

나노질화규소를 첨가한 폴리이미드수지에 의한 금강석연마석의 열특성제고

고옥실, 차상준

위대한 령도자 김정일동지께서는 다음과 같이 교시하시였다.

《과학연구사업과 생산실천을 밀접히 결합시켜야 과학기술도 빨리 발전시키고 과학연구사업에서 이룩한 성과에 기초하여 경제건설도 적극 다그칠수 있습니다.》(《김정일선집》중보판 제15권 492페이지)

CNC공작기계용 수지결합체초경질연마석의 성능을 높이기 위하여 연마에 직접 참가하는 연마재료자체의 표면을 여러가지 방법으로 처리하고있다. 이와 함께 결합체인 수지를 내열성이 높은 수지로 선택하여 리용하거나 이미 리용되어오는 페놀수지나 폴리이미드수지를 화학적으로 개량하여 그것의 특성을 높이는 방법으로 연마재료에 대한 수지의 유지능력을 보다 높이고있다.[1, 2]

우리는 나노질화규소를 첨가한 폴리이미드수지를 제조하고 이 수지를 결합체로 한 연마석의 열특성을 고찰하였다.

1. 나노질화규소를 첨가한 폴리이미드수지의 제조

먼저 나노질화규소(평균립도 80nm)와 폴리이미드수지를 일정한 비율로 준비하였다. 폴리이미드수지는 열경화성수지의 한 종류인 비스말레인이미드수지(BMI)로서 현재 상품화되어 수지결합체초경질연마석제조에 널리 쓰이고있다.

폴리이미드수지의 특성을 표에 보여주었다.

표. 폴리이미드수지의 특성

지표	특성	지표	특성
색	연한 노란색	연화점/℃	110~120
밀도/(g·cm ⁻³)	1.3	경화온도/℃	230~240
분자량	385	흡수성/%	0.2~0.3
평균립도/μm	30~40	당김세기/MPa	113.4
내열온도/℃	260	구부림세기/MPa	100이상
녹음점/℃	135~145		

다음 나노질화규소를 에틸알콜용액속에 분산시키고 적당한 량의 표면처리제를 첨가한 다음 초음파분산기로 1h정도 진동을 주었다. 그다음 폴리이미드수지분말을 첨가하고 30min정도 세계 혼합하였다. 그리고 진공건조기에 넣어 건조시킨 후 고속만능분쇄기로 15min동안 혼합하였다.

특성분석에 푸리에변환적외선분광기(《Nicolect 6700》)와 10t재료시험기(《ТИП Р-10》), 열무게분석기(《TGA-5형》)를 리용하였다.

2. 나노질화규소를 첨가한 폴리이미드수지의 물리력화학적특성

1) 나노질화규소를 첨가한 폴리이미드수지의 푸리에변환적외선스펙트르분석
폴리이미드수지의 푸리에변환적외선스펙트르분석결과는 그림 1과 같다.

