



저작자표시-비영리-변경금지 2.0 대한민국

이용자는 아래의 조건을 따르는 경우에 한하여 자유롭게

- 이 저작물을 복제, 배포, 전송, 전시, 공연 및 방송할 수 있습니다.

다음과 같은 조건을 따라야 합니다:



저작자표시. 귀하는 원저작자를 표시하여야 합니다.



비영리. 귀하는 이 저작물을 영리 목적으로 이용할 수 없습니다.



변경금지. 귀하는 이 저작물을 개작, 변형 또는 가공할 수 없습니다.

- 귀하는, 이 저작물의 재이용이나 배포의 경우, 이 저작물에 적용된 이용허락조건을 명확하게 나타내어야 합니다.
- 저작권자로부터 별도의 허가를 받으면 이러한 조건들은 적용되지 않습니다.

저작권법에 따른 이용자의 권리는 위의 내용에 의하여 영향을 받지 않습니다.

이것은 [이용허락규약\(Legal Code\)](#)을 이해하기 쉽게 요약한 것입니다.

[Disclaimer](#)

2020년 2월
석사학위 논문

높은 탄화수율을 제공하는
에폭시 경화용 신규
부경화제의 합성 및 특성

조선대학교 대학원

탄소소재학과

김영현

높은 탄화수율을 제공하는
에폭시 경화용 신규
부경화제의 합성 및 특성

Synthesis and characterization of co-curing agent
for epoxy resin affording high carbonization yield

2020년 2월 25일

조선대학교 대학원

탄소소재학과

김영현

높은 탄화수율을 제공하는
에폭시 경화용 신규
부경화제의 합성 및 특성

지도교수

손 홍 래

공동지도교수

고 문 주

이 논문을 이학 석사학위신청 논문으로 제출함.

2019년 10월

조선대학교 대학원

탄소소재학과

김영현

김영현의 석사학위논문을 인준함

위원장 조선대학교 교수 임 종 국 (인)

위 원 조선대학교 교수 손 홍 래 (인)

위 원 조선대학교 교수 김 호 중 (인)

2019년 11월

조 선 대 학 교 대 학 원

목 차

List of Tables	iii
List of Figures	iv
Abstract	vi
Chapter 1. 서론	
1.1. 에폭시 수지	2
1.2. 경화제	5
1.3. 이미다졸	7
1.4. 참고문헌	9
Chapter 2. 높은 탄화수율을 제공하는 에폭시 경화용 신규 부경화제의 합성 및 특성	
2.1. 이 론	13
2.2. 실험	15
2.2.1. 시 약	15
2.2.2. 단량체 합성	16
2.2.2.1. 1,3,5-Tris(4-bromophenyl)-1,3,5-triazinane (M1) 합성	

2.2.2.2.	1-(4-(4,4,5,5-tetramethyl-1,3,2-dioxaborolan-2-yl)phenyl)-1 <i>H</i> -imidazole (M2) 합성	
2.2.2.3.	1,3,5-tris(4'-(1 <i>H</i> -imidazol-1-yl)-[1,1'-biphenyl]-4-yl)-1,3,5-triazinane (HIM) 합성	
2.2.3.	에폭시 경화물 제조	22
2.2.4.	측 정	23
2.3.	결과 및 토론	24
2.3.1.	합성 및 특성	24
2.3.2.	반응 속도 분석	27
2.3.3.	기계적 특성	32
2.3.4.	열적 특성	34
2.4.	참고문헌	37
Chapter 3. 결 론		
	결 론	41
Chapter 4. 부 록		
	Conference	44

List of Table

Table 1. T_p and reaction heat of dynamic scans	31
Table 2. TGA and micro calorimetric results of the prepared epoxy systems	36

List of Figures

Figure 1.	Structure of epoxy resin	4
Figure 2.	Structure of curing agent	6
Figure 3.	Curing routes of epoxy and imidazole	8
Figure 4.	¹ H NMR (600 MHz) spectrum of 1,3,5-tris(4-bromophenyl)-1,3,5-triazinane (M1).....	17
Figure 5.	¹ H NMR (600 MHz) spectrum of 1-(4-(4,4,5,5-tetramethyl-1,3,2-dioxaborolan-2-yl)phenyl)-1H-imidazole (M2)	19
Figure 6.	¹ H NMR (600 MHz) spectrum of 1,3,5-tris(4'-(1H-imidazol-1-yl)-[1,1'-biphenyl]-4-yl)-1,3,5-triazinane (HIM)	21
Figure 7.	Synthesis route of HIM and chemical structure of compounds	25
Figure 8.	Thermal behaviors of HIM TGA with heating rate of 10 °C/min in N ₂	26
Figure 9.	Heat flow at different heating rate with HIM content (a) 0 phr, (b) 3 phr, (c) 5 phr, (d) 10 phr, (e) 20 phr	29
Figure 10.	Plots of (a) $\ln(\Theta/T_p^2)$ vs. $1000/T_p$ from Kissinger method, (b) $\ln\Theta$ vs. $1000/T_p$ from Ozawa method	30
Figure 11.	Plot of tensile strength as a HIM content for epoxy/ODA composites	33

Figure 12. Plot of (a) TGA curves, (b) char and HRR properties as a
HIM content for epoxy/ODA composites 35

ABSTRACT

Synthesis and characterization of co-curing agent for epoxy resin affording high carbonization yield

Kim Younghyun

Advisor : Prof. Sohn Honglae, Ph.D

Co-Advisor : Prof. Goh Munju, Ph.D

Department of Carbon Material,

Graduate School of Chosun University

Epoxy resin is the most common thermosetting polymer, forms a three-dimensional cross-linked network structure under curing reaction by with a curing agent or catalyst. Epoxy resin has been used in various industrial applications because of its good adhesion, chemical resistance, thermal resistance, heat resistance and mechanical properties. However, due to the high flammability, various applications are limited, so flame retardant must be added to the epoxy resin to improve flame retardancy. In this study, the thermal, physical properties and flame retardance of cured resins were studied by using a new co-curing agent which gives flame retardancy to epoxy resins. The trifunctional imidazole co-curing agent was synthesized by introducing an imidazole compound having fast curing properties into the triazine structure, and then analyzed by NMR. The epoxy cured product was prepared by using the synthesized co-curing agent and the amine curing agent, and the rapid curing property of the epoxy according to the addition of the co-curing agent was confirmed by using DSC. Physical properties of the epoxy cured product using the co-curing agent were evaluated by UTM, and thermal properties and flame retardance were confirmed by TGA and micro calorimeter.

Chapter 1.

서 론

Chapter 1. 서 론

1.1. 에폭시 수지

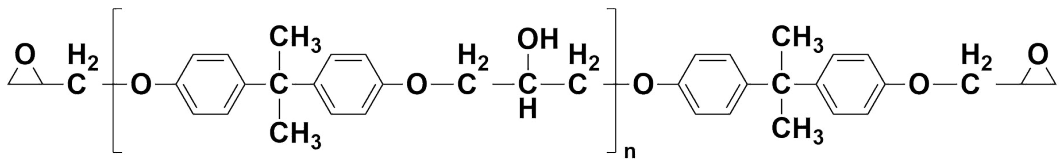
에폭시 수지란 대표적인 열경화성 수지 중 하나이며, 열경화성 고분자를 형성하기 위해 추가로 반응할 수 있는 하나 이상의 에폭사이드 그룹을 갖는 화합물의 통칭이다. 에폭시 수지는 아민과 같은 경화제와의 온도 변화에 따라 일어나는 경화 반응을 통하여 낮은 분자량의 수지에서 삼차원 가교 네트워크 구조를 갖는 열경화성 수지로 제조된다. 높은 기계적 특성, 우수한 접착력, 내화학성, 내열성, 내충격성 및 절연성 등과 같은 우수한 특성을 갖는 에폭시 수지는 우수한 가공 특성과 유용한 특성의 조합으로 전자 장치, 자동차, 건설, 항공 우주 산업에서 복합 재료의 매트릭스를 포함한 많은 응용 분야에서 사용되고 있다. 이러한 다양한 용도에 따라 2-3종의 에폭시를 개선하여 복합 재료에 적용할 수 있다 [1-4].

에폭시 수지의 분자 구조에 따른 종류에는 비스페놀 A형 [5, 6], 비스페놀 F형 [7], cycloaliphatic [8], novolac [9], modified rubber epoxies [10] 등이 있고 가장 보편적으로 사용되는 에폭시 수지는 비스페놀 A형이다. 비스페놀 A와 epichlorohydrin을 2:1 몰 당량으로 반응시켜 제조된 bisphenol A diglycidyl ether (BADGE 또는 DGEBA)는 에폭시 수지의 성분으로 사용되며 실온에서 무색 혹은 노란색을 띠고 점도가 높은 편이다. 비스페놀 A형 에폭시 수지는 접착성이 뛰어나기 때문에 금속재료의 접착제나 도료, 유리섬유와의 적층용 재료로 사용되고 있다.

