Polymer(Korea), Vol. 39, No. 5, pp. 754-760 (2015)
http://dx.doi.org/10.7317/pk.2015.39.5.754

ISSN 0379-153X(Print)
ISSN 2234-8077(Online)

에틸렌-프로필렌-디엔-모노머/불소고무 블렌드의 상 모폴로지와 기계적 물성

이기쁨 · 김승겸 · 유용환 · 강석인 · 오종갑* · 허양일** · 정병헌*** · 나창운†

전북대학교 고분자나노공학과, BK21 플러스 감성터치 고분자복합소재 연구팀, *전북대학교 대학원 디자인제조공학과
**전남대학교 고분자융합소재공학부, ***현대자동차 연구소 연료전지자동차 1팀

(2015년 2월 15일 접수, 2015년 3월 11일 수정, 2015년 3월 11일 채택)

Phase Morphology and Mechanical Properties of Ethylene-Propylene-Diene-Monomer/Fluoroelastomer Blends

Gi-Bbeum Lee, Seung Gyeom Kim, Yong Hwan Yoo, Seok In Kang, Jong Gab Oh*, Yang Il Huh, Byeong-Heon Jeong***, and Changwoon Nah†**

BK21 Plus Heptic Polymer Composites Research Team, Department of Polymer-Nano Science and Technology, Chonbuk National University, Jeonju 561-756, Korea
**Department of Design and Manufacturing, Graduate School, Chonbuk National University, Jeonju 561-756, Korea*
***Department Polymer and Fiber System Engineering, Chonnam National University, Gwangju 500-757, Korea*
****Fuel Cell Vehicle Team 1, R&D Division, Hyundai Motor Group, Yong-in 446-912, Korea*

(Received February 15, 2015; Revised March 11, 2015; Accepted March 11, 2015)

초록: 에틸렌-프로필렌-디엔-모노머(EPDM) 고무와 불소고무(FKM)를 다양한 조성으로 블렌드를 제조하여 조성에 따른 상 모폴로지와 가교특성, 경도특성, 인장특성 그리고 동적 점탄성 특성을 조사하였다. FKM 함량이 증가할수록 가교속도는 증가한 반면 가교밀도는 감소하였으며, 전반적으로 경도, 인장강도, 파단신장률 및 저장 모듈러스(E')는 증가하였다. 모든 블렌드 컴파운드에서 EPDM과 FKM 고유의 유리전이온도(T_g)를 나타내고 있어, 전형적인 비혼화성 블렌드 거동을 보였다. 전자현미경(SEM)과 원소분석장치(EDS)를 이용하여 상 거동을 관찰한 결과 EPDM/FKM 블렌드는 비혼화성 블렌드의 대표적인 상거동인 연속상-분산상 모폴로지를 나타내었다. FKM 조성이 50 phr 이하에서는 EPDM이 연속상을 나타내었고, FKM이 80 phr 근방에서 공동 연속상 구조를 그리고 FKM이 90 phr에서는 FKM이 연속상을 나타내는 상전이가 나타났다.

Abstract: Rubber blends based on ethylene-propylene-diene-monomer (EPDM) rubber and fluoroelastomer (FKM) having various blend ratios were prepared. The phase morphology, cure characteristics, hardness, tensile and dynamic viscoelastic properties of the blends were investigated. The cure rate of the blends increased, while the crosslink-density decreased as the FKM content increased. The hardness, tensile strength and elongation at break, and storage modulus (E') increased with increasing FKM loading. A typical incompatible blend behavior was found by observing two distinct tanδ peaks corresponding to EPDM and FKM. Based on the morphology investigation by scanning electron microscopy (SEM) and energy dispersive x-ray spectroscopy (EDS) analyses, a typical 'sea-island' phase morphology was observed for the EPDM/FKM blends. As the FKM loading was increased to 50 phr, the EPDM was found to remain as the continuous phase. At the 80 phr of FKM, a co-continuous phase was observed and the phase inversion was observed at 90 phr of FKM.

Keywords: ethylene-propylene-diene-monomer, fluoroelastomer, blend, phase morphology, energy dispersive X-ray spectroscopy, inversion.

서 론

원유가격 인상과 에너지자원 고갈, 지구온난화 등 환경에 관한 관심이 높아지면서 원유대체 에너지와 환경 친화적 연료개발에 대한 연구가 활발히 이루어지고 있다. 수소연료전지는 이러한 환경 친화적 연료시스템 중의 하나로 수소와 산소의 전기화학적 반응으로 전기에너지를 생산하는 시스템이다. 수소연료전지는 직접적인 연소과정이 존재하지 않기 때문에 기존의 내연기관에서 발생하는 질소산화물, 일산화탄소 등의 대기오염 물질이 발생하지 않으며, 소음이 없고, 기존의 내연기관보다 30% 높은 에너지 효율을 갖는다.[1] 이러한 수소

†To whom correspondence should be addressed.
E-mail: cnah@jbnu.ac.kr
©2015 The Polymer Society of Korea. All rights reserved.

