

Nanofiller를 첨가한 에폭시 수지의 구조적 특성

이창공*, 이성갑*, 안병립**, 원우식**, 우형관**, 노현지*
 경상대학교*, 엔테크월드(주)**

Structural properties of the epoxy resin which adds the Nanofiller

Chang-Gong Lee*, Sung-Gap Lee*, Byeong-Lib Ahn**, Woo-Sik Won**, Hyoung-Gwan Woo**, Hyun-Ji Noh*
 Gyeong-Sang University*, Entechworld**

Abstract - To add Nanofiller in the epoxy which is used with the solid insulation material of existing and is a research which observes the improvement of the structural quality to produce the Nanocomposite. Montmorillonite uses with Nanofiller, MMT of the content expense (wt%) which is various and mixed an epoxide and produced sample. According to content of the sample result MMT according to respectively content expense to measure SEM photographing which is the possibility of knowing the minute structure of section with sample where is produced and the tensile strength will be able to observe the change of quality. MMT silicate layer uniformly more in the result and within epoxy matrix, being dispersed, will be able to observe.

1. 서 론

최근 많은 주목을 받고 있는 나노복합재료는 다른 종류의 마이크로 복합재료 등의 복합재료보다 물리적 화학적으로 상당히 우수한 특성을 나타낸다. 다시 말해 일반적인 고분자나 복합재료에 비해 나노복합재료는 기계적 강도[1], 이온 전도성[2,3], barrier 특성[4], 팽윤저항[5], 그리고 가스 투과도[6] 등 전반적인 물성 및 구조적 특성이 향상된다는 각종 연구 결과가 발표되고 있다[7-9]. 대표적인 예로, Toyota 연구진들은 약 5 wt%의 몬토릴로나이트(Montmorillonite, MMT)[10,11]를 nylon-6에 가해 합성한 나노복합재료와 nylon-6을 비교한 결과, 장력(tensile strength)은 68.6 MPa에서 97.2 MPa로, Modulus는 1.11 GPa에서 1.87 GPa로, 열변형 온도(Heat distortion temperature)는 65 °C에서 152 °C로 급격히 향상된다는 사실 등을 보고하고 있으며, 그 원인은 MMT의 실리케이트 층이 층층이 균일하게 고분자 매트릭스 내의 분산이 가능하고 실리케이트 층의 높은 종횡비(일반적으로 100~1000 범위)[12]가 크기 때문으로 인식되고 있다.

이러한 나노복합재료의 뛰어난 물리적 화학적 특성은 최근 고체절연 장치(SIS)로도 주목받고 있다. 기존의 기체절연장치(GIS)의 주재료인 SF₆는 오존층 파괴에 치명적인 영향을 끼친다고 잘 알려져 있는 상태이다. 이러한 환경파괴를 막기 위해 전력 기기 산업에 해당하는 여러 기업들은 현재 사용되고 있는 SF₆의 사용을 줄이고자 하는 방법으로 친환경 복합 절연 물질로 잘 알려진 나노복합재료 개발에 관심을 가지고 있다.

본 연구는 Nano 크기의 입자로 가공된 Nanofiller와 에폭시 수지를 혼합하여 열전도성, 내열성 및 기계적 특성을 크게 향상시킨 나노복합재료 제작을 목적으로 연구를 진행하였다. 실험 방법은 Bisphenol 계열인 액상형 에폭시에 가루 형태의 Nanofiller인 MMT를 다양한 첨가량(wt%)으로 첨가하여 나노복합재료를 제작하였다. 제작된 나노복합재료의 구조적 특성을 관찰하기 위해 단면의 미세구조, 인장강도, 열 중량분석 등의 특성을 관찰해 보았다.

2. 본 론

2.1 실험방법

먼저 Bisphenol 계열의 액상형 에폭시의 일정량과 그 양에 대한 3, 5, 7 wt%의 양으로 MMT를 첨가하였다. 혼합 시간의 차이에 대한 변화를 관찰하기 위해 무게를 혼합기에 1시간과 3시간의 변화를 두고 혼합시켰다. 이 때 연속적으로 교반시키면 혼합기 내에 열이 발생하여 혼합물에 영향을 끼칠 우려가 있어 15분씩 나누어서 교반시켰다. 혼합이 끝나고 난 후에 에폭시 내에 MMT의 고른 분산을 위해 혼합물에 초음파 분산을 가해 주었다. 초음파 분산 시간의 차이점을 관찰하기 위해 0, 10, 20, 30분으로 실험조건을 달리하여 혼합물의 상태를 관찰해보았다. 에폭시 내의 MMT는 뭉침 현상 없이 골고루 퍼져있었고 초음파 분산 후에는 흰 거품이 생겼지만 시간이 흐르면서 사라지는 모습을 관찰 할 수 있었다. 초음파 분산 후에 혼합물 내의 기포를 제거해 주기 위해 진공 오븐

