

# 저온 감응형 겔의 물질저장 안전 특성

전승표 · 김정훈\* · 강영구\*

호서대학교 벤처전문대학원 · \*호서대학교 안전시스템공학과

## 1. 서론

겔 응용 제품은 원료물질 선택, 물리·화학적 가교, formulation 조건 등 다양한 특성 변수에 따라 생활 필수품에서부터 고집적 정밀 부품·소재, 우주·항공제품, 스포츠 소재 및 첨단 코팅 제품까지 그 응용범위가 넓다. 현재까지 연구된 겔의 주요 기능은 수분흡수 및 보존 특성, 선택적 물질 흡수 또는 분리 특성, 투과 특성, 점도 및 유동 특성, 투명성 유지, 생체적합성, pH 및 화학적 감응 특성, 전기 및 자기적 특성, 온도 및 광감응 특성, 정보변환 및 제어 특성, 형상기억 특성 등이 있다.<sup>1-2)</sup>

이 중 각종 위험 화학물질의 제조·저장·수송시 안전성을 확보하기 위해 온도 및 광감응 특성을 이용한 다양한 연구가 수행되고 있으며, 관련 기술은 안전분야에 필수적으로 활용되고 있다. 특히 온도 감응성은 저온 유지, 과부하 조건 등 온도 적정성을 육안으로 용이하게 확인 가능케 하고, 온도 상승에 따라 물성 변화 및 이상 반응을 일으키는 화학물질의 safety control이 가능한 중요 factor이다.

본 연구에서는 물질안전 기능성을 부여하기 위해 thermochromic polymer<sup>3-6)</sup>를 유효 성분으로 저온 감응형 gel compound를 제조하였다. 나노 입자 및 나노 구조를 갖는 친수 및 친유성 gelling agent를 사용하여 최적 formulation을 도출함으로써 열변색에 의한 저온 감응 효과와 물질저장 안전 특성을 평가하였다.

## 2. 실험

### 2-1. Raw materials

본 연구에 사용된 저온 감응제는 spiropyran과 spiroxazine 계열의 Leucodye thermochromic polymer(CMS technology, Inc.)로 물리·화학적 합성을 통해 5°C LCST(Lower Critical Solution Temperature)를 기점으로 색상 변화를 나타내는 green과 blue color의 2종을 사용하였다.

또한 겔화제로는 Aerosil products(Degussa, Germany)와 Bentone products(Rheox, Germany)를 사용하였으며, 적용 용제 및 gelation 특성에 따라 친수성일 경우 Aerosil<sup>®</sup> 300과 Bentone<sup>®</sup> EW, 친유성일 경우 Aerosil<sup>®</sup> R972와 Bentone<sup>®</sup> 38을 적용하였다. 한편 SEM과 XRD pattern 분석 결과 Aerosil 계열은 nano size를, Bentone 계열은 nano structure를 갖고 있는 것을 알 수 있었다.

## 2-2. Manufacturing process

Thermochromic polymer를 toluene에 완전 용해시킨 후 distilled water 또는 silicone oil을 각각 혼합하였다. 고속 교반기를 사용하여 1,500rpm으로 1차 blending후 gelling agents를 첨가하여 3,000rpm으로 고속 mixing하여 2차 blending한 상태에서 60°C dry oven에서 진공 건조시켰다. 이와 같은 방법으로 Table 1.과 같이 함량별로 12개의 gel compound 샘플을 제조하였다.

Table 1. The formulation ratios of raw materials

unit : wt(%)

Sample No.	Thermochromic polymer	Gelling Agent	Solvent
Sample #1	0.2	2	97.8
Sample #2	0.2	4	95.8
Sample #3	0.2	6	93.8
Sample #4	0.2	8	91.8
Sample #5	0.4	2	97.8
Sample #6	0.4	4	95.8
Sample #7	0.4	6	93.8
Sample #8	0.4	8	91.8
Sample #9	0.6	2	97.8
Sample #10	0.6	4	95.8
Sample #11	0.6	6	93.8
Sample #12	0.6	8	91.8

## 3. 결과 및 고찰

### 3-1. Viscosity test

제조된 열변색성 gel compounds를 Viscometer(Brookfield DV-Ⅱ+)를 이용하여 60rpm으로 2시간 경과 후 점도를 측정된 결과 Fig. 1과 같은 점도 변화를 나타내었다.

