

균질기를 이용한 에폭시-층상 실리케이트 나노복합지트 분산 특성

이상극¹, 박재준^{2,a}

¹ 광운대학교 전기공학과

² 중부대학교 전기전자공학과

Dispersion Properties of Epoxy-layered Silicate Nanocomposites Using Homogenizer

Sang-Keuk Lee¹ and Jae-Jun Park^{2,a}

¹ Department of Electric Engineering, College of Electronics & Information Engineering, Kwangwoon University, Seoul 139-701, Korea

² Department of Electrical Electronic Engineering, Joongbu University, Geumsan 312-702, Korea

(Received December 24, 2012; Revised January 18, 2013; Accepted January 21, 2013)

Abstract: This paper presents a study on the dispersion effect of the X-Ray diffraction, glass transition and DMA properties of organic modifier clay/epoxy nanocomposites produced in a homogenizer. Several experiments were conducted including different types of dispersion condition with varying processing conditions such as homogenizer rotor speed and applied time of homogenizer. The effects of these variables on the dispersion properties of nanocomposites were then studied. In order to fully understand the experimental results, a X-ray diffraction, DSC and DMA were used to investigate the effect of above mentioned variables on microstructure and intercalation/exfoliation of organic modifier clay/epoxy nanocomposites. The results from this work could be used to determine the best processing condition to obtain appropriate levels of d-spacing, glass transition temperature and storage modulus in organic modifier clay/epoxy nanocomposites.

Keywords: Homogenizer, Epoxy-organic modifier clay nanocomposites, X-ray diffraction, Glass transition temperature, Dispersion condition, Intercalation/exfoliation

1. 서 론

유기적으로 변경된 몬모리로나이트 (montmorillonite) 와 함께 보강된 고분자 기반 나노 복합지트에 대한 관

심이 증가되는 것은 그들이 높은 탄성계수, 큰 표면적 그리고 높은 종횡비 (high aspect ratio)에 기인한 것이다. 이들 나노 복합지트들은 광범위한 분야 가령 우주항공, 코팅, 전자산업, 전력기기 절연 신소재 [1,2], 스포츠 용품, 그리고 자동차 산업 등의 응용 분야에 적용되기 때문이다. 그렇지만 나노 복합지트는 항상 종래에 비하여 향상된 재료 특성만을 주는 것은 아니다. 사실, 미약하게 분산된 나노 복합지트는 기계적 특성이 감소될 수 있고, 사용된 혼합기술에 의존될

a. Corresponding author; jjpark@joongbu.ac.kr

Copyright ©2013 KIEEME. All rights reserved.
This is an Open-Access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution Non-Commercial License (<http://creativecommons.org/licenses/by-nc/3.0>) which permits unrestricted non-commercial use, distribution, and reproduction in any medium, provided the original work is properly cited.

수 있으며 또한 나노 크레이가 보강된 콤포지트에서는 상분리된 마이크로 콤포지트, 삽입된 나노 콤포지트 그리고 박리된 나노 콤포지트 등의 여러 가지 형식을 취할 수 있다. 상분리된 마이크로 콤포지트, 입자들 사이 응집된 경우 불균질한 분산 특성을 갖게 되면 향상된 재료의 특성을 갖지 못한다 [3].

그리하여 고분자기반 층상 실리케이트 나노입자의 박리정도에 따라 물리적 특성 평가 시 가장 중요한 파라미터로 된 것이다 [4,5]. 혼합기술은 박리 정도에 중요한 역할을 하게 되고, 그리하여 많은 혼합 기술이 최근에 개발되어져 왔다. 즉, in-situ 삽입 중합법은 나일론-MMT (montmorillonite), 열가소성 기반 나노 콤포지트 재료에 처음 성공적으로 이용되어졌다. 삽입된 판상 사이로 고분자 수지를 침투시켜 나노 콤포지트를 합성하는데 사용되어졌다 [6]. 또 다른 기술들은 용융 삽입법 [7,8,11], 그리고 전통적 분산기법인 전단력을 이용한 초음파법, 압출기법 (extruder), three-roll mill, ball mill, 그리고 최근에 전기장 분산법이 사용되어졌다 [4,5,8-10].

혼합기술을 무시하고서 전체적으로 다층의 층상 구조를 갖는 나노실리케이트를 텍토이드 (tactoid)에서 분리하여 박리시키는 것을 매우 어려운 과제입니다 [12]. 이러한 분산의 경우 대체로 수지가 갖는 점도가 높고, 나노 실리케이트의 길이가 50~150 nm 정도의 길이를 갖고 [13,14], 판상 클레이의 응집력인 반데르발스 (vanderwaals)력이 강하기 [12] 때문에 부분적인 박리를 피할 수가 없게 된다. 이런 부분적인 박리를 피하고 박리를 형성시키기 위한 연구가 무엇보다도 중요한 것이다.

