

디메틸아크릴아마이드 변성 폴리오가노실록산을 이용한 액상 실리콘 고무의 제조와 그 특성

강두환[†] · 이병철

고차구조형 유기산업재료 연구센터 및 단국대학교 고분자공학과
(2003년 10월 10일 접수, 2004년 2월 9일 채택)

Preparation and Characteristics of Liquid Silicone Rubber Using Polyorganosiloxane Modified with Dimethylacrylamide

Doo Whan Kang[†] and Byoung Chul Lee

Hyperstructured Organic Materials Research Center,

Department of Polymer Science & Engineering, Dankook University, Seoul 140-714, Korea

[†]e-mail : kdoowh@dankook.ac.kr

(Received October 10, 2003; accepted February 9, 2004)

초록 : 옥타메틸싸이클로테트라실록산과 1,3,5-트리메틸싸이클로트리실록산 및 1,3,5,7-테트라비닐-1,3,5,7-테트라메틸싸이클로테트라실록산을 테트라메틸암모늄 실록산을레이트 촉매 하에서 1,1,3,3-테트라메틸디실록산과 평형중합으로 이들을 공중합시켜 α,ω -하이드로겐 폴리(메틸-디메틸-메틸비닐)실록산 전구체를 제조하였다. 제조된 α,ω -하이드로겐 폴리(메틸-디메틸-메틸비닐)실록산 전구체에 디메틸아크릴아마이드를 백금촉매 작용 하에서 반응시켜 아크릴아마이드 변성 α,ω -하이드로겐 폴리(메틸-디메틸-메틸비닐)실록산 전구체(APMDMS)를 제조하였으며 여기에 금속산화물인 NiO, FeO를 배위결합시켜 금속산화물이 2차 결합으로 부가된 APMDMS-MO를 제조하였다. 제조된 화합물의 구조를 FT-IR과 $^1\text{H-NMR}$ 로 분석하여 확인하였다. α,ω -비닐 폴리디메틸실록산과 APMDMS-MO를 백금촉매 존재 하에서 컴파운딩시켜 금속산화물 함유 액상 실리콘 고무 복합체를 제조하였으며, 이 화합물을 이용하여 제조된 쉬이트의 열 전도도는 0.29 W/mK로 액상 실리콘 고무 복합체의 0.215 W/mK 보다 우수하였고 체적 저항은 $1.64 \times 10^5 \Omega \cdot \text{cm}$ 로 낮은 값을 나타내었다. 또한 디메틸아크릴아마이드 변성 액상 실리콘 고무 복합체의 기계적 및 열적특성은 UTM과 TGA로 측정하였다.

ABSTRACT : α,ω -Hydrogen polyorganosiloxane (HPMDMS) prepolymer was prepared from equilibrium polymerization of octamethylcyclotetrasiloxane, 1,3,5-trimethylcyclotrisiloxane, 1,3,5,7-tetravinyl-1,3,5,7-tetramethylcyclotetrasiloxane, and 1,1,3,3-tetramethyl disiloxane as an end-blocker in the presence of tetramethylammonium siloxanolate as a catalyst. Polyorganosiloxane modified with dimethylacrylamide (APMDMS) was prepared by hydrosilylation of HPMDMS with dimethylacrylamide in the presence of Pt catalyst, and followed by coordination of metal oxide (APMDMS-MO), such as NiO and FeO, to the amide moieties of the resulting polymer. The chemical structures of HPMDMS and APMDMS were confirmed by FT-IR and $^1\text{H-NMR}$ analysis. Liquid silicone rubber containing metal oxide composite (LSRMO) was prepared by compounding APMDMS-MO, α,ω -vinylpolydimethylsiloxane, and a catalyst in a high speed dissolver. The thermal conductivity of LSRMO composite was determined to be 0.29 W/mK, and the volume resistivity exhibited a lower value than that of LSR composite. The mechanical and thermal properties of LSRMO and LSR composite were measured by UTM and TGA.

Keywords : hydrosilylation, equilibrium polymerization, α,ω -hydrogen polyorganosiloxane.

