

# CNT가 강화된 고분자 복합체의 모폴로지에 대한 인장변형의 영향

국정호, 곽수경, 김민정, 양종석\*, 박대희\*, 나창운

전북대학교 BK-21 고분자 BIN 융합기술 연구팀, \*원광대학교 전자재료공학과

## Effect of strain on the morphology of CNT reinforced polymer composite

J. H. Kook, S. K. Kwak, M. J. Kim, J. S. Yang\*, D. H. Park\*, C. Nah

BK-21 Polymer BIN Fusion Research Team, Chonbuk National University, Jeonju 561-756, \*Department of Electronic Materials Engineering, Wonkwang University

**Abstract :** Carbon nanotube(CNT)-reinforced poly(ethylene-co-ethyl acrylate)(EEA) nanocomposites were prepared by melt mixing with a Haake internal mixer. The CNT loading was varied from 0 to 20 wt%. The changes in CNT dispersion and shape were investigated with FE-SEM observation with and without the tensile strain of 40%. The CNT was protruded over the fracture surface upon tensile strain, which is a very interesting behavior.

**Key Words :** poly(ethylene-co-ethyl acrylate), carbon nanotube, morphology, strain

### 1. 서론

1991년 일본전기회사 부설연구소 Iijima 박사에 의해 탄소나노튜브(CNT)가 최초로 발견된 이후[1], CNT의 준1차원적인 양자구조로 인해 저차원에서 나타나는 특이한 여러 양자현상이 관측되었고, 특별히 역학적 견고성, 화학적 안정성이 뛰어나는 뿐만 아니라 구조에 따라 반도체, 도체의 성질을 띠며, 직경이 작고 길이가 긴 특성, 또 속이 비어있는 특성 때문에 트랜지스터, 에너지 저장체 등에 뛰어난 소자특성을 보이고 나노 크기의 각종 전자소자의 응용성이 뛰어나기 때문에 첨단 신소재로서 전 세계적인 관심을 받고 있다. CNT의 기계적 특성 및 도전성을 발현 시키기 위해서 미세분말 상태인 구조적 특징으로 인해 반드시 기지재료 등 다른 소재와 함께 복합체 형태로 사용이 필요하다. 따라서 CNT/고분자 나노 복합체에 대한 연구가 필연적이라 할 수 있다.

본 연구에서는 최근 고압전력 케이블용 반도체층 고분자 매트릭스로써 주목받고 있는[4] poly(ethylene-co-ethyl acrylate)에 전기전도성이 우수한 CNT를 분산시켜 고분자 나노 복합체를 제조하였고, 인장변형에 따른 CNT의 구조 변화를 관찰하였다.

에서 24시간 건조시킨 후, EEA와 CNT 그리고 첨가제를 조성(표-1)에 따라 180℃로 예열된 Haake internal mixer를 이용하여 60 rpm, 10분 동안 용융혼합 하였다[2]. 이후 이축밀(two-roll mill)을 이용하여 컴파운드에 DCP를 혼합하고, 압축성형을 통해 1 mm 두께의 시트를 제조하였고, 시트를 액체 질소에서 약 3분간 얼린 후 순간적으로 절단하여 파단면을 얻었다. 이를 인장시험기(Lloyd, UK)를 이용하여 40% 인장변형을 가한 후, 시편의 양쪽 면에 동판을 접착하여 고정시켰다(그림 1). 인장변형이 가해진 시편의 파단면을 FE-SEM(Hitachi, S-4300SE)을 이용하여 관찰하였다.

표-1. EEA/MWCNTs 고분자 나노 복합체 조성비.

