

고분자로 표면 코팅된 BaTiO₃와 이를 이용한 폴리이미드 나노복합필름의 제조 및 특성

한승산* · 한지연 · 최길영 · 임승순* · 김용석†

한국화학연구원 고분자나노소재연구팀, *한양대학교 섬유고분자공학과
(2006년 7월 26일 접수, 2006년 8월 18일 채택)

Preparation and Characterization of Polymer Coated BaTiO₃ and Polyimide Nanocomposite Films

Seung San Han*, Ji Yun Han, Kil-Yeong Choi, Seung Soon Im*, and Yong Seok Kim†

*Polymeric Nanomaterials Laboratory, Advanced Materials Division,
Korea Research Institute of Chemical Technology, Daejeon 305-600, Korea*

**Department of Fiber and Polymer Engineering, Hanyang University, Seoul 133-791, Korea*

(Received July 26, 2006; accepted August 18, 2006)

본 연구는 커패시터(capacitor) 등의 유전재료로서 응용이 가능한 고분자로 코팅된 무기입자 및 이를 이용하여 제조된 유전율이 높은 폴리이미드(polyimide; PI) 나노복합체에 관한 것이다. 무기입자로는 높은 유전상수를 가지는 barium titanate (BT)를 선정하였고, 이를 유기 고분자인 나일론 6으로 표면 코팅하여 매트릭스 고분자인 폴리이미드와의 친화력을 향상시켰다. FT-IR과 TEM을 통하여 5 nm 두께의 고분자 셸(shell)이 형성된 친유기화된 무기입자(BTN)를 확인하였으며, 나일론 6이 코팅된 BT의 내경과 외경의 비, 그리고 α 와의 관계를 나타낸 모식도를 통해 고분자 코팅 두께를 조절할 수 있음을 제안하였다. 제조된 BTN과의 복합화를 통하여 폴리이미드 나노복합용액을 제조하였으며, 이를 탈수 고리화하여 열적 및 전기적 특성이 우수한 폴리이미드 나노복합필름을 제조하였다. SEM을 통하여 BTN이 매트릭스 고분자 내에 균일 분산상을 형성함을 확인하였으며, TGA와 전기적 측정을 통하여 BTN의 함량에 따른 폴리이미드 나노복합필름의 열안정성 지수, 적분 열분해 온도 및 유전율의 변화를 각각 조사하였다.

We have prepared organophilic inorganic particles and polyimide (PI) nanocomposite having excellent thermal stability and high dielectric constant that can be used for electronic application such as capacitor. We have chosen barium titanate (BT), a high dielectric constant material and its surface was coated with nylon 6 to improve the affinity with PI. The FT-IR and TEM studies showed that the organophilic inorganic particle (BTN) has a polymer shell with thickness of 5 nm. We have suggested that it is possible to control the thickness of coating surface and also indicated the relationship between the ratio of inside and outside radius of BTN and the weight fraction of BT. The PI nanocomposite films based on poly(amic acid) and BTN were prepared by cyclodehydration reaction. The homogeneous dispersion of BTN in PI matrix was identified by using SEM. We have investigated the effect of BTN content on the coefficient of thermal stability, integral procedural decomposition temperature (IPDT), and dielectric constant of PI nanocomposite films.

Keywords: polyimide, nanocomposite, dielectric constant, barium titanate, organophilic inorganic particle

1. 서 론

친유기화된 무기입자는 여러 분야에서 요구하는 신소재 물질로서 다양한 특성을 지닌 기능성 입자이다. 소재의 첨단 기능을 부여하기 위한 요구가 급속히 증가됨에 따라 지금까지 기능성 입자에 관한 많은 연구[1-4]가 이루어졌다.

현재 친유기화된 무기입자를 응용하여 고기능 재료를 개발하려는 연구가 전자, 자기, 분광학, 센서 및 복합 하이브리드 재료 등의 분야에서 진행되고 있다. 이러한 고기능 입자를 제조할 때 많이 사용되는

방법으로는 sol-gel 반응과 입자 표면 개질, 고분자를 이용한 입자표면 코팅 등 친유기화된 무기입자의 제조기술을 확립하려는 연구들이 있다[5-7]. Riehemann[8] 등은 레이저 증착 방법을 이용하여 100 nm 이하의 나노크기를 갖는 입자를 제조하였으며, Scott[9] 등은 아르곤과 아세틸렌을 사용하여 플라즈마를 생성하고 이를 이용하여 금속입자를 보호코팅하는 공정을 개발하였고, Chow[10] 등은 입자의 합성에서부터 박막/적층화까지를 한 공정으로 하는 polyol 공정에 관한 연구를 수행한 바 있다.