1. 서론

최근 전기 · 전자 산업의 발전에 따라 반도체 소자의 소형화와 고집적화로 인해 회로 단위 면적 당 방출하는

열량의 증가는 칩의 온도를 상승시켜 회로의 신뢰도 및 수명이 떨어지는 문제점이 발생되고 있다. 또한 회로에서 방생하는 열을 효율적으로 방출시키지 못할 경우 방열을 위한 넓은 공간이 요구되므로 기기를 소형화 및 경량화

시키기가 어렵게 된다. 따라서 정밀회로를 보호하기 위해 높은 열전도도를 갖는 기판 및 패키지 재료를 사용하여야 할 필요가 제기됨에 따라 우수한 방열특성을 갖는 방열판에 대한 연구가 많이 이루어지고 있다.^{1,2} 특히 실리콘화합물은 높은 열전도성 및 전기절연성, 낮은 유전상수와 유전손실 등의 특성을 가지고 있어 반도체의 기판재료나 반도체 방열재 등과 같은 전자재료 제조원료로 그 사용이 날로 증대되고 있다.^{3,4} 대부분의 실리콘 고무는 실록산 결합의 실리콘 원자에 알킬기와 알켄일기가 결합된 화합물이나 내한성, 절연성 및 내유성을 향상시키기 위해 페닐, 트리플로로프로필 및 니트릴기들을 도입해 주며,^{5,8} 방열성이나 전자 차폐특성을 갖는 실리콘계 방열판을 제조하기 위해서 페라이트와 같은 각종 무기 및 금속 첨가제를 배합하여 사용되고 있다.^{9,10} Kim, Bullaufl 등은 실리콘 주사슬에 페닐기를 도입하여 열적 특성이 우수한 실리콘 고분자를 합성하여 그 특성을 발표하였고^{5,6} 또한 본 저자도 폴리플루오르오가노실록산을 이용한 액상 실리콘 고무를 제작하고 그 특성을 밝혀 보고한 바 있다.⁷ 그러나 실리콘 주사슬에 금속산화물을 2차 결합으로 도입하여 열전도 특성을 밝힌 연구는 시도되지 않았다. 따라서 본 연구에서는 각종 금속산화물을 2차 결합으로 폴리오가노실록산의 측쇄에 도입하여 열전도성이 우수한 액상 실리콘 고무 복합체 (LSRMO)를 제조하기 위해 디메틸아크릴아마이드가 도입된 α,ω -하이드로겐 폴리오가노실록산 (APMDMS) 전구체를 제조하고 각종 금속 산화물을 2차 결합으로 도입하여 APMDMS-MO를 제조하였다. α,ω -비닐 폴리디메틸실록산 (VPDMS)를 base 수지로 사용하고 APMDMS-MO를 가교제로 사용하여 열전도성이 우수한 LSRMO를 제조하고 그 특성을 측정하였다.

2. 실험

시약. 옥타메틸싸이클로테트라실록산 (D_4), 1,3,5-트리메틸싸이클로트리실록산 ($D_3^{Me,H}$) 및 1,3,5,7-테트라비닐-1,3,5,7-테트라메틸싸이클로테트라실록산 ($D_4^{Vi,Me}$)은 Aldrich 사 제품을 감압 중류하여 사용하였으며 1,1,3,3-테트라메틸디실록산은 Gelest사 특급시약을 구입하여 그대로 사용하였다. 디메틸아크릴아마이드 (DMA)는 Aldrich사 제품을, NiO, FeO는 Junsei사 제품을, 그리고 α,ω -비닐 폴리디메틸실록산 (VPDMS, 점도 : 60,000 mPa · s, 비닐 함량 : 0.03 mmol/g)은 Bayer사 제품 (VS-60)을 구입하여 그대로 사용하였으며 테트라메틸암모늄 실록산올레이트 (TMAS)는 Fluka 사 제품의 테트라메틸암모늄 하이드로옥사이드 (TMAH)를 구입하여 D_4 와 반응시켜 제조하여 사용하였다. 백금 측매는 Degussa 제의 PT-CS를 구입하여 그대로 사용하였다.

기타 용매는 Aldrich사의 일급시약을 구입한 다음 감압 중류하여 사용하였다.

α,ω -하이드로겐 폴리(메틸-디메틸-메틸비닐)실록산 (HPMDMS)의 합성. HPMDMS의 합성은 McGrath의 방법을 참조하여 제조하였다.¹¹ 이를테면, 교반기와 환류 냉각기, 질소유입구 및 온도계를 장착한 300 mL 3구 플라스틱에 감압 정제한 D_4 , $D_3^{Me,H}$ 및 1,1,3,3-테트라메틸디실록산을 각각 5 : 6.7 : 1의 몰비로 가하고 측매인 TMAS를 반응물에 대해 0.2 wt%로 가한 다음 90 °C, 질소기류 하에서 2시간 동안 반응시켜 폴리(메틸-디메틸)실록산 전구체를 제조하였다. 계속하여 $D_4^{Vi,Me}$ 를 반응생성물에 대해 1 mole비로 가한 후 동일한 조건 하에서 2시간 동안 더 반응시키고 120 °C로 승온시켜 측매인 TMAS를 탈 활성화시켰다. 고진공하에서 미반응물 및 싸이클릭 화합물들을 제거하여 점조상의 HPMDMS를 제조하였다 (수득율 : 65%).

