

두 섬유 Fragmentation 시험법에 의한 탄소섬유/에폭시 복합재료의 내구성에 관한 연구

문 창 권^{*†}·문 상 현·서 차 수^{**}·조 현 희

*부산수산대학교 공과대학 재료공학과, **부산공업대학 표면공학과, 부산대학교 공과대학 섬유공학과
(1995년 8월 14일 접수)

Study on the Durability of Carbon Fiber/Epoxy Composite by Two Fiber Fragmentation Test

C. K. Moon^{*†}, S. H. Moon, C. S. SE^{**}, and H. H. Cho

*Department of Materials Science and Engineering, Pusan National Fisheries University, Pusan 608-737, Korea

**Department of Surface Engineering, Pusan Engineering University of Technology, Pusan 600-000, Korea

Department of Textile Engineering, Pusan National University, Pusan 609-735, Korea

(Received August 14, 1995)

요약: 탄소섬유/에폭시 복합재료에서 계면전단강도의 수분에 대한 내구성을 조사하기 위해 두섬유 fragmentation 시험법을 사용하였다. Dogbone형의 두섬유 fragmentation 시험편을 제작하여 75°C의 증류수에 60일까지 침지시켜 수분 흡수량을 측정하였으며, 수분 흡수량에 따른 계면특성 및 계면전단강도를 평가하였다. 그 결과, 침지시간의 경과에 따라 시험편에 흡수된 수분량은 증가하였고, 이러한 수분 흡수량의 증가는 섬유와 수지의 계면을 열화시켜 파단된 섬유길이의 임계 aspect ratio(임계섬유장/섬유직경)를 증가시켰으며, 이것은 곧 수분흡수량의 증기에 의해 복합재료에서 계면전단강도의 감소를 나타내는 것이다.

ABSTRACT: Two fiber fragmentation technique was used to investigate the influence of hydrothermal on the interfacial shear strength in the carbon fiber/epoxy system. The uptake of water (wt%) and interfacial shear strength were evaluated up to 60 days of immersion time in distilled water at 75°C using two fiber fragmentation test specimens of dogbone shape. As a result, it was found that moisture absorption of two fiber dogbone specimens increased with time of exposure to hydrothermal. This induced to increase the average critical aspect ratio (L_c/D_f) of the fiber fragments. The increase of L_c/D_f for hydrothermally treated samples indicated the decrease of the interfacial shear strength by increasing of moisture absorption.

Keywords: hydrothermal, fragmentation test, interfacial shear strength, durability, degradation.

서 론

섬유강화 복합재료에서 계면이란 매트릭스 수지에서 강화섬유로 하중을 전달하는 부분으로 복합재료의 최종 물성을 결정하는 매우 중요한 부분이다. 일반적으로 복합재료는 수분, 자외선 등의 여러 가지 환경

조건에 의해 섬유, 매트릭스, 계면 등이 열화되어 기계적 물성이 떨어진다는 것은 이미 잘 알려진 사실이다. 그래서 실제로 구조용 재료로 사용되는 복합재료는 여러 가지 환경에 대한 내구성시험에¹⁻⁴ 의해 정확한 물성 파악이 요구되며, 그 중에서 특히 계면의 특성을 정확하게 평가하는 것은 아주 중요한 일이다.

그래서 지금까지 계면전단강도를 평가하는 방법들이 많이 연구, 제안되었으며 그 방법으로 microbond test,⁵⁻⁹ pull-out test,¹⁰⁻¹³ debonding test,¹⁴ fragmentation test¹⁵⁻²² 및 indentation test²³ 등이 있지만 섬유 직경의 문제로 때문에 시험편의 제작 및 계면전단강도의 측정에 많은 어려움이 있다.

그러나 이러한 방법 중에서 가장 일반적으로 사용되며, 연구가 많이 되고 있는 것 중의 하나가 single fiber fragmentation test이다. Single fiber fragmentation test는 다른 방법들에 비해서 시험편의 제작 및 환경에 대한 내구성 시험이 용이할 뿐만 아니라, 하나의 시험편으로부터 많은 정보를 얻을 수 있다는 점에서 계면의 특성을 연구하는데 널리 이용되고 있다. 그러니 이 방법 역시 하나의 시험편에 대한 시험시간이 매우 많이 필요하다는 단점을 가지고 있다. 이러한 결점을 개선하기 위해서 two fiber fragmentation test가 제안되었으며,²⁴ 이 방법의 사용에 의해 다른 두 종류 섬유 간의 계면특성을 뿐만 아니라 섬유 표면처리 효과 등을 동시에 비교 관찰할 수 있으며 single fiber fragmentation test의 결점인 많은 시간소요²⁵를 줄일 수 있다.