이와 같이 산업 분야에의 적용을 위해서는 친유기화된 무기입자의 특성을 결정하는 주요 인자인 입자의 크기 및 분포, 입자의 형태 및

† 주 저자 (e-mail: yongskim@kriect.re.kr)

구조, 입자의 조성 및 성분, 조성의 분포 등을 고려하여 입자 표면의 유기화, 혹은 코팅하는 공정의 개발이 필요하다[11,12].

고기능성을 가지는 친유기화된 무기입자를 제조하기 위해서는 i) 관능기, 기능성기 등을 가지는 입자 형성[13] 이외에도 ii) 마이크로상분리 구조와 같은 불균질 다상구조를 미립자에 응용하는 방법 및 제조[14]가 필요하다. 상기와 같이 제조한 고기능성 입자는 전기, 내열, 기계적 특성을 나타내는 기능물질 내장 등의 역할 뿐만 아니라, matrix 물질과의 결합 및 친화성 등을 갖게 할 수 있다. 또한 초미립 하이브리드 입자의 분산체는 matrix-dispersant 재료의 분자 크기 분포 상태가 파장 크기보다 작아 새로운 구조의 균질 구조체의 역할을 나타냄과 동시에 다른 종류의 복합체로서의 다원적 기능도 함께 나타낼 수 있다. 이와 더불어 최근에는 응용분야로 고분자 나노복합체를 설계함에 있어서, 고분자의 화학구조에 상응하는 무기 나노 입자의 표면 특성 제어가 정밀하게 요구될 뿐만 아니라, 각종 내열성 고분자와의 나노복합화를 위한 무기 나노 입자의 열적 및 전기적 특성 또한 매우 중요한 요소이다[15].

따라서 본 연구에서는 고유전성 및 내열성을 가지는 친유기화된 무기입자를 제조하기 위하여 무기 입자로는 티탄산바륨(*barium titanate*)을 선정하였고, 매트릭스 고분자와의 친화력과 분산성을 위하여 나일론 6과 폴리이미드를 이용하여 무기입자의 표면을 코팅하였다. 입자의 제조 여부는 FT-IR, TEM 및 TGA를 통하여 확인하였다. 폴리이미드 나노복합필름은 형성된 입자를 폴리이미드 고분자 전구체인 폴리이미드산 매트릭스에 nano-filler로 첨가하여 용액혼합 및 탈수고리화반응을 통하여 제조하였고, 분산정도와 열적 및 전기적 특성을 조사하였다.

2. 실험

2.1. 시약 및 재료

본 연구에서 사용된 티탄산바륨(BaTiO_3 , nano sized powder, 99+%; BT)은 Aldrich사에서 구입하였다. BT의 표면 코팅 고분자로는 나일론 6을 Kolon사로부터 구입하였으며, 폴리이미드산은 중합하여 사용하였다. 폴리이미드산의 제조를 위한 용매로는 Mitsubishi Gas Chemical사의 순도 99% 이상이며 수분함량이 50 ppm 미만인 *N,N*-dimethylacetamide (DMAc)를 사용하였다. 그리고 단량체로는 Daicel사에서 제조한 99% 이상 순도의 pyromellitic dianhydride (PMDA)를 220 °C에서 승화하여 정제한 후 사용하였으며, Wakayama Seika사의 99% 이상 순도의 4,4'-oxydianiline (ODA)은 별도의 정제 과정 없이 사용하였다. 무기입자의 분산용매로 사용한 2,2,2-trifluoroethanol과 불용성 용매로 사용한 diethylether는 Aldrich사에서 구입하여 사용하였다.