본 연구의 목적은 에폭시 기반 유기화된 층상 실리케이트 나노입자의 균질 분산을 위하여, 균질기를 이용하여 최적의 교반 속도, 교반 적용 시간을 얻기 위하여 연구하였다. 그리고 분산 정도의 평가는 XRD를 이용하여 평가하였으며, 제조된 에폭시 나노 콤포지트의 열 특성으로 DSC를 이용하였고, 그리고 기계적 특성 평가를 위하여 DMA를 이용하였다.

2. 실험 방법

2.1 재료

상업적인 DGEBA (diglycidyl ether of bisphenol A) 타입 에폭시 수지, YD-128 (Kukdo Chem. Co.)

이 사용되어졌다. 그 수지의 그램 당 량 (equivalent weight) 은 184~190이고, 점도는 25°C에서 11,500~13,500 cps이다. 경화제는 상품명으로 HN-2200 (Hitachi Chem Co.)인 Me-THPA (3-or4-methyl-1,2,3,6-tetrahy-drophthalicanhydride) 이 사용되었다. 그것은 충전기기 분야에 광범위하게 사용되어진 것이다. 경화 촉진제로서 BDMA (benzyl-dimethyl amine, Kukdo Chem. Co.)가 사용되었다. 층상 실리케이트 나노입자는 Cloisite 10 A (Southern Clay Products, Inc., USA)로서 다층 층상구조로 된 실리케이트이고, 그리고 천연 몬모릴로나이트 (montmorillonite)를 2MBHT (dimethyl-benzyl-hydrogenated tallow quaternary ammonium)로 변경시킨 일종의 4가 암모늄 염이다. 그것은 역시 진공 오븐에서 110°C×24시간 동안 건조시켜 데시케이터에서 저장하여 사용하였다.

2.2 나노 콤포지트 제조

원형 에폭시 수지에 층상 실리케이트 나노입자 (Cloisite 10 A)를 넣고 원심분리 분산기에서 혼합하여 교반 후 균질기를 이용하여 최적의 균질기 속도 및 적용시간을 얻기 위하여 4,000, 6,000, 10,000, 15,000 rpm으로 각각 분산시켰으며 적용 시간을 구하기 위하여 10, 20, 30, 60분 등 4가지 시간을 적용하였다. 분산된 혼합물에 경화제를 넣고 기계적인 교반을 실시 후 진공 상태에서 기포를 제거 후 금형에 주입하여 경화하였다. 경화 조건은 120°C×2시간+150°C×24시간 경화 후 샘플로 사용하였다. 원형 에폭시 및 나노 콤포지트의 제조공정 과정은 그림 1에 나타내었다.

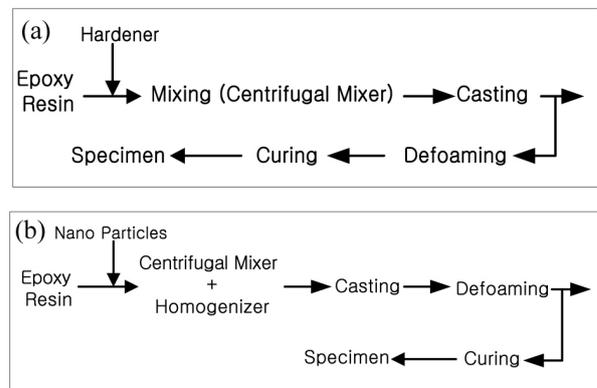


Fig. 1. Preparation procedure of nanocomposites. (a) an epoxy resin without nanofillers (base resin), (b) an epoxy resin with nanofillers (nanocomposites) using a homogenizer.

2.3 나노 콤포지트의 구조적 특성

현미경 관찰은 상 구조 및 결합의 공간적 분포에 관한 직접적인 정보를 얻을 수 있다. 실시간 내부 구조의 형성과 과정을 연구하기 위해서 회절 또는 산란 현상을 이용하고 있다. 다층 층상 실리케이트인 클레이 (clay)을 분석하기 위해 분말의 회절을 이용하고 있다. 회절을 이용하여 실리케이트 층에 수직방향으로 규칙적인 반복구조에 기인하는 (001) basal reflection의 피크 위치, 폭 그리고 세기를 얻을 수 있다. 실리케이트 층들 간의 간격은 bragg의 법칙을 이용하여 다음 식으로 구할 수 있다.

$$\sin\theta = \frac{n\lambda}{2d} \quad (1)$$

여기서 θ 는 회절각도, λ 는 X선의 파장, d 는 층간 거리, n 는 회절 차수 (order of diffraction)이다. 고분자 사슬에 의한 층간 삽입이나 박리현상이 일어나면 실리케이트 층간의 간격이 변화되는데, 층간 거리의 확장은 나노 콤포지트 재료가 성능의 향상을 가져올 수 있음을 의미한다. 층간 거리가 확장되면 위 식에서 회절각도는 저각으로 이동하게 된다.