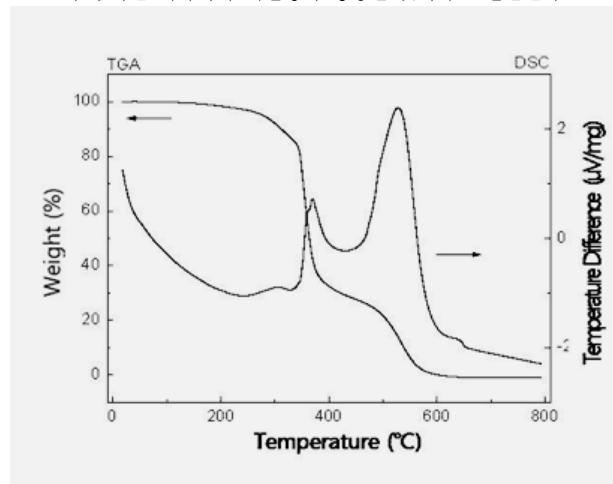
을 이용하여 200분 동안 -0.1MPa의 진공상태로 탈기포 처리를 해주었다. 탈기포 과정은 10분씩의 간격으로 진공을 가해주었다가 뿔다가 하는 과정을 반복하여 총 200분의 진공을 가하였다. 탈기포 처리 후의 혼합물을 시편으로 제작하기 위해 혼합물의 30 wt%에 해당하는 경화제를 첨가하여 무게를 혼합기로 1시간동안 혼합시켰다. 경화제는 액상형태의 경화제를 사용했다. 이 과정 역시도 위의 혼합과정과 마찬가지로 15분씩 나누어서 교반시켰다. 경화제 첨가 후에도 기포가 발생했다는 것이 관찰 되어, 탈기포 공정을 앞서 공정과 같이 동일한 조건으로 처리하였다. 탈기포 공정까지 진행된 혼합물은 시편 제작을 위해 테프론 몰드를 이용해 성형 및 경화를 시켰다. 경화 조건은 상온에서 3시간, 60°C에서 1시간 후 80°C에서 2시간 동안 경화를 시켰다. 처음의 MMT/에폭시 혼합물은 액상 형태였지만 경화 후의 혼합물은 단단한 형태의 모습으로 변화된 것을 관찰할 수 있었다. 그리고 MMT가 첨가된 나노복합재료와 순수 에폭시와의 특성 비교를 위해 순수 에폭시의 시편도 제작하였다.

2.2 구조적 특성 측정

제작된 나노복합재료의 시편으로 구조적 특성을 알아보기 위해 TG-DTA 분석과 SEM 촬영, 그리고 인장강도를 측정해보았다. TG-DTA는 순수 에폭시와 3시간동안 혼합하고 3 wt%, 5 wt%의 MMT가 첨가된 시편을 SDT Q600(TA, USA)을 사용하여 0~800도까지 일반 대기분위에서 분당 10도씩 상승시키며 측정했다. 미세구조는 3시간 혼합시킨 시편을 첨가량과 혼합방법에 따라 FESEM(XL30 S FEG, Philips, Netherland)를 이용하여 파단면을 관찰했다. 제작된 나노복합체의 인장강도 특성을 관찰하기 위하여 만능시편시험기를 이용하였다.