디메틸아크릴아마이드 변성 HPMDMS-금속산화물 (APMDMS-MO) 컴플렉스의 제조. HPMDMS 27.6 g과 DMA 19.8 g 및 0.01 wt%의 백금 측매를 가한 후 90 °C에서 4시간 동안 반응시켰다. 반응이 완결된 후 생성된 반응생성물을 40 °C, 100 torr로 감압하여 미반응물을 제거하여 APMDMS를 제조하였다. 반응생성물에 FeO, NiO 및 FeO/NiO (1 : 1) 혼합물 20 g을 가한 후 상온에서 300 rpm으로 12시간 동안 교반하였다. 반응생성물을 톨루엔에 용해시킨 다음 원심분리기와 멤브레인 필터를 이용하여 미반응의 금속산화물을 제거하였다.

금속산화물 함유 액상 실리콘 고무 복합체 (LSRMO)의 제조. α,ω -비닐 폴리디메틸실록산 (VPDMS) 100 phr에 대하여 APMDMS-MO 15 phr와 백금측매 50 ppm을 Linden사제 (model : KI 10) 고속교반기에 넣고 130 °C, 400 rpm에서 2시간 동안 컴파운딩하여 점착성 LSRMO를 제조하였다.

기기 분석.

적외선 분광 분석 : 적외선 분광 분석은 Perkin Elmer Spectrum GX를 이용하여 Nujol 용액과 시료를 혼합한 후 KBr 디스크를 이용하여 측정하였다.

핵 자기 공명 분석 : $^1\text{H-NMR}$ 은 Varian사제 200 MHz EM-360을 사용하여 측정하였으며 시료는 기준물질인 트리메틸실란이 0.03% 함유된 CDCl_3 용액에 용해시켜 측정하였다.

열 중량분석 : TGA는 Mettler사의 TG 50를 사용하였다. 시료 6~8 mg을 Al_2O_3 팬에 넣고 질소기류 하 20~700 °C 범위에서 10 °C/min의 승온 속도로 측정하였다.

열 전도도 : 열 전도도의 측정은 Kyoto Electronics사의 QTM-500을 이용하여 thin film method로 측정하였다.

체적 저항 : 체적저항은 Hewlett-Packard사제 모델 4329A,

high resistance meter을 이용하여 500 V, 60 Hz의 직류전류 하에서 측정하였으며 시료는 2 mm 두께의 시험편을 사용하였다.

기계적 특성 : 기계적 특성은 Llyod사제 모델 LR10K 인 만능 인장 시험기를 이용하여 ASTM D 412의 아령형 3호로 시험편을 제작하여 측정하였다. 10 KN의 load cell 을 사용하여 폭 10, 길이 50 mm인 시편을 제작하여 시편 길이를 20 mm로 하여 분당 20 mm의 속도로 하여 탄성률, 인장강도 및 신장률을 측정하였다. 이때 동일 시료에 대해 10회 반복한 평균값을 나타내었다.

3. 결과 및 토론

HPMDMS의 합성. HPMDMS의 제조에서 각 반응물 D_4 , $D_3^{Me,H}$ 및 $D_4^{Me,Vi}$ 의 몰비에 따라 얻어진 공중합체 내에서 메틸비닐실록산, 디메틸실록산 및 메틸실록산 블록 unit의 함량을 NMR로 측정하고 그 결과를 Table 1에 요약하였다. 일반적으로 약염기인 TMAS 촉매가 각 스트레이인 이 더 큰 $D_3^{Me,H}$ 를 먼저 공격하여 메틸실록산 블록 unit가 먼저 생성되고 다음에 D_4 가 중합되어 디메틸실록산 블록 unit가 생성되는 것으로 판단되며¹² 계속하여 $D_4^{Me,Vi}$ 와 MS 를 가하고 반응시켜 메틸비닐실록산 블록 unit가 도입되며 말단에 수소기를 갖는 HPMDMS를 제조하였다. 또한, Table 1에서 보면 $D_3^{Me,H}$ 및 $D_4^{Me,Vi}$ 의 양을 증가시켜 반응시킬 경우 HPMDMS 공중합체 내에 메틸 및 메틸비닐실록산 블록 unit의 함량이 거의 비례적으로 증가되어 정량적으로 반응이 일어남을 확인할 수 있었다. 합성한 HPMDMS의 구조확인을 위하여 1H -NMR과 FT-IR을 측정하였으며 그 결과를 Figure 1에 나타내었다. 1H -NMR 측정 결과를 보면 Si-H에 기인한 피이크가 4.7 ppm, Si-CH=CH₂에 기인한 피이크는 5.74~6.01 ppm, Si-CH₃에 기인한 피이크가 0.4~0.19 ppm에서 나타났으며 또한 FT-IR 측정 결과 Si-H, Si-CH₃에 기인한 흡수 피이크가 각각 2150, 1250 cm⁻¹, Si-O-Si에 의한 흡수 피이크가 1020~1110 cm⁻¹, Si-CH=CH₂에 기인한 피이크는 3050, 1600, 1400