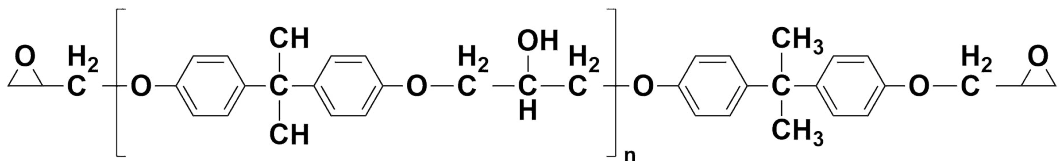
일반적인 DGEBA 에폭시 수지는 가연성이 높아 화재의 위험을 초래할 수 있기 때문에 난연성 및 높은 내열성을 요구하는 분야에서의 응용이 적합하지 않았다. 난연성을 개선하기 위해 난연성 에폭시 수지 및 경화제를 적용하여 가연성을

감소시키는 여러 기술 및 접근이 시도되었다 [11-14]. 할로겐 원자 (브롬 또는 염소)를 함유하는 난연제들이 이러한 문제를 해결하기 위해 가장 널리 적용되어왔다. 하지만 연소 중에 생성되는 금속 성분 및 독성과 부식성 연기 [15, 16] 때문에 할로겐이 없는 난연성 에폭시 수지의 개발이 요구되었다. 따라서 실온 또는 경화 온도 이하의 온도에서 낮은 반응성으로 높은 저장 안정성을 가지며, 할로겐을 함유하지 않아 환경 및 인체에 무해한 에폭시 수지 경화 촉진제의 개발, 연구가 활발히 진행되고 있다.

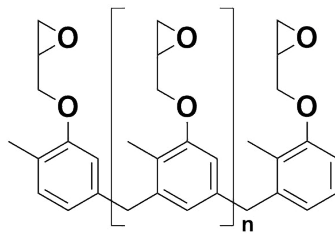
경화 반응으로 네트워크 된 삼차원 가교 구조는 경화 후 물리적 특성에 영향을 미치며, 최적화된 특성을 갖는 열경화성 수지를 제조하는 데 필요한 특정 경화 절차는 수지, 경화제 또는 촉매의 조합에 따라 크게 달라진다. 수지의 물리적 특성은 경화도, 경화 시간 및 경화 온도와 같은 반응 속도와 관련된 변수에 크게 의존하는 것으로 알려져 있다 [17]. 열경화성 에폭시 수지를 제조할 때 경화 온도가 낮으면 별도의 가열 장비가 필요하지 않고 공정이 간단해지지만, 경화 시간이 길고 경화 반응이 충분히 진행되지 않아 내화학성, 내열성 등 성능이 떨어지는 단점이 있다. 반대로 경화 온도가 너무 높으면 경화물의 물성을 저하시킬 수 있기 때문에 적당한 경화 온도가 중요하다. 또한, 긴 경화 시간은 에폭시 수지의 조성물을 파괴할 수 있고 대량생산이 필요한 여러 산업 환경에서의 적용이 어려울 수 있다.



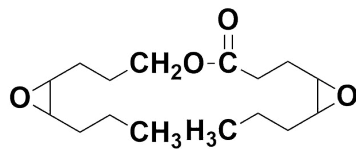
Bisphenol A type



Bisphenol F type



Novolac

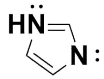


Cycloaliphatic

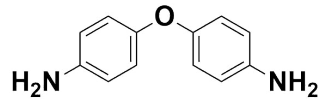
Figure 1. Structure of epoxy resin.

1.2. 경화제

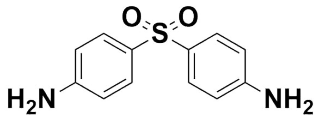
에폭시 수지의 경화는 경화제나 경화 촉매제 등에 의해 조절될 수 있으며, 경화 후 수지의 물리적, 화학적 특성에 영향을 미친다. 경화제란 에폭시 수지와 가교 구조를 형성하는 경화 반응을 일으킬 수 있는 물질로 아민, 페놀, 산, 산 무수물, 알코올 등이 있다 [18-20]. 아민계는 경화제뿐만 아니라 경화 촉진을 돕는 경화 촉매제로 사용되기도 하며, imidazole (IM) 또는 4,4'-Oxydianiline (ODA), diamino diphenyl sulfone (DDS), diamino diphenyl methane (DDM) 등이 있다 [21-23]. 일반적으로 저장 안정성이 낮고 발열 반응이 격렬한 경화제는 에폭시와 분리해놓고 사용 직전에 혼합하여야 하는 단점이 있다. 또한, 경화 촉매제가 반응에 참여하지 않고 미반응 상태로 남아 경화된 에폭시 수지의 가소제 역할을 하여 특성을 저하하기도 한다. 환경 오염과 가공성에도 큰 영향을 미치기 때문에 이러한 문제점을 해결하기 위하여 경화제와 경화 촉매제의 개발이 다양한 방법으로 진행되고 있다.



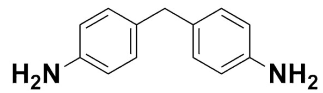
Imidazole (IM)



4,4'-Oxydianiline (ODA)



Diamino diphenyl sulfone (DDS)

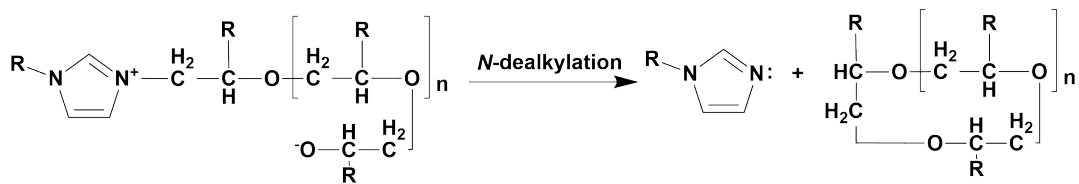


Diamino diphenyl methane (DDM)

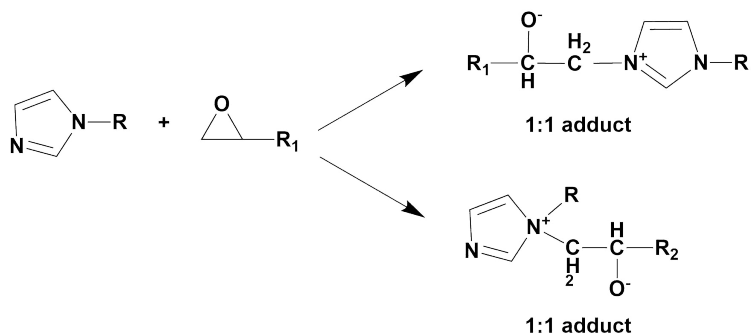
Figure 2. Structure of curing agent.

1.3. 이미다졸

아민계 경화제의 종류 중 하나인 이미다졸은 질소 원자를 갖는 방향족 고리 유기 화합물로 에폭시기의 음이온성 사슬 중합을 유도함으로써 에폭시 수지를 빠르게 경화시킬 수 있다. 따라서 에폭시 수지의 경화에 효율적인 촉매로 작용을 하며, 기계적 성능 및 절연 특성을 부여하는 경화제 또는 촉매제로 적용된다 [24, 25]. 하지만 개질되지 않은 이미다졸은 에폭시와 혼합하면 상온에서 경화되는 낮은 저장 안정성을 가지고 있기 때문에 산업적으로 적합하지 않다. 따라서 실온에서는 저장 수명을 연장할 수 있는 불활성이며 높은 온도에 도달했을 때 에폭시 수지를 빠르게 경화시킬 수 있지만 경화 시간이 경화도에 영향을 주지 않으면서 가교결합을 촉진하는 잠재성, 속경화성 경화제가 주목받고 있다.



Decreasing the activation energy of a curing reaction by using imidazole.



Enhancing mechanical properties by participating in crosslinking network.

Figure 3. Curing routes of epoxy and imidazole.

1.3. 참고문헌

- [1] T.H. Hsieh, A.J. Kinloch, K. Masania, A.C. Taylor, S. Sprenger, *Polymer* (2010) **51**(26), 6284-6294.
- [2] C. May, *Epoxy resins: chemistry and technology*, Routledge 2018.
- [3] H. Kimura, A. Matsumoto, H. Sugito, K. Hasegawa, K. Ohtsuka, A. Fukuda, *J. Appl. Polym. Sci.* (2001) **79**(3), 555-565.
- [4] Y. Kim, H. Yeo, N.-H. You, S.G. Jang, S. Ahn, K.-U. Jeong, S.H. Lee, M. Goh, *Polym. Chem.* (2017) **8**(18), 2806-2814.
- [5] K. Pivnenko, G. A. Pedersen, E. Eriksson, T. F. Astrup, *Waste Management* (2015) **44**, 39-47.
- [6] V. Dixit, A. K. Nagpal, R. Singhal, *Int. J. Plast. Technol.* (2010) **14**, 38-52.
- [7] M. J. Yoo, S. H. Kim, S. D. Park, W.S. Lee, J.W. Sun, J.H. Choi, S. Nahm, *Eur. Polym. J.* **46**, 1158 (2010).
- [8] B. J. P. Jansen, K. Y. Tamminga, H. E. H. Meijer, P. J. Lemstra, *Polymer* (1999) **40**, 5601-5607.
- [9] P. Mohan, *Polym. Plast. technol.* (2013) **52**, 107.
- [10] M. A. Espinosa, V. Cádiz, M. Galiá, *J. Polym. Sci. Part A: Polym. Chem.* (2001) **39**, 2847.