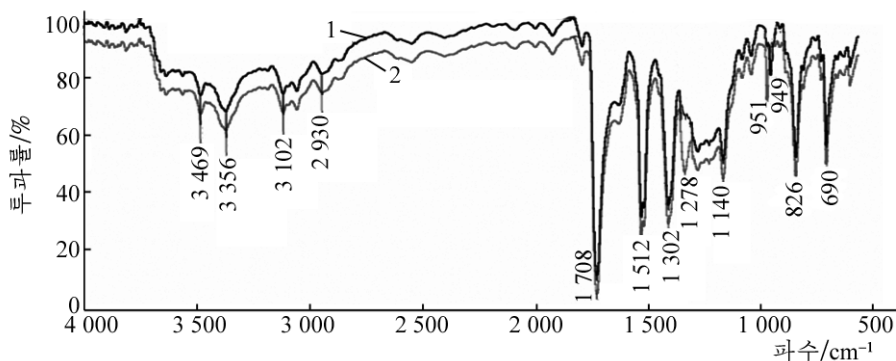


그림 1. 폴리이미드수지의 푸리에변환적외선스펙트르분석결과

1-나노질화규소를 첨가한 폴리이미드수지,
2-나노질화규소를 첨가하지 않은 폴리이미드수지

그림 1에서 보는바와 같이 1708cm^{-1} 에서 C=O 의 특성흡수띠, 1222cm^{-1} 에서 C-N 수축진동흡수띠, 951cm^{-1} 부근에서 Si-N-Si 의 수축진동흡수띠가 존재한다. 나노질화규소를 첨가하기 전 폴리이미드수지에서는 1278cm^{-1} 에서 Si-OH 의 특성흡수띠가 나타나는데 첨가후 이 흡수띠가 없어지고 Si-O-C (949cm^{-1})의 흡수띠가 나타났다. 이것은 나노질화규소와 폴리이미드수지혼합물이 보통상태에서는 기계적혼합물로서 나노질화규소결면에 많은 활성분자단 Si-OH 가 존재하지만 첨가후에는 수지속의 C-OH 와 반응하여 Si-O-C 를 형성하는것으로 설명할수 있다. 결과 나노질화규소와 폴리이미드수지사이에 화학적결합이 이루어지며 분산효과를 높이고 수지의 세기를 높인다.

2) 나노질화규소를 첨가한 폴리이미드수지의 력화학적특성

나노질화규소는 매우 넓은 온도범위에서 높은 세기와 굳기를 가진다. 이러한 우수한 내마모성으로 하여 나노질화규소는 여러 공구제작에 리용되고있다. 나노질화규소는 비표면적이 크고 불포화결합특성을 가지고있으므로 결면활성이 매우 세다. 그러므로 나노질화규소는 쉽게 폴리이미드수지분자와 결합하며 이로부터 수지의 력학적성능이 개선된다.

각이한 함량의 나노질화규소를 첨가한 폴리이미드수지의 구부림세기를 그림 2에 보여주었다.

그림 2에서 보는바와 같이 나노질화규소의 첨가함량이 5%일 때 구부림세기는 최대로 된다. 이것은 나노질화규소를 첨가하지 않았을 때보다 구부림세기가 46%나 높다. 또한 나노질화규소의 첨가함량이 5%이상부터는 구부림세기가 점차 감소한다. 이로부터 나노질화규소를 적당한 량

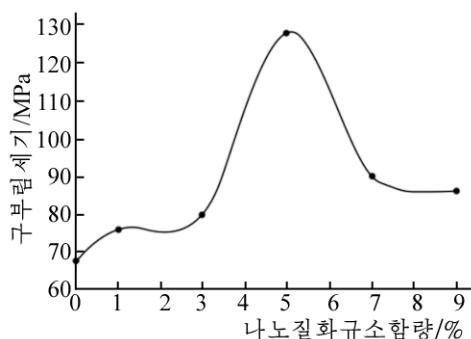


그림 2. 각이한 함량의 나노질화규소를 첨가한 폴리이미드수지의 구부림세기

첨가하면 수지의 력학적성능이 현저히 높아진다는것을 알수 있다.

나노립자에 의하여 구부림세기가 높아지는 물림새를 다음과 같이 설명할수 있다.

나노립자가 존재하면 응력집중효과를 나타내므로 주위의 수지가 미세한 파렬을 일으키면서 일정한 변형에너지를 흡수한다. 또한 수지의 균렬이 더 확장되지 못하게 하거나 예리하던 균렬의 앞끝이 무디어져 파괴를 일으킬 정도의 균렬로 되지 못하게 한다. 한편 나노립자의 직경이 작으므로 립자의 비표면적이 크고 수지와의 접촉면적이 커지므로 재료가 충격을 받을 때 보다 많은 미소균렬이 생겨 많은 충격에너지를 흡수한다. 그러나 만일 충전제의 량이 지나치게 많으면 미소균렬이 쉽게 거시적인 균렬로 확장되고 반대로 재료의 성능을 떨어는 결과를 초래한다.

3) 나노질화규소를 첨가한 폴리이미드수지의 열적특성

수지결합제금강석연마석은 작업과정에 많은 열이 생기는데 만일 이러한 연마열이 빨리 퍼지지 못한다면 접촉부분의 온도가 급격히 올라가며 이로 하여 수지의 구조가 파괴되어 연마공구의 사용수명이 떨어지게 된다. 때문에 수지의 내열성과 연마공구의 열전도성을 높여 수지결합제연마공구의 사용수명을 늘여야 한다.

폴리이미드수지의 열무게분석곡선을 그림 3에 보여주었다.

그림 3에서 보는바와 같이 나노질화규소를 첨가한 폴리이미드수지의 내열성은 높아진다. 즉 나노질화규소를 첨가하기 전 폴리이미드수지의 열분해시작 온도는 385.2°C이고 5% 나노질화규소를 첨가한 후 폴리이미드의 분해시작온도는 396.4°C이다. 이것은 적외선스펙트르분석에서 본것처럼 나노립자와 폴리이미드수지사이에 Si-O-C화학결합이 이루어져 수지의 내열성을 높여주었다는것을 보여준다.