Table 1. Block Unit Contents in HPMDMS According to Reactant Mole Ratio

sample	reaction condition		content of block unit in HPMDMS (mole %)		
	reactants	mole ratio	DMS ^a	MS ^b	VMS ^c
HPMDMS-1	$D_4:D_3^{Me,H}$	5:6.7	88.4	11.6	
HPMDMS-2	$D_4:D_3^{Me,H}$	5:3.3	94.3	5.7	
HPMDMS-3	$D_4:D_3^{Me,H}:D_4^{Me,Vi}$	5:6.7:1	87.1	9.6	3.3

^a Dimethylsiloxane block unit. ^b Methylsiloxane block unit. ^c Methyl-vinylsiloxane block unit.

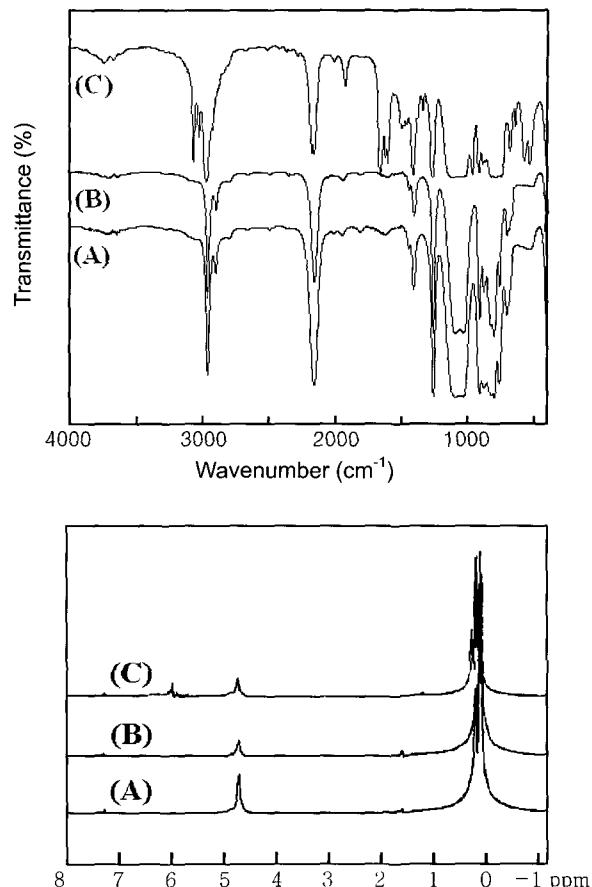
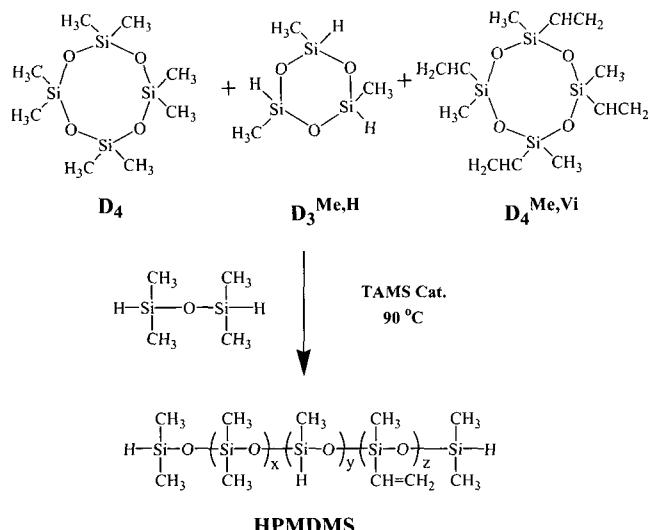


Figure 1. FT-IR and 1H -NMR spectra of HPMDMS. (A) HPMDMS-1, (B) HPMDMS-2, and (C) HPMDMS-3.

cm⁻¹에서 나타나는 것으로 보아 합성이 잘 되었음을 확인할 수 있었다. 이들의 제조에 대한 반응기구를 Scheme 1에 나타내었다.

