

초단열 유기 에어로겔의 합성에 관한 연구

송재화 · 김동범 · 이해준 · 김중현
연세대학교 화학공학과

Synthesis of Ultra-Low Density Organic Aerogels

Jae-Hwa Song, Dong-Byum Kim, Hae-Joon Lee, Jung-Hyun Kim
Dept. of Chem. Eng., Yonsei Univ.

INTRODUCTION

최초의 에어로겔은 1931년 S. S. Kistler에 의해 만들어졌다. 에어로겔은 open-pore 구조로 large inner surface를 가지며 투명하거나 짙은 붉은 색을 띠고 있다.

에어로겔은 sol-gel process에 의해 만들어지며 용매를 함유하고 있는 wet gel에서 초임계 상태로 건조하여 구조의 변형 없이 용매를 제거하여 제조된다.

에어로겔은 SiO₂, Al₂O₃, TiO₂ 등의 무기물이나 유기물질에 의해 제조되고 전기 전도성을 지닌 탄소 에어로겔도 있다.

이들은 매우 다양한 응용 범위를 가지고 있으며 여러 방면에서 연구가 진행 중이다. 그 중에서 최근에 개발된 유기 에어로겔은 단열재로 사용되고 있는 기존의 foamed organic polymer나 organic foam composite 등의 대체 재료로 사용될 수 있으며, 화학 촉매나 이온교환 수지에의 사용 등 다양한 응용 범위를 가지고 있다. 기존의 foam형 단열재는 비교적 밀도가 크기 때문에 100 kg/m² 이하의 저밀도용으로는 사용될 수 없고 cell size가 커서 열전도도를 낮추는데 한계가 있으므로 초단열용 재료로는 사용이 어려웠다. 이를 위해 단열용 재료로서 SiO₂계 에어로겔과 유기 에어로겔의 연구가 진행되고 있다. SiO₂계 에어로겔은 산 또는 염기 촉매 하에서 TMOS(tetramethoxysilane) 또는 TEOS(tetraethoxysilane)의 polycondensation에 의해 제조된다. 산 촉매를 사용하는 경우 먼저 linear 또는 약간의 branching이 존재하는 polymer가 형성되고 이들의 entanglement에 의해 겔이 형성되며, 염기 촉매의 경우 crosslinked polymer에 의한 cluster들이 겔을 형성한다. SiO₂계 에어로겔은 높은 porosity로 인해 solid conductivity값이 작으며, 매우 작은 pore size (50nm 이하)를 가지고 있어 gaseous conductivity를 낮추는 효과가 있다. 이에 비해 유기 에어로겔은 낮은 z(원자번호)로 인해 ultra-low density로 갈 수 있다.

본 연구에서는 무기 에어로겔에 비해 저밀도인 유기 에어로겔을 제조하였으며 구조에 따른 특성을 비교 분석 하였다.

EXPERIMENTAL

Resorcinol, formaldehyde, DDI water와 Na₂CO₃를 적량의 mol비로 섞는다. 이 용액을 glass ampule에 넣고 sealing한 후 50-85℃의 oven에 넣어 반응시킨다. 반응이 끝난 후 ampule을 제거하고 acid wash를 한다(상온, pH=1.9). Acid

wash가 끝난 후 acetone에 넣어 solvent exchange를 한다. Solvent exchange가 끝난 후 carbon dioxide를 초임계 유체로 이용하여 건조하여 유기 에어로젤을 제조하였다. 반응변수로는 촉매의 양, solid content, pH의 영향등을 선택하여 그에 따른 구조의 영향을 SEM, BET, porosimeter로 고찰하였고 열적특성을 DSC, TGA로 분석하였다.

RESULT AND DISCUSSION

위의 방법을 이용하여 저밀도의 에어로젤을 제조하였으며, 촉매의 양에 따른 구조의 변화를 볼 수 있었고, 이에 따른 thermal conductivity의 변화도 고찰할 수 있었다. 또한 초임계건조의 조건에 따른 에어로젤 성상의 변화도 관찰할 수 있었다.

반응변수의 영향을 살펴보면, 촉매의 양이 구조에 가장 큰 영향을 미치며 촉매의 양이 많아짐에 따라 구조의 변화가 저밀도로 가는 것을 알 수 있었다. 또한 pH에 따라 젤의 투명도가 달라짐을 관찰할 수 있었다.

REFERENCE

1. R.W. Pekala, J. Mater. Sci. 24 (1989) 3221.
2. R.W. Pekala, C.T. Alviso, F.M. Kong and S.S. Huls, J. Non-Cryst. Solids. 145 (1992) 90.
3. Kun-Hong Lee, Sung-Young Kim, Ki-Poong Yoo, J. Non-Cryst. Solids 186 (1995) 18.
4. George C. Ruben, R.W. Pekala, J. Non-Cryst. Solids 186 (1995) 219.
5. X. Lu, R. Caps, J. Fricke, C.T. Alviso and R.W. Pekala, J. Non-Cryst. Solids 188 (1995) 226.
6. H. Schmidt and H. Wolter. J. Non-Cryst. Solids 121 (1990) 428.