- [11] X. Wang, W. Xing, X. Feng, B. Yu, H. Lu, L. Song, Y. Hu, *Chem. Eng. J.* (2014) **250**, 214–221.
- [12] P. Chao, Y. Li, X. Gu, D. Han, X. Jia, M. Wang, T. Zhou, T. Wang, *Polym. Chem*, (2015) **6**, 2977–2985.
- [13] S. Qiu, W. Xing, X. Feng, B. Yu, X. Mu, R.K.K. Yuen, Y. Hu, *Chem. Eng. J* (2017) **309**, 802–814.
- [14] X.L. Wang, L. Chen, J.N. Wu, T. Fu, Y.Z. Wang, *ACS Sustain. Chem. Eng* (2017) **5**, 3353–3361.
- [15] D. Derouet, F. Morvan, J.C. Bross, *J. Appl. Polym. Sci* (1996) **62**, 1855–1868.
- [16] G. Camino, L. Costa, G. Martinasso, *Polym. Degrad. Stab.* (1989) **23**, 359–376.
- [17] D. Ratna, *Polymer* (2001) **42**(9), 4209–4218.
- [18] Mirmohseni-Namin A., Nikafshar S., Mirmohseni F, *RSC Adv.* (2015) **5**(65), 53025–53035.
- [19] Zabihi O, *Compos. B Eng.* (2013) **1**(45), 1480–1485.
- [20] Zabihi O., Khayyam H., Fox B.L., Naebe M. *New J. Chem.* (2015) **39**, 2269–2278.

- [21] P.M. Hergenrother, C.M. Thompson, J.G. Smith, J.W. Connell, J.A. Hinkley, R.E. Lyon, R. Moulton, *Polymer* (2005) **46**(14), 5012-5024.
- [22] Y.-L. Liu, C.-Y. Hsu, W.-L. Wei, R.-J. Jeng, *Polymer* (2003) **44**(18), 5159-5167.
- [23] J. Cui, W. Chen, Z. Zhang, S. Li, *Macromol. Chem. Phys.* (1997) **198**(6), 1865-1872.
- [24] Mousa Ghaemy, Samaneh Sadjady, *Iranian Polymer Journal* (2006) **15**(2), 103-110
- [25] S.K. Ooi, W.D. Cook, G.P. Simon, C.H. Such, *Polymer* (2000) **41**, 3639

Chapter 2.

높은 탄화수율을 제공하는
에폭시 경화용 신규 부경화제의
합성 및 특성

Chapter 2. 높은 탄화수율을 제공하는 에폭시 경화용 신규 부경화제의 합성 및 특성

2.1. 이 론

에폭시 수지 (EP)는 가장 대표적인 열경화성 수지 중 하나이며 전기절연성 및 내열성, 접착성과 같은 우수한 특성을 가지며 다양한 산업 분야에서 사용된다 [1-4]. 에폭시는 아민 또는 산 무수물 분자와의 발열 반응에 의해 네트워크 구조를 갖는 3차원 가교 구조를 생성한다. 이러한 반응을 경화 반응이라고 한다 [5-8]. 경화된 에폭시의 물리적 특성은 경화 조건에 크게 의존한다. 결과적으로, 에폭시의 경화 동역학에 대한 많은 연구가 진행되고 있다.

그중에서 가장 주목할만한 것은 차량의 무게를 줄여 연료 효율을 향상시키기 위해 탄소 섬유 강화 플라스틱 (CFRP)과 같은 경량 복합 재료를 사용하는 것이다. 기존의 CFRP는 에폭시의 경화 시간이 길기 때문에 대량생산에 불리했지만, 최근 경화 촉매의 사용으로 인해 에폭시의 경화 속도를 짧게 단축시켜 대량생산이 가능해졌다 [9, 10]. 이미다졸 유도체는 에폭시기의 음이온성 사슬 중합을 유도함으로써 에폭시 수지를 빠르게 경화시킬 수 있기 때문에 에폭시 촉매로서 연구자들의 광범위한 관심을 끌고 있다 [11].

에폭시의 또 다른 중요한 연구 분야는 난연성이다. 초기에는 할로젠화 화합물이 일반적인 난연 첨가제로 사용되었다 [12]. 하지만 할로젠화 화합물은 연소 과정에서 독성, 부식성 할로젠 연기와 환경 오염의 문제를 발생시켰다. 이러한 문제점들을 해결하기 위하여 질소 함유 화합물 [13, 14], 인 함유 화합물 [15], 탄소 나노 튜브 [16] 및 그래핀 등이 제안되었다 [17]. 이러한 첨가제들은 char layer를 형성하여 산소 투과도를 감소시키고 난연성을 증가시킬 수 있다.

본 연구에서는 에폭시 연구에서 극복해야 할 빠른 경화와 난연성 문제를 해결하기 위해 새로운 부경화제를 합성하였다. 이미다졸 분자를 헥사하이드로트리아진을 중심으로 세 부분의 위치에 치환하였다. 이미다졸 화합물은 에폭시와의 반응을 통해 가교결합을 형성하기 때문에 [18], 이미다졸을 함유한 헥사하이드로트리아진 (HIM으로 약칭)은 에폭시와 반응 할 때 가교결합을 형성하여 기계적 강도를 향상시킬 수 있다. 또한, 독성 할로젠을 사용하지 않고 난연성을 부여하면서 에폭시를 빠르게 경화하였다.

2.2. 실험

2.2.1. 시약

4-Bromoaniline과 Tetrakis(triphenylphosphine)palladium(0) (99%) ($\text{Pd}(\text{PPh}_3)_4$), Potassium carbonate (ACS reagent, $\geq 99\%$), Potassium acetate (ACS reagent, $\geq 99\%$), 4,4'-Oxydianiline (97%), Imidazole (ACS reagent, $\geq 99\%$ (titration)), Toluene (anhydrous, 99.8%), 1,4-Dioxane (anhydrous, 99.%)은 Sigma-Aldrich Co. (USA)에서 구입하였다. Paraformaldehyde와 1-(4-Bromophenyl)imidazole, Bis(pinacolato)diboron, [1,1'-Bis(diphenylphosphino)ferrocene]palladium(II) Dichloride Dichloromethane Adduct ($\text{Pd}(\text{dppf})\text{Cl}_2$)는 TCI Co. (Japan)에서 구입하였다. Sodium sulfate anhydrous는 Daejung Chemical Co. (Korea)에서 구입하였다. Diglycidyl ether of bisphenol A (DGEBA)-type 에폭시 수지 (YD-128)는 Kukdo Chemical Co. (Korea)에서 구입하였다.

2.2.2. 단량체 합성

2.2.2.1. 1,3,5-Tris(4-bromophenyl)-1,3,5-triazinane (M1)의 합성

100 mL 삼구 둥근 바닥 플라스크에 교반 자석을 넣고 3방향 콕과 환류냉각기를 연결한다. 플라스크의 수분을 제거하기 위해 플라스크 내부를 진공상태로 만들고 열을 가한다. 20분 후 진공상태인 플라스크에 아르곤 대기를 치환한 후 4-bromoaniline (5.00 g, 29.0 mmol, 1 equiv), paraformaldehyde (0.96 g, 31.9 mmol, 1.1 equiv)를 넣는다. 고체 시약들을 넣고 다시 플라스크를 20분 정도 진공상태로 만든 후 아르곤 대기로 치환한다. 플라스크 내에 공기가 유입되지 않게 주사기로 무수 toluene (48 mL)을 첨가한다. 혼합물을 110 °C로 2시간 동안 유지하며 환류시킨다. 반응 종료 후 혼합물을 실온으로 냉각시키고, 남아있는 paraformaldehyde를 toluene으로 여과하여 제거한다. 과량의 toluene을 회전 증발기를 통해 제거하고, 실온에서 하루 동안 건조하여 흰색의 고체 M1 (4.42 g, yield 88%)을 얻는다.

$^1\text{H NMR}$ (600 MHz, CDCl_3) δ = 4.80 (s, 6H, -N- CH_2 -N-), 6.81 - 6.83 (d, 6H, J = 8.4 Hz, Ph- H), 7.29 - 7.31 (d, 6H, J = 9.0 Hz, Ph- H). Figure 4에서 M1의 $^1\text{H NMR}$ spectra를 확인할 수 있다.

