

### 에폭시 수지 계의 점성거동

이재연, 이홍기\*, 심미자\*\*, 김상욱  
서울시립대학교 화학공학과, \*\*생명과학과  
\*우석대학교 화학과

### Viscosity Behavior of Epoxy Resin System

Jae-Young Lee, Hong-Ki Lee\*, Mi-Ja Shim\*\* and Sang-Wook Kim  
Dept. of Chem. Eng., \*\*Dept. of Life Sci., Seoul City Univ.  
\*Dept. of Chem., Woosuk Univ.

#### 서론

에폭시 수지의 경화반응은 분자의 성장에 따라 크게 4단계로 구분할 수 있다<sup>1)</sup>. 첫째 단계는 에폭시 수지, 경화제 등의 모노머가 반응에 참여할 수 있는 충분한 에너지를 얻는 단계(A-stage)이고, 두 번째 단계는 에폭시 수지와 경화제 등이 반응하여 분자의 길이와 가지가 성장하는 단계(B-stage)이고, 세 번째 단계는 선형 사슬들이 가교결합되는 단계(Gel stage)로 이 단계에서 에폭시 수지의 점도가 급격히 증가하게 된다. 네 번째 단계는 가교결합이 완전하게 이루어진 단계(C-stage)로 기계적, 전기적, 열적 성질이 우수한 상태이다<sup>2~4)</sup>. 이와같이 에폭시 수지는 경화가 진행됨에 따라 분자구조가 크게

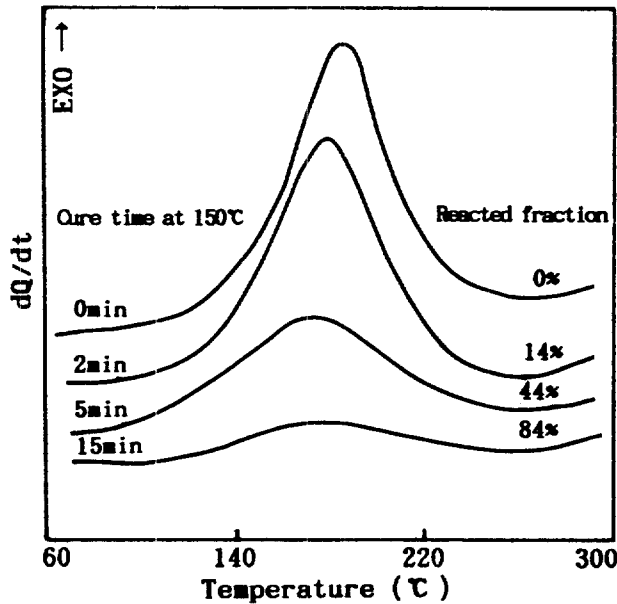


Fig.1 Residual exotherm and cure degree for DGEBA/MDA/SN system by DSC analysis

변하기 때문에 공정설계 측면에서 각 상태에서의 성질에 대한 연구가 필요하다. 특히, 에폭시 수지를 섬유에 함침시키거나 충전물의 혼합, 성형품의 제작 또는 수지의 인발가공(pultrusion) 등의 공정에서 계의 점성 거동을 이해하는 것은 pot-life 및 유동특성 측면에서 매우 중요하다.

본 연구에서는 에폭시 수지의 경화시간에 따른 경화도를 구하고, 각 단계에서의 경화도와 점성특성과의 관계를 연구하였다.

### 실험

에폭시 수지는 diglycidyl ether of bisphenol A(DGEBA)를 사용하였고, 경화제는 4,4'-methylene dianiline(MDA)이며, 반응성 첨가제로는 succinonitrile(SN)을 사용하였다.

경화도를 측정하기 위하여 DGEBA/MDA(30 phr)/SN(5 phr)을 섞은 후 85~120°C 사이에서 일정시간 경화시킨 후 -3°C에서 급냉시켰다. 승온적 DSC 분석에 의해 잔류 발열량을 구하고, 발열량과 모노머의 전환율과의 관계로부터 시간과 경화도의 관계를 구하였다.

에폭시 수지의 점도를 측정하기 위해 Brookfield DV-II를 사용하여 85~120°C 범위내의 한 온도에서 0.3 rpm의 속도로 spindle number 4를 부착하여 시간과 점도의 관계를 구하였다.

### 결과 및 토론

Fig.1은 150°C oven에서 일정시간 동안 선경화 시킨 시료를 DSC 분석하여 얻어진 thermogram으로부터 경화시간에 따른 잔류 발열량과 경화도의 관계를

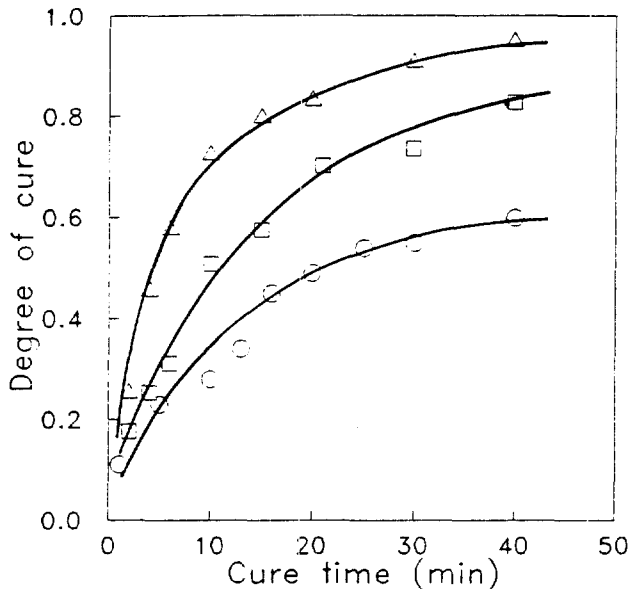


Fig.2. Isothermal curing curves for DGEBA/MDA/SN system at 85°C(○), 105°C(□) and 120°C(△)