2.2. 기기

친유기화된 무기입자의 형성 여부는 Jasco 610 FT-IR spectrometer를 이용하여 확인하였으며, 입자 표면 모폴로지와 고분자 매트릭스 내 입자 분산 정도는 TEM (Hitachi H-7600)과 SEM (JSM-670F, Jeol사)을 이용하여 각각 분석하였다. 폴리이미드 나노복합필름의 열적특성은 TGA (TA Instrument 2950)로 질소 기류 하에서 10 °C/min의 승온 속도로 측정하여, 친유기화된 무기입자가 열안정성 및 분해 활성화 에너지에 미치는 영향에 대해 조사하였다. 또한 X선 회절 패턴은 $\text{CuK}\alpha$ radiation ($\lambda = 1.5405 \text{ \AA}$)을 이용한 D8-Discover XRD with GADDS (Bruker)를 이용하였으며, dielectric constant (유전율)은 Hewlett-Packard사 4294A LCR meter를 이용하여 측정하였다.

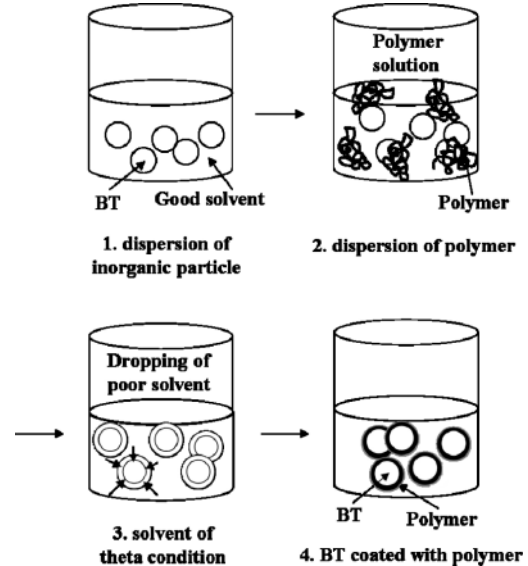


Figure 1. Preparation of BTN by sequential addition method.

2.3. 친유기화된 무기입자의 제조

Figure 1에서 나타낸 것과 같이, 무기 나노입자를 유기 고분자로 코팅하기 위해서 먼저 60 g의 2,2,2-trifluoroethanol에 0.3 g의 BT를 sonicator와 shaker로 각각 3 h씩 분산하였다. 그 후, 분산된 BT를 0.1 g의 나일론이 용해되어 있는 20 g의 2,2,2-trifluoroethanol에 첨가하였고 기계식 교반기를 이용하여 격렬히 교반하였다. 교반 후, 나일론 6에 대해 불용성 용매인 diethylether를 천천히 적하하였고 고분자가 침전되기 시작하는 시점, 즉 theta condition에 이르렀을 때 diethylether의 적하를 중단하였다. 고분자가 불용성 용매로 인해 침전이 시작되면 무기입자인 BT의 표면을 감싸게 되고, 이렇게 코팅층의 형성이 완료된 후에는 원심분리를 통하여 친유기화된 무기입자(BTN)를 수득하였다. 수득된 BTN을 수 차례 종류수로 세척한 후, 48 h 동안 동결 건조하여 고분자 코팅층이 5 nm인 친유기화된 무기입자인 BTN을 얻었다.

2.4. 폴리이미드산의 중합

질소 분위기의 4구 플라스크에 ODA (6.01 g, 0.03 mol)를 반응 용매인 113 g의 DMAc에 용해한 후 PMDA (6.54 g, 0.03 mol)를 30 min 동안 서서히 적하하였다. 이를 얼음 수조에서 12 h 동안 축합 중합하여 고형분 함량이 10 wt%인 폴리이미드산을 제조하였다. 이때 DMAc를 용매로 하여 0.5 g/dL의 농도로 30 °C에서 측정된 고유 점도는 1.83 dL/g이었다.