연료전지의 성능과 품질을 향상시키기 위해 수소연료전지의 핵심부품인 연료전지 스택의 구조 및 구성재료에 대한 연구가 활발히 이루어져 왔고, 성능구현에 있어서 상업화의 단계에 이르고 있다.[2-13] 그러나 스택의 기밀을 담당하고 있는 개스킷의 경우 저온특성, 영구압축줄음률, 가공특성, 내화학성, 내노화성 등 여러 가지 측면에서 개선의 여지가 많은 것으로 알려져 있다.[14]

수소연료전지 스택용 개스킷 재료는 일반적으로 불소고무(FKM), 실리콘고무(PDMS), 에틸렌-프로필렌 고무(EPDM)가 널리 검토되고 있다.[15,16] FKM은 결합 에너지가 강한 C-F 화학 구조에 의해 내열성, 내화학성, 내오존성 및 내후성이 뛰어나기 때문에 강산성 및 고온에서 장기간 견뎌야하는 연료전지의 개스킷에 사용하기 매우 적절한 조건을 가지고 있다. 그러나 FKM은 고가이고 내한성 및 가공성이 취약하여 대량생산에 필수적인 사출가공에 취약하다.[17-20] PDMS는 Si-O 구조인 무기물로 이루어져 있기 때문에 산화 안정성, 내열성, 가공성, 전기적 특성이 우수하나 영구압축줄음률, 내산성, 기계적 물성이 좋지 않다.[15,21] EPDM은 에틸렌과 프로필렌, 디엔이 불규칙적으로 결합한 삼원중합체로 내한성, 내후성, 내절연성, 내오존성 등이 우수하나 내유성, 내용제성, 점착성이 열세인 단점이 있다.[18-23] 이러한 각 고무의 단점들을 보완하기 위한 방법으로 고분자 블렌드에 대한 연구 및 응용이 활발히 이루어지고 있다.[18-28]

고분자 블렌드는 다른 성질의 고분자들을 혼합한 것으로 기존 고분자들의 문제점을 상호 보완하여 우수한 기계적, 열적, 광학적 물성 등을 갖도록 한다. 고분자 블렌드의 물성은 모폴로지의 영향을 많이 받으며, 모폴로지는 고분자들의 조성, 혼합 조건, 계면 장력, 점탄성 및 화학적, 물리적 성질 등에 의해 결정된다.[29] 일반적으로 두 고분자를 혼합하면 두 고분자 사이의 계면장력과 점도 차이에 의해 조성이 많은 쪽이 연속상을 형성하고, 적은 쪽이 분산상을 형성하게 되는데, 이때 블렌드의 물성은 연속상의 특성에 크게 의존하며, 분산상은 보완하는 역할을 한다.[30] 따라서 고분자 블렌드의 우수한 물성을 얻기 위해서는 블렌드의 모폴로지를 예측하고 조절하는 기술이 매우 중요하다.

본 연구에서는 연료전지 개스킷에 사용되는 FKM과 EPDM의 단점을 상호 보완하기 위해 EPDM과 FKM을 혼합하여 EPDM/FKM 블렌드를 제조하였고, 블렌드 조성에 따른 상 모폴로지와 기계적 물성의 변화를 다양한 분석법을 이용하여 조사하였다. 특히 전자현미경 모폴로지와 원소분석장치(EDS)를 통한 원소분포도를 비교함으로써 보다 정밀한 상 구조 분석을 시도하였다.

실 험

재료. EPDM은 ethylene norbornene(ENB)을 함유한 금호폴리켐의 KEP350(ENB = 7.9 wt%, Mooney 점도 ML_{1+4}, 125 ℃ = 56)을 사용하였으며, FKM은 Dupont Dow Elastomer 사의 Viton GBL-200S(불소함량 = 68 wt%, Mooney 점도 ML_{1+10}, 121 ℃ = 25)를 사용하였다. 보강제는 카본블랙(N110)을 사용하였고, 산화 방지제는 CIBA Specialty Chemicals Inc.사의 Inganox 1010을 사용하였다. 가교제는 평화약품사의 Peroxan HX-50 PS를 사용하였고, 가교조제는 triallyl isocyanurate(TAIC, stabilized with BHT)로 Tokyo Chemical Industry사의 제품을 사용하였다.

블렌드 배합 및 제조. 본 실험에 사용된 EPDM/FKM 블렌드의 배합비를 Table 1에 나타내었다. 블렌드의 배합은 EPDM과 FKM 고무를 내부 혼합기를 이용하여 140 ℃에서 5분간 혼련한 후 카본블랙과 산화방지제를 첨가하여, 동일한 조건에서 5분간 고무와 혼합하였다. 안정화 후, 이축 롤(Farrel 8422, USA)을 통해 가교제 및 가교조제를 고무와 함께 20분간 혼합하여 EPDM/FKM 블렌드를 제조하였다. 제조된 블렌드는 24시간 동안 상온에서 안정화 과정을 거친 후, 가교 레오미터를 이용하여 적정 가교시간을 측정한 뒤, 유압식 프레스(CHV 50H, Carver)를 이용하여 170 ℃에서 25 ton의 압력으로 가압하여 두께 2 mm의 시트 시편을 제작하였다.

가교 특성. 블렌드의 가교특성을 살펴보기 위해 oscillating disk rheometer(ODR, Alpha Technologies)를 이용하여 ASTM-D2084 규정에 따라 170 ℃에서 90분 동안 최대토크(M_H), 최저토크(M_L), 스코치 시간(T_{s2}), 적정 가교시간(T_{90})을 측정하였다.

모폴로지. 블렌드의 모폴로지는 Hitachi사의 field emission scanning electron microscope(FE-SEM, S-4800)를 이용하여 관찰하였고, energy dispersive X-ray spectroscopy(EDS)를 이용한 원소분석을 하였고, 이를 파단면 전체에 대해 mapping 함으로써 블렌드의 상전이 거동을 비교분석하였다.