그러나 pull-out 시험법을 사용하면 계면전단강도를 직접 평가할 수 있지만, fragmentation test 법에 의해서는 최종 섬유의 파단길이 분포를 구하여, 그 파단길이 분포를 통계적 처리에 의해서 임계섬유장(L_c)을 먼저 평가하고 섬유의 인장강도(σ_f)와 섬유직경(D_f) 등을 측정한 후 아래의 Kelly-Tyson식에²⁵ 의해 계면전단강도(τ)를 구할 수 있다.

$$\tau = \frac{\sigma_f}{2} \cdot \frac{D_f}{L_c} \quad (1)$$

이러한 파단길이 분포를 통계적 처리하는 방법도 여러가지가 있다. 이론상으로 볼 때 fragmentation 시험에서 섬유의 파단 길이는 $L_c/2$ 에서 L_c 사이에 분포하므로 Osawa 등은²⁶ 파단된 섬유의 평균 길이를 $L_c/2$ 와 L_c 의 평균인 $3L_c/4$ 라 생각하고 임계섬유장을 섬유의 파단길이 평균에 4/3배하여 (1)식에 대입해서 계면전단강도(τ)를 구하였다. 그리고 Drzal은 섬유 파단길이 분포를 2모수 Weibull 분포를 사용해서 통계적 처리하였으며 (1)식을 수정한 식으로부터 계면전단강도를 구하였다.

일반적으로 (1)식에 의해 계면전단강도를 구할 경우 섬유 인장강도는 임계섬유장에서의 섬유강도 값을 취해야 하는데 실제로 임계섬유장에서의 인장강도는 직접적으로 구할 수 없으므로, 보통은 gauge length가 5 mm~20 mm인 단섬유 인장시험에서 얻은 평균 인장강도 값을 사용하거나, 단섬유 인장강도의 길이와 인장강도와의 관계에서 외삽한 값을 사용하기도 한다.³¹

그러나 환경에 대한 내구성 실험의 경우 섬유 자체의 열화로 인해 인장강도 값의 변화가 있을 수 있으므로 단섬유 인장실험에 대한 인장강도 값이나 외삽한 값을 그대로 사용하는 것도 역시 무리가 있다. 특히 유리섬유 강화 복합재료에서 수분에 대한 내구성 실험 결과, 유리섬유 자체가 열화되는 것으로 보고되고 있다. 그래서 최근 Wagner와²⁷⁻²⁹ Shioya 등은³⁰ single fiber fragmentation 시험의 결과로부터 열화된 섬유의 인장강도를 추정하는 새로운 방법을 제안하였으며, 이 이론적인 방법은 fragmentation 시험 과정에서 얻을 수 있는 각 연신율과 섬유파괴수와의 관계를 이용한 것이다. 그러나 이러한 방법 역시 아직 확실한 방법으로 제시되지 못하고 있는 실정이다.

그래서 본 연구에서는 탄소섬유/에폭시 복합재료의 dogbone형의 two fiber fragmentation 시험편을 제작하여, unsized carbon fiber와 sized carbon fiber의 계면특성을 비교하였으며, 특히 수분에 대한 내구성 시험으로 75°C 증류수 속에 시험편을 60일까지 침지시켜 수분의 흡수량이 계면특성에 미치는 영향을 비교 검토하였다.

실험

재료. 본 연구에서 사용된 강화 섬유는 unsized carbon fiber와 에폭시계 sized carbon fiber (Acelan TZ-307, 태광산업(주))를 사용하였다. Sized carbon fiber는 300개 정도의 섬유를 인장시험하기 전에 직경을 먼저 측정하였으며, 이때 레이저에 의해 측정된 섬유의 평균 직경은 $7.34 \pm 0.26 \mu\text{m}$ 이었다. 이렇게 직경이 측정된 섬유는 단섬유 인장시험에 의해 인장강도를 측정하였다. 그리고 매트릭스 수지로써 에폭시의 주재는 diglycidyl ether of Bisphenol-A (DGEBA, YD-128, 국도화학(주)),

경화제는 meta-phenylene diamine (mPDA, Fluka Co.)을 사용하였으며 경화제의 양은 14.5 PHR (parts per hundred of resin)로 하였다.

시험편 성형. 두 가지 섬유로된 dogbone형의 fragmentation 시험편은 다음과 같은 방법에 의해 제작되었다. 8개 자리 dogbone형의 시험편 모양이 있는 양각의 알루미늄 금형을 이용하여 실리콘 고무 (KE-1402, CA-1402, 한국 Shin-Etsu)로써 음각의 mold를 상온에서 성형하였다. 이렇게 성형된 실리콘 mold는 고온에서 사용할 수 있도록 160°C에서 1시간 동안 열처리하였다. 그리고 탄소섬유는 표면의 이물질 제거를 위해 아세톤에 30분간 세척시킨 후 85°C에서 3시간 건조시켰다. 이렇게 세척시킨 unsized carbon fiber와 sized carbon fiber는 각각의 bundle에서 놓으로 양끝을 잡아 한 가닥씩 분리시킨 다음, mold의 cavity 양끝에 있는 sprue slots를 기준으로 하여 양면테이프에 임시 고정하였다. 두 섬유의 간격은 sprue slots의 간격을 이용하여 400 μm 정도로 조절하였다. 그런 후에 섬유를 완전히 고정시키기 위해 예주시 5분경화제(Devcon(주))를 사용하여 고정시켰다. 이와 같이 섬유를 mold의 8개 cavity에 모두 붙인 후, 예폭시 주재인 YD-128과 경화제 mPDA를 철저하게 섞은 후, 기포의 제거와 시험편 성형시 작업성을 고려하여 70°C에서 20분간 진공 상태로 유지하여 탈포하였다. 탈포된 예폭시는 mold의 cavity에 조심스럽게 주입시키고, 이렇게 수지가 주입된 mold는 전기오븐에서 75°C에서 2시간 경화시키고 다시 150°C에서 2시간 경화시킨 후, 오

븐 안에서 상온까지 시험편을 서냉시켰다. 만들어진 시험편은 제작과정에서 생긴 결함, 즉 수지내에 기포가 있는 것, 섬유표면에 기포가 존재하는 것, 섬유의 배열 상태가 고르지 못한 것, 휘어진 것 등을 골라내어 결함이 존재하지 않는 양호한 것만을 선택하여 시험하였다.