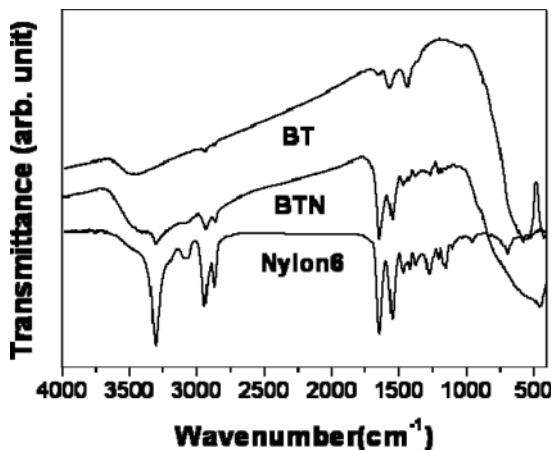
2.5. 폴리이미드 나노복합필름의 제조

무기입자 BT와 나일론 6을 고분자로 하여 제조한 BTN을 DMAc에 sonicator를 이용하여 하루 동안 분산하였고, 이를 폴리이미드산의 고형분 함량에 대하여 무게비로 1~60 wt% 첨가하였다. 기계식 교반기를 이용하여 상기 나노복합용액을 격렬히 교반하여 폴리이미드산 나노복합용액을 제조하였다. 필름 형성을 위해서 제조한 폴리이미드산 나노복합용액은 유리판을 기관으로 크린벤치(clean bench)에서 자동도공장치(auto film applicator)와 칼날 코터(Doctor's blade)를 이용하여 1200 μm 두께로 용액 casting한 후, 진공오븐에서 50 °C, 90 min 동안 건조하였다. 건조 후의 자체 지지 필름을 유리판에서 박리한 후 필름 지지틀에 고정시키고 진공오븐에서 120 °C, 250 °C, 350 °C에서 각각 1 h, 3 h, 5

Table 1. Thermal Properties and Dielectric Constants of Polyimide Nanocomposite Films as Increased BTN Contents

Code	Properties				
	T _d (°C) ^a	T _{IDT} (°C) ^b	A* * K ^c	IPDT (°C) ^d	Dielectric Constants
Polyimide	570	487	2.30	1803.9	3.1
N-BTN1	573	482	2.30	1805.7	3.3
N-BTN5	571	487	2.31	1810.9	4.3
N-BTN9	575	489	2.40	1880.5	8.2
N-BTN20	581	491	2.47	1934.2	18.5
N-BTN60	-	-	-	-	52.6

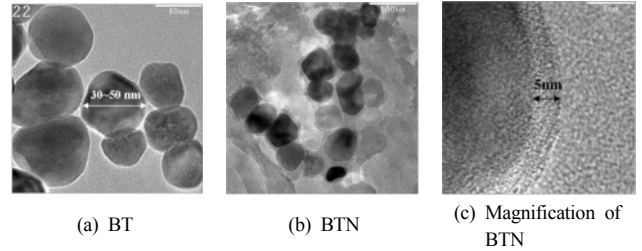
^a Maximum decomposition temperatures measured by TGA at a heating rate of 10 °C/min under N₂; ^b Initial decomposition temperatures; ^c Coefficient of thermal stability; ^d Integral procedural decomposition temperature.

**Figure 2. IR spectra of BT, BTN and Nylon 6.**

min씩 열처리하여 두께가 30 ± 2 μm에 이르는 폴리이미드 나노복합필름을 제조하였다. 열적 이미드화 방법을 통한 탈수고리화반응에 의하여 제조된 나노복합필름의 코드는 N-BTN1과 같이 첨가된 BTN의 중량 %를 코드 뒤에 명시하였다.

2.6. 유전율 측정을 위한 폴리이미드 나노복합재 소자 제작

게이트 절연막의 전기적 특성을 알아보기 위하여 metal-in- sulator-metal (MIM) 구조의 커패시터(capacitor)를 제작하였다. 기판으로 사용될 ITO가 패터닝된 유리(indium tin oxide glass)를 deionized water, 아세톤, 이소프로필알콜 순으로 초음파 세척기에서 각각 20 min간 세정한 후, 80 °C 오븐에서 건조하였다. 그 후, 기판 위의 이물질 제거를 위해 UV cleaner로 3 min간 처리하였다. 세정된 ITO 유리에 2 mm 폭의 새도우 마스크(shadow mask)를 사용하여 금(gold)을, 열 증착법(thermal evaporation)을 통해 두께가 500 nm가 될 때까지 1 Å/s의 속도로 증착하였다. 이 때의 진공도는 약 3 × 10⁻⁶ torr로 조정하였다. 금이 증착된 기판 위에 나노복합용액을 게이트 절연막으로 스핀코팅한 후, 250 °C까지 여러 단계 굽기(multi-curing) 과정을 거쳤다. 그 후 다시 금을 처음과 수직방향으로 열 증착하여 2 × 2 mm의 크로스(cross) 면적을 갖는 MIM 소자를 제작하였다.

