

### 2022-1학기 DU-도전학기 계획서

과제명	UV 광중합 반응에 의한 고분자 복합재료 합성 및 특성 연구			
신청 유형	<input checked="" type="checkbox"/> 개인		<input type="checkbox"/> 팀(팀명: )	
신청 학점	3학점			
도전 영역	<input checked="" type="checkbox"/> 전공(주전공 또는 복수전공)		<input type="checkbox"/> 일반선택	
참여자	성명	소속	학번	비고
		화학공학과		
지도교수 의견	<p>DU-도전학기 과제의 주제가 고분자 복합재료 합성 및 기기분석을 통한 특성 평가와 관련된 내용으로, 화학공학과 전공 교과과정의 고분자공학, 단위조작, 반응공학, 공업용신소재 과목과의 연관성이 높으며, 이들 교과목의 이론적 학습 내용을 실험적으로 응용하는 주제이므로, 향후 취업시 연구소 및 기업체에서 요구하는 실무능력 배양에 매우 적절한 주제라 판단됩니다.</p>			
	(소속)	화학공학과	(성명)	(서) = 날인)

**1. 도전 배경**

복합재료를 만드는 반응에는 대표적으로 열경화 반응과 UV 광중합 반응이 있다. 이 중에서도 광경화 반응의 경우는 열경화형 수지와 다르게 저온에서도 빠르게 경화되기 때문에 에너지가 절감되며, 도막성능 및 경화특성이 우수하여 휘발성의 유기용매를 거의 사용하지 않아 대기오염에 의한 환경문제를 일으키지 않고 친환경적이라는 장점을 가진다. 이러한 특성들은 현대 사회에서 요구되는 에너지 절약 및 환경 친화적인 측면에서 가장 잘 부합되는 유기 화합물이기 때문에 많은 산업분야에서 응용되고 있다. UV 광중합 반응을 이용하여 복합재료를 합성한다면 경쟁력을 가지는 소재를 개발할 수 있으리라 생각한다. 따라서 DU도전학기를 통해 UV 광중합 반응을 통한 복합재료를 제작하고, 그 특성에 대해 연구하려 한다. 이러한 도전을 통해 깊이 있는 전공지식과 취업 후 실무에서 요구 되는 다양한 경험 및 지식들을 습득하고자 한다.

## 2. 도전 과제 의 목표

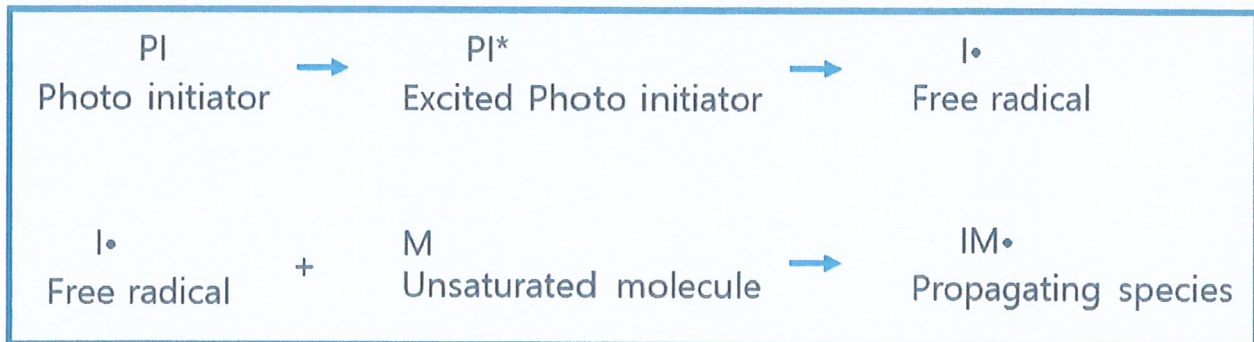
- UV 광중합 반응에 의한 복합재료를 직접 제조
  - 체계적인 사전계획 수립을 통한 목표 달성 능력 함양
  - 전공 과목의 이론적 지식을 실험적으로 응용
  - 심화된 전공교육을 자기주도적으로 실현
- 분석 및 측정을 통한 복합재료의 특성 파악
  - DMA, TGA, UTM 등의 기기 사용법 이해 및 숙달
  - 데이터 분석·활용 능력 향상
  - 연구소 및 기업에서 원하는 실무능력 함양
- 2022년 한국공업화학회 춘계학술대회(2022. 05. 11~13, 제주ICC) 참석 및 제1 저자로 논문(포스터) 발표.
  - 고분자 복합소재의 동향 파악
  - 사회적 수요에 맞춘 전공지식 함양