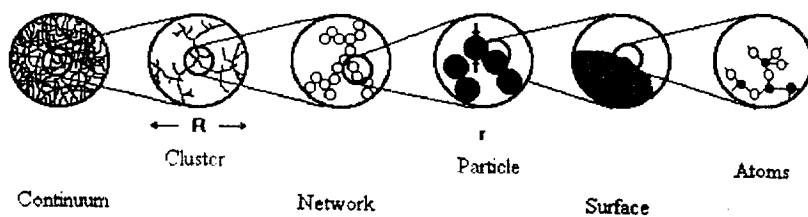


Fig. 1. Disordered particle network

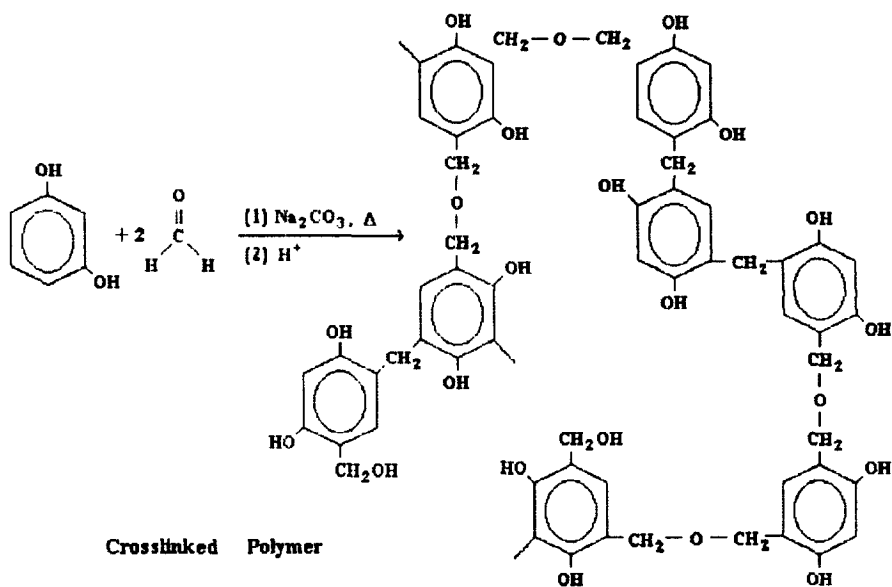


Fig. 2. Crosslinked polymer (resorcinol-formaldehyde)

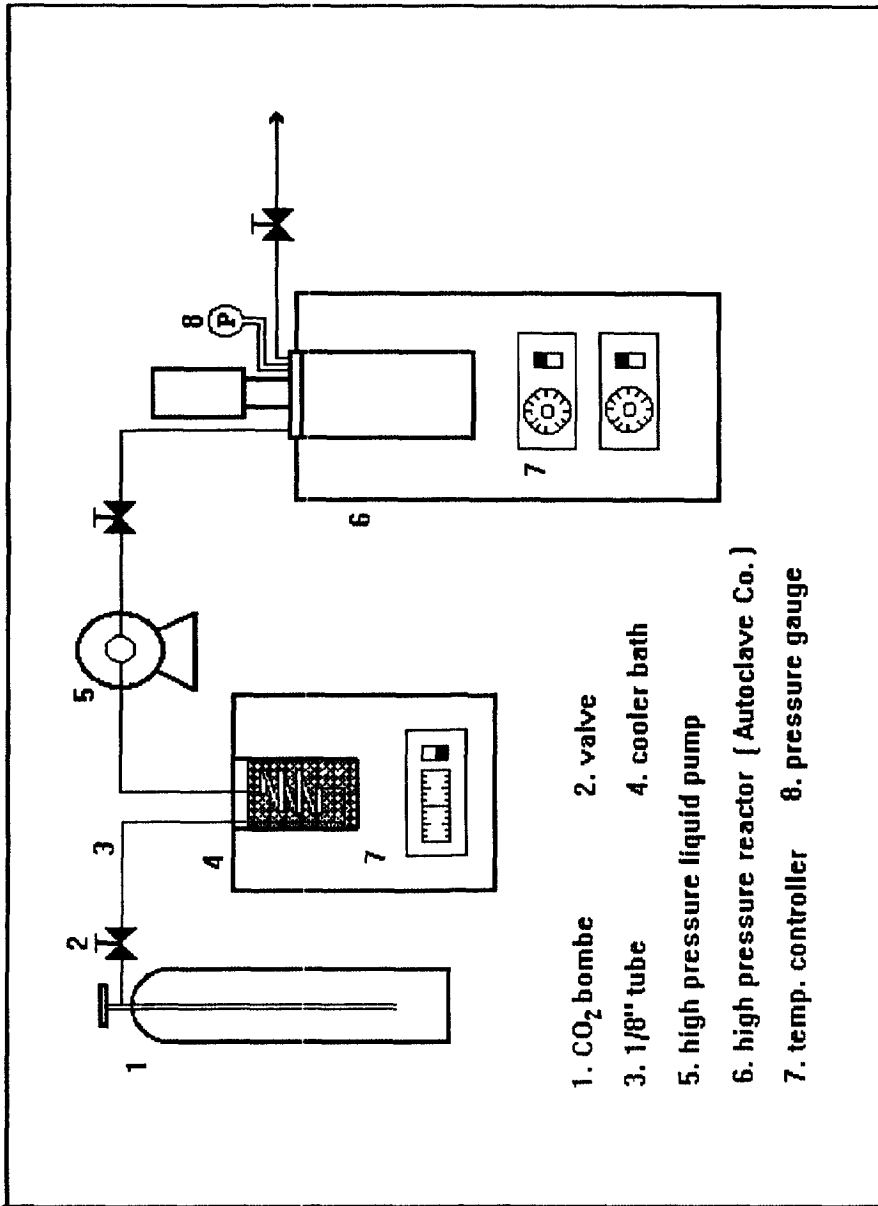


Fig. 3. Supercritical drying system