

에폭시 기반 나노복합재료의 고온부에서 트리잉현상

박재준, 조대령, 엄지용, 윤어욱, 백관현
 중부대학교 전기전자공학과, 두원공과대학

Treeing Phenomena to High Temperature for Epoxy Based Nanocomposites

Jae-Jun Park, Dae-Ryung Cho, Ji-Yong Um, Yo-Wook Yun, Kwan Hyun Baek
 Department of Electrical Electronic Engineering, Joongbu University, Doo Won College

Abstract - 물리적 분산기법으로 초음파와 균질기를 동시에 적용한 분산기법을 이용하여 에폭시 기반 층상나노실리케이트를 충전한 에폭시-나노복합재료 제조하였다. 유리전이온도 특성으로 무충진 에폭시수지와 층상실리케이트가 충전된 나노복합재료의 비교에서 9.2°C가 상승되는 결과를 얻었다. 고온부인 130°C 환경온도에서 장시간 트리잉 절연파괴특성에서 무충진에폭시 수지에 비하여 나노복합재료가 절연파괴시간이 13.39배 늦은 시간에 파괴되었고, 트리진전속도의 경우 나노복합재료가 13.9배 늦은 지연속도를 나타내었다.

1. 서론

에폭시수지는 중전기기 가령 스위칭기어, 전기회전기기, 몰드형 변압기, 몰드형 변성기등 절연재료로서 필수 불가결한 재료이다. 에폭시수지는 마이크로 사이즈입자 또는 유리섬유를 충전하여 중전기기 필수적인 특성을 위해 충전되어져 왔다. 고체절연스위치 기어는 몰드의 주요한 회로부분을 수행하고 그리고 기계적강도, 열적저항 그리고 절연 파괴강도의 우수한 특성을 실현하기위해 주형부분에 고밀도 실리카입자를 충전시킨다. 높은 퍼포먼스재료에 대한 계속적인 요구를 만족시키기 위해 최근의 연구가 고분자 나노복합재료에 집중하고 있다. 관련연구논문 및 보고서는 갈수록 급증되는 추이를 나타내고 있으며, 나노입자의 충전량을 볼 때 한자리의 함량으로도 여러 가지 동반 상승된 특성을 나타내고 있다. 또한 나노입자의 충전은 기계적, 전기적뿐만 아니라 열적특성의 향상을 가져오고 신뢰성의 평가로서 전기적 트리잉 평가의 경우 나노입자의 함량이 트리 역제에 큰 영향을 주고 있음을 알았다. 그리고 절연저항 및 절연파괴강도의 큰 향상을 가져왔다. 이러한 나노테크놀로지를 전기절연분야에 적용하게되면 중전기기의 무게가 가벼워지고, 소형화 콤팩트화되는 여러 가지 장점을 가질수 있음을 알 수 있었다. 나노복합재료의 특동반상승의 가장중요한 부분이 입자의 고분 분산이 성공과 실패를 가름하는 중요한 요소로서 작용함을 알 수 있었다. 본 연구에서는 에폭시수지에 층상실리케이트를 초음파와 균질기를 동시에 적용하여 분산된 복합재료를 이용하여 유리전이온도와 트리잉 절연파괴특성을 연구하였다.

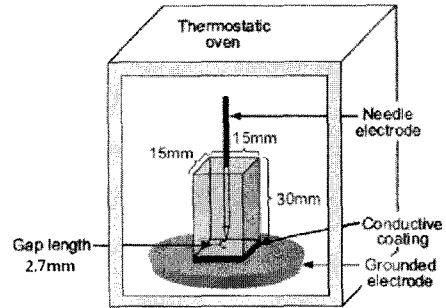
2. 나노복합재료 제조 및 실험장치

2.1 나노복합재료 제조

에폭시 기반 나노층상실리케이트를 5wt% 함량을 원심기법을 이용한 믹서에서 혼합 후 초음파와 균질기를 동시에 60분 동안 적용하였다. 충분히 분산된 나노 복합재료 혼합물을 몰드금형에 주입하여 충분히 기포를 제거하여 1차경화조건 130°C 2시간과 2차경화조건 150°C 24시간동안 경화 하였다.

2.2 트리잉 절연파괴

절연파괴시간은 실리콘오일이 채워진 챔버에 트리전극 장치에 일정온도가 유지되도록 자동 온도조절장치로부터 트리전극시스템 유증온도를 130°C로 일정하게 하였다. 전압은 교류1kV/s승압으로 15kV까지 인가 후 일정하게 인가하여 절연파괴에 이르는 시간을 측정하였다. 전극은 Rod지름이 1mm, 길이60mm, 30°의 Tip Angel 과 5µm의 Curvature radius 이 전극으로 사용되어졌다.