단섬유 인장시험. 직경이 측정된 sized carbon fiber는 load cell이 200 g인 소형 인장시험기에서 단섬유 인장시험을 행하였고, gauge length는 5, 10, 20, 40, 50 mm를 사용하였으며 각각 50개씩 측정하였다. 이때 cross head speed는 3 mm/min이었다.

Hydrothermal Exposure. 제작된 dogbone형의 fragmentation 시험편은 1000 cc pyrex 삼각플라스크 속의 중류수에 침지시키고 난 후, 수분의 증발을 막기 위해 알루미늄 호일로 봉하여 75°C로 고정된 오븐에 넣어 60일까지 유지하면서 0, 5, 10, 15, 20, 30, 40, 50, 60일 간격으로 각각 3~5개의 시험편을 꺼내어 fragmentation 시험을 행하였다. 그리고 수분 흡수량의 측정을 위해 2개의 시험편을 따로 준비했으며, 일정한 시간 후 정밀 balance를 이용하여 수분 흡수량을 측정하였다.

Fragmentation시험. Fig. 1에서와 같이 인장하중을 부가할 때의 연신율을 측정하기 위해 시험편의 중간 상부에 표점 거리 10 mm를 표시한 후에 인장시킨다. 시험편에 외력을 가하면 섬유와 수지의 기계적 성질의 차이로 계면에 전단응력이 발생하게 되고, 이러한 전단응력은 섬유를 파괴시킨다. 일정한 하중

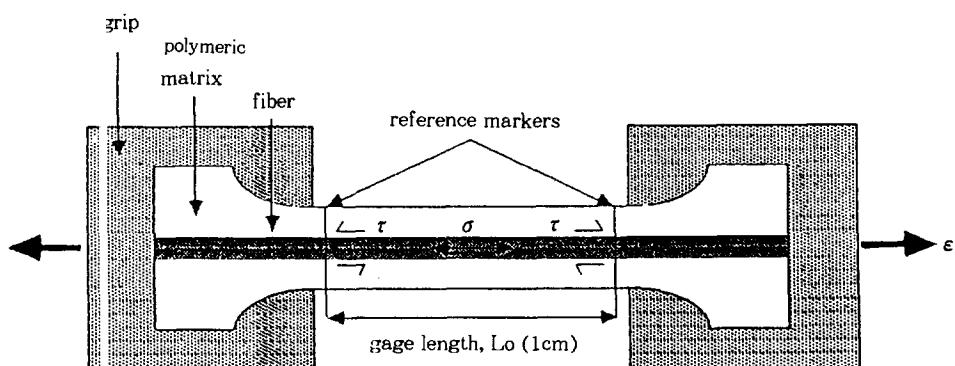


Fig. 1. Basic principles of fiber fragmentation test.

두 솔 유 Fragmentation 시험법에 의한 탄소섬유/에폭시 복합재료의 내구성에 관한 연구

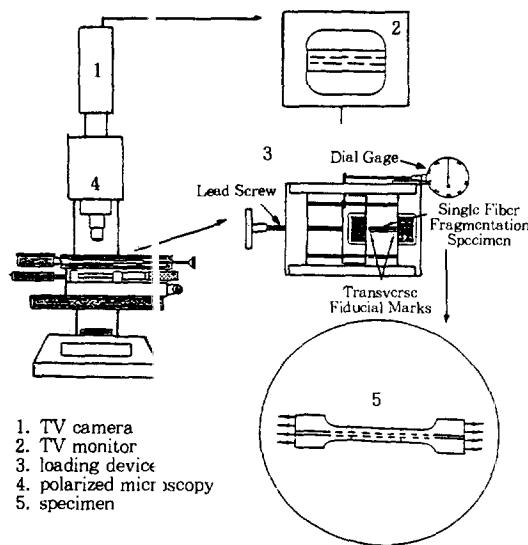


Fig. 2. Schematic of test set-up for the fragmentation test.

의 증가로 시험판을 인장시킨 후, 연신율을 측정하고 일정한 시간이 지나서 섬유파괴수를 기록한다. 이와 같은 작업을 반복하여 외력을 증가시켜도 더 이상 섬유의 파괴수가 증가하지 않는 포화상태까지 계속하여, 각 섬유의 평균길이를 현미경의 scale에 의해 측정한다. 이렇게 포화된 상태에서 파단된 섬유수와 섬유의 길이분포를 이용하여 섬유와 수지와의 계면전단강도를 평가한다. 일정한 시간 간격으로 수분처리된 시험편은 인장시 용력 진동을 막기위해 모가 난 부분은 깨끗하게 다듬어서, Fig. 2에서 보는 것과 같이 표점거리를 표시한 후, 수동형 소형 인장시험기에 시험판을 설치한다. 설치된 인장 시험기는 편광현미경에 고정시키고 광학현미경에는 video camera를 설치하여 모니터를 보면서 시험판을 연신시킨다. 이때 각 연신의 정도는 dial gauge에 의해 0.3% 정도씩 증가시켜서, 각 연신율에 따른 섬유의 파괴수를 헤아리며, 매트릭스의 점탄성 거동을 고려하여 30분 정도씩 유지하였다.