## 3. 도전 과제 내용

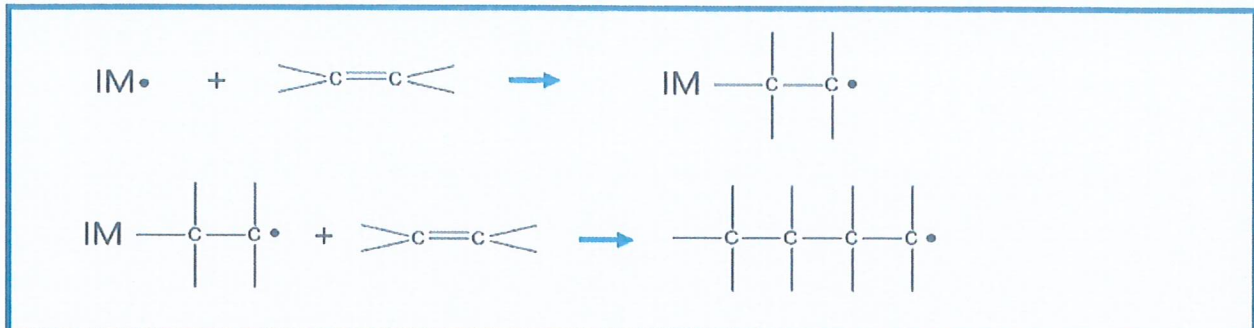
### 가. 이론적 배경

• 광중합 반응은 빛에 의해 분자 구조 내의 불포화기 성분이 깨지면서 개시가 되는 라디칼 중합이며 액상에서 고상으로 매우 빠르게 전환되는 반응이다.

1) initiation: UV 에너지에 의해 광개시제가 라디칼로 분해되고, 성장 라디칼을 생성하며 개시



2) propagation: 성장 라디칼이 계속해서 반응





3) termination: 성장 라디칼이 서로 만나 라디칼이 소멸하고 반응이 정지

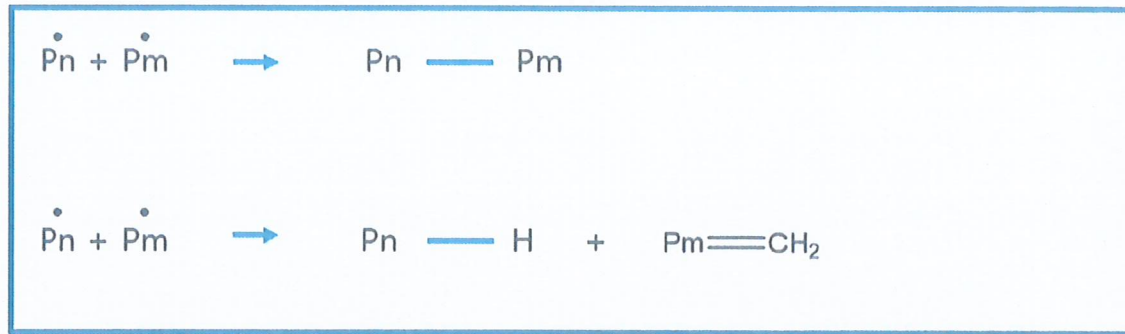


figure 1. mechanism of free radical polymerization by photoinitiator

나. 시약 선별

- Oligomer: bisphenol A glycerolate diacrylate (BPAGD) and poly(ethylene glycol) diacrylate (PEG diacrylate)
- Monomer: tetra hydro furfuryl acrylate (THFA)
- 광개시제: phenyl-bis(2,4,6-trimethylbenzoyl)phosphine oxide (Irgacure 819)
- 가교제: di(trimethylolpropane) tetraacrylate (DTMPTA)
- 다공성 입자: hollow glass microsphere - H32