금속산화물 함유 APMDMS-MO의 제조. HPMDMS 공중합체 내에서 하이드록시기가 함유된 메틸실록산 블록 unit과 DMA의 몰비를 1:1, 10 및 20으로 각각 변화시켜 취하고 백금촉매 존재 하에서 80~90 °C 조건으로 4시간 반응시켜 HPMDMS에 DMA가 결합된 HPMDMS-g-DMA (APMDMS)를 제조하였으며 반응에서 DMA의 몰비를 1:1 및 1:10으로 증가시켰을 때 메틸실록산 블록 unit에서 하이드록시기의 함량이 8.5 및 4.2 wt%로 감소되고 있는 것으로 보아 DMA가 거의 화학 양론적으로 첨가되고 있음을 확인할 수 있었다. 그러나 DMA의 몰비를 10에서 20으로 증가시켰을 경우 3.2 wt%로 큰 차이가 나타나지 않았다. 제조된 HPMDMS-g-DMA의 구조확인을 위하여 1H -NMR과 FT-IR을 측정하였으며 그 결과를 Figure 2에 나타내었다. Figure 2의 1H -NMR 측정 결과를 보면 Si-CH₃에 기인한 피이크가 0.4~0.19 ppm, Si-

$\text{CH}=\text{CH}_2$ 에 의한 피이크는 5.74~6.01 ppm 및 $-\text{N}(\text{CH}_3)_2$ 에 기인한 피이크는 2.93~3.0 ppm에서 나타났고, 또한 DMA의 함량을 증가시켜 얻은 화합물의 경우 4.7 ppm에



Scheme 1. Synthesis of α,ω -hydrogen poly(methyl-dimethyl-methylvinyl) siloxane (HPMDMS).

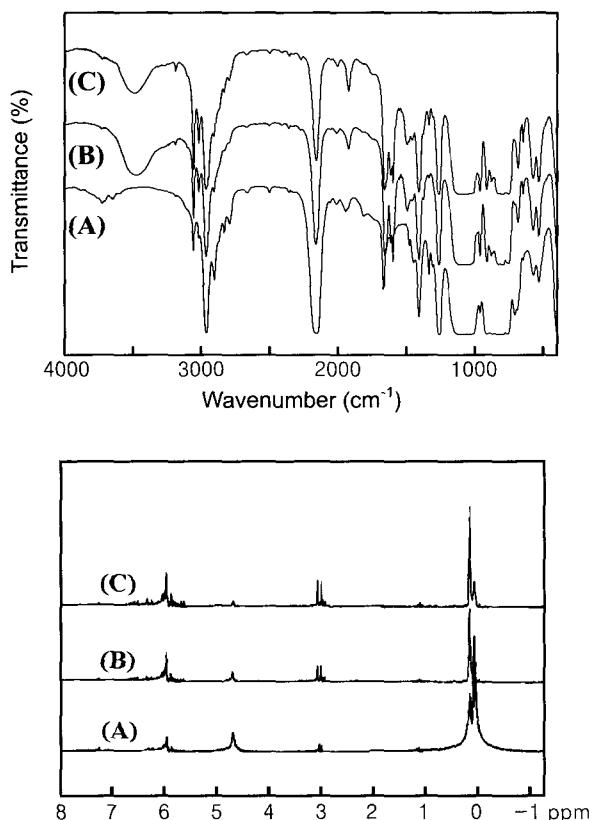
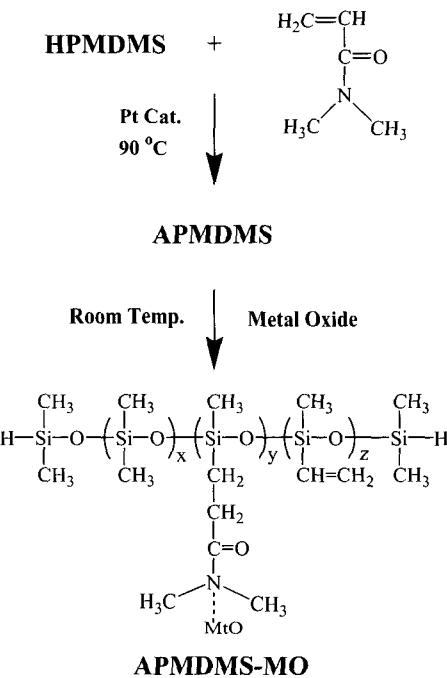


Figure 2. FT-IR and $^1\text{H-NMR}$ spectra of HPMDMS. (A) 1 : 1, (B) 1 : 10, and (C) 1 : 20 In mole ratio of HPMDMS-3 to DMA.