구성요소	EEA	MWCNTs	첨가제	가교제
EEA-CNT0	98.2	0	1.3	0.5
EEA-CNT1	97.2	1	1.3	0.5
EEA-CNT3	95.2	3	1.3	0.5
EEA-CNT5	93.2	5	1.3	0.5
EEA-CNT10	88.2	10	1.3	0.5
EEA-CNT20	78.2	20	1.3	0.5

### 2. 실험

본 실험에서 사용된 고분자는 poly(ethylene-co-ethyl acrylate) (EEA, Dupont-Mitsui Polychemicals Co. Ltd) 이었고, CNT는 다중벽 구조의 형태인 MWCNT75 (NanoKarbon Co. Ltd, diameter: 30~60 nm, purity>95%)를 사용하였고, 첨가제로서 zinc stearate (Zn-St, Songwon industrial Co. Ltd), Mg(OH)<sub>2</sub> (Duksan pure chemical Co. Ltd), polyethylene glycol 400 (Daejung chemical & metal Co. Ltd), di-n-butyltin dilaurate (DBTL, 95%)를 첨가하였다. 가교제로는 dicumyl peroxide(DCP, 98%, Aldrich)를 사용하였다[3]. 고분자 나노복합체의 제조는 EEA와 CNT를 80℃의 오븐

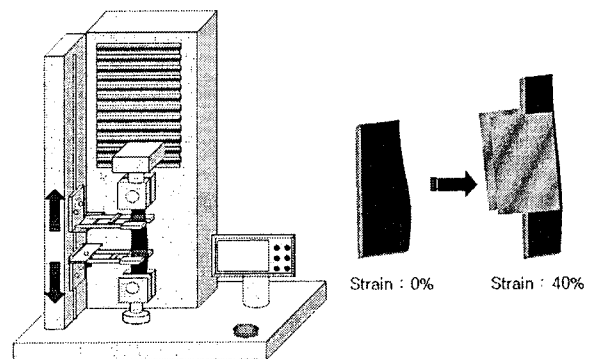


그림 1. 40% 인장 변형 시편 제조.

### 3. 결과 및 검토

그림 2는 인장변형이 되지 않은 경우 CNT의 함량에 따른 고분자 복합체 파단면을 50,000배의 배율로 관찰하였다. 전체적으로 CNT의 분산은 고르게 나타났다. CNT의 함량이 증가할수록 파단면 위에 드러나는 CNT도 많아짐을 확인할 수 있었으며, 대부분의 CNT가 파단면에 삽입되어 있는 상태로 존재하였다. 특히 EEA-CNT20의 경우 CNT의 함량이 많아 표면에서 관찰되어지는 CNT도 많음을 확인하였으며, 또한 CNT의 직경은 약 50~60nm로 관찰되었다.

그림 3은 CNT의 함량이 1, 5, 10wt%인 시편에 40%의 인장변형을 시킨 후 변화된 모폴로지를 10,000배, 50,000배의 배율로 관찰한 것이다. 인장변형을 가한 경우 CNT 함량이 증가할수록 CNT가 파단면 위로 더 많이 돌출하고 있다. 이러한 현상은 아직까지 보고된 바 없는 새로운 발견으로써 이렇게 EEA 표면 위로 CNT가 돌출하기 위해서는 고분자 매트릭스와 CNT 간의 접착강도가 크지 않기 때문인 것으로 생각된다.[5]

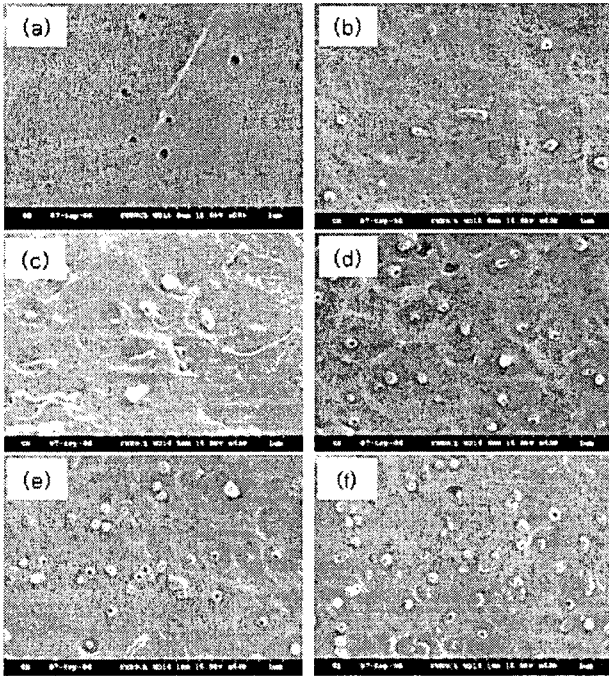


그림 2. CNT 함량에 따른 파단면 FE-SEM 사진( $\times 50,000$ ): (a) EEA-CNT0, (b) EEA-CNT1, (c) EEA-CNT3, (d) EEA-CNT5, (e) EEA-CNT10, and (f) EEA-CNT20.