기계적 물성. 경도는 ASTM-D2240 규정에 따라 경도계(Asker, Kobunishi keiki Co. Ltd)를 이용하여 Shore A 경도를 측정하였다. 시편마다 총 10회를 측정하여 평균값을 산출하였다.

인장시험은 JIS K6251-3 규정에 따라 덤벨형 시편을 제조

Table 1. Formulations of EPDM/FKM Blends

(unit: phr)

Sample	E10	E7F3	E5F5	E2F8	E1F9	F10
EPDM	100	70	50	20	10	
FKM		30	50	80	90	100
Carbon black	5	5	5	5	5	5
Anti-oxidant	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
Peroxide	3	3	3	3	3	3
TAIC	1	1	1	1	1	1

한 후, 인장시험기(LRX Plus, Lloyd instrument)를 이용하여 500 mm/min의 인장속도로 실시하였으며, 인장강도 및 파단 신장률을 측정하였다.

동적 점탄성. 블렌드의 동적 점탄성은 두께 2 mm, 폭 10 mm, 표점거리 20 mm인 시편에 대해 동적점탄성 시험기(Q800, TA instrument)를 이용하여 온도 범위 -60~70 ℃, 승온 속도 4 ℃/min, 주파수 11 Hz, 동적 변형 0.25%의 질소분위기 하에서 저장 모듈러스(E') 및 tanδ를 측정하였다.

결과 및 토론

가교특성. EPDM/FKM 블렌드의 조성에 따른 가교특성을 Figure 1에 나타내었고, 최저토크(M_L), 최대토크(M_H), 가교밀도(M_H-M_L), 스코치(scorch) 시간(t_{s2}), 적정 가교시간(t_{90}), 가교속도지수(CRI) 등의 주요특성을 Table 2에 정리하였다. EPDM, FKM의 적정 가교시간은 각각 25.3분, 7.4분으로 나타났으며, EPDM/FKM 블렌드의 경우, EPDM과 FKM 사이의 값을 나타냈다. FKM의 함량이 증가할수록 블렌드의 적정 가교시간이 감소하고 가교속도지수가 증가하였으므로 가교반응이 빨리 일어났음을 알 수 있는데, 이는 FKM의 가교반응 속도가 EPDM보다 빠르기 때문으로 판단된다.[31-33] 스코치 시간은 FKM의 함량에 상관없이 거의 일정하게 나타났다.

가교밀도는 FKM의 함량이 증가할수록 감소하는 경향을 나타내었다. 이는 본 실험에서 주어진 가교조건에서 FKM의 가교가 충분히 이루어지지 않았기 때문으로 판단된다. 본 실험에서 선택한 FKM의 최적가교 조건은 1차 가교(150~180 ℃, 10~30 MPa의 압력)와 2차 가교(포스트 가교, 200~250 ℃)로 알려져 있다.[34] 그러나 본 실험에 사용된 EPDM을 200 ℃ 이상의 온도에서 가교할 경우 열 노화와 같은 문제점이 있기 때문에 170 ℃, 25 ton 압력 조건에서 동일하게 가교하였다. 따라서 블렌드 내 FKM 상의 경우 포스트 가교에 의한 충분한 가교가 이루어지지 않았기 때문에 기인된 거동으로 이해할 수 있다.

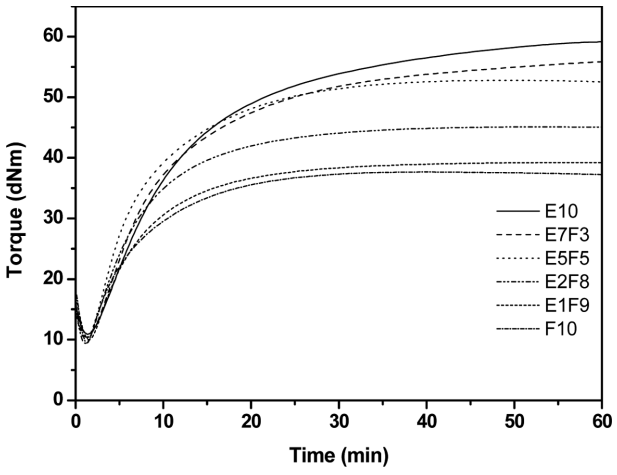

Figure 1. Rheographs of EPDM/FKM blends.

Table 2. Curing Characteristics of EPDM/FKM Blends

Sample	E10	E7F3	E5F5	E2F8	E1F9	F10
M_H (dNm)	57.6	55.7	53.7	45.0	39.6	38.4
M_L (dNm)	6.1	6.6	6.3	5.1	5.6	4.3
M_H-M_L (dNm)	51.5	49.1	47.4	39.9	34	34.1
t_{s2} (min)	2.3	2.1	2	2.1	2.3	2.1
t_{90} (min)	25.3	19.5	17.1	12.2	11.1	7.4
CRI (min^{-1})	4.4	5.8	6.6	9.9	11.3	19

*CRI (Cure rate index)=100/(cure time - scorch time).

모폴로지. 고분자 블렌드는 두 고분자 사이의 계면장력과 점도 차이로 인해 일반적으로 조성이 많은 쪽이 연속상을 형성하고 적은 쪽이 분산상이 된다. 분산상을 이루는 고분자의 함량을 조금씩 증가시키면 어느 순간 분산상과 연속상이 비슷해지면서 두 고분자가 동일하게 존재하는 공동 연속상(co-continuous)이 존재할 수 있고, 분산상의 함량을 더 증가시키면 분산상이 연속상으로 바뀌는 상전이가 나타난다.[21,30] 고분자 블렌드가 연속상-분산상(sea-island)의 모폴로지를 가질 경우, 블렌드의 특성은 연속상의 영향을 많이 받게 되며, 분산상은 보완하는 역할을 한다. 따라서 블렌드의 모폴로지 및 상전이 분석을 통해 연속상과 분산상을 조절하면 원하는 특성을 갖는 블렌드 제조가 가능하다.