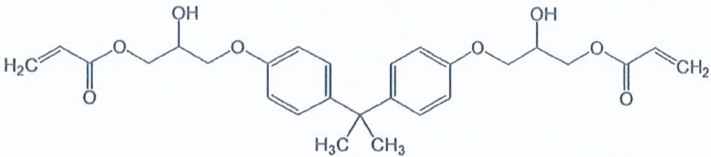
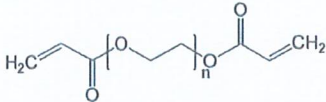
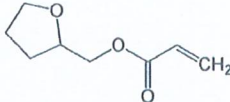
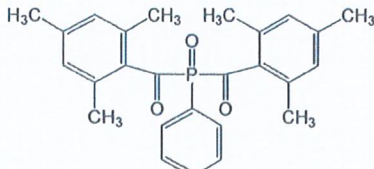
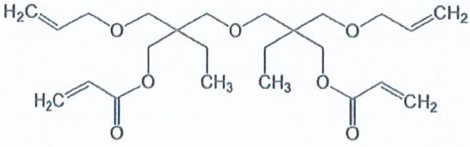
BPAGD	
	
PEG diacrylate	THFA
	
Irgacure 819	DTMPTA
	

figure 2. chemical structures

다. 수지 제조

- 갈색 바이알 준비 (빛 차단을 위해 갈색 바이알 사용 필수)
- Oligomer와 monomer는 4대1의 비율.
- Oligomer와 monomer의 질량합이 100wt%라고 할 때, 개시제는 1wt% 질량만큼 투입
- 가교제는 5wt% 투입
- 보강제는 물성 비교를 위해 함유량을 달리하여(0v%, 20v%, 35v%, 50v%) 첨가.

Oigomer (g)	Monomer (g)	Photo initiator (g)	Cross-linker (g)	Reinforcement (volume%)
8	2	0.1	0.5	0
8	2	0.1	0.5	20
8	2	0.1	0.5	35
8	2	0.1	0.5	50

figure 3. Composition of UV Curable Resins Containing H32 as a Reinforcement

- 1) 갈색 바이알에 monomer와 광개시제 투입.
  - 2) 10~30min 동안 완전히 용해될 때까지 stirring
  - 3) 완전히 용해된 용액에 oligomer, 가교제, 보강제 투입.
  - 4) 90min 동안 stirring
  - 5) 암실에 하루 동안 방치 (교반과정에서 기포가 생기므로 기포제거를 위한 과정)
- ※note) 제조 과정에서 용액이 LED 빛에 노출되지 않도록 암실에서 진행.

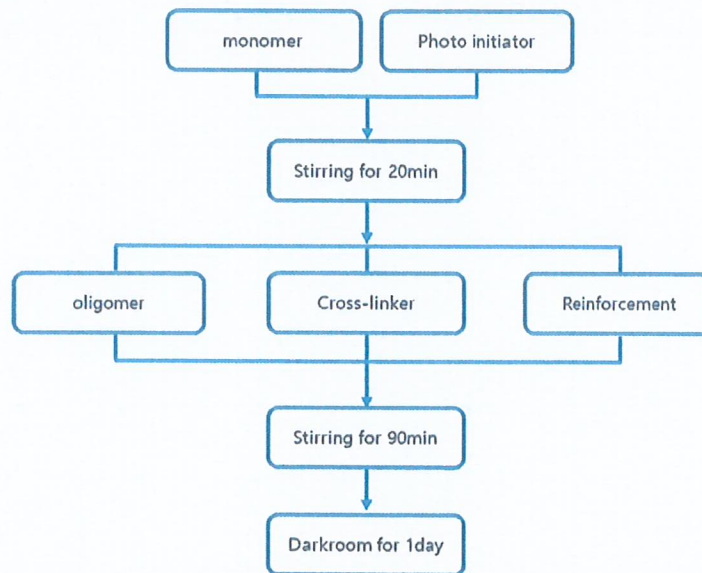


figure 4. 수지 제조 모식도

라. 샘플 제작 (수지 경화)

