

Epoxy-SiO₂ Nanocomposites 충전함량 변화의 전기적 그리고 기계적 특성

박 재준, 이 동윤
전기전자공학과, 중부대학교

Electrical and Mechanical Characteristics for Filled Contents Variation of Epoxy-SiO₂ Nanocomposites

Jae-Jun Park, Dong-Yoon Lee
Department of Electrical Electronic Engineering Joongbu University

Abstract : 에폭시 매트릭스에 10±5nm SiO₂ 입자를 함량별 (1,3,5,7,9wt%)로 혼합하여 초음파 및 균질기를 이용한 분산을 실시하여 나노복합체를 제조하였다. 영림이 있는 나노입자를 물리적분산법을 이용하여 분산시킬 수 있었고, 그 결과 여러 특성을 연구하였다. 기계적 굴곡강도 특성은 나노입자 충전함량 증가에 따라 증가되는 경향을 나타내었고, 무충진 에폭시 수지에 비하여 상대적으로 높은 굴곡강도를 나타내었다. 나노입자의 충전함량 증가에 따라 절연파괴강도는 1wt%에서 가장 높은 절연파괴강도를 기록하였고 함량증가에 따라 약간 감소되는 경향을 보이고 있다. 이는 여러 연구자의 경향과 대체로 유사함을 알 수 있었다.

Key Words : Epoxy/SiO₂ Nanocomposites, Ultrasonic+Homogenizer Dispersion , Nanoparticles, Weibull Plots, Mechanical Flexural Strength

1. 서 론

콤팩트화 그리고 고도의 효율적인 전기기기를 갖기 위한 절연시스템에 대한 지속적인 요구로서 높은 전기적, 기계적, 열적스트레스를 받고 있다. 그리하여 강력한 전기적 절연특성, 양호한 기계적 특성, 높은 열전도특성을 갖는 절연재료가 중전기 절연시스템에서 더욱더 필요시 되고 있는 현실이다. Epoxy/SiO₂ 나노복합체는 전기적 절연 그리고 특히 고전계와 고온응용에서 철저히 연구되고 있으며 또한 하이브리드의 졸-겔법을 이용한 연구에서도 기계적 특성 그리고 열적특성의 향상과 더불어 코로나성 향상에도 크게 기여 하고 있다. 실리카에 비교하여 알루미늄이나 고분자재료의 절연특성을 향상 시키는 나노충진재로서 훨씬 더 사용되고 있으며 절연 특성 그리고 열전도 특성에 더욱더 좋은 결과를 가져오고 있는 실정이다. 이런 이유로 본 연구에서는 Power Ultrasonic Processor와 Homogenizer를 이용하여 12nm SiO₂ 나노입자를 동시에 분산을 위해 적용하였다. 분산된 나노복합체를 여러 가지 전기적, 기계적, 열적 특성을 연구하였다.

2. 실험

2.1 나노복합체 제조

에폭시수지에 Silicon Oxide, 10±5nm 입자 (N & A Materials, Inc)를 혼합하였다. 에폭시 수지의 점도를 낮게하기 위해 60℃에서 예열하였으며, Nano particles Powder를 중량 비 1, 3, 5, 7, 9 wt%의 비율로 혼합 후, Power Ultrasonic으로 1시간 동안 강력한 초음파와 균질기를 병행하여 인가하였다. 균질기의 속도는 6000rpm으로 하였고, 균질한 나노입자를 얻기위해 수냉방식으로 열처리를 실시하였다. 초음파 적용 후 1차 교반/탈포 과정으로 "Planetary Centrifugal Mixer"를 이용하여 교반과 탈포과정

으로 5분/2000rpm, 5분/2200rpm을 실시하여 양호한 에폭시 나노입자가 포함된 분산체를 얻을 수 있었다. 고압절연물에 사용될 Nanocomposites시편을 제작하기위해서 Epoxy Resins과 Hardener의 비율을 1:0.8로 혼합한 후 2차 교반/탈포 과정을 1차과정과 동일하게 적용되었다. 완전히 탈포된 혼합물의 점도가 크게 떨어진 상태에서 예열된 금형 (80℃)으로 혼합물을 주입하였다. 금형에 주입된 혼합물의 기포 제거를 위하여 3차 과정으로 진공 탈포 기에서 진공 탈포를 실시하였다. 진공오븐(1 torr)에서 몰드금형내의 기포를 충분히 제거한 후 고온 오븐에서 150℃× 2시간+150℃×3시간 동안 경화하였다. 경화된 Nanocomposites는 초음파 세척 후 건조하여 다음과정의 측정과정을 실시하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1 TEM

TEM 관찰을 위한 시편단면(cross-sectional specimen)이 Ultra microtomy으로 준비되었다. 탄소용지가 단일셀(single cell)로부터 제거되고 그리고 면도칼을 이용하여 약 1.5mm×3.0mm×0.2mm로 자르게 된다. 조그마한 조각들이 Epoxy Resins(YD-128)에 박혀있어 수 시간 동안 건조하였다. MEA의 조각이 실온에서 다이아몬드 칼을 이용하여 Ultra microtome(Leica ULTRACUT UCT)으로 얇게 자르게 된다. 샘플의 두께는 약 30~60nm이다. 잘라진 얇은 조각은 carbon micro-grid와 함께 일반적으로 3mm Cu mesh에 올려지게 된다. 이와 같이 잘려진 시편은 TEM 측정장치 (Model: Philips_F-20)에서 전계 가속전압 200kV으로 측정되어진다.