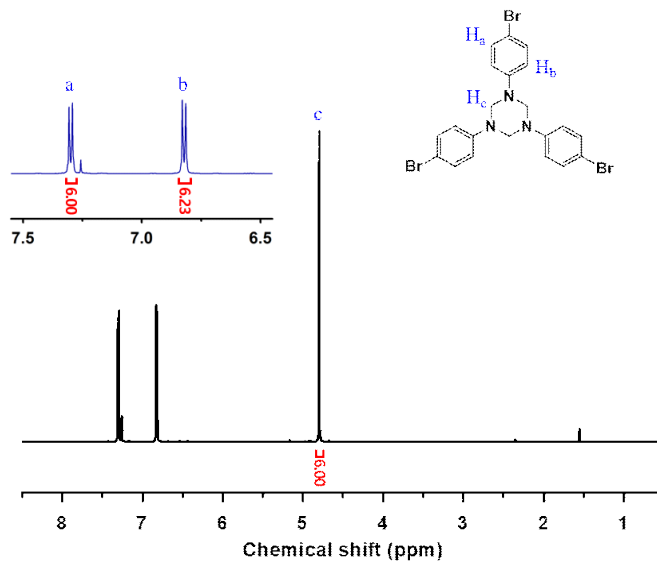


Figure 4. ^1H NMR (600 MHz) spectrum of 1,3,5-tris(4-bromophenyl)-1,3,5-triazinane (M1).

2.2.2.2. 1-(4-(4,4,5,5-tetramethyl-1,3,2-dioxaborolan-2-yl)phenyl)-1*H*-imidazole (M2)의 합성

250 mL 이구 둥근 바닥 플라스크에 교반 자석을 넣고 3방향 콕과 환류냉각기를 연결한다. 플라스크의 수분을 제거하기 위해 플라스크 내부를 진공상태로 만들고 열을 가한다. 20분 후 진공상태인 플라스크 내부를 아르곤 대기로 치환한 다음 1-(4-bromophenyl)imidazole (3 g, 13.4 mmol, 1 equiv), bis(pinacolato)diboron (4.10 g, 16.1 mmol, 1.2 equiv), Pd(dppf)Cl₂ (1.47 g, 2.0 mmol, 15 mol%), potassium acetate (3.96 g, 40.3 mmol, 3 equiv)를 넣는다. 고체 시약들을 넣은 후 다시 플라스크를 20분 정도 진공상태로 만든 후 아르곤 대기로 치환한다. 플라스크 내에 공기가 유입되지 않게 주사기로 넣은 후, 무수 1,4-dioxane (100 mL)을 첨가한다. 혼합물을 80 °C로 72시간 동안 유지하며 환류시킨다. 반응이 종결되면 혼합물을 실온으로 냉각시키고 chloroform과 물을 이용하여 3회 추출한다. 추출한 유기층을 소금물로 세척하면 chloroform 층의 유기층을 얻을 수 있다. 유기층에 있는 수분을 제거하기 위해서 삼각플라스크와 교반 자석을 준비한다. 삼각플라스크에 추출한 유기층과 무수 Na₂SO₄를 넣어 20분 동안 교반 시킨다. 수분을 제거한 유기층을 chloroform과 methanol 용매를 사용하여 실리카겔 컬럼 크로마토그래피로 정제한다. Chloroform과 methanol을 회전 증발기를 통해 제거하면 갈색의 고체 M2 (1.40 g, yield 39%)를 얻는다.

¹H NMR (600 MHz, CDCl₃) δ = 1.37 (s, 4H, CH₂-O-B-), 7.22 (s, 1H, -N-CH-N-), 7.33 (s, 1H, -CH-CH-N-), 7.39-7.41 (d, 2H, J = 7.8 Hz, Ph-H), 7.91 (s, 2H, Ph-H), 7.92 (s, 1H, -N-CH-CH-). Figure 5에서 M2의 ¹H NMR spectra를 확인할 수 있다.

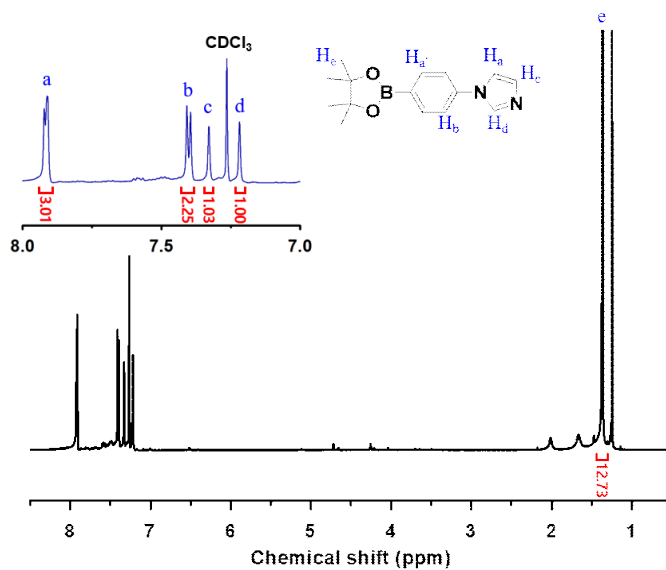


Figure 5. ¹H NMR (600 MHz) spectrum of 1-(4-(4,4,5,5-tetramethyl-1,3,2-dioxaborolan-2-yl)phenyl)-1H-imidazole (M2).

2.2.2.3. Hexahydrotriazine imidazole-derivatives (HIM)의 합성

100 mL 이구 둥근 바닥 플라스크에 교반 자석을 넣고 3방향 콕과 환류냉각기를 연결한다. 플라스크의 수분을 제거하기 위해 플라스크 내부를 진공상태로 만들고 열을 가한다. 20분 후 진공상태인 플라스크 내부를 아르곤 대기로 치환한 후 M1 (0.92 g, 1.7 mmol, 1 equiv), M2 (1.40 g, 5.2 mmol, 3.1 equiv), Pd(PPh₃)₄ (0.39 g, 340.0 μmol, (M1+M2)×5 mol%) 그리고 aliquat336을 넣는다. 고체 시약들을 넣은 후 다시 플라스크를 20분 정도 진공상태로 만든 후 아르곤 대기로 치환한다. 아르곤 대기로 치환된 플라스크 안에 탈기된 K₂CO₃ 수용액 (10 mL)과 무수 toluene (20 mL)을 공기가 들어가지 않도록 주사기로 첨가한다. 혼합물을 48시간 동안 90 °C로 어둡게 유지하며 환류시킨다. 반응 종료 후 혼합물을 실온으로 냉각시키고, chloroform과 물을 이용하여 3회 추출한다. 추출한 유기층을 소금물로 세척하여 chloroform의 유기층을 얻을 수 있다. 유기층에 있는 수분을 제거하기 위해서 삼각플라스크와 교반 자석을 준비한다. 삼각플라스크에 추출한 유기층과 무수 Na₂SO₄를 넣어 20분 동안 교반 시킨다. Ethyl acetate로 열을 가한 후에 실온으로 냉각시킨다. 냉각시킨 혼합물을 재결정하고 여과 후 정제하여 진한 갈색의 고체 HIM (0.75 g, yield 60%)을 얻는다.

¹H NMR (600 MHz, CDCl₃) δ = 5.03 (s, 6H, -N-CH₂-N-), 7.12 - 7.14 (d, 6H, J = 8.4 Hz, Ph-H), 7.23 (s, 3H, -N-CH-N-), 7.30 (s, 3H, -CH-CH-N-), 7.42 - 7.43 (d, 3H, -N-CH-CH-), 7.50 - 7.52 (d, 6H, J = 8.4 Hz, Ph-H), 7.62 - 7.63 (d, 6H, J = 8.4 Hz, Ph-H), 7.88 (s, 6H, Ph-H). Figure 6에서 HIM의 ¹H NMR spectra를 확인할 수 있다.

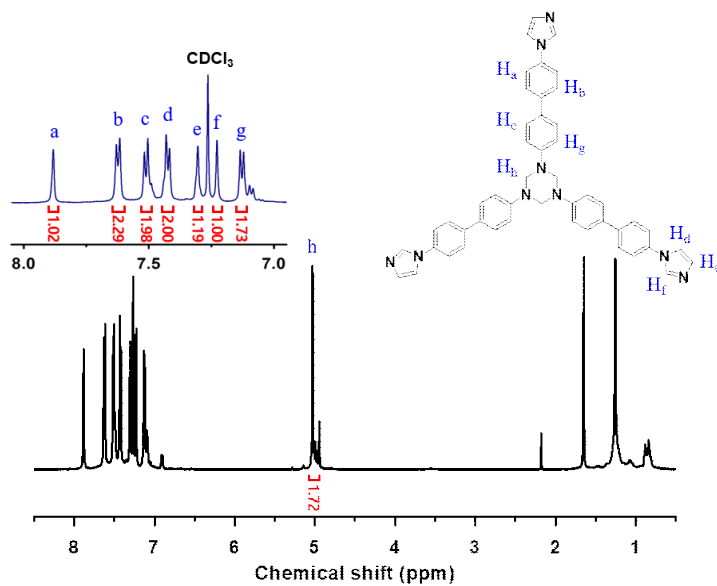


Figure 6. ¹H NMR (600 MHz) spectrum of 1,3,5-tris(4'-(1H-imidazol-1-yl)-[1,1'-biphenyl]-4-yl)-1,3,5-triazinane (HIM).