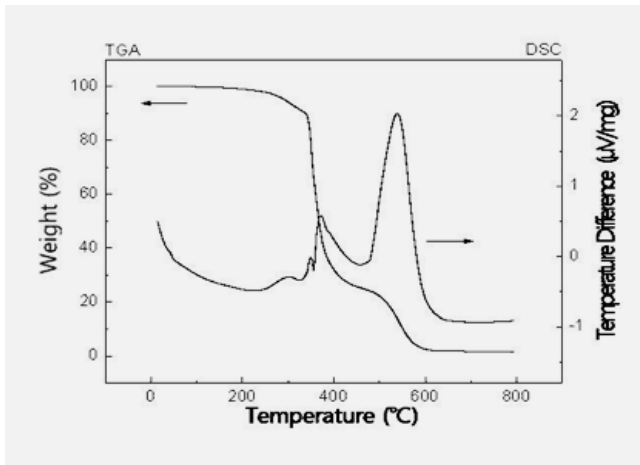
2.3 결과 및 고찰

그림 1은 순수 에폭시, 그림 2는 5 wt% MMT가 첨가된 나노복합재료의 TG-DTA 그래프이다. MMT 첨가량에 관계없이 200 °C까지는 변화가 없는 것을 관찰할 수 있다. 자세히 관찰되지는 않지만 순수 에폭시보다 5 wt%인 시편이 약 30도가량 높은 구간에서 질량이 감소하는 것을 관찰할 수 있다. 즉, 이 그래프에서 알 수 있듯이 순수 에폭시보다 MMT가 첨가된 에폭시의 내열성이 향상될 것이라고 판단된다.



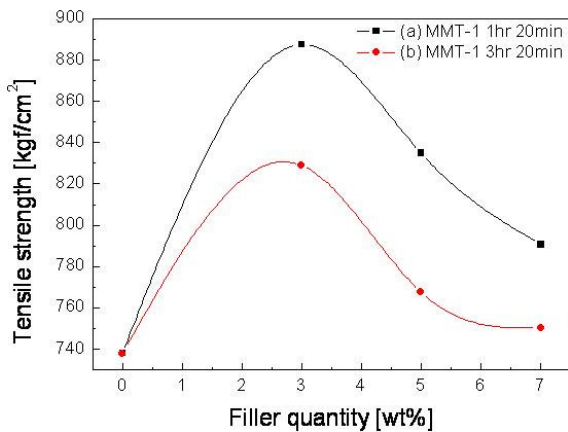
〈그림 1〉 순수 에폭시의 TG-DTA

그림 3은 MMT의 첨가량 변화와 혼합시간의 차이에 대한 그래프이다. 먼저, MMT의 첨가량의 차이에 대한 인장강도는 크게 변화하는 것을 관찰할 수 있다. 순수 에폭시보다 3 wt% 첨가시에 인장강도가 증가한 것을 볼 수 있지만 이후로는 점점 감소하는 것을 관찰할 수 있다.

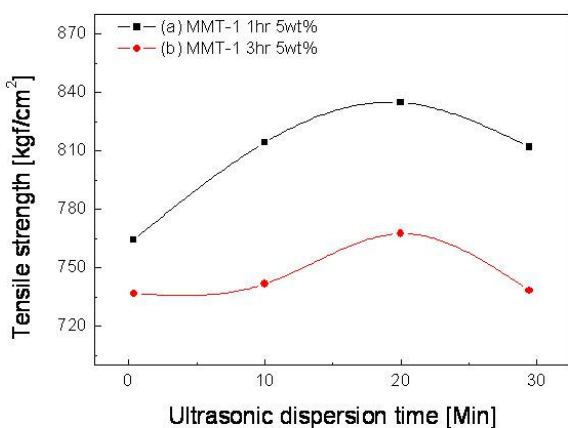


〈그림 2〉 5 wt% MMT 첨가된 에폭시의 TG-DTA

MMT 첨가량과 비례하며 인장강도가 증가할 것이라는 예상과는 달리 계속 증가하지는 않지만 첨가된 MMT가 크랙의 성장을 방해해 인장강도에 영향을 주어 순수 에폭시보다 인장강도가 높아짐을 알 수 있다. MMT/에폭시 3 wt% MMT 첨가 1시간 혼합시에 약 890 kgf/cm²로 최대 인장강도를 나타내었다.

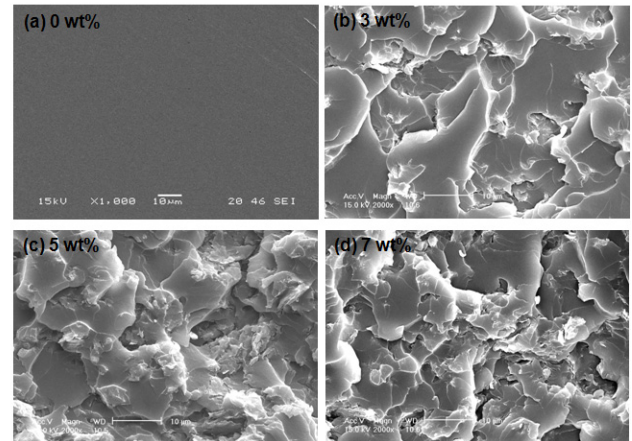


〈그림 3〉 Filler의 첨가량과 경화시간의 차이에 따른 인장강도의 변화



〈그림 4〉 초음파 분산 시간 차이에 따른 인장강도의 변화

그림 4는 MMT 첨가량 5 wt%의 초음파 분산 시간 차이에 대한 그래프이다. 분산시간이 증가하면서 인장강도가 증가함을 볼 수 있지만 20분 분산시에 약 840 kgf/cm²의 최대값을 보이고 이후로는 감소하는 것을 관찰할 수 있다. 두 그래프를 종합해보면 인장강도의 최대값을 기록한 MMT 3 wt% 첨가, 1시간 혼합, 20분의 초음파 분산을 가해줬을 때 에폭시 내의 Filler 분산이 가장 잘 이루어지는 최적의 조건이라고 판단할 수 있다.