**Figure 3. TEM images of (a) BT and (b, c) BTN.**

3. 결과 및 고찰

제조한 BTN의 화학적 구조 분석은 FT-IR을 사용하였고, 고분자의 표면 코팅 두께와 모폴로지를 알아보기 위하여 TEM을 이용하였으며, 나노입자 두께 측정에 따라 계산되어지는 BT 함량과 BTN의 반지름의 관계를 알아보았다. Figure 2에서 나타난 BTN의 FT-IR 스펙트럼을 살펴보면, 3450~3550 및 500 cm⁻¹에서 BT 고유의 특성 피크와 더불어 나일론 6에서 기인한 3300 cm⁻¹ (amide, N-H), 1630~1680 cm⁻¹ (C=O)의 특성 피크가 동시에 관찰됨으로써 나일론 6이 효과적으로 BT 표면에 도입되었음을 알 수 있었다. BTN의 고분자 표면 코팅 두께와 모폴로지는 TEM을 통하여 확인하였다. Figure 3(a)에서 나타난 것처럼 BT의 두께는 약 30~50 nm 정도이며, 이를 나일론 6으로 표면 코팅하면 약 5 nm 정도로 고분자가 표면 코팅되어진 이미지를 Figure 3(b), (c)를 통해 확인할 수 있었다.

또한 BT 표면에 코팅된 유기 고분자 두께를 TGA로부터 측정된 잔류무게로부터 계산하였다. 고분자가 모든 BT 입자에 같은 두께로 코팅이 되어진다고 가정할 때, 다음과 같은 식에 의해 코팅 두께를 계산할 수 있다. 코어(core) 부분에 있는 BT의 반지름을 R , 밀도를 d_{BT} 라고 하고 셸(shell) 부분을 포함한 BTN의 반지름을 R' , 밀도를 d_N 라고 할 때, BTN 입자가 갖는 구의 부피는 식 (1)과 같고 BT 입자의 질량은 식 (2)와 같이 나타낼 수 있다.

$$\frac{4}{3}\pi(R'^3 - R^3) \quad (1)$$

$$\frac{4}{3}\pi R^3 d_{BT} \quad (2)$$

BT의 weight fraction을 α 라고 할 때, α 는 식 (3)으로 정의할 수 있으며 이를 코어-셸 구조를 갖는 입자의 내경과 외경비로 정리하면 다음의 식 (4)와 같이 표현할 수 있다.

$$\alpha = \frac{\frac{4}{3}\pi R^3 d_{BT}}{\frac{4}{3}\pi(R'^3 - R^3)d_N + \frac{4}{3}\pi R^3 d_{BT}} \quad (3)$$

$$\frac{R'^3}{R^3} = \frac{d_{BT}}{d_N} \left(\frac{1}{\alpha} - 1 \right) + 1 = 4.94 \left(\frac{1}{\alpha} - 1 \right) + 1 \quad (4)$$

여기서, BT의 밀도(d_{BT})는 6.08 g/cm³며, 나일론 6의 밀도(d_N)는 1.23 g/cm³이다. Figure 4는 상기 식(4)를 이용하여 계산한 α 와 고분자가

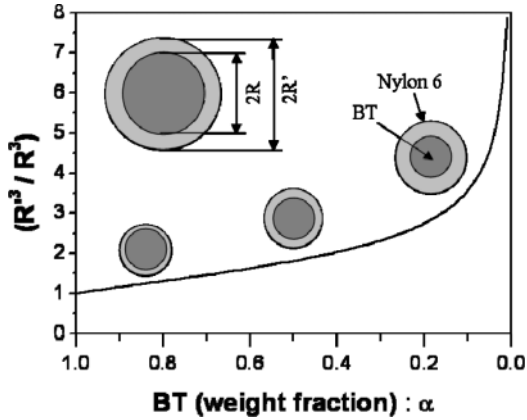


Figure 4. Relationship between radius of BTN and BT contents as thickness measurement.

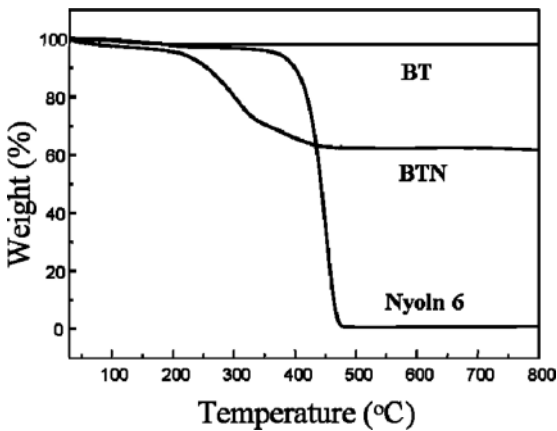


Figure 5. TGA curves of BT, BTN and Nylon 6.