Hydrophilic gelling agent를 사용하여 제조한 gel compounds의 경우 Bentone<sup>®</sup> EW보다 Aerosil<sup>®</sup> 300이 우수한 점도값 변화를 보였다. 점도값은 겔화제 함량 6wt(%)를 기점으로 급격하게 증가되었으며, 겔화제 함량 10wt(%) 미만에서도 고점성용 겔 compound를 제조할 수 있었다. 또한 oleophilic gelling agent를 사용한 경우 친수성 겔화제와 비교할 때 점도값은 Bentone<sup>®</sup> EW와 Aerosil<sup>®</sup> 300의 중간치를 형성하면서 변화되었다. 상대적으로 낮은 점도값을 나타내었지만 겔화제 종류에 상관없이 6wt%를 기점으로 점도가 안정적으로 증가하는 양상을 나타내었다. 따라서 겔화제 종류 및 함량에 따라 점도 제어 가능한 gel compound를 제조할 수 있었다.

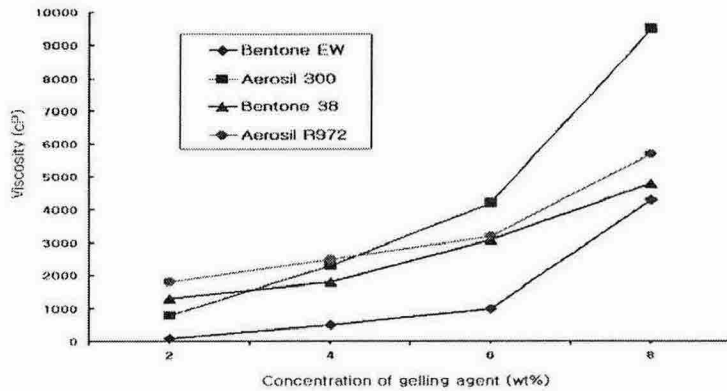


Fig. 1 Comparison of viscosity characteristics as the concentration of gelling agents(5°C thermochromic gel)

### 3-2. DSC analysis

Gelation 전후 gel network 형성에 따른 열적 안정성을 확인하기 위해 nitrogen purging 상태에서 10°C/min으로 승온시키면서 DSC(Differential Scanning Calorimetry, DSC-822e, Mettler Toledo, Ltd.) 분석을 수행하였다. Fig. 2는 thermochromic polymer 와 Aerosil® R972 친유성 겔화제를 사용하여 제조한 gel compounds의 DSC 분석 결과를 나타낸 것이다.

Thermochromic polymer 원료물질 자체는 3개의 endothermic peaks를 갖고 있으며, 3번째 peak가 형성되기 이전에 이미 5°C 이하에서 chromism이 형성되고 있음을 나타내고 있다. 반면 gelation 후에는 10°C 부근에서 미소 peak만이 생성되었고, 이후 온도 증가에 따라 비교적 안정적인 heat flow를 유지함으로써 가교 특성에 의해 열적 안정성이 향상된 것으로 판단된다.