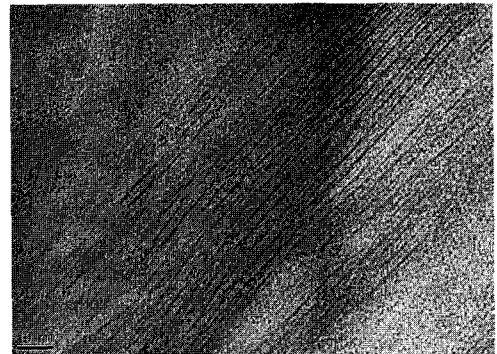


〈그림 1〉 침대평판전극 배치에 의한 트리장치

needle은 needle tip과 specimen bottom사이 갭 길이를 2.7mm로 설치하였다. 도전성 실버코팅은 시편하부평판부분에 도포하였고, 그 시편은 접지전극에 설치되었다. 측정결과는 4개의 시편이 동시에 측정되어진 결과를 나타내었다. Digital Microscope가 상세한 트리개시 및 진전과정 관찰에 이용되어졌고, 30초당 일정하게 트리진전영상을 포착하도록 설치하여 연구하였다.

3. 실험결과 및 검토

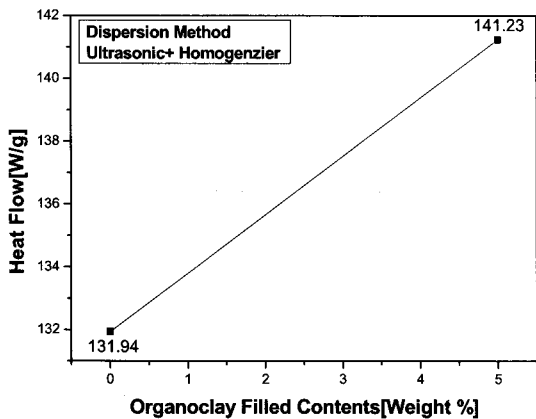
3.1 TEM



〈그림 2〉 에폭시-나노복합재료 TEM의 영상

그림2에서는 Epoxy/Organoclay_10A Nanocomposites 초음파와 균질기를 동시에 적용한 나노복합재료에 대한 모폴로지 특성으로 TEM의 영상을 나타내었다. X-RD를 통해서 볼 수 없는 것을 육안으로 볼 수 있는 훌륭한 기법이다. X-RD에서 측정된 d-spacing과 실제 TEM의 영상을 통해서 측정된 값과 거의 유사함을 알 수 있었다. 영상에서 볼 때 Dark Line은 나노미터의 두께에 대한 실리케이트 판상의 단면을 나타낸 것이다. 실리케이트 판상을 갖는 파우더가 원형 에폭시수지에 응집 없이 잘 분산된 경우로 볼 수가 있다. 강력초음파와 균질기를 60분 동안 적용된 나노복합재료 분산 결과 몇 개의 개개 sheet은 무질서한 반면, 다른 것 들은 나노 sheet사이 50Å~60Å정도 분리된 것으로 장부처럼 질서 있게 정렬되어져 있다.

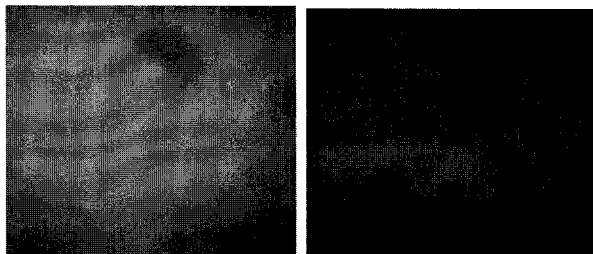
3.2 유리전이온도



〈그림 3〉 에폭시 무충진수지와 나노복합지트의 유리전이온도 비교

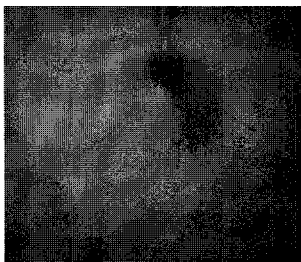
그림3에서는 에폭시에 충상실리케이트를 충전한 나노복합지트와 무충진 에폭시수지의 유리전이온도를 DSC를 통하여 측정하였다. 유리전이온도는 에폭시수지의 망상구조를 더욱 향상시키는 가교도의 지표로 생각 할 있다. 원형에폭시수지에 비하여 나노복합지트의 가교도는 더욱 크게 나타난 결과로 유리전이온도가 9.2℃ 상승된 결과를 나타내고 있다. 이는 고온부에서 트리밍과파 실험에 있어서 열적특성의 우수성을 나타낼 것이며, 상대적으로 절연과파능력의 우수성을 나타낼 수 있을 것이다.