코팅된 BT로부터 내경과 외경의 비의 관계를 나타낸 모식도이다. 여기서 나타낸 것처럼 α 가 1에 가까울수록 외경이 내경과 같아지게 된다. 따라서 α 를 변화시킴으로써 코팅되는 고분자의 두께를 조절할 수 있음을 알 수 있었다.

Figure 5에서는 나일론 6이 표면 코팅 고분자로 도입된 BTN의 열분해 거동을 나일론 6과 무기입자인 BT와 비교하여 나타내었다. TGA를 이용하여 나일론 6과 표면 코팅 후의 BTN에 있어서 800 °C에서의 잔류무게를 살펴보면, 나일론 6의 경우 0 wt%인데 비해 BTN의 경우에는 63 wt%인 것으로 보아 63 wt%의 BT가 37 wt%의 나일론 6에 의해 표면 코팅되었음을 간접적으로 확인할 수 있었다. 이를 Figure 4와 같은 모식도에 의해 계산을 하면, α 가 0.63일 때 고분자 표면 두께가 약 9 nm임을 알 수 있었다. 이와 같은 결과로부터 계산에 의한 표면 두께와 Figure 3의 TEM 이미지에서 나타난 5 nm의 표면 두께와는 차이가 있는 것을 알 수 있다. 이러한 이유는 본 실험에 사용된 BT 입자들의 지름이 30~50 nm로 다양하였으며, 또한 고분자가 모든 BT 입자에 같은 두께로 코팅이 되어진다고 가정한 것에 비롯한다고 할 수 있겠다.

폴리이미드 매트릭스 내에 BTN의 분산도를 알아보기 위하여 폴리이미드 나노복합필름의 단면을 SEM으로 관찰하였고, 그 결과를 Figure 6에 나타내었다. BT의 표면이 유기 고분자로 코팅이 되어 있

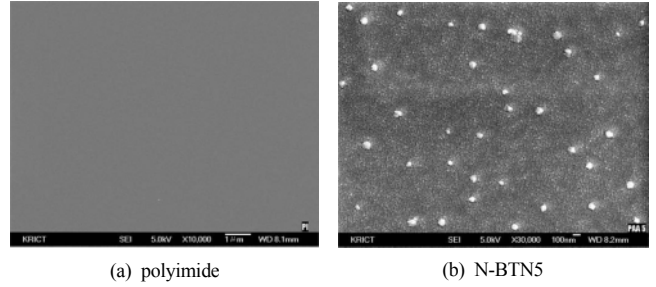


Figure 6. SEM images of (a) Polyimide and (b) N-BTN5.

지 않으면 입자간의 상호작용이 증가하여, 이차응집이 없는 균일 분산상을 얻는 것은 매우 어렵다. 그러나 본 연구에서는 BT 표면을 고분자로 코팅하여 고분자 매트릭스와의 친화력을 높이고 BT입자간 응집을 억제함으로써, Figure 6에서 보인 것과 같이 균일 분산상의 폴리이미드 나노복합필름을 제조하였다.

폴리이미드 나노복합필름의 열적 특성을 알아보기 위하여, 열안정성 지수 및 적분 열분해 온도(integral procedural decomposition temperature; IPDT)를 Table 1과 같이 나타내었다. 식 (5)에서 나타낸 적분 열분해 온도는 열안정성에 대해서 논의하기 위해 Doyle[16]에 의해 제안된 온도로서 TGA 곡선의 면적비로 얻어지는 정량적인 값이다.

$$IPDT (^\circ C) = A^* * K^*(T_f - T_i) + T_i \tag{5}$$

여기서, A^* 는 TGA의 전체 면적에 대한 곡선의 면적비이며, 각각의 항은 다음과 같다.