2.2.3. 에폭시 경화물 제조

DGEBA에 경화제인 ODA를 1:1 몰비로 첨가하고, 부경화제로 3 phr, 5 phr, 10 phr, 20 phr의 HIM을 첨가하여 에폭시 수지를 경화하였다. 기본적인 경화 방법은 ODA/HIM-03 샘플을 사용하여 설명한다. 먼저 알루미늄 접시에 DGEBA (0.50 g, 1.5 mmol, 1 equiv), ODA (0.30 g, 1.5 mmol, 1 equiv)를 섞은 후, HIM (0.015 g, 3 phr)을 혼합한다. 200 °C Hot plate에 혼합물이 담긴 알루미늄 접시를 올려두고 ODA와 HIM이 녹아 고르게 섞이도록 저어준다. ODA와 HIM이 녹으면 DGEBA와의 무색투명한 혼합물이 투명한 갈색으로 변하며, 이후 10분 동안 경화한다. 경화가 완료되면 액체 상태였던 혼합물이 더이상 흐르지 않으며, 표면이 굳는다. 이후 경화된 에폭시 경화물이 담긴 알루미늄 접시를 실온으로 냉각시키고 경화물과 알루미늄 접시를 분리하면 경화된 에폭시 복합체를 얻는다. 이와 같이 제조된 샘플들을 각각 ODA, ODA/HIM-03, ODA/HIM-05, ODA/HIM-10, ODA/HIM-20으로 명명한다.

2.2.4. 측정

합성된 M1, M2와 HIM의 구조는 CDCl_3 에서 ^1H (600 MHz) 핵자기 공명 분광법 (Nuclear Magnetic Resonance, NMR, Agilent, Solution state NMR 600 MHz Spectrometer)을 이용하여 확인하였다. 경화 반응의 경화 거동과 활성화 에너지를 얻기 위해 질소 대기 하에서 2, 5, 10, 20, 40 °C/min의 승온 속도로 시차 주사 열량계 (Differential Scanning Calorimetry, DSC Q20, TA instrument, USA)를 측정하였다. 동적 기계적 분석기 (Dynamic Mechanical Analysis, DMA, Q800, TA instrument, USA)는 공기 대기에서 1 Hz의 진동수와 3 °C/min의 승온 속도로 측정되어 경화된 에폭시 수지의 저장 계수 및 기계적 특성을 분석하였다. DMA 측정에 사용된 샘플은 길이 25 mm, 폭 5 mm, 두께 1 mm로 제작되었다. 경화된 에폭시 수지의 기계적 특성을 평가하기 위해 만능 인장 시험기 (Universal Testing Machine, UTM, Instron, USA)를 이용하여 인장 속도 5 mm/min로 인장 강도 시험을 수행하였다. UTM 측정에 이용된 샘플은 길이 25 mm, 폭 5 mm, 두께 1 mm의 크기로 제작되었다. HIM의 함량에 따른 에폭시 수지의 분해 온도 및 탄화 수율을 확인하기 위하여 열 중량 분석기 (Thermogravimetric Analysis, TGA, Q50, TA Instrument, USA)를 질소 대기 하에서 10 °C/min 승온 속도로 측정하였다. 마이크로 연소 열량계 (Microscale Combustion Calorimeter, MCC, FAA Micro Calorimeter)는 난연 특성을 평가하기 위해 1 °C/s의 승온 속도로 질소 대기 80%, 산소 대기 20%에서 750 °C까지 가열하여 측정되었다.

2.3. 결과 및 토론

2.3.1. 합성 및 특성

HIM의 합성 방법과 경화에 사용된 에폭시 및 경화제의 구조를 Figure 7에 나타냈다. 이전에 보고된 높은 가교결합을 가지며 재활용이 가능하고 강한 열경화성 고분자인 poly(hexahydrotriazine) 연구를 바탕으로 합성하였다 [19]. 또한, 가교결합을 향상시키기 위한 삼관능기로 hexahydrotriazine 코어를 도입하였다. 1,3,5-tris(4-bromophenyl)-1,3,5-triazinane (M1)은 amine과 paraformaldehyde의 반응에 의해 4-bromoaniline으로부터 우수한 수율 (88%)로 성공적으로 전환되었다 [20].

1-(4-(4,4,5,5-tetramethyl-1,3,2-dioxaborolan-2-yl)phenyl)-1H-imidazole (M2)는 boronic acid pinacol ester에서 전환되었다.

1,3,5-tris(4'-(1H-imidazol-1-yl)-[1,1'-biphenyl]-4-yl)-1,3,5-triazinane (HIM)은 M1과 M2 사이의 스즈키 커플링 반응으로 합성하였다. 최종 생성물은 ¹H-NMR 분광법, 열 중량 분석기 (TGA)로 측정하였다.

¹H-NMR 결과에서 δ 7.23 (1 H), 7.30 (1 H) 그리고 7.89 ppm (1 H)에 imidazolyl heterocyclic ring과 HIM의 1H로부터 3개의 특징적인 피크가 나타났다 (Figure 4, 5, 6). TGA 결과로부터 HIM이 279 °C에서 5%의 중량 손실을 나타내며, 최종적으로 약 44%의 숯을 형성하는 것으로 보아 높은 열 안정성을 갖는 것을 확인하였다 (Figure 8).

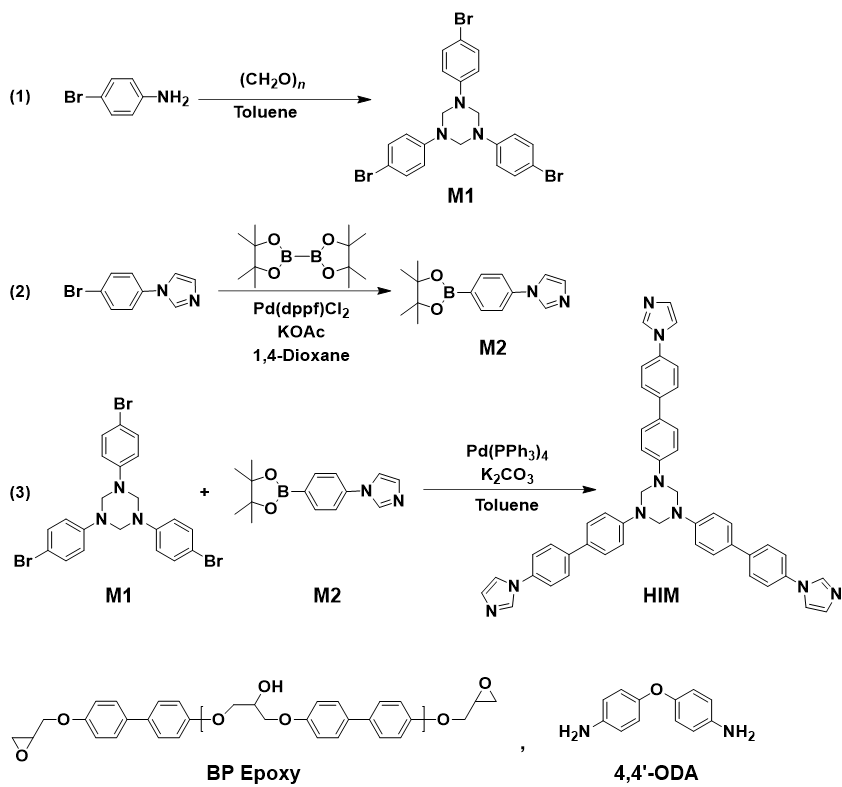


Figure 7. Synthesis route of HIM and chemical structure of compounds.

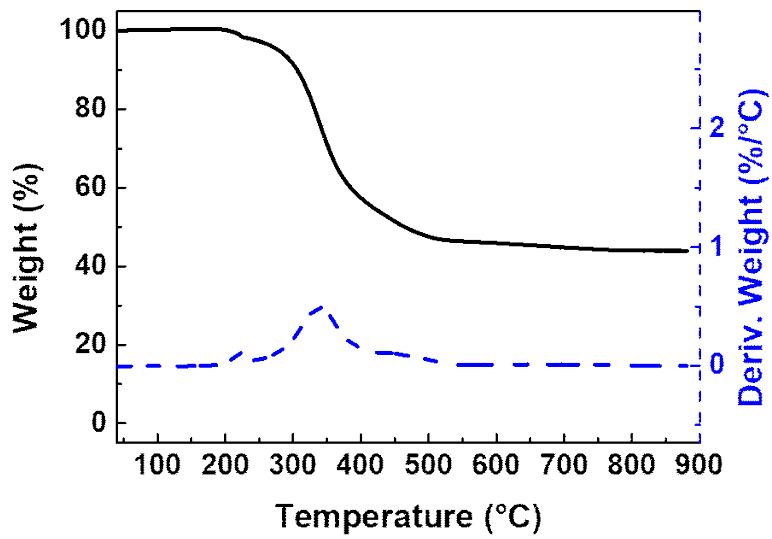


Figure 8. Thermal behaviors of HIM TGA with heating rate of 10 °C/min in N₂.