서 Si-H에 기인한 피이크가 점차 감소됨을 알 수 있었다. FT-IR 측정결과를 보면 Si-H, Si-CH₃에 기인한 흡수 피이크가 각각 2150, 1250 cm^{-1} 에서 나타났으며 Si-O-Si에 의한 흡수 피이크가 1020~1110 cm^{-1} , Si-CH=CH₂에 흡수 피이크가 3050, 1600 및 1400 cm^{-1} 에서 나타나는 것으로 보아 합성이 잘 되었음을 확인할 수 있었다. 이들의 반응기구를 Scheme 2에 나타내었다. 또한 메틸실록산 블록 unit에서 하이드록시기가 3.2 wt%를 함유하는 APMDMS에 금속산화물인 NiO와 FeO 및 이들을 1:1로 혼합하여 배위결합을 시켜 얻은 금속산화물 함유 APMDMS (APMDMS-MO)의 $^1\text{H-NMR}$ 과 FT-IR의 측정 결과도 APMDMS와 같은 흡수대에서 $^1\text{H-NMR}$ 과 FT-IR 흡수 피이크가 나타남을 확인하였다. 이들의 반응기구를 Scheme 2에 나타내었다. 앞서 제조한 HPMDS, APMDMS 및 APMDMS-MO의 용해도 특성을 측정하여 그 결과를 Table 2에 나타내었다. Table 2에 알 수 있는 바와 같이 이들 화합물은 극성 용매에는 용해가 잘 안 되었으며 모두



Scheme 2. Synthesis of dimethylacrylamide modified HPMDS-metal oxide (APMDMS-MO) complex.

Table 2. Solubility of HPMDS, APMDMS, and APMDMS-MO

	CHCl ₃	DMSO	acetone	THF	methanol	pyridine	NMP	toluene
HPMDMS	0	X	0	0	X	X	X	0
APMDMS	0	X	0	0	X	X	X	0
APMDMS-MO	0	X	0	0	X	X	X	0

비슷한 용해도 특성을 나타내었다. 또한 금속산화물 함유 액상 실리콘 고무 복합체 (LSRMO)의 제조는 α,ω -비닐 폴리디메틸실록산 (VPDMS) 100 phr에 대하여 제조되어진 APMDMS-MO 15 phr, 백금촉매 50 ppm을 첨가하여 제조하였다.

열 중량분석. TGA를 이용한 열 중량분석의 결과를 Figure 3 및 Figure 4에 나타내었다. Figure 3은 HPMDS-3 (A)와 DMA함유 비율에 따라 APMDMS-1 (1.1 mole%의 DMA-실록산 block unit 함유), -2(5.4 mole%), -3 (6.4 mole%)로 나타내고 이들의 온도증가에 따른 무게 잔존율을 측정한 것으로 75%의 무게 잔존율을 보일 때 각 물질의 분해온도로 하였으며 HPMDS-3의 경우 400 °C에서, APMDMS-1~3의 경우 300~340 °C에서 나타났다. 전체적인 경향은 실록산 주사슬에 도입된 DMA-실록산 블록 unit의 함량이 증가할수록 낮은 온도에서 분해가 되었다. Figure 4는 LSR 복합체 (A)와 APMDMS-1~3에 금속산화물을 결합시킨 화합물을 VPMDS와 컴파운딩하여

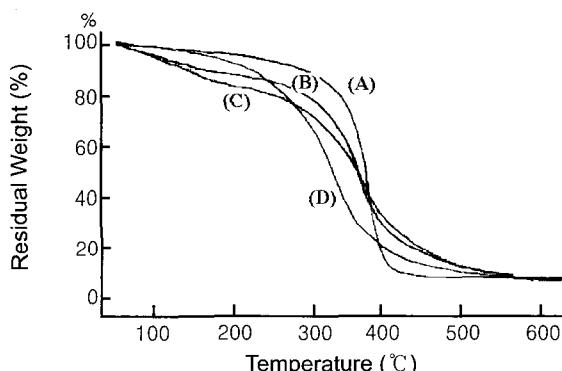


Figure 3. TGA curves of APMDMS. (A) HPMDS-3, (B) APMDMS-1, (C) APMDMS-2, and (D) APMDMS-3.

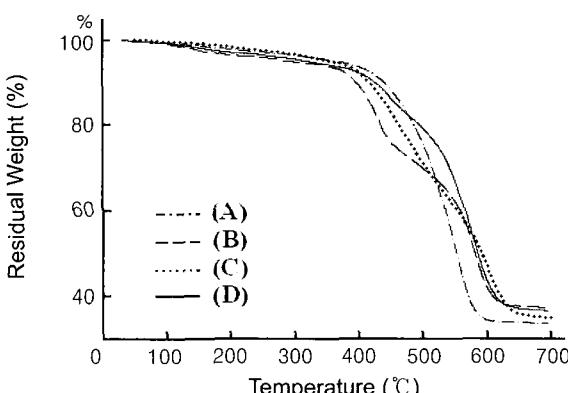


Figure 4. TGA curves of LSRMO. (A) LSR composite, (B) LSRMO(APMDMS-NiO), (C) LSRMO(APMDMS-(NiO/FeO = 1/1)), and (D) LSRMO(APMDMS-FeO).