### 4. 결론

본 연구에서는 CNT가 강화된 EEA고분자 매트릭스의 파단면 모폴로지에 대한 인장변형의 영향을 알아보았다. FE-SEM 분석 결과 대부분의 CNT는 파단면에 삽입되어 있는 상태로 존재하며, CNT 함량이 증가할수록 표면에서 관찰되는 CNT의 양도 많음을 확인하였다. 시편에 인장변형을 가한 경우 CNT가 EEA 표면 위로 돌출되는 현상을 발견하였으며, 이는 고분자 매트릭스와 CNT간의 접

착강도가 크지 않기 때문인 것으로 생각된다.

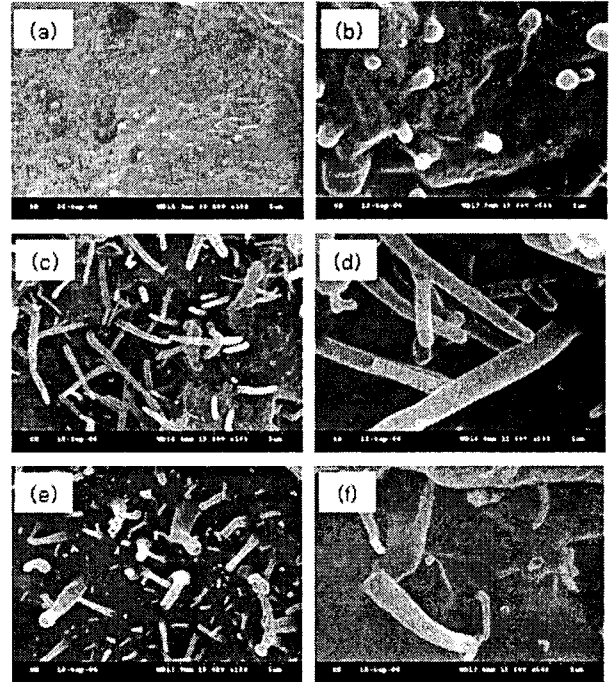


그림 3. 40% 인장변형 시편의 파단면 FE-SEM 사진: (a) EEA-CNT1 ( $\times 10,000$ ), (b) EEA-CNT1 ( $\times 50,000$ ), (c) EEA-CNT5 ( $\times 10,000$ ), (d) EEA-CNT5 ( $\times 50,000$ ), (e) EEA-CNT10( $\times 10,000$ ), (f) EEA-CNT10 ( $\times 50,000$ ).

### 감사의 글

본 연구는 산업자원부의 지원에 의하여 기초전력연구원 (R-2005-7-100)주관으로 수행된 과제임.

### 참고 문헌

- [1] S. Iijima, "Helical microtubules of graphitic carbon", *Nature*, Vol. 354, p. 56, 1991.
- [2] T. McNally, P. Pötschke, P. Halley, M. Murphy, D. Martin, S. E. J. Bell, G. P. Brennan, D. Bein, P. Lemoine, J. P. Quinn, "Polyethylene multiwalled carbon nanotube composite", *J. Polym. Sci.*, Vol. 46, p. 8222, 2005.
- [3] M. K. Choi, S. Y. Lee, "전력케이블 절연체(XLPE)의 설계 및 제조기술", *J. of KIEEME*, Vol. 13, No. 2, p. 6, 2000.
- [4] T. J. Yoo, "전력케이블의 절연재료", *Polym Sci & Tech*, Vol 9, No 5, p. 381, 1998.
- [5] A. N. Gent, "Engineering with Rubber", 2nd Ed., Hanser, New York, 1992.