$$A^* : [(A_1 + A_2) / (A_1 + A_2 + A_3)]$$

$$K^* : A^* \text{의 계수, } [(A_1 + A_2) / A_1]$$

$$T_i : \text{초기 실험온도, (30 } ^\circ C)$$

$$T_f : \text{최종 실험온도, (800 } ^\circ C)$$

A^* 는 전체 TGA 열분해도의 면적($A_1 + A_2 + A_3$)과 잔존량(residual weight)을 포함한 전체 곡선 면적($A_1 + A_2$)의 비로 나타낼 수 있으며 이것은 잔존량과 온도의 항으로 단순화 된 값이다. K^* 는 A^* 의 계수로 사용되는 값이며 전체 곡선의 면적($A_1 + A_2$)과 잔존량의 면적을 뺀 곡선 면적만의 면적(A_1)과의 비로 나타내어진다. 이 두 가지 인자의 조합인 $A^* * K^*$ 는 고유의 열안정성 지수로서 큰 값을 가질수록 높은 열안정성을 갖는 것으로 알려져 있다[17]. Table 1에서와 같이 폴리이미드 필름과 BTN의 함량에 따른 폴리이미드 나노복합필름의 열안정성 지수 및 적분 열분해 온도를 비교하여 보면, BTN의 함량이 증가할수록 열적 안정성이 향상되는 것을 알 수 있었다. BTN의 함량이 20 wt%일 때 열안정성 지수는 최대 7.4%, 적분 열분해 온도는 최대 7.2% 증가하였다. BTN이 폴리이미드 매트릭스에 나노크기로 분산되면 표면적이 증가하게 되고 고분자 매트릭스와의 높은 친화력으로 인하여 고분자 사슬의 유동성을 저하시켜 주는 역할을 함으로써, 폴리이미드 나노복합필름의 열적 성질이 증가하는 것으로 사료된다.

또한 폴리이미드 나노복합필름의 전기적 특성을 알아보기 위해서 Hewlett-Packard사 4297A LCR 장비를 사용하였고, C_p 값은 100 kHz에서 측정하여 다음과 같은 식 (6)에 의해서 유전율을 계산하였다.

$$C = \epsilon a / d \text{ 에서 } \epsilon = Cd / A \tag{6}$$

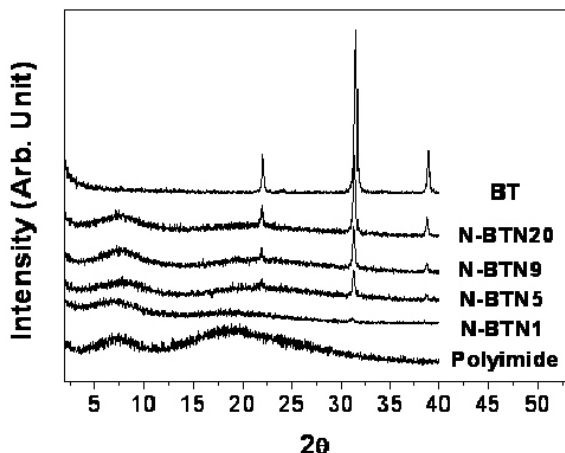


Figure 7. WAXD patterns of polyimide nanocomposite films as increased BTN contents.

여기서, A 는 도체판 면적($2 \times 2 \text{ mm}^2$), d 는 두 도체판 사이의 거리 (3000 \AA), C 는 전기용량을 말한다.

상기 식 (6)에서 계산된 값은 다음 식 (7)에 대입한다.

$$k = \epsilon / \epsilon_0 \quad (7)$$

여기서, k 는 두 전기용량 C / C_0 의 비를 나타내며, 진공에서의 유전율에 대한 물질의 유전율의 비를 의미하고, ϵ_0 는 진공에서의 유전율 ($8.85 \times 10^{-12} \text{ F/m}$)이다. 유전율은 콘덴서의 두 전극 사이에 유전체를 넣었을 경우와 넣지 않았을 경우의 전기용량의 비이며, 전기 용량은 전압이 걸릴 때 생기는 전하를 저장할 수 있는 두 도체 사이의 능력이다. BTN의 함량에 따라 제조된 N-BTN 필름 시리즈의 유전율은 Table 1에 나타내었다. 나노복합화 하지 않은 폴리이미드와 BTN의 함량에 따른 폴리이미드 나노복합필름의 유전율 값을 비교하여 보면, BTN의 함량이 증가할수록 유전율의 값이 증가하는 경향을 나타내었으며, BTN의 함량이 60 wt%일 때 유전율은 52.6을 나타내어 폴리이미드 필름보다 최대 1700%의 유전율 증가를 보였다. BTN의 함량이 증가함에 따라서 유전율이 증가하는 이유는, 1200의 큰 유전율을 갖는 BT가 친유기화된 무기입자로 폴리이미드 매트릭스 내에 잘 분산된 결과로 사료된다.