그림 2에서는 여러 가지 유형의 나노복합체에 대한 X선 회절패턴을 도식적으로 보여주고 있다. 최종적으로 얻어지는 나노복합체의 구조에 관계없이 초기에는 클레이의 basal reflection를 공동적으로 관찰할 수 있다. 고분자와 유기화된 클레이가 서로 섞이지 않으면 (immiscible) 고분자와 클레이를 혼합한 후에도 그림 2(a)에서 보듯이 클레이의 basal reflection에는 전혀 변화가 없으나, 층간 삽입형 나노구조가 형성되면 회절피크의 위치 (각도)가 저각으로 이동하게 된다. 즉, 층간 거리는 증가하며 그림 2(b)와 같이 클레이의 삽입으로 나노구조의 규칙성 정도에 따라 2차 회절 피크도 나타날 수 있다. 반대로 삽입된 나노구조 층들의 쌓임 (stacking)이 무질서하면 그림 2(c)와 같이 피크의 뾰족 정도가 무디어지는 (broadening) 것과 세기가 감소하게 된다. 한편 고분자 사슬이 클레이 층간에 충분히 침투하여 박리형 나노 복합재료가 만들어지면, 그림 2(d)에서 보듯이 클레이 층에 의한 basal reflection을 나타내는 회절 피크는 궁극적으로 완전히 사라지게 된다. 또한 시간에 따른 X선 회절분석으로 고분자 나노 복합재료의 형성 과정을 실시간으로 관찰할 수 있게 된다. 고분자 나노 복합재료의 물성은

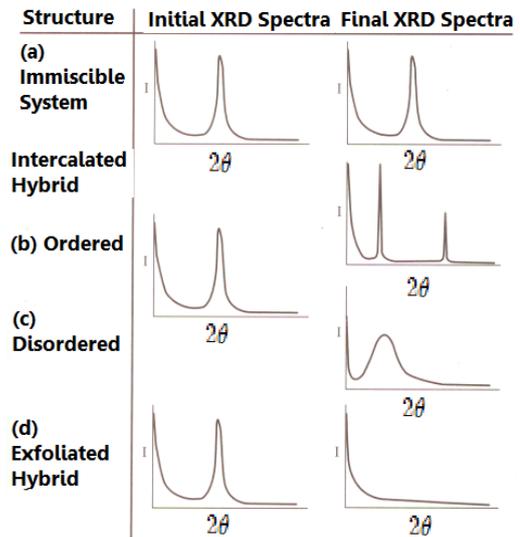


Fig. 2. X-ray diffraction pattern diagram for polymer nanocomposites [15].

고분자 매트릭스 내의 클레이나노 구조에 따라 크게 영향을 받으므로 박리형 나노구조의 형성여부를 확인하는 것이 매우 중요하다. 이런 관점에서 10° 이하 회절각도에서 실험을 하게 되는데, 특히 대부분의 나노 복합재료에서 클레이가 매우 소량 존재함으로 회절피크의 세기가 약하며 피크가 무디어지는 (broadening) 현상도 나타나게 된다. 따라서 회절패턴의 해석에는 신중을 기해야 한다. 즉, 회절패턴과 함께 현미경 관찰을 병행해야 오류를 줄일 수 있다.

3. 결과 및 고찰

3.1 XRD 분석

3.1.1 균질기의 교반 속도 특성

IKA(T25D)의 균질기를 이용하여 수 만 rpm으로 강한 회전력을 가진 모터에 의해 회전하는 회전자 (rotor)의 순간 속도 (tip speed)는 약 20 m/sec에 이르는데 이 속도에 의해 분산대상물이 엄청난 속도로 회전자 /고정자 (stator) 사이를 통과하게 된다. 이때 회전자와 고정자 사이의 간격 즉 회전자 /고정자 갭은 0.1 mm 정도로써 매우 작은 틈 (gap)을 이루는데 분산대상물이 강한 회전속도로 좁은 회전자/고정자 갭을 통

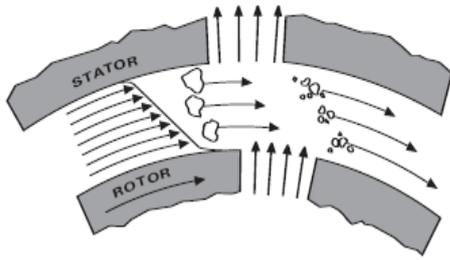


Fig. 3. Rotor/stator dispersion.