2.3.2. 반응 속도 분석

시차 주사 열량계 (DSC)를 이용한 고온 경화 반응 분석은 적은 수의 실험으로 반응에 대한 정보를 비교적 간단하게 얻을 수 있기 때문에 매우 유용하다. ODA만 첨가한 에폭시 수지와 HIM을 함량별로 첨가한 ODA/HIM 에폭시 복합체의 경화 반응 온도 측정은 각각 수행되었다 (Figure 9). 두 경우 모두 등은 속도가 빠를수록 반응 시작 온도 (T_{onset}) 및 발열 피크 온도 (T_p)가 높아진다.

Kissinger와 Ozawa의 방법을 사용하여 경화 반응에 필요한 최소 에너지를 나타내는 활성화 에너지 (E_a)를 유도하였다. Kissinger와 Ozawa의 방법은 다양한 가열 속도에 따라 발열 피크로부터 경화 반응의 활성화 에너지를 얻는 방법인 식 (1), (2)를 제시하였다.

$$E_a = -R \times \frac{\Delta \left(\ln \left(\frac{\theta}{T_p^2} \right) \right)}{\Delta \left(\frac{1}{T_p} \right)} \quad (1)$$

$$E_a = \frac{-R}{1.052} \times \frac{\Delta \ln \theta}{\Delta \left(\frac{1}{T_p} \right)} \quad (2)$$

Kissinger와 Ozawa의 방법을 사용한 $\ln (\theta/T_p^2)$ 와 $1000/T_p$, 그리고 $\ln \theta$ 와 $1000/T_p$ 의 그래프가 Figure 10에 나와 있으며, 그래프의 기울기에서 얻은 활성화 에너지 (E_a)는 Table 1과 같다. E_a 는 Kissinger와 Ozawa의 방법을 사용하여 계산하였다.

각각의 E_a 의 값은 다음과 같다. Kissinger 방법은 ODA의 경우 7.28 kJmol^{-1} ,

ODA/HIM-03의 경우 6.91, ODA/HIM-05의 경우 6.67, ODA/HIM-10의 경우 6.38, ODA/HIM-20의 경우 6.33, Ozawa 방법은 ODA의 경우 9.46, ODA/HIM-03의 경우 9.43, ODA/HIM-05의 경우 9.18, ODA/HIM-10의 경우 8.84, ODA/HIM-20의 경우 8.74이다.

두 결과 모두 일관된 경향성을 보여주었다. HIM이 첨가되지 않은 경우를 제외하고, 활성화 에너지는 HIM 함량이 증가함에 따라 감소하였다. HIM은 경화 과정을 가속화하는 촉매 중간체로 사용되었다 [21].

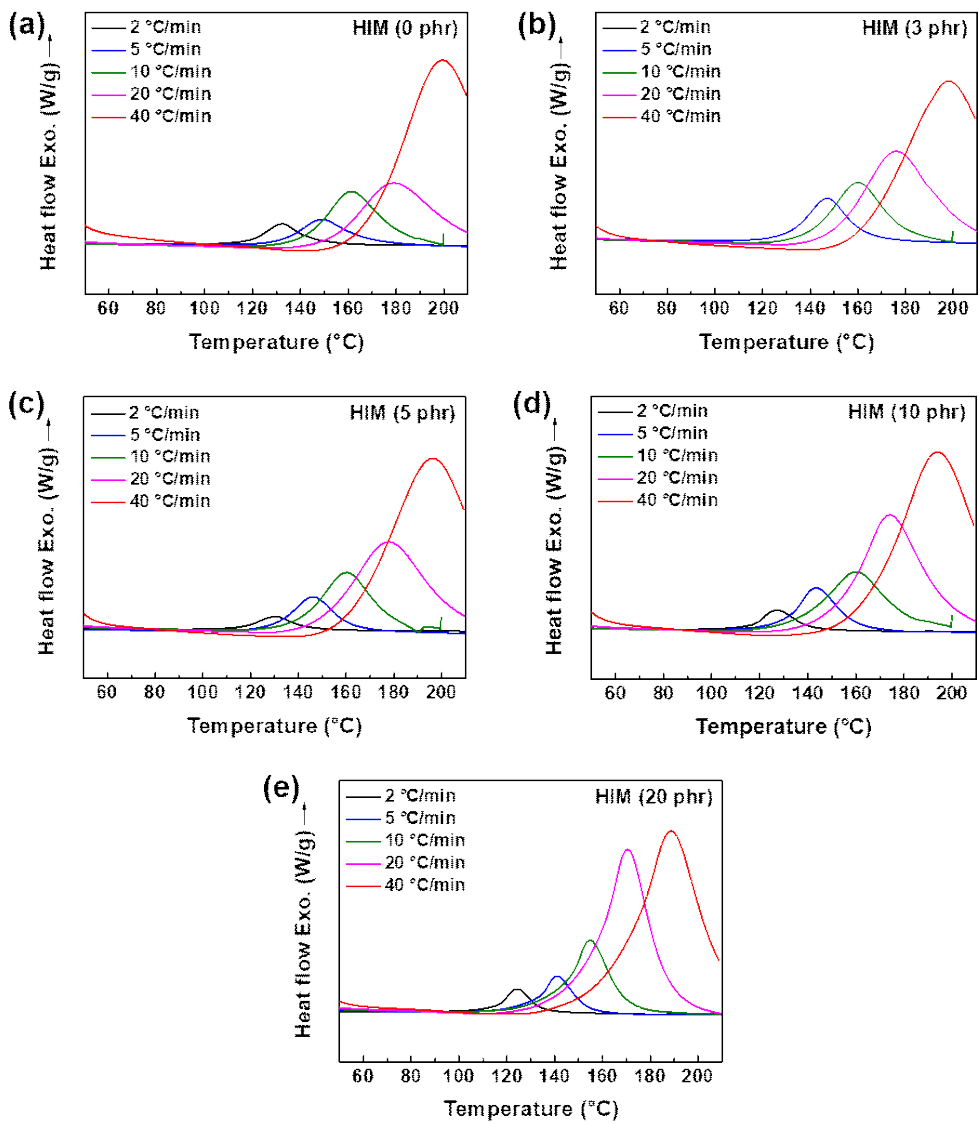


Figure 9. Heat flow at different heating rate with HIM content (a) 0 phr, (b) 3 phr, (c) 5 phr, (d) 10 phr, (e) 20 phr.

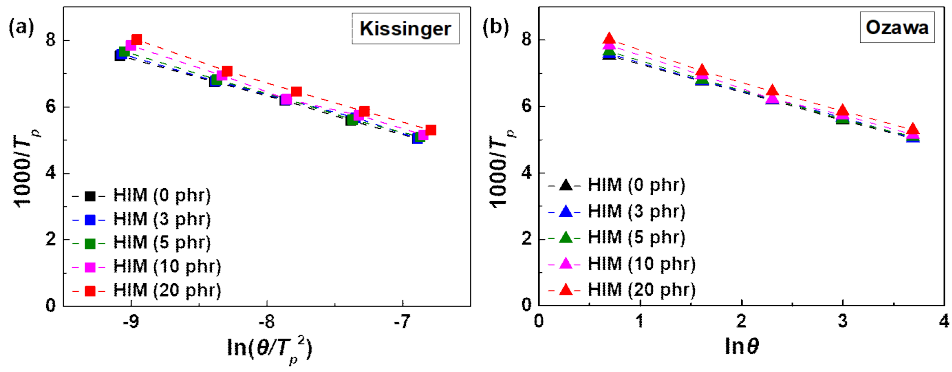


Figure 10. Plots of (a) $\ln(\Theta/T_p^2)$ vs. $1000/T_p$ from Kissinger method, (b) $\ln\Theta$ vs. $1000/T_p$ from Ozawa method.

Table 1. T_p and reaction heat of dynamic scans.

Amine	HIM Contents (phr)	Heating rate (°C/min)					E_a (kJ/mol)	
		2	5	10	20	40	Kissinger	Ozawa
ODA	0	133	148	162	179	198	7.28	9.46
ODA/HIM-03	3	132	148	161	176	198	6.91	9.43
ODA/HIM-05	5	131	147	161	178	196	6.67	9.18
ODA/HIM-10	10	128	144	161	174	194	6.38	8.84
ODA/HIM-20	20	125	141	155	171	189	6.33	8.74

2.3.3. 기계적 특성

HIM을 첨가하지 않은 EP/ODA와 다른 함량의 EP/ODA/HIM의 기계적 특성 변화에 대한 HIM의 효과를 조사하기 위해, HIM을 첨가하여 경화한 에폭시와 HIM을 첨가하지 않은 에폭시의 인장 강도를 UTM 분석을 통하여 평가하였고, 인장 강도의 값을 Figure 11에 나타냈다.

