

반도전성 실리콘 고무의 표면 특성과 접착특성에 미치는 플라즈마 처리의 영향

황선목, 홍주일, 황청호, 허창수
인하 대학교

The Effect of Plasma Treatment on Surface Properties and Adhesion Characteristics of semiconductive Silicone Rubber

Sun-Mook Hwang, Ki-Taek Lee, Joo-Il Hong, Yu-Jin Seo, Cheong-Ho Hwang, Chang-Su Huh
Inha University

Abstract : In this work, the effects of plasma treatment on surface properties of semiconductive silicone rubber were investigated in terms of X-ray photoelectron spectroscopy(XPS). The adhesion characteristics of semiconductive-insulating interface layer of silicone rubber were studied by measuring the T-peel strengths. As a result, semiconductive silicone rubber surfaces treated with plasma discharge led to an increase in oxygen-containing functional groups, resulting in improving the degree of adhesion of the semiconductive-insulating interface layer of silicone rubber. these results are probably due to the modifications of surface functional groups or polar component of surface free energy of the semiconductive silicone rubber.

Keywords : Plasma treatment, Interface, Surface energy, Silicone rubber

1. 서 론

실리콘 고무는 우수한 열적 안정성(thermal stability)은 물론 내산화성이나 전기적 특성도 우수하다. 그러므로 실리콘 고무는 케이블 접속재(Cable joint), EMI 가스켓(gaskets), 부싱(bushing) 등 많은 전력 응용분야에서 사용되고 있다.

그러나 다른 물질과 접착하면, 실리콘 고무의 표면이 발수성을 띠고 있어 접착특성이 떨어진다. 그래서 계면에서 발생할 수 있는 보이드가 전계를 국부적으로 집중시켜, 계면의 전기적 특성이 전체 절연 시스템의 신뢰도에 영향을 미칠 수 있다. 이러한 문제점에 고분자 물질의 접착력을 증가시키기 위해서는 표면의 젖음성을 향상시켜야 한다. 표면의 젖음성을 높이는 고분자 표면개질은 플라즈마 처리가 있다. 이러한 개질법은 고분자 표면을 산화시켜서 극성 관능기를 도입하여 고분자의 표면자유에너지, 젖음성, 접착특성을 향상시키는 방법이다[1].

이 논문에서는 산소 플라즈마 처리에 따른 반도전성 실리콘 고무 표면의 화학적 구조 변화와 반도전성-절연층 계면에서의 접착력을 알아보았다. 이러한 표면 변화는 접착특성에 미치므로 표면분석과 접착력을 조사하였다.

2. 실험

2.1 시편제작 및 실험장치

이 연구에서 사용된 시료는 H사의 고온 경화형(HTV, High Temperature Vulcanized) 실리콘 고무로 도전성을 부여하기 위하여 carbon black을 첨가 하였다. 시료 혼련시 사용된 경화제로는 DHBP 2,5-dimethyl 2,5-di(t-butylperoxy) hexane을 2.0 phr 첨가하였으며, 핫 프레스를 사용하여 170℃에서 10분간 경화하였다.

이 실험에 사용된 플라즈마 장치의 시스템은 전원부, 방

전부 배기 및 진공 검출부로 나누어져 있다. 장비의 전체적인 시스템과 실제 제작된 모양을 그림 1로 나타내었다.

산소 플라즈마 처리조건은 10 sccm 산소가스를 주입시키면서 진공펌프를 이용하여 반응조의 압력을 0.1 Torr로 고정시킨 후, 방전 전력을 50 W로 하여 최대 10분까지 변화시켜 반도전성 실리콘 고무 표면을 처리하였다.

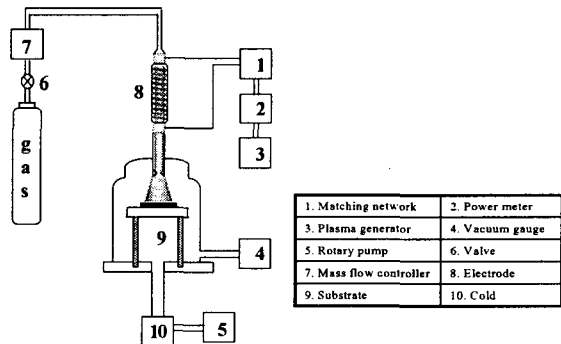


그림 1. 플라즈마 처리 장치 개략도

Fig. 1. Schematic diagram of plasma treatment system

2.2 x-ray photoelectron spectroscopy(XPS)

표면의 화학적 구조변화를 관찰하기 위해서 x-ray photoelectron spectroscopy(XPS)를 사용하였다. XPS는 X선 source로 Mg의 Ka(1253.6 eV) 선을 사용하였고, X선 출력은 200 W(10kV, 20 mA), 진공도는 최대 5x10⁻⁸ hPa 이하로 유지하여 분석하였다. 특성 피크 분석의 high resolution mode 분석에서는 0.1 eV 단위로 측정하였다. 모든 분석은 45°의 광전자 take-off 각에서 수행되었다.