과할 때 엄청난 전단효과 (shearing effect)가 발생해 입자의 크기가 순간적으로 매우 작게 잘라지게 되어 마이크로적인 분산이 이루어지게 된다. 얻어진 분산체를 centrifugal 방법으로 교반과 탈포 과정을 걸쳐 최종의 분산체를 얻게 된다. 이 방법의 가장 큰 단점은 분산 후의 입자크기가 마이크로 수준에 이른다는 것이다. 즉 나노입자 수준에서 분산을 하고자 할 경우에는 이 방법이 적당하지 않다.

그림 3에는 균질기의 회전자/고정자 분산을 나타내었다. 그러나 나노입자의 균질한 분산을 위해 사용되었으며, 이에 대한 에폭시-나노 콤포지트에 적용 시 적용 시간과 적용하는 속도를 최적화하기 위해서 분산 처리를 통하여 XRD의 특성을 살펴보았다.

3.1.2 RPM 속도에 따른 XRD 특성

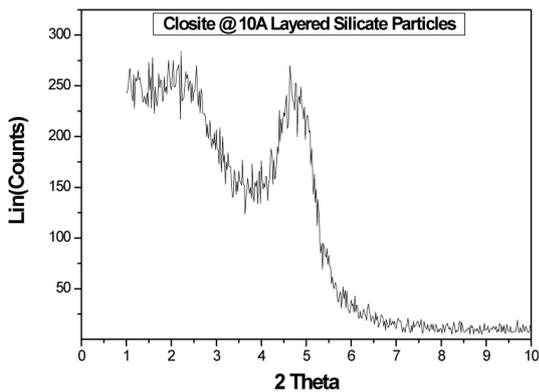


Fig. 4. XRD analysis for layered silicate nano particles of Closite@10 A.

그림 4에는 에폭시 매트릭스에서 충전될 층상 실리케이트 나노입자로서 분말로 측정된 XRD 결과를 나타내었다. Closites@10A는 CEC가 125로서 유기화제로서 2MBHT를 사용한 나노입자이다. Southern clay

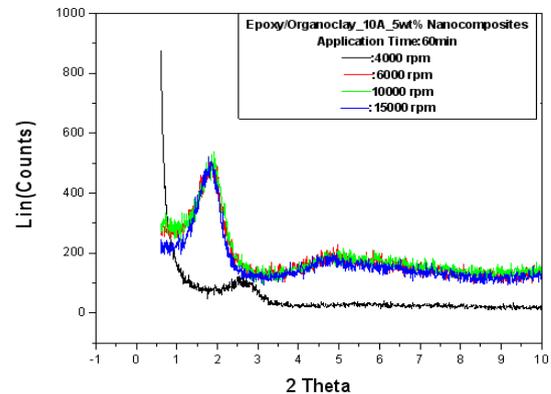


Fig. 5. XRD properties for homogenizer application velocity (rpm).

Table 1. XRD properties table for homogenizer application velocity (rpm).

X-Ray Diffraction	
Homogenizer Dispersion:	
Homogenizer Stirring Speed	
Epoxy/Organoclay_10 A Nanocomposites	
Filled Contents: 5 wt%	
Application Time: 60 min	
Curing Condition: 120°C×2 hr+150°C×24 hr	
Application Speed [rpm]	d-spacing [Å]
4,000	33.17
6,000	48.2
10,000	47.64
15,000	48.45

사에서 제공된 XRD 결과는 19.2 Å로 제공되었다. 그러나 자체적으로 측정된 결과는 세기가 100%인 2θ = 4.82°로서 d-spacing는 18.865 Å의 피크를 나타내었다. 제공된 자료와 약간의 차이는 있지만 거의 같은 정도로 판단된다.

그림 5와 표 1에는 에폭시-유기화된 층상 실리케이트 나노입자 (5 wt%)을 충전시킨 적용시간 60분 동안 각각의 교반 속도를 적용하여 분산 후 제조된 나노 콤포지트의 XRD 특성을 나타내었다. 교반 속도 6,000, 10,000, 15,000 rpm의 경우 d-spacing은 약간의 차이는 존재하지만 큰 차이는 나타나지 않았다. 그러나 원형의 나노입자에 비하여 29 Å이 저각 쪽으로 이동되었으며, 4,000 rpm의 경우는 층간 간격이 적게 벌어진 경우로 6,000 rpm 이상의 경우와 비교하여 볼 때 약 15 Å 층간 간격이 좁은 상태의 결과를 나타내었다. 이는 어느 일정속도를 가하였을 때 층상 나노

입자의 층간에 고분자 측쇄의 삽입이 더욱 이루어진 것으로 여겨진다. 그러나 이 균질기로 나노입자를 전적으로 박리화시키는 것은 어려운 것으로 사료되어 나노입자를 분산시키는 보조장치로 사용하기 위하여 본 연구를 진행한 것이다.