경화 에폭시 복합체의 인장 강도는 Figure 11에 나타난 것과 같이, HIM이 0 phr일 때 22.8 MPa, HIM이 3 phr일 때 28.3 MPa, HIM이 5 phr일 때 50.9 MPa, HIM이 10 phr일 때 33.1 MPa, HIM이 20 phr일 때 26.2 MPa의 값을 나타냈다. HIM 함량이 5 phr인 경화 에폭시 복합체의 인장 강도는 비교한 샘플들 중 최댓값을 갖는다. HIM 함량이 5 phr 첨가된 에폭시 복합체의 인장 강도 (50.87 MPa)는 HIM을 첨가하지 않은 에폭시 수지의 강도 (22.79 MPa)보다 123% 높은 결과를 얻었다.

이 현상의 원인은 다음과 같은 세 가지 측면을 보여준다. 첫째, 에폭시 수지의 에폭시기와 HIM의 이미다졸이 반응에 참여하여 에폭시 수지의 인장 강도를 향상시키는데 기여한다. 둘째, 형성된 네트워크 구조는 HIM이 압력을 받을 때, 더 많은 기계적 하중을 받을 수 있다 [22]. 그러나, HIM 함량이 5phr을 초과하면 에폭시 수지의 기계적 특성이 약간 저하될 것으로 예상된다. 에폭시 수지에서 HIM의 함량이 증가할수록 분산성이 떨어지므로 에폭시 매트릭스의 상 분리와 결함을 유발하고 결과적으로 기계적 퍼콜레이션의 한계 수준을 넘었기 때문이라고 예상된다.

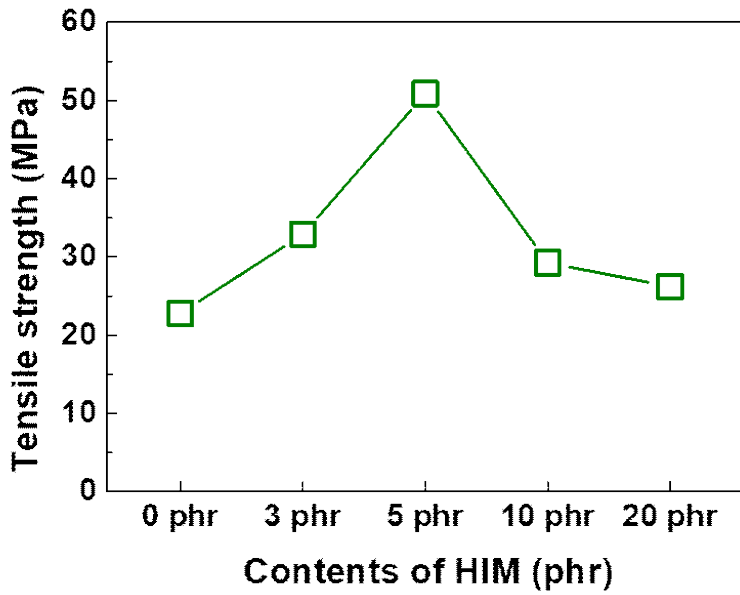


Figure 11. Plot of tensile strength as a HIM content for epoxy/ODA composites.

2.3.4. 열적 특성

Figure 12 (a)는 질소 대기에서 10 °C/min의 가열 속도로 측정된 HIM을 첨가하지 않은 에폭시 수지 및 HIM을 함량별로 첨가한 ODA/HIM에 대한 경화 에폭시의 TGA 곡선을 나타낸다. Figure 12 (a)에서 볼 수 있듯이 모든 샘플은 유사한 열분해 거동을 나타낸다. 이것을 통해 ODA/HIM의 분해 메커니즘이 HIM이 첨가되어도 변하지 않는다는 것을 알 수 있다. 또한, ODA/HIM 에폭시 복합체의 분해 온도 및 숯 수율은 HIM을 첨가하지 않은 에폭시의 수율보다 높는데, HIM이 20 phr 첨가된 에폭시 복합체는 최대 숯 수율이 36.1%인 것을 확인할 수 있었으며 이것은 HIM이 첨가되지 않은 20.7% 보다 약 74 % 더 높다.

마이크로 연소 열량계 (MCC)는 고분자의 연소 거동을 조사하기 위한 가장 좋은 마이크로 크기의 시험 방법이다. 시험이 진행된 모든 샘플에 대한 열 방출률 (HRR) 및 총 열 방출 (THR)이 가장 중요한 결과이다.

마이크로 연소 열량계로 측정된 HRR의 피크 값은 연소 정도를 표현하는 데 사용되므로 매우 중요한 매개 변수이다. 다른 샘플들에 대한 연소 시간의 함수로서 HIM의 함량별 HRR의 변화를 Figure 12의 (b)에 나타냈다. HIM의 함량이 증가함에 따라 HRR 값은 감소하며, 이는 HIM이 샘플의 연소 정도를 감소시키는 역할을 충분히 할 수 있음을 의미한다. 또한, Table 2는 마이크로 연소 열량계를 사용하여 측정된 모든 주요 데이터를 요약한 것이다.

HIM의 첨가는 HRR의 현저한 감소에 영향을 주며, 이는 HIM을 첨가하지 않은 에폭시의 373.7 W/g에서 ODA/HIM-20 복합체의 236.4 W/g까지 HRR 값이 36.6% 감소하는 결과를 나타낸다.

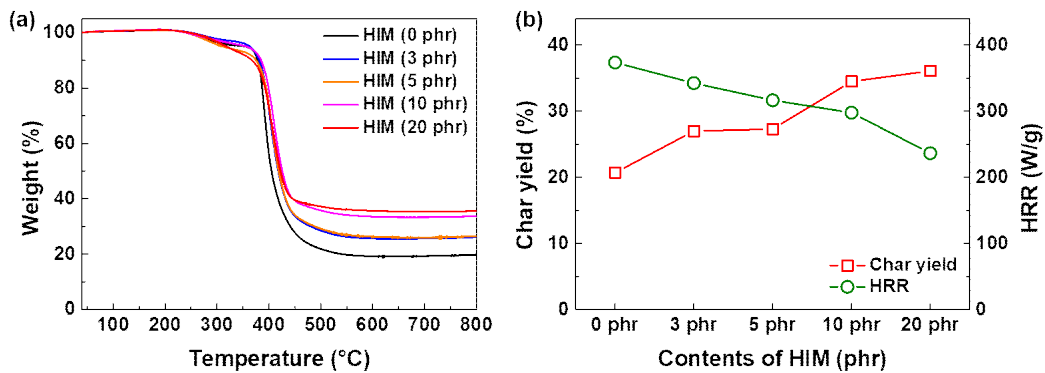


Figure 12. Plot of (a) TGA curves, (b) char and HRR properties as a HIM content for epoxy/ODA composites.

Table 2. TGA and micro calorimetric results of the prepared epoxy systems.

Amine	Temperature at 5% weight loss (°C)	Char yield (%)	PHRR (W/g)	THR (kJ/g)	HRC (J/gK)	Tem _{max} (°C)
ODA	354.5	20.7	373.7	22.5	371.0	409.4
ODA/HIM-03	363.8	27.0	342.5	21.4	339.0	407.1
ODA/HIM-05	311.2	27.3	316.6	21.6	317.0	408.3
ODA/HIM-10	356.1	34.5	297.8	20.1	296.0	403.0
ODA/HIM-20	317.8	36.1	236.4	19.6	237.0	393.7

2.4. 참고문헌

- [1] T.H. Hsieh, A.J. Kinloch, K. Masania, A.C. Taylor, S. Sprenger, *Polymer* (2010) **51**(26), 6284-6294.
- [2] C. May, *Epoxy resins: chemistry and technology*, Routledge 2018.
- [3] H. Kimura, A. Matsumoto, H. Sugito, K. Hasegawa, K. Ohtsuka, A. Fukuda, *J. Appl. Polym. Sci.* (2001) **79**(3), 555-565.
- [4] Y. Kim, H. Yeo, N.-H. You, S.G. Jang, S. Ahn, K.-U. Jeong, S.H. Lee, M. Goh, *Polym. Chem.* (2017) **8**(18), 2806-2814.
- [5] K. Horie, H. Hiura, M. Sawada, I. Mita, H. Kambe, *Journal of Polymer Science Part A-1: Polymer Chemistry* (1970) **8**, 1357-1372.
- [6] S. Vyazovkin, N. Sbirrazzuoli, *Macromolecules* (1996) **29**(6), 1867-1873.
- [7] M.R. Keenan, *J. Appl. Polym. Sci.* (1987) **33**(5), 1725-1734.
- [8] M.E. Ryan, A. Dutta, *Polymer* (1979) **20**(2), 203-206.
- [9] T. Okabe, T. Takehara, K. Inose, N. Hirano, M. Nishikawa, T. Uehara, *Polymer* (2013) **54**, 4660-4668.
- [10] N.T. Kamar, L.T. Drzal, A. Lee, P. Askeland, *Polymer* (2017) **111**, 36-47.