얻은 화합물로 LSRMO-1~3 (B~D)의 무게 잔존율을 측정한 것으로 초기 분해온도는 LSR 복합체가 LSRMO보다 높은 온도에서 나타났으나 반면 무게 잔존율이 70% 이하에서는 LSRMO의 분해온도가 LSR 복합체보다 높은 온도에서 나타났는데 이는 LSR 복합체에 함유된 금속산화물에 기인한 것으로 생각된다.

열 전도도 및 체적 저항. 체적 저항을 측정하여 그 결과를 Figure 5에 나타내었다. NiO를 사용한 LSRMO의 경우 체적 저항은 $1.64 \times 10^5 \Omega \cdot \text{cm}$ 을 나타내었고 NiO/FeO (1 : 1) 및 FeO를 사용한 LSRMO의 경우 각각 1.71×10^5 , $1.84 \times 10^5 \Omega \cdot \text{cm}$ 을 나타내었으며 LSR 복합체의 경우 $4.77 \times 10^5 \Omega \cdot \text{cm}$ 의 결과를 나타내었다. ASTM M D2326에 의거하여 필름 박막법으로 열 전도도를 측정하고 그 결과를 Table 3에 나타내었다. LSR 복합체는 0.215 W/mK 를 나타내었고 금속산화물로 NiO를 사용한 LSRMO의 경우 0.290 W/mK 를 나타내었으며 NiO/FeO (1 : 1) 및 FeO를 사용한 LSRMO의 경우 각각 0.278 과 0.270 W/mK 의 열 전도도를 나타내어 NiO를 사용한 LSRMO이 가장 우수한 열 전도도를 나타내었다. 이것은 체적 저항과 열 전도도의 관계를 나타낸 것으로 시편내의 체적 저항이 낮을수록 전기적 흐름 특성이 우수할 뿐만 아니라 그에 따른 내부 열 전도가 잘 이루어짐을 알 수 있었다. 따라서 금속산화물을 이용하여 블랜딩시키는 기존 제조방법에 base 물질로 금속산화물을 배위결합시킨 유기실록산 고분자를 이용하면 더욱 우수한 열전도 특성을 나타낼 수 있을 것으로 사료된다.

기계적 특성. 만능 인장 시험기를 이용하여 LSRMO의

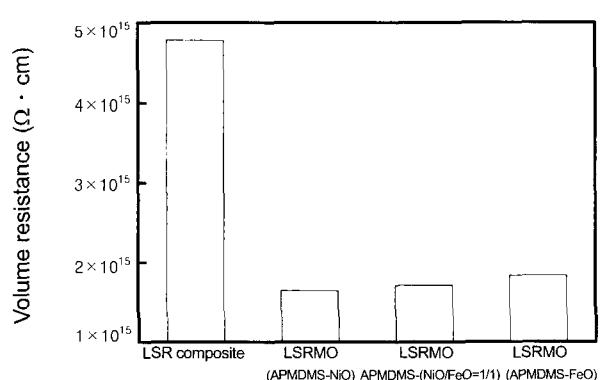


Figure 5. Volume resistivities of LSRMO.

Table 3. Thermal Conductivities of LSRMO

LSR composite (APMDMS-NiO)	LSRMO (APMDMS-(NiO/FeO=1/1))	LSRMO (APMDMS-FeO)	LSRMO
W/mK 0.215	0.290	0.278	0.270

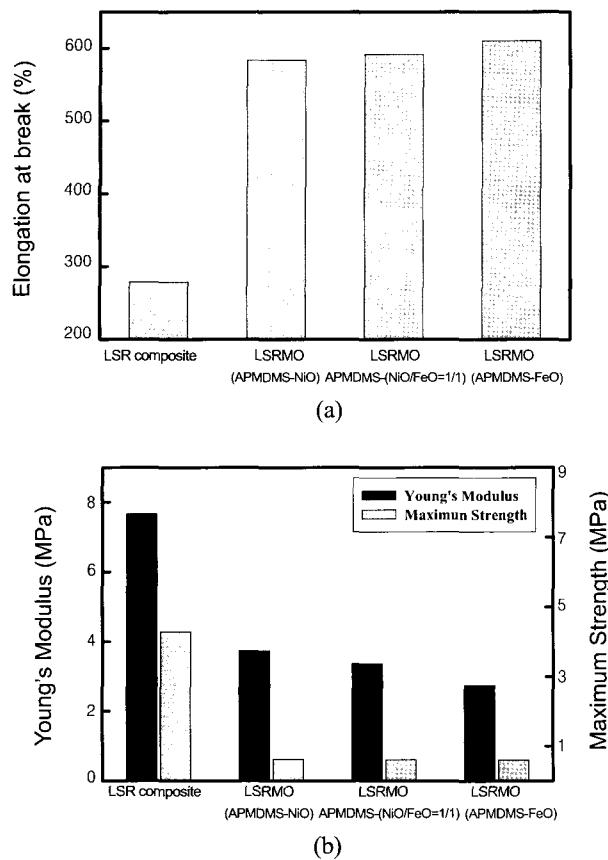


Figure 6. Mechanical properties of LSRMO.