3.1.3 균질기 적용 시간 특성

현재의 연구에서 균질기의 교반적용 속도 (rpm)를 통하여 우리는 분산에 필요한 최적의 적용 속도를 6,000 rpm으로 평가하였다. 균질기의 교반 속도 적용시간에 최적의 분산 조건을 연구하기 위하여 유기화된 층상 실리케이트 5 wt%를 동일한 조건으로 하여, 적용 시간을 10, 20, 30, 60분 4가지의 시간으로 구분하였다. XRD 분석 결과를 그림 6과 7에 나타내었다.

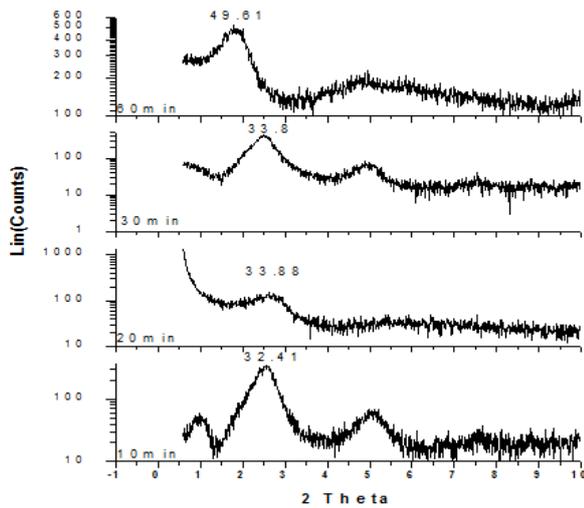


Fig. 6. XRD properties for homogenizer application time (stirring speed: 6,000 rpm).

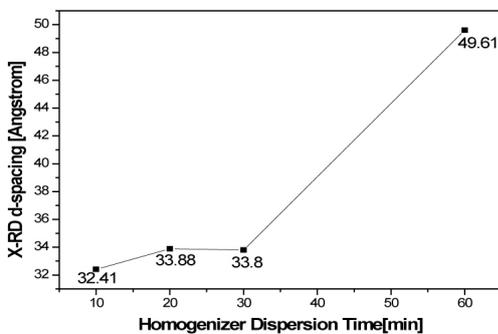


Fig. 7. The d-spacing properties for homogenizer application time.

시간의 변화에 대한 특성으로 30분까지는 Bragg's 방정식의 회절 피크 d_{001} 의 위치가 크게 변화되지 않았다. 즉, 10, 20, 30분의 경우 32.41, 33.88, 33.8 Å의 결과이다. 그러나 60분의 경우는 다른 XRD 패턴을 나타내고 있다. d_{001} 의 위치가 저각 쪽으로 이동되어 49.61 Å의 피크를 나타내었다. 그러나 d_{002} 의 위치는 변화되지 않았다. 30분의 경우에 비하여 d-spacing의 차이는 15.81 Å로 층간 사이 간격이 더욱 넓어지는 경우로서 고분자쇄가 층간 삽입량이 증가된 구조로 볼 수가 있다. Derrick Dean [14]는 에폭시-나노 콤포지트에 MMT 함량이 2, 4, 6 wt%로 증가함에 따라 XRD 피크가 고각으로 이동되고, 반대로 함량이 작아지면 오히려 저각으로 이동되는 경우를 상분리 영역에 기인되어 갤러리 사이의 공간이 증가한 결과로 basal spacing의 특성인 저각으로 이동된다. 원형 층상 실리케이트 나노입자인 Cloisite@10A 층간 거리는 18.865 Å이고, 001 회절에서 비교하면 60분의 경우는 30.76 Å이 증가되었다.

3.2 열적특성 (DSC)

3.2.1 균질기 교반 속도

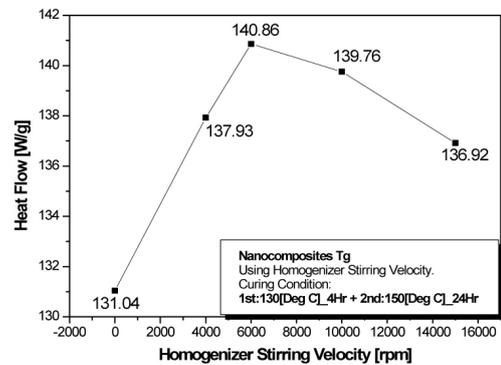


Fig. 8. Glass transition temperature properties for homogenizer stirring velocity (rpm).

그림 8에서는 60분 동안 분산기 교반 속도에 따른 유리전이온도 특성을 나타내고 있다. 분산기 교반 속도가 6,000 rpm까지 증가할 때는 유리전이온도의 증가를 가져왔으며, 그 이후 10,000 rpm, 15,000 rpm으로 증가할 때는 오히려 감소되는 결과를 얻었다.