3.3 트리밍 절연과파 특성



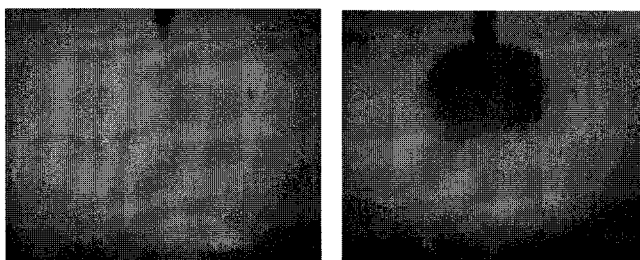
(a) 450분 후

(b) 1174.5분



(c) 파괴직전(1560분)

〈그림 4〉 에폭시-충상실리5.케이트 나노복합지트 트리진전 영상



(a) 초기트리게시:15KV인가직후

(b) 75분후 트리진전



(c) 파괴직전 116분

〈그림 5〉 원형에폭시수지의 트리진전과정

〈표 1〉 무충진에폭시수지 와 나노복합지트의 트리특성비교

130℃	초기트리 시간	트리진전속도	파괴시간
원형	인가 직후	0.023mm/min	116.5min
나노복합지트	15sec 후	0.0017mm/min	1560min

그림 4~5에서는 에폭시 나노복합지트와 원형에폭시수지의 트리밍과파 진전과정을 나타내었다. 인가전압 15kV를 초당1KV 인가하여 일정전압에 이르러 파괴에 이르게 하였다. 측정온도는 130℃에서 일정하게 온도를 제어하였고 트리침은 일본 오구라침을 사용하였다. 원형에폭시수지의 트리형상은 수초형의 트리형상을 갖고있으며, 트리체널이 조밀하지 못하고 체널밀도가 낮은 경우를 나타내고있다. 그러나 나노복합지트는 대체로 수초형타입으로 어느 한 쪽으로 체널의 진되는 경우로 볼수있는 이는 나노복합지트의 분산시 분산이 약하게된 경우 트리체널이 진전되기 어렵기 때문에 상대적으로 에폭시수지가 많이 존재하는 부분으로 진전된 경우로 볼 수 있다. 원형에폭시수지와 나노복합지트 트리거동에 대한 차이는 절연과파시간의 임팩트를 볼 수 있다. 그리고 평균 트리진전속도에서도 큰 차이를 볼수있다. 원형의 에폭시수지는 파괴시간이 116.5분이지만 나노복합지트는 1165분으로 13.39배 낮은 절연과파를 나타내었고 그리고 트리진전속도 역시 13.9배의 낮은 진전속도를 보이고있다. 고온에서 나노복합지트의 열적특성의 우수성을 트리진전과 파괴과제에서 알수있다.

4. 결 론

에폭시 기반 충상실리케이트를 초음파와 균질기동시에 적용하여 분산된 5wt% 나노복합지트를 제조하였다. 열적특성과 전기적특성인 트리밍과파를 실시하였다. 그 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 나노복합지트는 원형에폭시수지에 비하여 열적특성인 유리전이 온도가 크게 높아진 결과로 가교도의 높은 향상을 가져왔다.
2. 130℃온도 하에서 장시간 트리과파 측정결과 원형에폭시수지에 비하여 13.39 배의 향상과 트리진전속도는 13.9배의 낮은 진전을 알수있었다.

우리는 충전기기 절연재료로서 나노복합지트의 필요성을 실감할 수 있었고, 분산이야말로 가장 중요한 연구대상이며, 전반적인 물성향상을 위해서는 필수불가결한 해결 사항이라는 사실을 확인하였다.

〔참 고 문 헌〕

[1] Takahiro Imai, Fumio Sawa, Tamon Ozaki, Toshio Shimizu, Ryouichi Kido, Masahiro Kozako and Toshikatsu Tanaka, "Influence of Temperature on Mechanical and Insulation Properties of Epoxy-Layered Silicate Nanocomposite", *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation* Vol. 13, No. 1, pp 445-452, February 2006

[2] Takahiro Imai, Fumio Sawa, Tamon Ozaki, Toshio Shimizu, Ryouichi kido, Masahiro Kozako and Toshikatsu Tanaka, "Evaluation of Insulation Properties of Epoxy Resin with Nano-scale Silica Particles", *Proceedings of 2005 International Symposium on Electrical Insulating Materials*, June 5-9, 2005, Kitakyushu, Japan, pp 239-242