계면전단강도의 계산. Fragmentation 시험에서 포화된 섬유의 파괴수와 측정된 섬유 파단길이 분포로써 다음 (2)식을 사용하여 파괴 확률값을 구한다.

$$F = \frac{Li - 0.5}{N} \quad (2)$$

여기서 N 은 파괴된 섬유의 총 수이며 L_i 는 i 번째 까지의 파괴된 섬유수의 합이다.

그리고 섬유 파단길이 분포를 2모수 Weibull 분포함수 (3)식에 적용시켜 shape parameter(α)와 scale parameter(β)를 구한다.

$$F(x) = 1 - \exp\left[-\left(\frac{x}{\beta}\right)^{\alpha}\right] \quad (3)$$

(3)식에서 구한 α , β 의 값을 Drzal에¹⁵ 의해 수정된 (4)식에 의해 계면전단강도(τ)를 구하였다.

$$\tau = \frac{\sigma_f}{2\beta} \cdot \Gamma(1 - \frac{1}{\alpha}) \quad (4)$$

여기서 Γ 는 Gamma 함수이며 σ_f 는 임계섬유장에서의 섬유인장강도이다.

그러나 본 연구에서는 탄소섬유를 보강재로, 에폭시 수지를 매트릭스로 사용하고 있으며, 탄소섬유의 경우 소수성이며 또한 H_2SO_4 의 침지 등에도 강도 감소가 별로 나타나지 않는 것으로 보고되어, 실험에 의해서 임계섬유장에 가장 근접한, gauge length가 5 mm의 단섬유 인장강도의 값인 3.21 ± 0.43 GPa을 사용하였다.

결과 및 고찰

본 연구를 위해 먼저 탄소섬유의 인장시험을 행하였으며, Table 1은 gauge length에 따른 섬유의 인장강도를 나타내었다. 일반적으로 알려진 사실과 같이 gauge length가 작을수록 결합의 존재확률이 낮아지므로 높은 인장강도의 값을 가지며, 본 연구의 인장시험 결과에서도 그러하였다.

Fig. 3은 gauge length에 따른 섬유의 인장강도를 Weibull 분포함수로 나타낸 것이며, 그림에서 실선은 Weibull 분포함수에 의해 fitting한 이론 곡선이며,

Table 1. The Relation of Fiber Tensile Strength and Gauge Length

Gauge Length	5mm	10mm	20mm	40mm	50mm
Tensile Strength (GPa)	3.21	2.95	2.85	2.65	2.60
Standard Deviation (GPa)	± 0.43	± 0.44	± 0.47	± 0.48	± 0.46

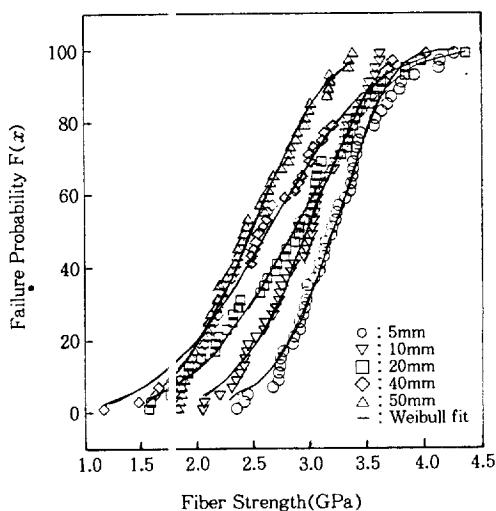


Fig. 3. Failure probability vs. carbon fiber strength of various gauge length.

○은 실제로 측정한 값이다. 그림에서 최약 링크 모델을 기초로 한 21¹수 Weibull 분포함수가 추성재료인 탄소섬유의 경우도 분포에 5~50 mm의 gauge length에 무관하게 잘 일치됨을 알 수 있다. 그리고 수분에 대한 내구성 시험 전후의 fragmentation 시험의 결과로 얻어지는 많은 수의 fragments의 파괴 확률에도 Weibull 분포함수가 잘 적용될 것으로 예상된다.

Fig. 4는 침지시간에 따른 수분 흡수량을 나타낸 것이다. 그림에서 시간이 경과함에 따라 지속적으로 수분 흡수량이 증가함을 볼 수 있으며, 특히 침지시간이 5일 전후로 낙격한 증가를 보이고 있다. 수분처리의 시간이 60일로 갈수록 증가량은 포화 상태로 가까워 지지만, 시간이 지남에 따라 미소한 증가가 예상이 된다. 이런 수분 흡수가 매트릭스 수지 내에서는 물분자의 확장현상에 의해 이루어지며, 계면에서는 모세관 현상에 의해서 수분이 흡수된다고 보고되고 있다.⁴

Fig. 5는 수분 처리의 이전에 unsized carbon fiber와 sized carbon fiber의 시험편을 인장시켜, 섬유의 파괴수가 포화상태로 되었을 때의 편광현미경 사진이다. Sized carbon fiber의 섬유 파단길이가 unsized carbon fiber보다 작게 나타난 것을 알수가 있으며, unsized carbon fiber와 sized carbon