이와 같은 속도가 크게 증가하면 유리전이온도가 낮아지는 이유에 대해서 T.Lan 외 연구자들은 에폭

시를 갖는 자유아민 (free amine)으로 부터 가지화된 고분자의 존재와 그리고 작은 분자 (small molecule)의 존재에 기인된 결과로 보고하였다. 더욱이 가지화된 고분자들이 시스템 내 있게 되면 유리전이 온도는 더욱 낮아지게 된다 [17]. Jinwei Wang 이외의 연구자 또한, 알킬암모늄 (alkylammonium) 이온들의 용해로부터 알킬아민 (alkylamine)이 에폭시 공중합 (homopolymerization)을 촉진시켜, 초음파 교반 시간이 길어진 동안 알킬아민 (alkylamine)이 에폭시와 함께 반응하여 알킬 체인인 가지와 함께 가교된 고분자 체인들을 형성된다. 가령 알킬 측쇄기 (alkyl side groups)가 spacer로 작용하여, 고분자 체인을 쉽게 이동하게 하는 결과로 자유체적을 만들어 결국 유리전이온도가 감소한 결과를 가져온 것이다. 또 다른 연구자는 알킬아민 (alkylamine)과 에폭시 사이의 반응으로 다소 미반응된 경화제 결과로 유리전이온도를 감소하게 한 것이다 [18].

3.2.2 균질기 적용 시간

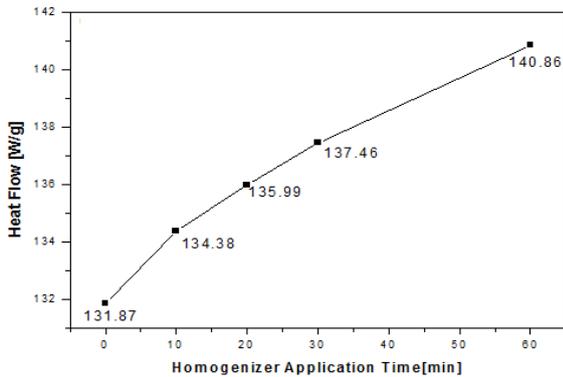


Fig. 9. Glass transition temperature properties for homogenizer application time.

그림 9에서는 균질기 교반 속도의 최적 상태가 6,000 rpm임을 그림 7의 XRD 특성을 통하여 알았고 그리고, 그 결과를 이용하여 균질기 적용 시간 변화에 대한 유리전이온도 특성을 나타내었다. 에폭시수지에 층상 실리케이트 나노입자 5 wt%을 충전하여 분산시킨 분산체를 120°C×2 hr+150°C×24 hr의 경화 조건으로 나노 콤포지트를 제조하여 DSC 측정 결과로부터 균질기 적용시간이 증가할수록 유리전이 온도가 증가된 결과를 얻었다. 원형 에폭시수지를 기준으로 할 때 60분 적용 시 유리전이온도는 8.99°C 향상되

었다. 분산을 위해 균질기 적용 시간 30분까지는 5.5 9°C 증가를 30분에서 60까지 30분 동안 3.4°C 증가를 가져왔다. 순수한 분산시간 10분에 비하여 60분 경우 6.48°C 향상된 결과이다. 이는 층상 실리케이트나노입자가 삽입으로 층간 간격이 벌어지는 intercalate되는 분산 결과로 볼 수가 있다. 그 결과에 대해서 완전한 박리는 일어나지 못하였지만 불충분한 삽입의 분산효과로 유리전이온도 향상은 고분자의 이동도를 나노입자가 제약하기 때문으로 사료되며 [16,19]. 그리고 고분자와 클레이 층간 사이 분자레벨에서 강력한 상호작용의 결과이다 [20]. 또한 에폭시-층상 실리케이트 나노 콤포지트가 원형 에폭시수지에 비하여 유리전이온도가 더욱 높은 경우는 에폭시 매트릭스 내 층상 실리케이트의 분산이 고르게 분산되어 고분자 세그먼트를 더욱 단단하게 함으로써 유리전이온도가 향상된 것이며 고분자체인의 완화이동도가 에폭시 층상 실리케이트 계면을 제약하기 때문인 것으로 사료된다 [21].

3.3 DMA 특성

3.3.1 균질기 속도

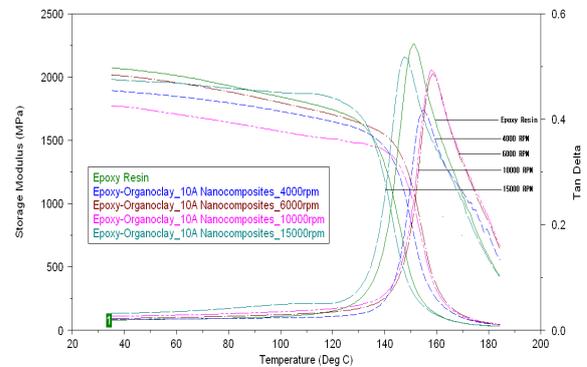


Fig. 10. DMA properties for homogenizer stirring velocity.