한편, 고분자 블렌드의 모폴로지 및 상전이의 분석은 시편을 매우 얇은 박편으로 제조하여 염색하거나 에칭한 후 투과전자현미경(TEM)을 이용한 분석과 주사탐침현미경(AFM)을 이용하여 조사하는 방법 등이 널리 사용되고 있다. 시편을 파단한 후, 염료를 통해 특정 고분자를 염색하면 염색된 고분자와 염색되지 않은 고분자의 밝기 차이에 의해 TEM을 통한 모폴로지 관찰이 가능하다.[34,35] 에칭은 용액을 이용하여 특정 고분자를 제거하는 것으로 블렌드의 파단면을 에칭한 후, AFM이나 전자현미경(SEM)을 통해 이를 관찰하면 에칭되지 않은 고분자 부분과 에칭되어 고분자가 빠져나간 빈 공간이 분산상과 연속상으로 나타난다.[36-38] 그러나 염색과 에칭을 이용할 경우, 고분자 블렌드 중 특정 고분자를 선택적으로 염색시키거나 에칭시키는 용액을 찾아야할 뿐만 아니라 염색과 에칭과정을 거쳐야 하는 번거로움이 있다. 본 연구에서는 이러한 번거로움을 줄이기 위해 SEM 파단면과 EDS 원소분석 결과를 상호 mapping함으로써 간단한 방법으로 상 모폴로지 분석을 시도하였다.

EPDM/FKM 블렌드를 액체질소에서 파단한 후, 파단면을 FE-SEM을 이용하여 블렌드의 모폴로지를 관찰한 결과(Figure 2), 순수한 EPDM(a)과 FKM(f)에서는 각각 단일 명암을 나타내고 있지만, 블렌드의 경우(b, c, d, e) 명암의 차이를 보

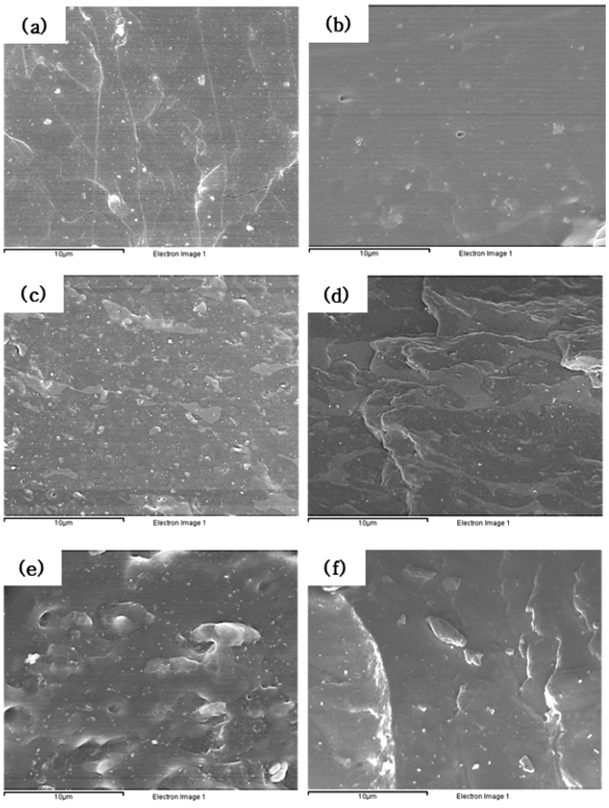

Figure 2. FE-SEM images of EPDM/FKM blends: (a) E10; (b) E7F3; (c) E5F5; (d) E2F8; (e) E1F9; (f) F10.

이는 모폴로지를 나타내고 있고, 블렌드의 조성을 감안할 때 밝은 영역이 FKM을 나타내는 것으로 추정된다. FKM이 30과 50 phr인 경우(b, c) 밝은 부분이 분산상을 어두운 부분이 연속상을 나타내는 소위 'sea-island' 구조처럼 나타났다. FKM이 80 phr인 경우(d) 밝은 부분과 어두운 부분이 공존하는 공동 연속상을, FKM이 90 phr인 경우(e) 밝은 부분이 분산상으로 역전되는 상전이(phase inversion)가 나타난 것으로 보인다. 그러나 FE-SEM 모폴로지만으로는 고분자 블렌드의 상 거동으로 단정할 수는 없다.

FE-SEM에서 추정된 결과를 확인하기 위해 EDS 분석을 통한 탄소(빨강)와 불소(초록)에 대한 원소분석 이미지를 얻었고(Figure 3), 각 블렌드에 대한 주요 원소분석 결과를 Table 3에 정리하였다. 전체적으로 탄소와 불소 이미지가 서로 잘 겹쳐지고 있고, 전술한 FE-SEM 모폴로지와도 겹쳐지는 것으로 미루어 Figure 2에서 얻었던 상 모폴로지의 결과를 뒷받침하고 있다. FKM의 함량에 비례하여 불소원자 F의 함량이 증가하였으며 분산상인 FKM의 입자 모양이 타원형과 긴 섬유상으로 나타났다. 이는 블렌드 혼합 시 전단 응력이 작용한 방향으로 분산상의 변형이 일어났기 때문으로 보인다.[30] FKM의 함량이 더 증가하여 조성이 80 phr에 이르면 EPDM과 FKM이 공히 연속상을 이루는 co-continuous 모폴로지가