- 몰드에 제작한 수지를 casting
- casting 된 몰드를 노광기에 배치
- 3min 동안 노광 (자외선에 노출)
- 경화 확인



마. 분석 및 측정

- 동적 물성 분석(Dynamic Mechanical Analysis; DMA)
    - 재료에 사인 곡선형의 응력 또는 변형을 가하고, 온도의 변화를 주어 그로 인해 발생하는 점탄성의 변화를 측정한다.
  - 열 중량 분석(ThermoGravimetric Analysis; TGA)
    - 온도변화에 따른 시료의 무게 변화를 측정하여 분석하는 방법이다. 결과로 나타난 온도, 무게 변화량의 곡선으로부터 시료의 열 변화 상태를 알고 정성 및 정량 분석을 가능하게 한다.
    - TGA 곡선이 온도에 대한 무게 변화이므로 시료를 한 번만 사용하여도 여러 온도에서 측정한 결과를 알 수 있으며, 이로 인해 시료 변화로 인한 오차를 줄일 수 있다.
  - 만능 재료 시험기(Universal Test Machine; UTM): 양쪽에서 샘플을 잡아 당겨 인장강도를 측정.
  - 열전도도 분석(Thermal Conductivity Analysis; TCA)
    - 센서를 통해 부착된 샘플의 열전도도를 측정.
  - 시차 주사 열량계(Differential scanning calorimeter)
    - 이론적으로 계산한 100% 결정성 고분자의 enthalpy 변화량과 샘플이 녹을 때 생겨나는 enthalpy 변화량과 비교하여 결정화도를 측정한다.
- ⇒ 점탄성, 열분해 온도, 열전도도, 인장강도, 결정화도와 같은 물성이 입자 함유량에 따라 어떠한 변화를 나타내는지에 대해 알아볼 것.







DMA	TGA	UTM
		
TCA		DSC
		

figure 5. 분석 및 측정 기기들

4. 도전 과제 추진일정

주차	활동 목표	활동 내용	투입 시간
1주차	연구실 안전교육 수강	<ul style="list-style-type: none"> <li>실험실에서 나타날 수 있는 각종 안전사고에 대해 대비하기 위해 연구실 안전교육 프로그램 이수</li> </ul>	4h
2주차	시약 구매 및 전략(계획) 수립	<ul style="list-style-type: none"> <li>시약에 관한 이론적 공부, 시약 구매</li> <li>실험에 관한 시뮬레이션 (문제점 미리 파악)</li> </ul>	6h
3주차	샘플 제작 숙달	<ul style="list-style-type: none"> <li>수지 및 샘플 제작하는 방법 숙달</li> <li>제작 시 발생하는 문제점 보완</li> </ul>	4h
4주차	분석 및 측정 기기 숙달 1	<ul style="list-style-type: none"> <li>DMA 기기 사용법 이해 및 숙달</li> <li>TGA 기기 사용법 이해 및 숙달</li> </ul>	4h
5주차	분석 및 측정 기기 숙달 2	<ul style="list-style-type: none"> <li>UTM 기기 사용법 이해 및 숙달</li> <li>TCA 기기 사용법 이해 및 숙달</li> <li>DSC 기기 사용법 이해 및 숙달</li> </ul>	6h
6주차	샘플 제작	<ul style="list-style-type: none"> <li>수지 및 샘플 제작</li> <li>발생하는 문제점 보완</li> </ul>	4h
7주차	보강제 첨가 샘플 제작	<ul style="list-style-type: none"> <li>다공성의 입자를 첨가한 샘플 제작</li> <li>발생하는 문제점 보완</li> </ul>	8h
8주차	중간 보고	<ul style="list-style-type: none"> <li>중간 점검</li> <li>중간 보고서 작성</li> </ul>	6h
9주차	DMA, TGA 측정	<ul style="list-style-type: none"> <li>DMA 기기를 통한 점탄성 측정</li> <li>TGA 기기를 통한 열분해 온도 측정</li> </ul>	6h
10주차	학회 포스터 제작	<ul style="list-style-type: none"> <li>학회 참석을 위한 포스터 제작</li> <li>포스터 컬러 인쇄</li> </ul>	6h
11주차	한국공업화학회 참석	<ul style="list-style-type: none"> <li>학회 참석</li> <li>논문 (포스터) 발표</li> </ul>	6h
12주차	UTM 측정	<ul style="list-style-type: none"> <li>UTM 기기를 통한 열 분해온도 측정</li> </ul>	6h
13주차	TCA 측정	<ul style="list-style-type: none"> <li>TCA 기기를 통한 열전도도 측정</li> </ul>	6h
14주차	DSC 측정	<ul style="list-style-type: none"> <li>DSC 기기를 통한 결정화도 측정</li> </ul>	6h
15주차	Data 분석	<ul style="list-style-type: none"> <li>측정한 데이터를 수집하여 분석</li> </ul>	6h
16주차	결과보고	<ul style="list-style-type: none"> <li>최종 점검</li> <li>결과보고서 작성 및 결과 보고</li> </ul>	6h