기계적 물성을 측정하여 그 결과를 Figure 6에 나타내었다. Figure 6 (a)는 신장률을 측정한 결과로써 LSR 복합체의 경우 280%를 나타난 것에 비하여 APMDMS-MO로 제조한 LSRMO의 경우 580% 이상의 신장률을 나타내었으며 그중 APMDMS-FeO로 제조한 LSRMO이 610%의 가장 큰 신장률을 나타내었다. 또한 (b)에서 Young's 탄성률과 인장강도를 측정하여 그 결과를 나타낸 것으로 LSR 복합체의 경우 Young's 탄성률과 인장강도는 각각 7.7, 4.3 MPa을 나타낸 반면 APMDMS-MO로 제조한 LSRMO의 경우 2.8~3.7, 0.6 MPa의 결과를 나타내었다. 이는 주체인 실리콘 화합물의 측쇄에 유연한 DMA기가 도입되어 LSR 복합체보다 LSRMO가 유연하며 가공성도 우수할 것으로 사료된다.

4. 결론

HPMDMS와 DMA를 수소규소화반응시켜 APMDMS를 제조하였고 금속산화물을 배위결합시켜 APMDMS-MO 캠플렉스를 제조하였다. 이를 VPDM와 컴파운딩하여 LSRMO를 제조하였고 그 열적 및 기계적 특성을 측정하여 얻은 결론은 다음과 같다.

- 1) D_4 , $D_3^{Mc,H}$, $D_4^{Vi,Me}$ 및 1,1,3,3-테트라메틸디실록산을 TMAS 촉매하에서 평형중합시켜 HPMDMS를 제조하였다.
- 2) HPMDMS에 DMA를 백금 촉매하에서 수소규소화반응으로 APMDMS를 제조하였고 금속산화물을 배위결합시켜 APMDMS-MO 캠플렉스를 제조하였다.
- 3) VPDM과 APMDMS-MO를 백금 촉매 하에서 고속 교반기로 컴파운딩하여 LSRMO를 제조하였다.
- 4) NiO, FeO 및 NiO/FeO (1 : 1) 금속산화물을 함유한 LSRMO의 열 전도도는 각각 0.290, 0.270 및 0.278 W/mK로 LSR 복합체의 경우인 0.215 W/mK보다 우수하였다.
- 5) NiO, FeO 및 NiO/FeO (1 : 1) 금속산화물을 함유한 LSRMO의 기계적 특성은 신장률이 580~610%, 탄성률 및 인장강도는 2.8~3.7, 0.6 MPa로 LSR 복합체의 280%, 7.7, 4.3 MPa 경우 보다 유연하였다.

References

1. M. Zhu, and D. D. L. Chung, *Composites*, **22**, 219 (1991).
2. L. E. Nielsen, *Ind. Eng. Chem. Fundam.*, **13**, 17 (1974).
3. S. B. Han, Korea Patent, 072659 (1998).
4. H. Taniguchi, *Key Eng. Mat.*, **159**, 39 (1999).
5. H. H. Lee, H. T. Lee, and J. H. Kim, *J. Korean Ind. Eng. Chem.*, **7**, 633 (1996).
6. B. Momper, T. Wagner, U. Maschke, and M. Bullaufl, *Polym. Commun.*, **31**, 186 (1990).
7. D. W. Kang, K. S. Lee, and H. G. Yeo, *J. Ind. Eng. Chem.*, **13**, 594 (2002).
8. S. Kole, T. K. Chaki, A. K. Bhowmick, and D. K. Tripathy, *Polym. Degrad. Stab.*, **41**, 109 (1993).
9. Y. Kimio, Y. Moriyasu, and M. Katsutoshi, Japan Patent, 8325457 (1996).
10. K. P. Sau, D. Khastgir, and T. K. Chaki, *Die Angewandte Makromol. Chemie.*, **258**, 11 (1998).
11. J. E. McGrath, J. S. Riffle, L. Yilgor, and A. K. Banthia, in *ACS Symp. Ser.*, No. 211, Ch. 2 (1983).
12. A. R. Gilbert and S. W. Kantor, *J. Polymer Sci.*, **XL**, 35 (1959).