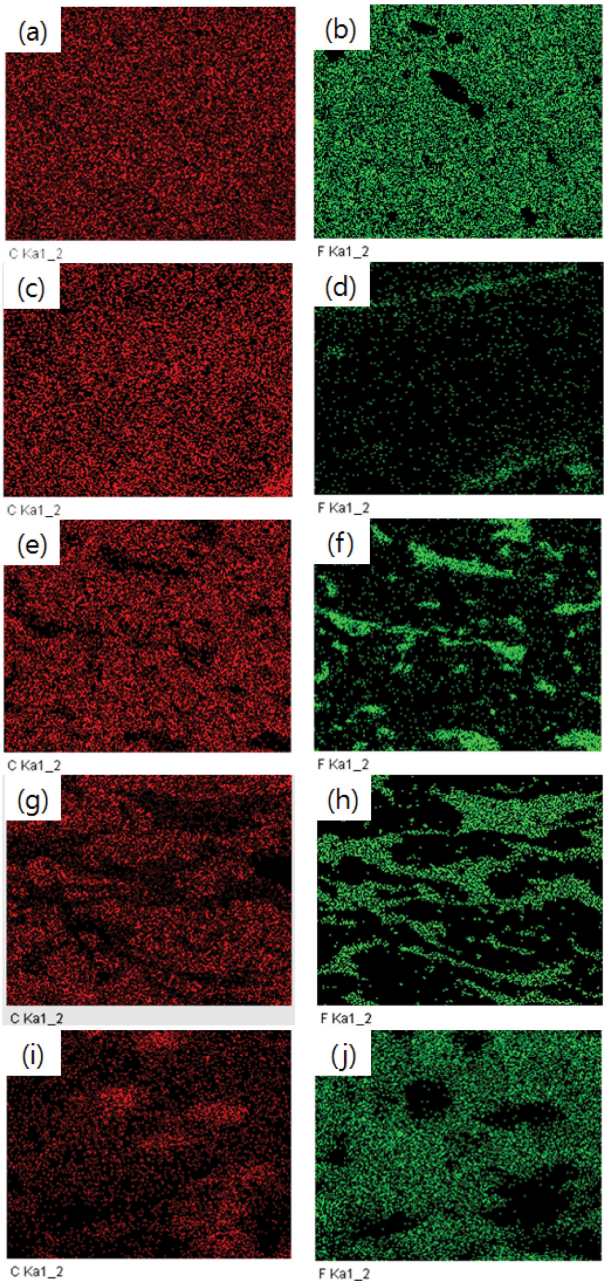

Figure 3. EDS chemical elements mapping of EPDM/FKM blends (red dot indicate carbon atom and green dot indicate fluorine atom): (a) E10; (b) F10; (c),(d) E7F3; (e),(f) E5F5; (g),(h) E2F8; (i),(j) E1F9.

나타났으며, FKM이 90 phr에 이르면 FKM이 연속상으로 전환되는 상전이가 관찰되었다. Table 3에 나타낸 원소함량에서도 FKM의 함량이 증가할수록 F 함량이 점차 증가하였으며, 공동 연속상을 나타내는 E2F8 조성에서는 C와 F의 함량이 거의 동일하게 나타났다. 상전이가 관찰된 E1F9 조성에서는 F가 C의 함량을 능가하는 것으로 나타났다.

Table 3. EDS Analysis of the EPDM/FKM Blends

Sample	E10		E7F3		E5F5		E2F8		E1F9		F10	
	Wt%	At%	Wt%	At%	Wt%	At%	Wt%	At%	Wt%	At%	Wt%	At%
C	96.6	97.7	93.2	95.8	79	85.7	48.7	60.2	40.3	51.8	33	43.9
F			5.7	3.7	20.5	14.1	49.8	39	58.8	47.7	66.2	55.6
O	2.6	2.0										
Si	0.8	0.3	1.1	0.5	0.5	0.2	1.5	0.8	0.9	0.5	0.8	0.5
Total	100		100		100		100		100		100	

Table 4. Hardness of the EPDM/FKM Blends

Sample	E10	E7F3	E5F5	E2F8	E1F9	F10
Hardness (Shore A)	54.3±0.42	55.4±0.60	56.2±0.48	56.2±0.60	56.4±0.56	57.1±0.74

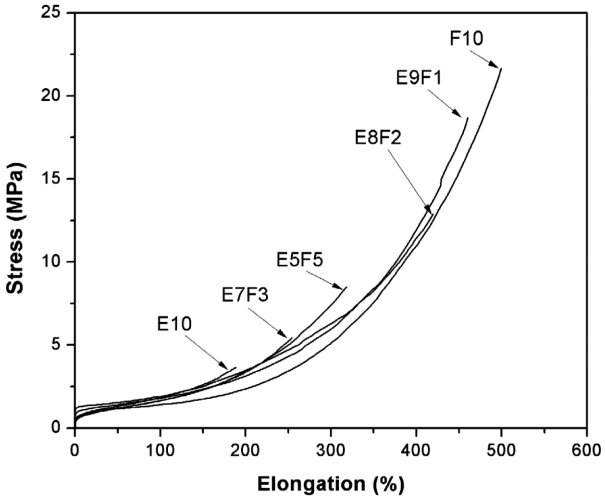

Figure 4. Tensile stress-strain curves of EPDM/FKM blends.