- [11] K. Kudo, M. Furutani, K. Arimitsu, *ACS Macro Lett.* (2015) **4**(10), 1085-1088.
- [12] D. Lenoir, K. Kampke-Thiel, *Fire and Polymers II, American Chemical Society* (1995), 377-392.
- [13] H. Nishihara, S. Tanji, R. Kanatani, *Polymer Journal* (1998) **30**, 163-167.
- [14] H. Horacek, R. Grabner, *Polym. Degrad. Stab.* (1996) **54**, 205-215.
- [15] W. Zhang, X. Li, R. Yang, *Polym. Degrad. Stab.* (2011) **96**, 1821-1832.
- [16] J.S. Im, S.K. Lee, S.J. In, Y.-S. Lee, *J. Anal. Appl. Pyrolysis* (2010) **89**, 225-232.
- [17] J. Gu, C. Liang, X. Zhao, B. Gan, H. Qiu, Y. Guo, X. Yang, Q. Zhang, D.-Y. Wang, *Compos. Sci. Technol.* (2017) **139**, 83-89.
- [18] S.K. Ooi, W.D. Cook, G.P. Simon, C.H. Such, *Polymer* (2000) **41**, 3639-3649.
- [19] J.M. García, G.O. Jones, K. Virwani, B.D. McCloskey, D.J. Boday, G.M. ter Huurne, H.W. Horn, D.J. Coady, A.M. Bintaleb, A.M.S. Alabdulrahman, F. Alsewailam, H.A.A. Almegren, J.L. Hedrick, *Science* (2014) **344**(6185), 732.
- [20] G.O. Jones, J.M. García, H.W. Horn, J.L. Hedrick, *Org. Lett.* (2014) **16**(20), 5502-5505.
- [21] C.-C. Tseng, K.-L. Chen, K.-W. Lee, H. Takayam, C.-Y. Lin, F.F.

Wong, *Prog. Org. Coat.* (2019) **127**, 385-393.

[22] V.K. Srivastava, *Mater. Des.* (2012) **39**, 432-436.

Chapter 3.

결 론

Chapter 3. 결 론

에폭시 수지는 경화제 또는 촉매와의 반응으로 인해 3차원 가교 네트워크 구조를 형성하여 경화되는 가장 일반적인 열경화성 수지이다. 우수한 접착성, 내화학성, 내열성 및 기계적 특성으로 인해 많은 분야에서 응용되고 있다. 에폭시 수지는 여러 우수한 성능을 가지고 있지만, 높은 가연성에 의해 다양한 응용이 제한되기 때문에 에폭시 수지에 난연제를 첨가함으로써 난연성을 향상시킨다. 본 연구에서는 에폭시 수지에 난연성을 부여하는 새로운 부정화제를 이용하여 경화된 수지의 열적, 물리적 특성 및 난연성 향상에 관하여 검토하였다.

이미다졸을 함유한 헥사하이드로트리아진 유도체 (HIM)는 1,3,5-tris(4-bromophenyl)-1,3,5-triazinane (M1)과 1-(4-(4,4,5,5-tetramethyl-1,3,2-dioxaborolan-2-yl)phenyl)-1H-imidazole (M2) 사이의 스템키 커플링 반응으로 합성되었다. HIM은 성공적으로 합성되어 에폭시 매트릭스에 부정화제로 사용되었다. 에폭시 복합체의 경화 반응, 기계적 및 열적 특성에 대한 HIM의 영향을 조사하였다. HIM을 20 phr 첨가하였을 때의 Kissinger 및 Ozawa 방법에 의해 얻어진 활성화 에너지는 각각 6.33 및 8.74 kJ/mol이었다. HIM을 첨가하지 않았을 때보다 활성화 에너지가 약 13% 감소하였다.

에폭시 복합체의 기계적 강도에 HIM이 미치는 영향을 확인하기 위해 인장 강도를 측정하였다. HIM (5 phr)이 첨가된 에폭시 복합체의 강도 (50.87 MPa)는 HIM을 첨가하지 않은 에폭시 수지의 강도 (22.79 MPa)보다 123% 높은 결과를 얻었다. TGA와 micro calorimeter를 이용하여 에폭시 복합체에 열을 가했을 때 HIM의 양이 증가함에 따라 탄화 수율은 74% 향상, 열 방출률은 36% 감소하는 것을 확인하였다. 따라서, 적절한 난연제 그룹으로 이미다졸을 개질함으로써 에폭시를 위한 난연성 부정화제를 설계하고 개발하는 것이 중요하고 유익한 시도였다. 에폭시 복합 재료의 새로운 기능성 재료에 대한 기초를 제공할 수

있으며, 이는 기초 연구와 실제 응용 분야에 매우 중요할 것이다.

Chapter 4.

부 록

Chapter 4. 부 록

Conference

1. Younghyun Kim, Doohun Kim, Honglae Sohn, Munju Goh
“Synthesis and Characterization of Curing Agent Affording Recyclability to Epoxy Resin”
The Polymer Society of Korea, 2019.
2. Younghyun Kim, Haeun Shin, Doohun Kim, Munju Goh
“Synthesis and Characterization of Fast Curing Catalyst for Epoxy Resin with Flame Retardancy”
The Korean Society of Industrial and Engineering Chemistry, 2019.

Synthesis and Characterization of Fast Curing Catalyst for Epoxy Resin with Flame Retardancy

Younghyun Kim^{1,2}, Haeun Shin^{1,2}, Doohun Kim¹, Sook Young Moon¹, Nam Ho You¹, Munju Goh^{3*}

¹Carbon Composite Materials Research Center, Institute of Advanced Composite Materials, Korea Institute of Science and Technology (KIST), Jeollabuk-do 55324, Korea,

²Department of Carbon Materials, Chosun University, Gwangju 61452, Korea,

³Department of Chemical Engineering, Konkuk University, Seoul, 05029, Korea

*E-mail : mgoh@konkuk.ac.kr



Introduction

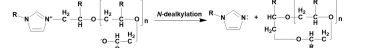
Characteristics of amine curing agents for epoxy

- Adhesiveness
- Chemical resistance
- Mechanical properties
- High flammability
- Short pot-life
- Long curing time

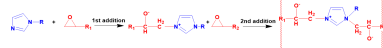
Characteristics of imidazole curing catalyst for epoxy

- High thermal and chemical resistance
- Long pot-life
- Rapid cure beyond activation temperatures

Novel imidazole based catalyst for decreasing activation energy and increasing cross-link density of epoxy resin



Decreasing the activation energy of a curing reaction by using imidazole as a catalyst.

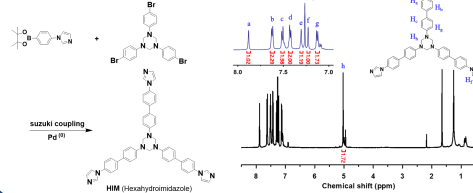


Enhancing mechanical properties by participating in crosslinking network.

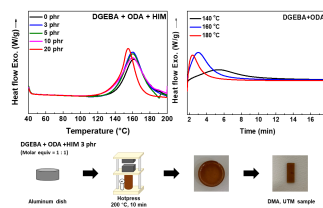
S. K. Lee, W. D. Cook, G. P. Simon, C. H. South, *Polymer* 41, 2000, 3039

Experimental

Synthesis

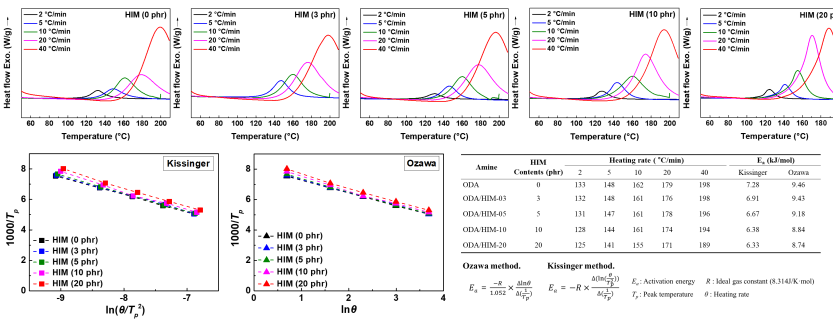


Curing condition test

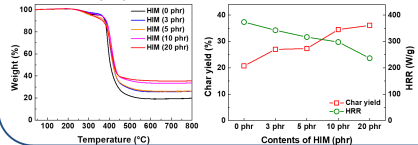


Results and Discussion

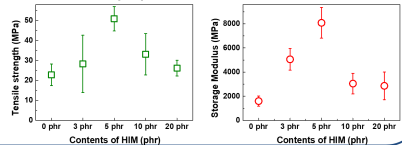
DSC for characterizing activation energy



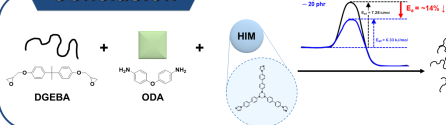
Thermal properties



Mechanical properties



Conclusion



Novel imidazole based catalyst was successfully synthesized for decreasing activation energy and increasing cross-link density mechanical properties, flame retardant of epoxy resin.