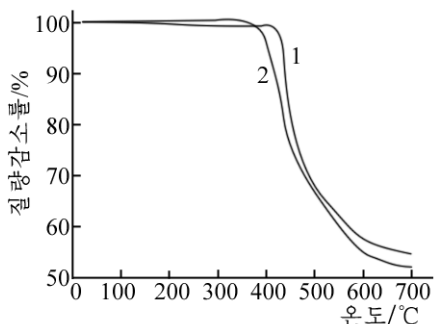


그림 3. 폴리이미드수지의 열무게 분석곡선
1, 2는 그림 1에서와 같음.

3. PI/D와 Si₃N₄/PI/D복합재료의 열특성

연마석은 작업과정에 많은 열을 받게 된다. 이때 복합재료의 열견딜성은 주로 수지결합제의 열견딜성에 의해 결정되게 된다.

나노질화규소를 첨가하지 않은 폴리이미드수지 (PI)와 나노질화규소를 첨가한 폴리이미드수지 (Si₃N₄/PI)를 각각 금강석(D)과 결합시키고 온도에 따르는 구부림세기의 변화정도를 비교하였다. 이때 성형압력은 50MPa로 하였다.(그림 4)

그림 4에서 보는바와 같이 Si₃N₄/PI/D복합재료의 구부림세기는 대체로 4개의 구역으로 나누어볼수 있다. 280°C의 열처리후 구부림세기는 원래보다 34%정도 높는데 이것은 완전히 경화되지 않은 수지가 높

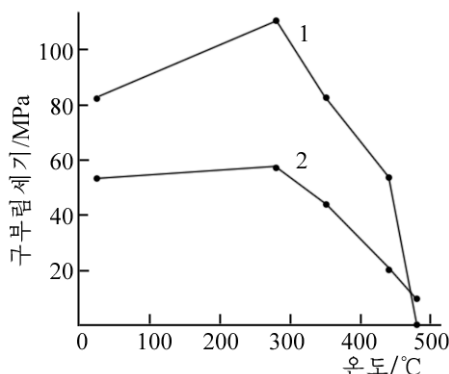


그림 4. 온도에 따르는 구부림세기
1-Si₃N₄/PI/D, 2-PI/D

은 온도에서 경화반응을 한 결과로 볼수 있다. 280~350°C에서 구부림세기는 내려가기 시작하지만 350°C전에는 복합재료의 구부림세기가 본래값보다 크다. 350°C에서 1h동안 열처리한 후 구부림세기는 열처리하지 않았을 때와 거의 같다. 이것은 Si_3N_4 을 첨가한 PI수지가 350°C전에는 저분자화합물로 분해되지 않는다는것을 보여준다. 그러나 열처리온도가 350°C를 넘어서는 경우에는 구부림세기가 열처리전보다 작아지기 시작한다. 440°C에 이르면 본래세기의 64%정도에 이르며 480°C에서는 구부림세기가 거의 0에 가까와간다. 이것은 이 온도범위에서 수지결합제의 구조가 파괴된다는것을 알수 있다.

맺 는 말

나노질화규소를 첨가함으로써 폴리이미드수지의 기계적 및 열적특성이 변화되며 수지결합제금강석공구의 구부림세기와 열적조건이 제고된다.

5%의 나노질화규소를 첨가하면 수지결합제금강석공구의 구부림세기는 21.4% 증가된다.

참 고 문 헌

- [1] 陈健林 等; 机械工程材料, 37, 2, 57, 2013.
- [2] 彭进 等; 金刚石与磨料磨具工程, 163, 2, 528, 2008.

주체109(2020)년 12월 5일 원고접수

Thermal Properties Enhancement of Diamond Wheels by Polyimide Resin Adding Nano Si_3N_4

Ko Ok Sil, Cha Sang Jun

Adding nano Si_3N_4 changed the mechanical and thermal properties of polyimide resin and enhanced the flexural strength and heat conduction of the resin bonded diamond tools. When adding 5% nano Si_3N_4 , the flexural strength of the resin bonded diamond tools reached the highest and increased by 21.4%.

Keywords: polyimide resin, diamond tools, nano Si_3N_4