Table 2. DMA properties table for homogenizer stirring velocity.

Stirring Velocity [rpm]	Storage Modulus(MPa)		Tanδ	
	40°C (Glassy)	150°C (Rubbery)	Peak Value(T _g)	Loss Magnitude
Epoxy Resin	2,063	633.5	151.26	0.5422
4,000	1,885	882.3	154.72	0.4162
6,000	2,008	1186	158.73	0.4856
10,000	1,765	1090	158.00	0.4929
15,000	1,975	331.9	147.62	0.5187

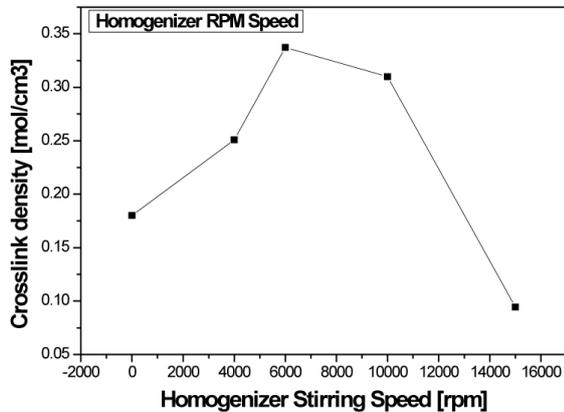


Fig. 11. Crosslink density for homogenizer stirring velocity.

그림 10과 표 2에서는 균질기를 이용하여 층상 실리케이트 나노입자의 균질한 분산을 목적으로 균질기의 회전 속도에 대한 DMA 특성을 나타내었다. 균질기 적용 시간을 60분으로 일정하게 적용하였다. 유리 상태 (glassy state; 40°C)의 저장 탄성계수 (storage modulus) 값은 원형 에폭시수지에 비하여 4,000, 6,000, 10,000 회전 속도에서 나노 콤포지트가 더욱더 딱딱함을 알 수 있었다. 그러나 고온부인 고무상태 (rubbery state; 150°C)의 경우 6,000 rpm에서 원형 에폭시에 비하여 110% 향상된 결과를 얻었다. 그러나 15,000 rpm에서는 상대적으로 낮은 탄성계수 값을 얻었다.

그림 11에서는 균질기의 교반 속도에 대한 가교밀도의 특성을 나타내었다. 원형 에폭시수지에 비하여 에폭시 나노 콤포지트에 대한 균질기 교반 속도의 가교밀도 특성 결과로부터 XRD, DSC, 그리고 DAM 특성 모두 6,000 rpm에서 가장 높은 결과를 얻었다. 균질기 교반 속도인 15,000 rpm에서 가교 밀도가 원형에 비하여 낮은 결과를 얻었다. 이는 지나친 고속회전은 분산된 입자의 재응집을 가져와서 유리전이온도의 감소와 가교 밀도의 저하를 가져오게 된 것이다. 그 결과 응집된 부분이 약점으로 작용하여 이동도가 강해지고 결국은 계면의 약화로 DMA 특성의 저하를 가져온 것이다. 반대로 6,000 rpm의 경우 분산이 가장 양호한 분산으로 박리를 가져오지 못하고 층상삽입과 무질서도가 증가되는 경우 분산 상태 이동도의 감소와 계면의 강화로 인하여 가교 밀도의 향상을 가져오게 된 것이다.

4. 결론

본 연구에서는 균질기를 에폭시 기반 층상 실리케이트 나노입자를 분산하는데 보조적인 장치로 이용할 경우 균질기의 교반 속도와 인가적용 시간의 최적 상태를 얻기 위하여 충전함량을 5 wt%로 일정하게 충전한 상태에서 교반적용 속도를 4,000, 6,000, 10,000, 15,000 rpm으로 하였으며, 인가 시간을 10, 20, 30, 60 분으로 각각 적용하여 분산시킨 액상의 나노 분산체를 얻었다. 그 분산체를 경화시켜 나노 콤포지트로 제조하여 분산 정도를 평가하기 위하여 XRD, DSC, DMA의 특성을 연구하였다. 그 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 구조적 특성 (X-ray diffraction 특성)

균질기의 교반 속도(rpm)를 증가함으로 층상 실리케이트 나노입자의 층간 사이 간격이 증가된 결과를 얻었다. 층상 실리케이트 원형 파우더의 XRD (18.86 Å)의 d-spacing 보다 6,000 rpm 이상에서 약 48 Å의 결과로서 29.2 Å이 향상된 결과를 얻었다. 이는 에폭시 분자들이 층간 사이로 삽입되어 에폭시 나노 콤포지트의 특성을 가져오게 된다. 또한 적용 시간의 결과로써 원형 파우더에 비하여 60분 적용 시 층간 사이로 에폭시 수지의 삽입이 가장 높게 이루어진 즉, 층간 거리가 많이 벌어지는 결과를 가져왔으며 그 변화량은 17.2 Å 저각으로 이동되는 결과를 얻었다.