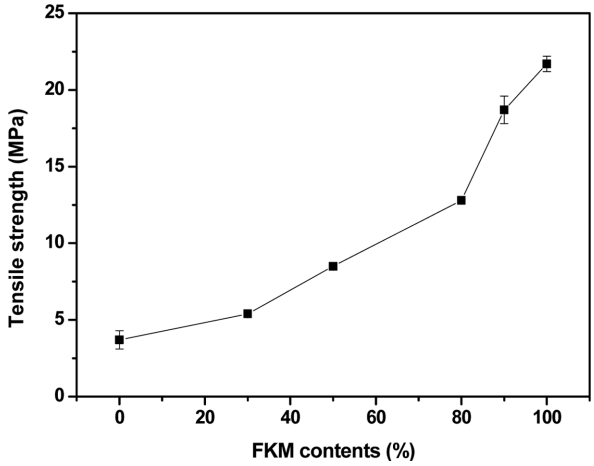

Figure 5. Tensile strength of EPDM/FKM blends as a function of FKM content.

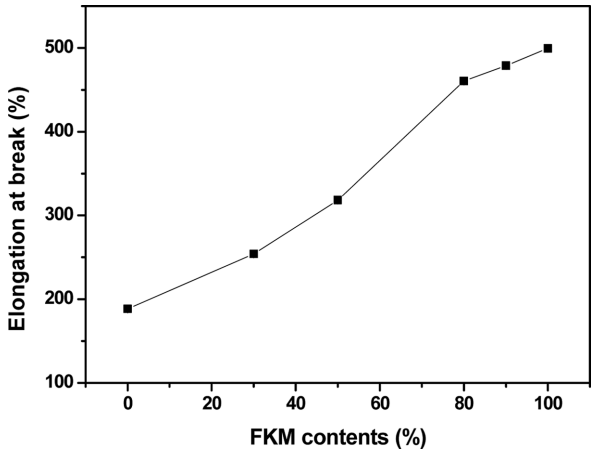

Figure 6. Elongation at break of EPDM/FKM blends as a function of FKM content.

기계적 물성. EPDM/FKM 블렌드의 조성에 따른 경도특성을 Table 4에 나타내었으며, Figure 4에는 인장실험의 응력-변형 곡선으로 나타내었고, 블렌드 조성비에 다른 인장강도와 파단신장률 거동을 각각 Figure 5과 Figure 6에 나타내었다. FKM의 함량이 증가함에 따라 경도가 증가하였으며, 인장강도, 파단신장률 모두 증가하는 경향을 보였다. 일반적으로 FKM의 경도, 인장강도, 파단신장률이 EPDM보다 높기 때문에 이러한 경향이 나타나는 것으로 보인다.[39] 특히 인장강도의 경우, E1F9의 조성에서 급격한 증가 현상이 나타났는데, 이는 FKM이 연속상으로 나타나는 상전이가 일어나면서 블렌드의 특성이 FKM의 물성에 크게 의존하게 되었기 때문으로 판단된다. 이 결과는 FE-SEM과 EDS 분석을 통해 관찰한 상전이 거동과 일치하는 것으로 본 실험에서 시도된 EDS 원소분석 및 mapping 방법이 매우 유용하다고 판단된다.

동적 기계특성. EPDM/FKM 블렌드의 동적 점탄성 거동은 DMA를 통해 측정하였으며, 저장 모듈러스(E')와 손실계수 tanδ를 Figures 7, 8에 각각 나타내었다. 저장 모듈러스는 FKM의 함량이 증가할수록 증가하는 경향을 보였는데 이는

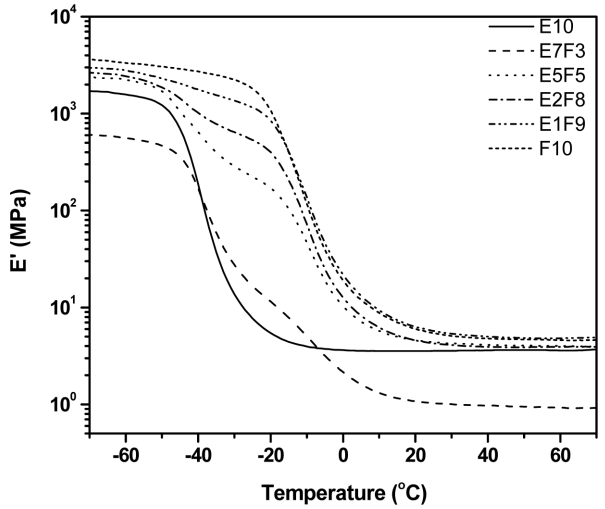

Figure 7. Storage modulus (*E'*) of EPDM/FKM blends as a function of temperature.

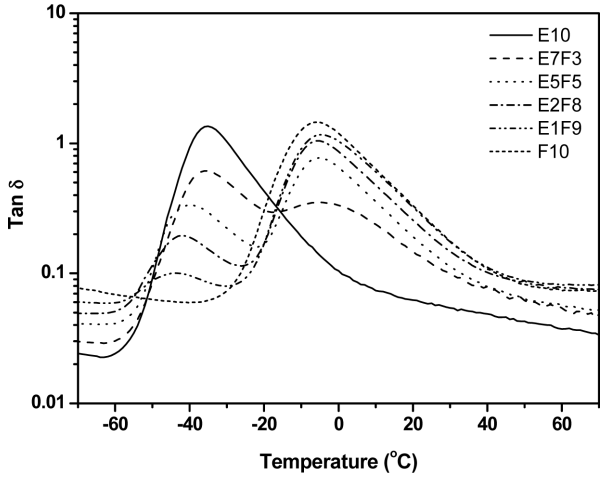

Figure 8. Tanδ of EPDM/FKM blends as a function of temperature.