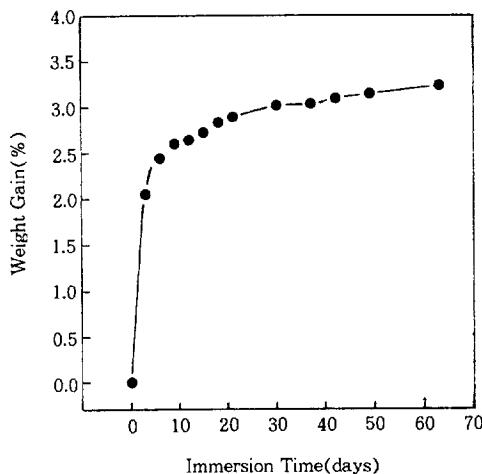


Fig. 4. Plot of the uptake of water (weight percent) as a function of immersion time in distilled water at 75°C.

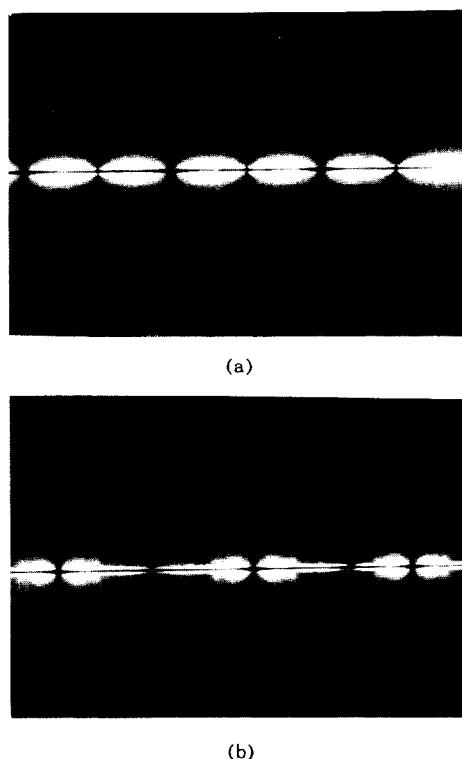


Fig. 5. Photographs of fragments under polarized light. The samples were a dry specimen of carbon fiber/epoxy at saturation. (a) sized carbon fiber and (b) unsized carbon fiber.

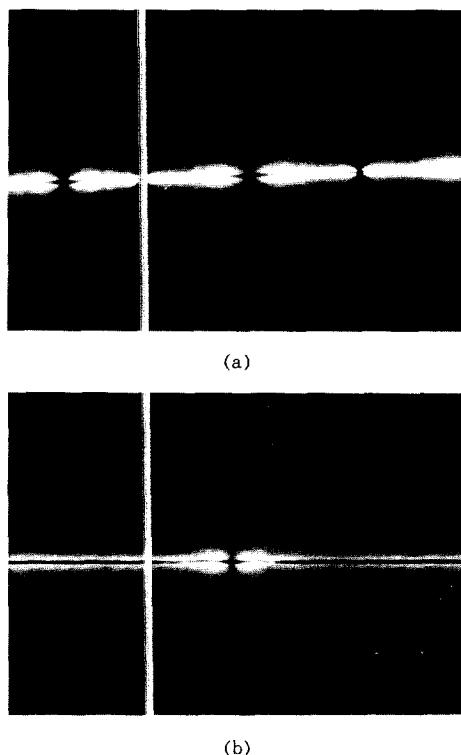


Fig. 6. Photographs of fragments under polarized light. The samples were a wet specimen of carbon fiber/epoxy at saturation after specimen had been immersed in distilled water at 75°C for 20days. (a) sized carbon fiber and (b) unsized carbon fiber.

fiber의 용력분포의 무늬가 다르게 나타나는 것은 섬유의 표면처리에 따라서 용력분포의 상태도 변화함을 관찰할 수 있었다.

Fig. 6은 수분 침지 시간이 20일 후의 unsized carbon fiber와 sized carbon fiber의 편광현미경 사진으로, Fig. 5와 비교하면 수분 흡수량의 증가에 따라 섬유의 표면처리 유무에 관계없이 섬유의 파단길이가 증가했을 뿐만 아니라, 계면부근에서의 용력분포의 무늬도 확실히 달라져 있음을 알 수 있다. 이러한 현상은 침지시간이 길어짐에 따라 더욱 현저하지만, 대표적으로 비교하기 쉬운 수분처리 시간이 20일의 편광현미경 사진을 나타내었다. 그리고 이때 두 섬유 사이의 간격은 약 400 μm 정도이며, 이 거리는 최근 two fiber fragmentation 시험법에²⁵ 관한 연구에서 보고된 250 μm 보다 충분히 큰 간격이다. 실제

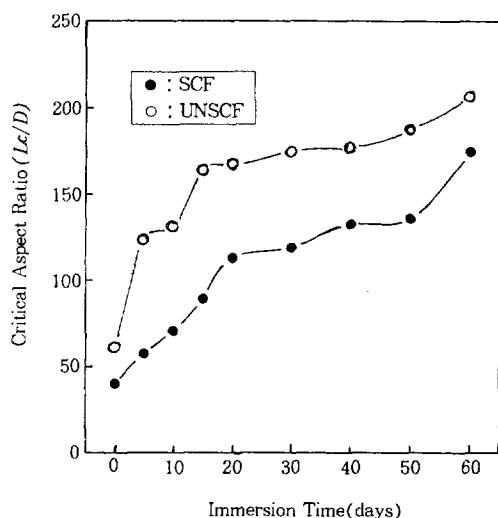


Fig. 7. Critical aspect ratio vs. immersion time in 75°C distilled water.