Figure 7은 정방형 대칭성인 Perovskite형 구조를 가지는 BT의 광각 X선 회절 패턴을 나타내었다. 폴리이미드 나노복합필름에서 BTN의 함량이 증가함에 따라 BT에 해당하는 피크들이 증가하는 패턴을 보임을 알 수 있었다.

4. 결 론

본 연구에서는 내열성 및 전기적 특성을 고려하여 무기입자로는 BT를, 표면 코팅 고분자로는 나일론 6을 선정하여 친유기화된 무기입자를 제조하였다. TEM을 통하여 제조된 BTN의 고분자 코팅 두께를 측정된 결과, 5 nm 두께의 고분자 셸(shell)이 형성되었음을 확인할 수

있었다. 이와 더불어 나일론 6이 코팅된 BT의 내경과 외경의 비와 α 와의 관계를 나타낸 모식도를 통해 α 를 변화시킴으로써 코팅되는 고분자의 두께를 조절할 수 있음을 제시하였다.

제조된 BTN은 유기 고분자 코팅으로 인해 매트릭스 고분자인 폴리이미드와의 친화력을 향상시킬 수 있었으며, SEM을 통하여 나노입자가 고르게 분산되어 있음을 확인하였다. 또한 폴리이미드 나노복합필름은 BTN의 함량에 따라 열안정성 지수는 최대 7.4%, 적분 열분해 온도는 최대 7.2% 증가하였으며, BTN 함량이 60 wt% 도입되었을 때에는 유전율이 52.6을 나타내어 폴리이미드 필름보다 1700%의 유전율 증가를 나타내었다.

감사의 글

이 연구는 한국화학연구원 기본연구사업 및 과학기술부의 21세기 프론티어 연구개발 사업인 차세대정보디스플레이 기술개발사업단의 지원으로 수행되었습니다.

참 고 문 헌

1. C. L. Huang, R. E. Partch, and E. Matijevic, *J. Colloid Interface Sci.*, **170**, 275 (1995).
2. H. Trotter, A. A. Zaman, and R. Partch, *J. Colloid Interface Sci.*, **286**, 233 (2005).
3. N. A. D. Burke, H. D. H. Stover, and F. P. Dawson, *Chem. Mater.*, **14**, 4752 (2002).
4. N. G. Portney, K. Singh, S. Chaudhary, G. Destito, A. Schneemann, M. Manchester, and M. Ozkan, *Langmuir*, **21**, 2098 (2005).
5. H. Park and W. Choi, *Langmuir*, **22**, 2906 (2006).
6. T. K. Mandal, M. S. Fleming, and D. R. Walt, *Nano letters*, **2**, 3 (2002).
7. S. Kim, E. Kim, S. Kim, and W. Kim, *J. Colloid Interface Sci.*, **292**, 93 (2005).
8. K. Moras, R. Schaarschuch, W. Riehemann, S. Zinoveva, H. Modrow, and D. Eberbeck, *J. Magnet. Magn. Mat.*, **293**, 119 (2005).
9. R. Scott Willms, *Fusion Sci. Technol.*, **47**, 979 (2005).
10. L. K. Kurihara, G. M. Chow, and P. E. Schoen, *Nanostructured Materials*, **5**, 607 (1995).
11. Y. Wang, J. Zhang, X. Shen, C. Shi, J. Wu, and L. Sun, *Mater. Chem. Phys.*, **98**, 217 (2006).
12. S. Das, T. K. Jain, and A. Maitra, *J. Colloid Interface Sci.*, **252**, 82 (2002).
13. K. J. Watson, J. Zhu, S. T. Nguyen, and C. A. Mirkin, *J. Am. Chem. Soc.*, **121**, 462 (1999).
14. V. Dudnik, G. B. Sukhorukov, I. L. Radtchenko, and H. Mohwald, *Macromolecules*, **34**, 2329 (2001).
15. T. Agag, T. Koga, and T. Takeichi, *Polymer*, **42**, 3399 (2001).
16. C. D. Doyle, *Anal. Chem.*, **33**, 77 (1961).
17. G. H. Kwak, S. J. Park, J. R. Lee, and S. K. Hong, *Polymer (Korea)*, **23**, 281 (1999).