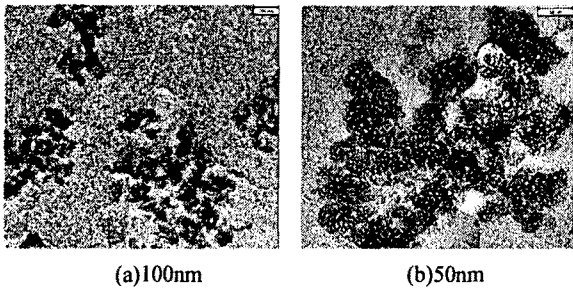


Fig 1. TEM Image of Epoxy/SiO₂ Nanocomposites with 5wt% of Filler Loading

그림1에서 나타낸 TEM영상에서 고분자매트릭스내 나노입자크기의 분산을 나타내고있으며, 그림1(a)는 100nm, (b)는 50nm의 배율로 촬영된 경우이다. 나노복합체는 초음파 분출을 통하여 분산되어졌다. 연속적으로 68%진폭을 갖는 750watt, 1kHz 주파수를 갖는 초음파로서 60분동안 지속적으로 적용하여, 강력한 뭉침현상을 제거할 수 있었고, 분출된 에너지로인한 용액의 온도는 약 100℃정도에서 제어할 수 있었다.

3.2 기계적 굴곡강도

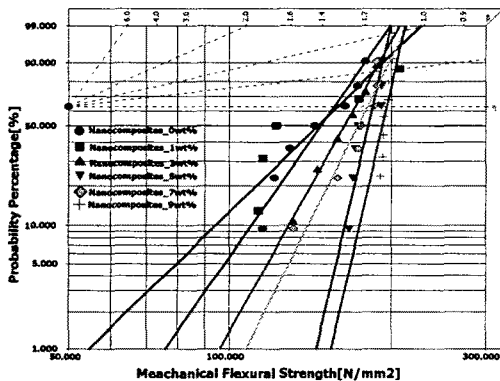


Fig 2. Weibull Plots on Mechanical Flexural Strength for Variation Filled Contents of Epoxy/SiO₂ Nanocomposites

그림 2에서는 에폭시/SiO₂ 나노복합체의 함량변화에 대한 기계적 굴곡강도를 측정하였다. 굴곡측정은 3-포인트 테스트로 5mm/min하중을 인가 하였으며 파괴에 이를 때까지 실시하였다. 그 결과 그림2에서 Weibull Plots를 통하여 통계적인 분석을 실시하였다. 형상파라미터(β)는 무충진에폭시 수지의 경우 6.34, 1wt%인 경우 4.3, 3wt%인 경우 7.9, 5wt%의 경우 19.14 그리고 7wt%인 경우 8.87, 9wt%는 19.34를 얻을 수 있었다. 대체로 함량의 증가에 따라 전반적으로 증가되는 경향을 나타내었다. Weibull plots에서 형상파라미터인 Fitted line의 기울기는 동질적인특성을 나타내고 있다. Fitted line의 기울기가 더욱더 크면 클수록 시편의 기계적굴곡강도에 대한 특성이 균질한 특성을 나타내고 있다. 함량변화에 대한 특성으로 5wt%,9wt%의 경우 유사한 기울기로서 균질특성을 나타내

고 있음을 알았다.

3.3 절연파괴강도

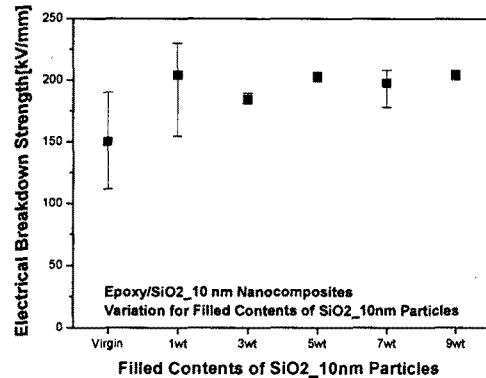


Fig 3. Electrical Breakdown Strength for Variation of Filled Contents of Epoxy/ SiO₂ Nanocomposites

그림3에서는 에폭시/SiO₂나노복합체 나노입자 함량증가에 따른 절연파괴 강도를 30℃에서 측정된 결과이다. 측정 전극은 구대평판형 전극배치로서 일정하게 1kV/s로 승압하여 파괴에 이를 때 까지 측정하였으며, 시편두께는 파괴정도를 고려하여 0.2mm로 제어하여 나노복합체를 제조하였다. 그 결과 무충진 에폭시 수지에비하여 충전함량 정도에 불구하고 상대적으로 높은 절연파괴강도를 나타내었다. 특히 1wt%에서 가장 높은 강도를 나타내었고 대체로 함량증가에 따라 약간의 감소를 보이고 있다.

4. 결론

본 연구에서는 에폭시/SiO₂ 나노복합체를 나노입자의 함량별 증가에 따라 Power Ultrasonic 와 Homogenizer을 동시에 적용하여 분산시켜 나노복합체를 제조 하였다. 결과 다음과같은 결과를 얻었다.

1. 기계적굴곡강도특성으로 원형에폭시수지에 비하여 높은 강도특성을 Weibull Plots,을 통하여 나타낼 수 있었다. 50% 굴곡파괴 강도의 확률은 0wt%에서 148.65, 1wt%에서 147.60이며, 3wt%에서는 163.8이다. 그리고 5wt%에서는 180.5, 7wt%에서는 173.7, 9wt%에서는 192를 나타내었다.
2. 전기적 절연파괴 강도로서는 전반적으로 충전함량증가에 대해서상대적으로 높은 절연파괴강도를 나타내었고, 1wt%의 경우 가장 높은 결과를 그리고 함량증가에 따라 대체적으로 약간 감소되는 결과를 나타내었다.

참고 문헌

1. X.F.Yao,D.Zhou,H.Y.Yeh, "Macro/microscopic fracture characterizations of SiO₂/Epoxy nanocomposites",Aerospace Sciences and Technology 12(2008)223-230