로 본 연구에서 시험시에 한쪽 섬유의 파괴에 따른 다른 섬유의 파괴에는 영향이 없는 것으로 관찰되었다.

Fig. 7은 침지시간과 임계 aspect ratio와의 관계를 나타낸 것이다. 시험편을 열수에 침지시켜 시간을 증가시킬수록 수분 흡수량이 증가하고, 그에 따라 섬유의 파단길이가 섬유 표면처리 유무에 관계없이 길어진다는 것은 Fig. 6에서 관찰하였으며, 이것은 그림에서 알 수가 있듯이 임계섬유장이 길어진다는 것을 알 수 있다. Sized carbon fiber는 임계 aspect ratio가 수분처리 이전에서 60일 후에는 40에서 180으로 증가했으며, unsized carbon fiber의 경우는 임계 aspect ratio가 60에서 206 정도로 크게 증가한 것을 알 수 있다. 임계 aspect ratio가 길어지는 것은 계면전단강도가 감소한 것을 나타내므로, 결국 수분 흡수량의 증가는 계면전단강도의 감소를 초래하는 것이다.

Fig. 8은 침지시간과 계면전단강도와의 관계를 나타낸 것으로, 임계섬유장의 증가에 따른 계면전단강도의 감소를 나타내고 있다. 그림에서 보는 것과 같이 unsized carbon fiber의 경우, 수분처리 시간이 5일을 전후로 계면전단강도가 50% 이상 감소했음을 볼 수 있으며, 10일 이후로는 감소량이 완만해지며 포화되어 가는 것을 볼 수 있다. 그러나 sized carbon fiber의

경우는 수분처리 5일에서는 30%, 10일에서는 44%, 20일에서는 65%의 감소량을 보이며, 20일 이후로 감소량이 점점 작아지는 것을 알 수 있다. 그리고 sized carbon fiber의 감소량 포화 시간이 unsized carbon fiber보다 긴 것을 볼 수 있다. 수분처리 이전의 unsized carbon fiber와 sized carbon fiber의 계면전단강도는 각각 40.1 MPa, 26.29 MPa로 섬유표면의 sizing 유무에 따른 효과를 명확히 볼 수 있었으나, 수분처리 60일에 낙의 계면전단강도는 각각 7.76 MPa와 9.18 MPa로 매우 감소했으며, 특히 감소량은 sized carbon fiber에서 더 크게 나타남을 알 수 있다. 그래서 수분처리 이전의 높은 계면전단강도를 갖던 sized carbon fiber는 수분처리 후에 계면에서 수분이 흡수됨에 따라 계면전단강도가 포화값에 이르는 수분처리 시간이 unsized carbon fiber 보다는 조금 더 길지만, 결국 unsized carbon fiber의 계면전단강도와 거의 비슷한 $\frac{1}{2}$ 으로 포화되어 감을 알 수 있다. 그러므로 탄소섬유에서 에폭시계 sizing이 수분에 대한 내구성에는 그다지 우수한 특성을 보이지 못함을 알 수 있다. 그리고 이의한 관계를 Fig. 4의 시간에 따른 수분 흡수량과 비교해 보면 수분 흡수가 가장 급격히 일어났던 5일을 전후로 계면전단강도의 감소량도 가장 크게 나타났으며, 수분 흡수량이 완만해짐에 따라 계면전단강도의 감소도 완만해짐을 볼 수 있으므로, 수

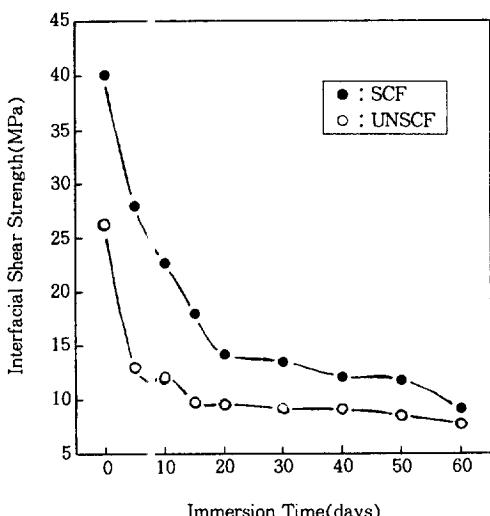


Fig. 8. Plot of interfacial shear strength as a function of immersion time in distilled water at 75°C.

분 흡수량이 바로 계면전단강도의 감소량에 크게 관계된다는 것을 관찰할 수 있었다.

실제로 복합재료가 수분을 흡수함에 따라 계면전단강도가 감소하는 이유는 섬유 자체의 열화에 따른 섬유의 인장강도 감소의 영향도 있겠지만, 그 보다는 수분에 의한 계면의 열화로 임계섬유장의 증가가 주된 요인이다. 따라서 수분의 흡수는 탄소섬유와 에폭시 매트릭스의 계면에 치명적인 영향을 미치는 것으로 보인다.