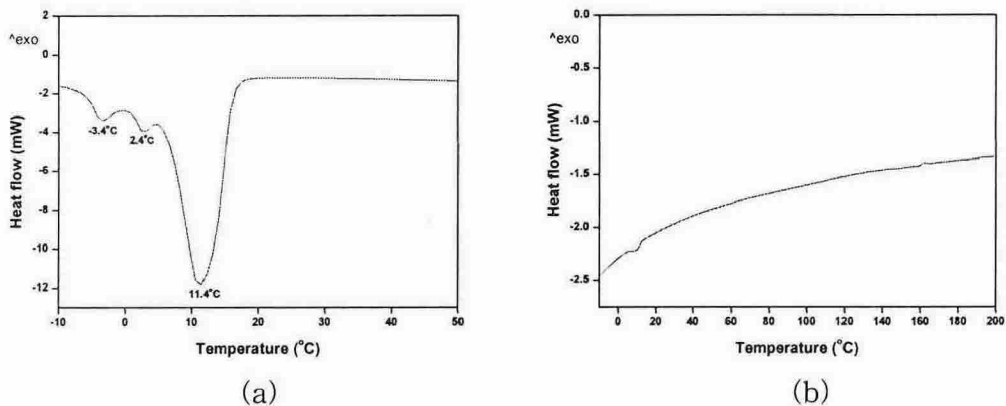


Fig. 2 DSC curves of green color thermochromic polymer(a) with LCST of 5°C and thermochromic gel(b) crosslinked by Aerosil® R972

### 3-3. Chromism test

온도 변화에 따른 열변색성을 확인하기 위해 thermochromic polymer를 0.2wt%로 소량 첨가, 제조한 blue 및 green color의 샘플을 5℃ 이하의 refrigerator에서 1시간 정도 유지하였다.

Fig. 3(a)와 같이 bright하고 투명한 색상 변화를 육안으로 확인할 수 있었다. 이후 상온에서 방치하여 시료 온도를 상승시킨 결과, 5℃ 이상의 조건에서 Fig. 3(b)와 같이 다시 원래 명암의 색상으로 복원되는 것을 확인할 수 있었다.

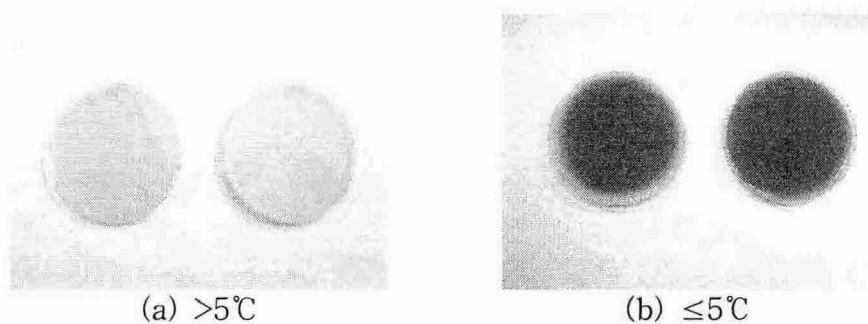


Fig. 3 Chromism photos of oil-based thermochromic gel samples when thermochromic polymer with LCST of 5℃ is added to 0.2wt(%)

이상과 같이 저온 감응형 겔을 제조하여 물질저장 안전 특성을 고찰한 결과 다음과 같은 용도에 활용이 가능할 것으로 판단된다. 구체적으로 저온 저장 인화성 혹은 폭발성 물질 수납용기, 온도 민감형 가스 보관 시약병, 위험물질 저장 container 혹은 tank 등의 저장고 표면에 겔성형체를 paint coating 혹은 film type으로 적용할 수 있다. 특히 본 연구에서 제조한 thermochromic gel의 제품 가공성을 확대할 경우 대상 소재, 부품 및 제품의 온도에 따른 위험 상태를 인지하여 안전사고를 미연에 방지하는데 유용하게 활용 될 것으로 사료된다.

### 참고문헌

1. Y. Osada, K. Kajiwara, et al., "Gels H/B", Vol. 1~Vol. 4, 2001.
2. Y. Osada, K. Kajiwara, "Gels H/B : Applications", Academic Press, pp. 4~502, 2001.
3. Vesterinen E, Tenhu H, Dobrodumo A, Polymer 35:48:52, 1994.
4. Hoffman AS, Macromol. Symp. 98:645, 1995.
5. Heskins M, Guillet JE, J. of Macromol. Sci. Chem. A 2:1441, 1968.
6. Winnik FM, Macromolecules 23:233, 1990.