5. 활동 지원비 상세 내역

활동 지원비 신청내역		
항 목	산출근거	금액(원)
항공료	한국공업화학회 참석 - 제주도 왕복 비행기	200,000
재료비	시약 및 실험실 안전장비	220,000
인쇄비	학회 포스터 제작	80,000
합계(원)		500,000

6. 과제 수행 후 제출할 수 있는 결과물

- 제작한 샘플
- 실험 노트
- 학회 포스터

참고문헌

- 1) Bo Min Kwak, Yoon Soo Han & Younghwan Kwon (2018) Synthesis and properties of UV-cured porous polymeric composites: Thermal conductivity, mechanical and thermal properties, *Molecular Crystals and Liquid Crystals*, 663:1, 71-81, DOI: 10.1080/15421406.2018.1468118
- 2) 최백서 (Baekseo Choi), 최근영 (Geun Yeong Choe), and 한윤수 (Yoon Soo Han). “보호막 응용을 위한 에폭시 아크릴레이트 기반 자외선 경화형 수지의 광감도 및 내화학적.” *폴리머* 45.5 (2021): 704-710
- 3) 임진규. “광경화형 지방족 에폭시 변성 아크릴레이트와 하이퍼브랜치 아크릴레이트의 제조 및 물성.” 국내박사학위논문 漢陽大學校 大學院, 2005.
- 4) Gun Wook Baek, Yu Seong Jeon, Yunsung Cho, Cheon Su Kang & Yoon Soo Han (2021) Physical properties of ultraviolet-cured films for applications to a protective layer against acids and organic solvents, *Molecular Crystals and Liquid Crystals*, DOI: 10.1080/15421406.2021.1972211
- 5) Se Won Lee, Giseop Kwak, Younghwan Kwon, Young-Jin Kim, Ki Hong Kim, Hea-Ryong Lim, Sang-Won Gwak, Soo Chang Lee & Yoon Soo Han (2017) UV-curable resins for glass slimming applications, and their swelling properties in common organic solvents, *Molecular Crystals and Liquid Crystals*, 651:1, 170-179, DOI: 10.1080/15421406.2017.1338079
- 6) Se Won Lee, Giseop Kwak, Yoon Soo Han, Thi Sinh Vo & Younghwan Kwon (2017) Preparation and characterization of thermally conductive polymer composites containing silanized nanodiamonds, *Molecular Crystals and Liquid Crystals*, 651:1, 180-188, DOI: 10.1080/15421406.2017.1338081
- 7) 안태완, 김기수, 『고분자 화학 제2판』, 문운당, 1992