2.3 접착특성

산소 플라즈마 처리에 따른 반도전부와 절연부의 실리콘

고무의 접착력은 만능재료 시험기(Universal Testing Instrument, Instron사)를 사용하여 ASTM 1876에 준하여 접착강도를 측정하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1 표면 분석(XPS)

산소 플라즈마 방전에 따른 반도체성 실리콘 고무표면의 화학적 성분변화를 관찰하기 위해 XPS를 사용하였다. 그림 2는 산소 플라즈마 처리에 따른 반도체 실리콘 고무의 Si2p 스펙트럼 피크이다. 보통 피크 분리는 102.1 [eV] (Si-O2)의 유기질 실리콘 결합과 103.4[eV] (-SiOx)의 실리콘 카상 피크로 분리하였다

이러한 결과는 초기에 측쇄기의 C-H 결합쇄나 Si-CH₃ 결합쇄가 절단되어 Si· 이나 CH₂· 라디칼 등이 생기고, 이는 곧 산소기와 재결합하여 하이드록실기나 카르보닐기 같은 극성기가 표면에 형성된다. 그러므로 산소 플라즈마 방전처리로 인하여 표면 측쇄기의 절단 후, 3~4개의 산소기의 부착으로 표면이 산화되면서 표면이 실리카 상으로 변화된다[2][3].

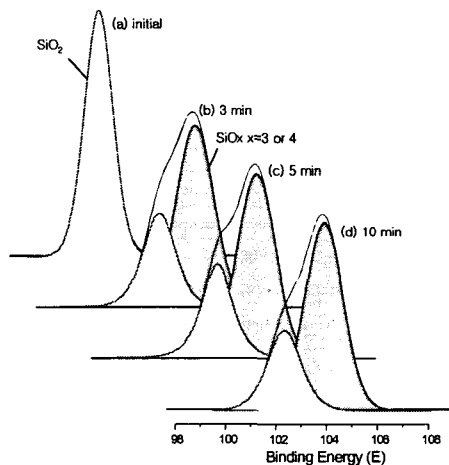


그림 2. 플라즈마 방전처리에 따른 Si2p의 XPS 스펙트럼의 변화

Fig. 2. XPS spectra of Si2p core level at plasma treated samples

3.2 접착력(T-peel test)

그림 3은 반도체성 실리콘 고무의 산소 플라즈마 처리시간에 따라 접착특성에 미치는 영향을 알아보기 위해 만능 시험기를 사용하여 측정한 T-peel test 결과이다. 그림에서 보는 바와 같이 플라즈마 처리시간에 따라 접착력은 증가하였다. 이는 산소 플라즈마 방전 처리시간에 따라 반도체성 실리콘 고무표면에 산소를 함유한 극성관능기의 발달로 인하여 표면 에너지를 증가시켜 젖음성이 향상 되었고, 경화된 반도체성 실리콘 고무와 실리콘 고무의 컴파운드가 2차 경화 접착시, 반도체성 실리콘 고무 표면에 도입된 하이드록실기와 카르보닐기가 실리콘 고무의 컴파운드와 쇄교 결합 및 방사에 의한 경화로 접착력

이 증가하는 것으로 사료된다.

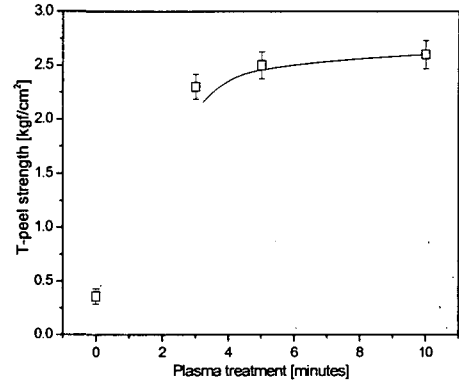


그림 3. 플라즈마 처리에 따른 접착력 변화.

Fig. 3. Change of adhesive strength according to the Plasma treatment of samples

4. 결론

이 연구에서는 산소 플라즈마 표면처리를 통한 표면분석을 관찰하였다. 그리고 이러한 표면특성에 관한 실험결과로 표면특성이 접착특성에 미치는 영향을 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 산소 플라즈마 방전시간에 따른 화학적 표면분석조사에서 C-H 결합쇄와 Si-CH₃ 결합쇄가 절단되어 다수의 산소기가 부착된 실리카 상구조가 표면에 형성되는 것을 확인하였다.
2. 초기시료와 플라즈마 처리 10분을 비교 했을 때 극성 관능기로 인해 표면에 친수성이 크게 증가하여 반도체-절연의 접착력은 증가하는 것을 알 수 있었다.

참고 문헌

- [1] C. C. Ku, R. Liepins, "Electrical Properties of Polymer Chemical" Hanser Publixher, New York pp. 200-322, 1987.
- [2] H. Hillborg, and U.W. Gedde, "Hydrophobicity Changes in Silicone Rubber", IEEE Trans. on DEI, Vol. 6, pp. 703, 1999.
- [3] H. Hillborg, J. F. Ankner, U. W. Gedde, G. D. Smith, H. K. Yasuda and K. Wikström "Crosslinked polydimethylsiloxane exposed to oxygen plasma studied by neutron reflectometry and other surface specific techniques" Polymer, Vol 41, Issue 18, Aug 2000, pp 6851-6863, Aug 20002.