〈그림 5〉 Filler의 첨가량에 따른 파단면의 미세구조

그림 5는 MMT 첨가량에 따른 에폭시 수지의 미세구조를 나타낸 사진이다. 그림 5 (a)의 순수 에폭시의 파단면을 보면 파단면이 아주 매끄러운 것을 관찰할 수 있다. MMT의 첨가량이 증가할수록 파괴시에 분산된 MMT로 인해 크랙의 성장이 방해받아 표면이 점점 거칠어지는 것이라고 생각된다.

3. 결 론

본 연구에서는 대표적인 고체 절연체인 에폭시와 Nanofiller MMT를 함량비와 혼합시간, 초음파 분산 시간을 달리해 여러 조건으로 나노복합재료를 제작하여 구조적 특성을 측정하였다. 열 중량분석의 결과인 TG-DTA의 그래프로부터 MMT의 함량이 증가됨에 따라 내열성이 증가하는 것을 관찰할 수 있었다. 인장강도 측정 결과 순수 에폭시보다 MMT를 첨가했을 때 측정값이 더 높게 나타남을 관찰할 수 있었다. 인장강도의 최대값을 보인 조건은 3 wt% MMT 첨가, 1시간 혼합 후에 20분간 초음파 분산을 실시한 조건일 때 나노복합재료의 인장강도 값이 최대값을 나타내었다. 이 조건은 에폭시 내에 첨가된 MMT의 분산이 가장 잘 이루어져 MMT/에폭시의 구조적 특성이 가장 좋은 조건임을 확인할 수 있었다. 파단면의 미세구조 관찰을 위한 SEM 촬영 결과 MMT의 첨가량이 증가할수록 파단면의 표면이 거칠어짐을 관찰할 수 있었고 에폭시 내에 분산되어있는 MMT가 시편의 파괴시 크랙 성장의 방해로 인한 것으로 판단된다.

[감사의 글]

This works were supported by (R-2007-2-205) of the development of NCIS from ETEP [Electric Power Industry Technology Evaluation & Planning].

[참 고 문 헌]

- [1] Y. Kojima, A. Usuki, A. Okada, M. Kawasaki, T. Kurauchi and O. Kumigaito, *J. Polym. Sci, Part A*: 31, 983, 1993
- [2] R. A. Vaia, S. Vasudevan, W. Krawiec, L. G. Scanlon and E. P. Giannelis, *Adv. Mater.*, 7, 154, 1995
- [3] J. Wu and M. M. Lerner, *Chem. Mater.*, 5, 835, 1993
- [4] P. B. Messersmith, and E. P. Giannelis, *J. Polym. Sci., Part A: Polym. Chem.*, 33, 1047, 1995
- [5] S. D. Burnside and E. P. Giannelis, *Chem Mater.*, 7, 1597, 1995
- [6] K. Yano, A. Usuki, T. Kurauchi, and O. J. Kamigaito, *J. Polym. Sci, Part A: Polym. Chem.* 31, 2493, 1993
- [7] A. Blumstein, *J. Polym. Sci, Part A*, 3, 2653, 1965
- [8] B. K. G. Theng, *Formation and Properties of Clay-Polymer Complexes*, Elsevier, New York, 1979
- [9] T. Lan, and T. J. Pinnavaia, *Chem. Mater.*, 6, 2216, 1994
- [10] A. Okada, M. Kawasumi, T. Kurauchi, and O. Kumigaito, *Polym. Paper*, 28, 447, 1987
- [11] Y. Kojima, A. Usuki, M. Kawasumi, A. Okada, T. Kurauchi, and O. Kumigaito, *J. Polym. Sci, Part A: Polym. Chem.*, 31, 983, 1993
- [12] E.P. Giannelis, *Adv. Mater.*, 8, 20, 1996
- [13] S. J. Park, T. J. Kim, and J. R. Lee, *J. Korean Ind. Eng. Chem.* 10, 1046, 1999