서 가장 우수한 전기, 기계적 특성을 나타내었기 때문이다. 이와 같이 제작된 시료의 전기적 특성인 유전율 및 $\tan\delta$, 인장 특성을 알아 보기 위해 시료를 사염화 탄소로 세정한 후 진공 증착기를 이용하여 진공도를 10^{-4} Torr 까지 올려 압력 미늄을 진공증착 시켰다. 진공증착을 완료한 시료에 대해 Precision Tan δ Meter (Tefco)에서 $\tan\delta, \epsilon'$ 을 측정하였으며 이 장치를 이용하여 상온에서 150℃에 이르기 까지 시료 주위의 온도를 정밀제어할 수 있으며 이 장치를 이용하여 30℃, 60℃, 90℃, 120℃, 150℃에서 각각 $\tan\delta, \epsilon'$ 값을 측정하였다. 한편 인장특성을 조사하기 위해 인스트론 장치를 이용하였으며 JISK 7113 에 의거하여 전장 75 μ m, 양단폭 10 \pm 0.5, 두께 3 μ m, 표점간 거리 70 μ m의 시료를 제작하여 인장강도, 영율 과 연신율을 각각 측정하였다. 한편 그림 1 에 진공증착장치를 이용하여 제작한 전극의 구성도를 나타내었다.

3. 결론 .

(실험결과 및 고찰)

그림 2는 에폭시 / 실리콘 복합재료의 인장탄성율, 인장강도 및 파단에서의 인장을 특성을 나타내고 있다. 이 그림에서 알 수 있듯이 체적인 인장강도는 실리콘 수지가 1wt%에서 나

타 남을 알 수 있으며 실리콘 수지의 함유량이 증가 할 수록 파단시의 연신율이 증가되고 있음을 알 수 있다. 그림 3과 4는 에폭시/실리콘 복합재료의 함유율에 따른 $t_{0.5}$ 및 E 특성을 나타내고 있다. 그림에서 알 수 있듯이 최적인장강도를 나타내었던 1 [wt%] 실리콘 함유율에서 손실계수 $t_{0.5}$ 가 최대로 되며 손실계수의 최저값은 대략 실리콘 함유량이 약 5 [wt%]에서 얻어 짐을 알 수 있다.

(결 론)

본 실험에서는 에폭시/실리콘 및 에폭시/우레탄 계 IPN 복합재료의 유전적 및 기계적 특성에 관한 기초연구로서 에폭시 매트릭스내에 실리콘 혹은 우레탄을 첨가하여 실리콘 및 우레탄의 함유율을 변화시켜 그 특성을 고찰하였다. 본 실험의 결과 에폭시 매트릭스내에 실리콘 및 우레탄 함유율의 변화에 따른 이들 복합재료의 전기적 및 기계적 성질이 크게 변화됨을 알 수 있었다. 이후 이들 시료의 최적인 전기적 및 기계적 특성을 나타내는 실리콘 및 우레탄의 함유율 및 2차경화조건을 구해갈 예정이다.

4. Reference

- (1) J. R Miller J. Chem. soc. 1311 (1960)
- (2) E. Wasserman J. Amer. Chem. soc. 82.4433 (1960)
- (3) K. C. Frisch, D. Klenpner, T. Antczak. h. l. Frish J. Polym. Chem. Ed. 12. 885 (1974)
- (4) Modern Plastic International. July

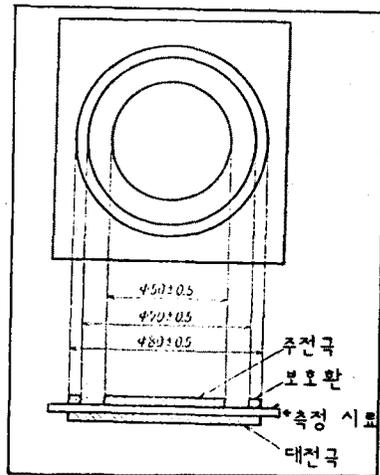


Fig. 1. 전극의 구성도

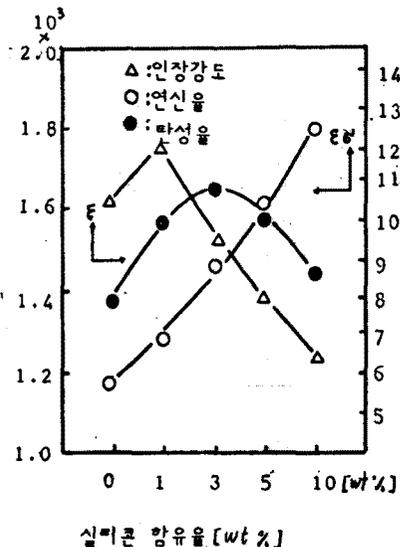


Fig. 2. 실리콘 함유율에 따른 기계적 특성

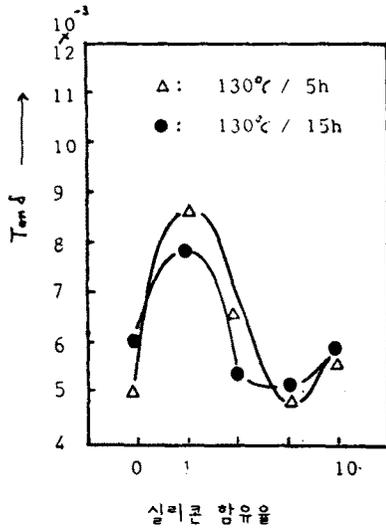


Fig.3 실리콘 함유율에 따른 T_{ens} 특성

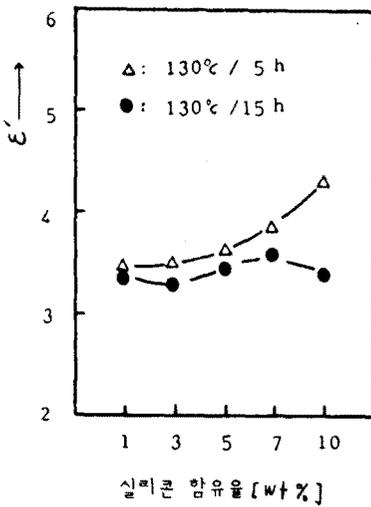


Fig.4. 실리콘 함유율에 따른 ϵ' 특성