Fig. 9는 침지 시간에 따른 aspect ratio를 Weibull의 누적 확률분포를 나타낸 것으로, 수분처리 이전에 unsized carbon fiber와 sized carbon fiber의 aspect ratio 차이가 수분침지 시간에 걸어짐에 따라 증가하며, 특히 수분처리 30일 때의 그 차이는 50 이상이 됨을 볼 수 있다. 그러다가 계면전단강도가 포화되는 수분처리 60일 경에는 unsized carbon fiber와 sized carbon fiber의 aspect ratio 차이가 다시 줄어듬을 알 수 있다. 그러므로 수분 흡수량의 증가에 따라 aspect ratio가 증가하며, 또 시험편이 수분에 침지된 이후에도 Weibull 누적확률분포에 잘 일치됨을 알 수 있다.

Figs. 10~12는 시험편의 연신율 증가에 따른 섬유과거수를 unsized carbon fiber와 sized carbon fiber

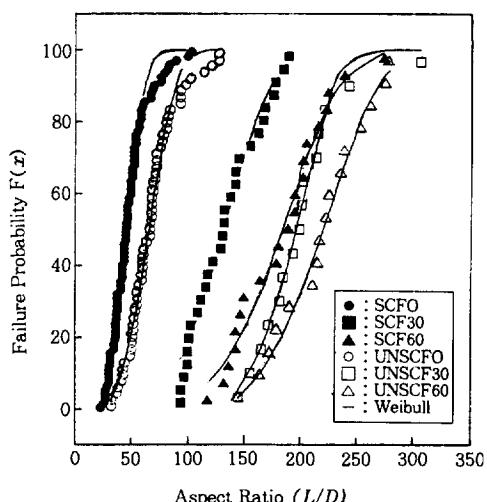


Fig. 9. Plot of a failure probability as a function of aspect ratio for a dry specimen and a wet specimen that had been immersed in distilled water at 75°C for 30, 60 days.

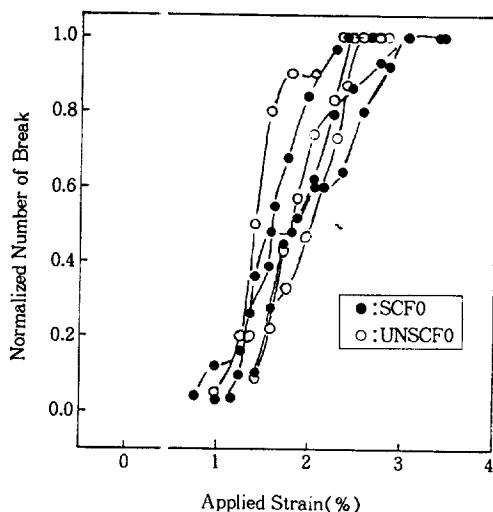


Fig. 10. Plot of normalized number of fragment as a function of applied strain for a dry specimen.

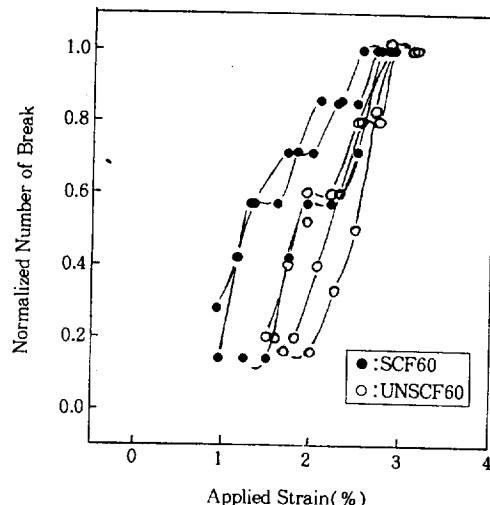


Fig. 12. Plot of normalized number of fragment as a function of applied strain for a wet specimen that had been immersed in distilled water at 75°C for 60days.

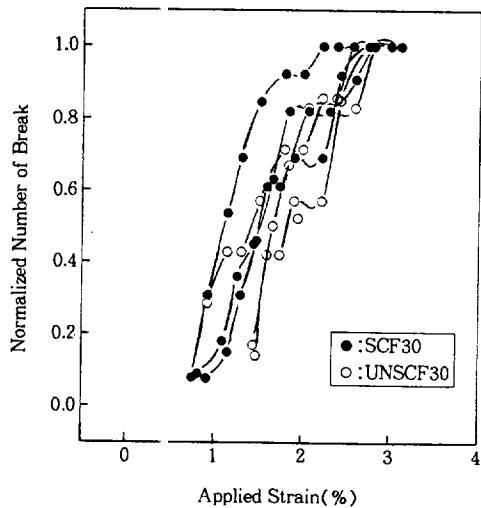


Fig. 11. Plot of normalized number of fragment as a function of applied strain for a wet specimen that had been immersed in distilled water at 75°C for 30days.