앞에서 언급한 것과 같이 FKM이 EPDM보다 우수한 기계적 물성을 나타내기 때문으로 판단된다. 또한 저장 모듈러스는 연속상의 종류에 따라 다른 곡선 형태로 나타났다. FKM의 함량이 적은 조성에서는 EPDM과 비슷한 곡선 형태를 보였으나 FKM의 함량이 증가함에 따라 FKM과 비슷한 곡선 형태를 나타내었다. 특히 FKM이 분산상에서 연속상으로 전환되는 E1F9의 경우, FKM과 거의 유사한 저장 모듈러스 곡선 형태를 나타내고 있다. 따라서 EPDM/FKM 블렌드의 저장 모듈러스는 연속상을 나타내는 고분자의 영향을 크게 받는 것으로 판단된다. 고분자 블렌드의 유리전이온도(T_g)는 DMA의 tanδ 측정을 통해 확인하였다. 블렌드를 이루고 있는 두 고분자가 완전히 혼합되어 하나의 상만이 존재할 경우, 하나의 T_g 값이 나타나지만 두 고분자가 혼합되지 않아 2개의 상이 존재할 경우, 고분자 각각의 T_g 값이 함께 나타난다. 이때, 두 고분자가 완전히 혼합되진 않았지만 부분적으로 혼합되어 있다면 2개의 T_g가 서로 가까워지는 현상이 일어난다.[40]

Figure 8에서 볼 수 있듯이 EPDM의 T_g는 -35 ℃, FKM의 T_g는 -6 ℃로 나타났으며 블렌드의 경우, EPDM 상과 FKM 상에 의해 2개의 T_g 값이 나타나면서 전형적인 비혼화성 고분자 블렌드의 tanδ 곡선을 나타내었다. 블렌드의 T_g 피크는 블렌드의 조성에 따라 다르게 나타났는데, 조성이 많은 고분자의 T_g 피크는 크고 강하게 나타났으며, 적은 조성의 T_g 피크는 작고 완만하게 나타났다. 또한 고분자의 조성이 증가할수록 고분자 본래의 T_g 피크와 유사한 피크를 나타냈다. 즉, EPDM/FKM 블렌드에서 EPDM 상에 의해 나타나는 T_g 피크는 EPDM의 함량이 증가할수록 순수 EPDM의 T_g인 -35 ℃에 가까워지고, FKM 상에 의해 나타나는 T_g 피크는 순수 FKM의 T_g인 -5 ℃에 가까워지는 경향이 나타났다. EPDM/FKM 블렌드에서는 두 고분자의 부분적 혼합으로 인한 T_g의 이동이 나타나지 않았는데, 이는 비극성인 EPDM과 극성인 FKM의 상용성이 매우 작아 혼합이 일어나기 어렵기 때문인 것으로 판단된다.

결 론

EPDM/FKM 블렌드의 조성에 따른 모폴로지와 기계적 물성을 알아보기 위해 다양한 조성에 따른 블렌드를 제조하고 가교특성, FE-SEM, EDS 분석, 인장특성, 경도특성 그리고 동적 점탄성을 조사한 결과 다음과 같은 결과를 얻었다.

EPDM/FKM 블렌드는 FKM의 함량이 증가할수록 가교속도가 빨라졌으나, 가교밀도는 감소하였다. 스코치 시간은 블렌드 조성에 상관없이 일정한 값을 나타내었다.

EPDM/FKM 블렌드의 모폴로지 및 상전이 거동 관찰을 위해 FE-SEM과 EDS의 원소분석 및 mapping을 통하여 모든 블렌드 조성에서 전형적인 연속상-분산상 모폴로지를 보였으며, E2F8의 블렌드 조성에서 공동연속상 모폴로지, E1F9에서 상전이 거동이 관찰되었다.

EPDM/FKM 블렌드의 경도, 인장강도, 파단신장률 그리고 모듈러스 모두 FKM의 함량이 증가할수록 증가하는 경향을 보였으며, 인장강도의 경우, E1F9에서 급격한 증가를 보였다. 이는 블렌드의 연속상이 EPDM에서 FKM으로 변환되는 상전이가 일어나면서 나타난 결과로 해석되었다.

EPDM/FKM 블렌드의 저장 모듈러스는 FKM의 함량이 증가할수록 증가하는 경향을 보였으며, EPDM과 FKM의 극성 차이로 인해 혼합이 어려우므로 두 고분자의 T_g를 함께 갖는 전형적인 비혼화성 고분자 블렌드의 tanδ 거동이 관찰되었다.

본 연구에서 시도된 EDS 원소분석 및 mapping 분석법은 구성 원소가 다른 고분자 블렌드 시스템의 상거동 분석에 매우 유용할 것으로 판단된다.

감사의 글: 본 연구는 한국산업기술평가관리원의 지원을 받는 산업원천기술개발사업(과제번호 1004003)을 통해 수행된 연구이며, 이에 감사드립니다.