2. 열적 특성 (DSC: 유리전이온도 특성)

균질기의 교반 속도 및 적용 시간의 열적 특성의 결과로써, 60분 동안 균질기의 교반 속도 (4,000, 6,000, 10,000, 15,000 rpm)에 대한 유리전이온도는 6,000 rpm에서 가장 높은 유리전이온도를 얻었으며, 적용 시간에 대해서는 6,000 rpm으로 10, 20, 30, 60 분 적용 시 유리전이온도는 적용 시간에 대해서 증가하여 60분 적용 시 가장 높은 유리전이 온도를 얻을 수 있었다. 원형 에폭시수지의 경우보다 8.99°C의 향상을 가져왔다.

3. 동적 기계적 특성 (DMA 특성)

상기의 경우와 마찬가지로 균질기의 교반 속도 및 적용 시간의 분산 특성에서 상온으로부터 180°C까지

온도를 증가하면서 1 Hz 주파수의 동적 기계적 점탄성 특성 결과로써 다음과 같은 결론을 얻었다.

6,000 rpm의 교반 속도에서 고무상태인 150°C에서 탄성계수를 측정할 결과 가장 높은 탄성계수를 얻을 수 있었으며, $\tan\delta$ 피크 발생의 경우 역시 6,000 rpm에서 가장 높은 온도 피크를 얻었다. 이는 에폭시수지 내 충상 실리케이트 나노입자의 분산에 의하여 층간 삽입이 크게 이루어진 나노 콤포지트가 열적 특성에 높은 결과를 얻게 된 것이다.

REFERENCES

- [1] R. Sarathi, R. K. Sahu, and P. Rajeshkumar, *Mater. Sci. Eng.*, **A445**, 567 (2007).
- [2] N. Hayakawa, H. Maeda, S. Chigusa, and H. Okubo, *Cryogenics*, **40**, 167 (2000).
- [3] B. Jo, S. Park, and D. Kim, *Construct. Building Mater.*, **22**, 14 (2008).
- [4] A. Yasmin, J. L. Abot, and I. M. Daniel, *Scr. Mater.*, **49**, 81 (2003).
- [5] A. Yasmin, J. J. Luo, and I. M. Daniel, *Compos. Sci. Technol.*, **66**, 1182 (2006).
- [6] D. C. Lee and L. W. Jang, *J. Appl. Polym. Sci.*, **68**, 1997 (1998).
- [7] H. R. Dennis, D. Hunter, D. Chang, S. Kim, and D. R. Paul, *Polymer*, **42**, 9513 (2001).
- [8] R. A. Vaia, K. D. Jant, E. J. Kramer, E. P. Giannelis, *Chem. Mater.*, **8**, 2628 (1996).
- [9] J. J. Park and J. Y. Lee, *IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul.*, **17**, 1516 (2010).
- [10] J. J. Park, C. H. Lee, J. Y. Lee, and H. D. Kim, *IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul.*, **18**, 667 (2011).
- [11] S. D. Burnside and E. P. Giannelis, *Chem. Mater.*, **7**, 1597 (1995).
- [12] J. H. Park and S. Jana, *Macromolecules*, **36**, 2758 (2003).
- [13] F. Hussain, M. Hojjati, M. Okamoto, and R. E. Gorga, *J. Compos. Mater.*, **40**, 1511 (2006).
- [14] C. L. Wu, M. Q. Zhang, M. Z. Rong, and K. Friedrich, *Compos. Sci. Technol.*, **62**, 1327 (2002).
- [15] I. J. Chin, *Nanomaterials* (Daeyoungsa, Seoul, 2005) p. 502~506.
- [16] D. Dean, A. M. Obore, S. Richmond, and E. Nyairo, *Compos. Sci. Technol.*, **66**, 2135 (2006).
- [17] T. Lan and T. J. Pinnavaia, *Chem. Mater.*, **6**, 2216 (1994).
- [18] J. Wang and S. Qin, *Mater. Lett.*, **61**, 4222 (2007).
- [19] T. Imai, Y. Hirano, H. Hirai, S. Kojima, and T. Shimizu, *Conf. Rec. IEEE ISEI*, 379 (2002).
- [20] L. Y. Lin, J. H. Lee, C. E. Hong, G. H. Yoo, and S. G. Advani, *Compos. Sci. Technol.*, **66**, 2116 (2006).
- [21] J. M. Brown, D. Curlss, and R. A. Vaia, *Chem. Mater.*, **12**, 3376 (2000).