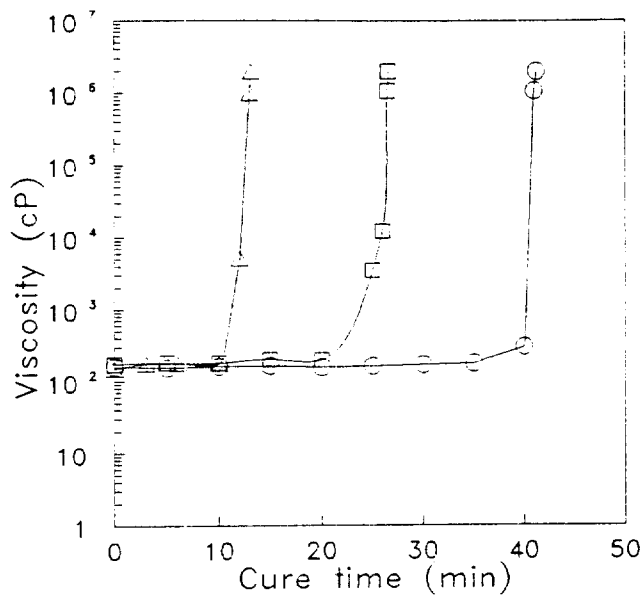


Fig.3. Viscosity vs. cure time for DGEBA/MDA/SN system at 85°C(○), 105°C(□) and 120°C(△)

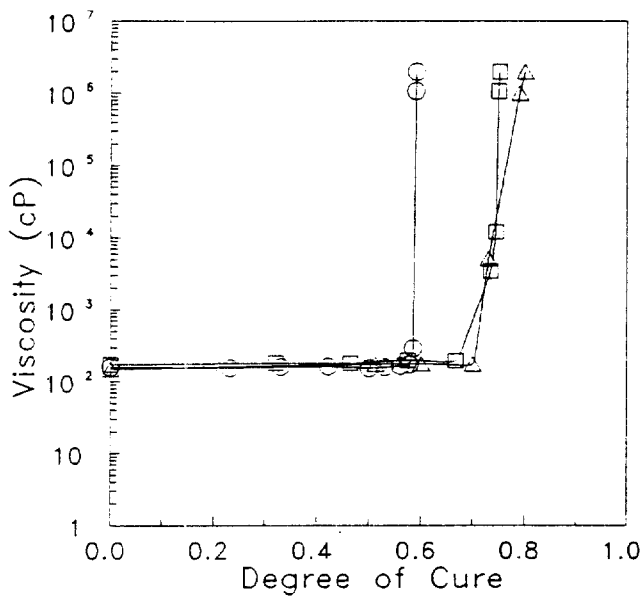


Fig. 4. Viscosity vs. cure degree for DGEBA/MDA/SN system at 85°C(○), 105°C(□) and 120°C(△)

나타내고 있다. 경화반응에 의해 생성되는 발열량이 에폭시 수지 모노머들의 반응양과 비례한다는 관계로부터 경화시간이 증가함에 따라 발열량이 감소하고 경화도가 증가하였다. 이 관계로부터 일정한 경화온도에서 경화시간과 경화도와의 관계를 Fig.2에 나타내었다. 경화시간이 증가함에 따라 초기에는 경화도가 급격히 증가하다가 10 min 이후에는 완만하게 증가하는 것을 알 수 있으며, 경화온도가 증가할수록 경화반응 속도가 빨라짐을 알 수 있다.

Fig.3은 서로 다른 온도에서 경화시간과 점도와의 관계를 나타내고 있다. Fig.2에서 경화시간이 증가함에 따라 경화도는 점진적으로 증가하는 반면, Fig.3에서 점도는 일정하게 유지되다가 어느 한 시점에 이르러서는 순간적으로 급증하는 것을 알 수 있다. 이와같이 점도가 급격하게 증가하는 시점에서 가교결합이 일어나기 시작하며, 이점을 gel point라 부른다. 경화온도가 증가함에 따라 gel point에 다다른 시간,  $t_{gel}$ 이 감소하였으며, 120°C에서 경화시키는 경우 11 min에서 gel 상태로 전이됨을 알 수 있었다. Fig.4는 점도와 경화도의 관계를 나타내고 있다. Gel point에 이르렀을 경우의 경화도를  $\alpha_{gel}$ 이라 하면, 85°C에서의 이 값은 0.6 정도이고, 95°C 이상에서는 0.7 정도의 값을 나타내었다.

#### 참고문헌

1. R.B.Prime, "Thermal Characterization of Polymeric Materials", Ch.5, ed. by E.A.Turi, Academic Press, New York, (1982)
2. U.M.Vakil, G.C. Martin, J. Appl. Polym. Sci., 46, 2089 (1992)
3. J.Y.Lee, M.J.Shim and S.W.Kim, J. Korean Ind. & Eng. Chem., 5, 731(1994)
4. J.Y.Lee, M.J.Shim and S.W.Kim, J. Korean Ind. & Eng. Chem., 6, 288(1995)