참 고 문 헌

1. A. Parthasarathy and S. Srinivasan, *Electroanal. Chem.,* **339**, 101 (1992).
2. K. A. Mauritz and R. B. Moore, *Chem. Rev.,* **104**, 4535 (2004).
3. S. Mitra, A. Ghanbari-Siahkali, P. Kingshott, K. Almdal, H. K. Rehmeier, and A. G. Christensen, *Polym. Degrad. Stab.*, **83**, 195 (2004).
4. M. Schulze, T. Knori, A. Schneider, and E. Gulzow, *J. Power Sources*, **127**, 222 (2004).
5. A. Husar, M. Serra, and C. Kunusch, *J. Power Sources*, **169**, 85 (2007).
6. W. S. Choi, G. W. Kim, J. S. Do, M. H. Yoo, and S. H. Ryu, *Elast. Compos.,* **46**, 132 (2011).
7. K. H. Seo, K. S. Cho, I. S. Yun, W. H. Choi, B. K. Hur, and D. G. Kang, *Elast. Compos.*, **45**, 212 (2010).
8. S. J. C. Cleghorn, D. K. Mayfield, D. A. Moore, J. C. Moore, G. Rusch, T. W. Sherman, N. T. Sisofo, and U. Beuscher, *J. Power Sources*, **158**, 446 (2006).
9. J. St-Pierre and N. Jia, *J. New Mater. Electrochem. Syst.*, **5**, 263 (2002).
10. N. Sammes, *Fuel Cell Technology: Reaching Towards Commercialization*, Springer Publishers, New York, 2006.
11. V. Neburchilov, J. Martin, H. Wang, and J. Zhang, *J. Power Sources,* **169**, 221 (2007).
12. Y. Wang, K. S. Chen, J. Mishler, C. C. Sung, and C. A. Xavier, *Appl. Energ.*, **88**, 981 (2011).
13. M. R. Ashraf Khorasani, S. Asghari, A. Mokmeli, M. H. Shahsamandi, and B. Faghih Imani, *Inter. J. Hydrogen Energ.,* **35**, 9269 (2010).
14. H. G. Kim and S. C. Nah, *New Renewable Energy & Fuel Cell*, Studies Information, 2006.
15. U. Basuli, J. Jose, R. H. Lee, Y. H. Yoo, K.-U. Jeong, J.-H. Ann, and C. Nah, *J. Nanosci. Nanotechnol.,* **12**, 7641 (2012).
16. U. Basuli, J. Jose, R. H. Lee, Y. H. Yoo, K.-U. Jeong, J.-H. Ahn, C. Nah, *J. Nanosci. Nanotechnol*., **12**, 7641 (2012).
17. D. H. Kim, S. H. Hwang, and B. S. Kim, *J. Appl. Polym. Sci*., **125**, 1625 (2012).
18. A. B. Nair, P. Kurian, and R. Joseph, *Mater. Design*, **36**, 767 (2012).
19. Y. Wang, L. Liu, Y. Luo, and D. Jia, *Polym. Degrad. Stab.*, **94**, 443 (2009).
20. A. B. Nair, P. Kurian, and R. Joseph, *Eur. Polym. J.,* **49**, 247 (2013).
21. Y.-K. Chung, S.-G. Lee, B. R. Cho, and K.-Y. Choi, *Polym. Korea,* **29**, 166 (2005).
22. A. L. N. da Silva and F. M. B. Coutinho, *Polym. Test.,* **15**, 45 (1996).
23. J.-C. Lee, T.-G. Kim, K.-S. Hwang, and K.-R. Ha, *Elastomer*, **43**, 8 (2008).
24. E. Gomaa, *J. Appl. Polym. Sci.,* **105**, 2564 (2007).
25. R. Chowdhury, M. S. Banerji, and K. Shivakumar, *J. Appl. Polym. Sci.*, **100**, 1008 (2006).
26. S. Kole, A. Bhattacharya, D. K. Tripathy, and A. K. Bhowmick, *J. Appl. Polym. Sci.,* **48**, 529 (1993).
27. J. Konar, S. Kole, N. Avasthi, and A. K. Bhowmick, *J. Appl. Polym. Sci*., **61**, 501 (1996).
28. S. Kole, S. Roy, and A. K. Bhowmick, *Polymer,* **36**, 3273 (1995).
29. B. D. Favis, *J. Appl. Polym. Sci.*, **39**, 285 (1990).
30. S.-G. Lee, J. H. Lee, K.-Y. Choi, and J. M. Rhee, *Polym. Korea,* **22**, 258 (1998).
31. S.-S. Choi and O.-B. Kim, *Elast. Compos.*, **46**, 138 (2011).
32. S.-S. Choi, K.-J. Hwang, and B.-T. Kim, *J. Appl. Polym. Sci.*, **98**, 2282 (2005).
33. S.-S. Choi, B.-H. Park, and H. Song, *Polym. Adv. Technol.*, **15**, 122 (2004).
34. B. Améduri, B. Boutevin, and G. Kostov, *Prog. Polym. Sci.,* **26**, 105 (2001).
35. C.-H. Chen, J. C. LaRue, R. D. Nelson, L. Kulinsky, and M. J. Madou, *J. Appl. Polym. Sci.,* **125**, 3134 (2012).
36. H. Wang and R. J. Composto, *Europhys. Lett.*, **50**, 622 (2000).
37. L. Li, X. Shen, S. W. Hong, R. C. Hayward, and T. P. Russell, *Angew. Chem. Int. Ed.,* **51**, 4089 (2012).
38. M. V. Novelloa, L. G. Carreiraa, and L. B. Canto, *Mater. Res.*, **17**, 1285 (2014).
39. S.-S. Choi, C. W. Joo, and D. C. Kim, *Elastomer,* **37**, 14 (2002).
40. D. R. Paul and S. Newman, *Polymer Blends*, Academic Press, New York, 1978.