의 시험편을 각각 개씩 normalize시킨 것으로, Fig. 10은 수분에 침지시키기 전의 것이다. 그림에서 unsized carbon fiber와 sized carbon fiber 두 섬유 모두 처음 파괴되는 연신율은 0.9%~1.3% 정도이며, 섬유의 파괴수가 포화 상태에 이르는 연신율 등의 경로

가 모두 비슷하게 나타나지만, Fig. 11은 30일 수분 처리 했을 때의 것으로 unsized carbon fiber와 sized carbon fiber에서 섬유의 파괴수가 포화 상태에 이르는 연신율 등의 경로가 조금씩 분리되어 감을 보이며, Fig. 12는 60일 수분처리 했을 때의 것으로 sized carbon fiber의 경우, 처음 파괴가 일어나는 연신율은 별로 변화가 없는 것으로 보이지만, unsized carbon fiber의 경우는 처음 파괴가 일어나는 연신율이 1.5%~2%로 증가하였으며, 포화 상태로 이르는 연신율도 약간 증가한 것으로 보인다. 이와 같이 침지시간이 길어짐에 따라 unsized carbon fiber의 경우 sized carbon fiber보다 같은 침지시간에서 보면 계면전단강도의 값이 더 작음을 볼 수 있으며, 이는 같은 하중을 가할 때 계면에서 용력의 전달 능력이 떨어지므로 시험편을 인장시켰을 때 처음 파괴가 발생하는 연신율 뿐만 아니라, 포화 상태로 되는 연신율도 증가했음을 볼 수 있다. 이것은 유리섬유/에폭시 복합재료를 수분에 대해서 내구성 시험한 결과와는 다른 경향으로써 유리섬유/에폭시 복합재료의 경우, 수분에 침지시켜 시간을 증가시킴으로써 섬유의 처음 파괴가 일어나는 연신율이 수분처리 이전의 것보다 낮은 연신율을 갖는다고 알려져 있으며, 이것은 수분 흡수에 따른 유리섬유 자체의 열화가 크

기 때문인 것으로 보고되고 있다.³³ 그러나 본 연구에서 탄소섬유의 경우, 침지시간이 증가함에 따라 수분 처리 이전의 그래프와 비교해 보면, sized carbon fiber과 unsized carbon fiber가 수분처리 시간이 길어질수록 unsized carbon fiber의 처음 파괴 연신율이 증가함에 따라서 두 섬유의 파괴양상이 분리되어 감을 알 수 있다. 이것으로 보아 탄소섬유의 경우는 수분에 의해 섬유 자체는 크게 열화가 되지 않았음을 알 수 있다.

결 론

이상의 실험 결과로 탄소 섬유와 에폭시 매트릭스 수지와의 계면전단강도 및 수분 흡수에 따른 계면 특성 변화를 unsized carbon fiber와 sized carbon fiber의 two fiber fragmentation 시험법으로 행하여 수분 흡수량에 따른 계면전단강도의 의존성을 고찰한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 종류수에 초자된 에폭시 dogbone형의 시험편은 시간이 지남에 따라 수분 흡수량이 계속적으로 증가함을 보이며 특히 5일 이전에 급속한 증가를 보인다.

2. 두 섬유 fragmentation 시험은 단섬유 fragmentation 시험에 비하여 시간의 절약 뿐만 아니라 하나의 수지에 다른 두종류의 섬유 계면전단강도 및 섬유 표면처리의 효과를 동시에 평가할 수 있었다.

3. Sized carbon fiber는 unsized carbon fiber보다 수분 처리 이전 뿐만 아니라 수분 처리 이후에도 높은 계면전단강도를 갖지만 수분처리 60일까지 가는 동안 두 섬유의 계면전단강도는 비슷한 값으로 되는 경향을 보이므로 탄소섬유에서 에폭시계 sizing은 수분에 대한 내구성에는 그다지 효과를 기대할 수 없을 것으로 보인다.

4. 수분 흡수량이 증가함에 따라 복합재료의 물성 변화는 섬유 자기의 강도감소의 영향도 있겠으나 임계섬유장의 큰 증가는 곧 계면의 열화에 의한 계면전단강도의 감소에 의한 것임을 알 수 있었다.

5. 수분처리 이전에의 unsized carbon fiber와 sized carbon fiber는 처음 파괴가 일어나는 연신율과 포화되는 연신율이 비슷한데 반하여 수분처리 이후에 unsized carbon fiber의 경우 처음 파괴가 일어나는 연신율은 0.9%~1.3% 정도에서 1.5%~2

%로 증가하였으며 포화되는 연신율도 미소하게 증가하였다.

참 고 문 헌

1. X. S. Bian and L. Ambrosio, *Polymer Composites*, **12**, 333 (1991).
2. G. B. Lowe and T. C. P. Lee, *Int. J. Adhesion and Adhesives*, **14**, 85 (1994).
3. H. D. Wagner and A. Lustiger, *Composites*, **25**, 613 (1994).
4. U. Gaur and B. Miller, *Polymer Composites*, **11**, 4 (1990).
5. B. Miller, P. Muri, and Rebenfeld, *Comp. Sci. Tech.*, **28**, 17 (1987).
6. U. Gaur and B. Miller, *Comp. Sci. Tech.*, **34**, 35 (1989).
7. C. K. Moon et al., *J. Appl. Polym. Sci.*, **44**, 561 (1992).
8. C. K. Moon et al., *J. Appl. Polym. Sci.*, **45**, 443 (1992).
9. C. K. Moon, *J. Appl. Polym. Sci.*, **54**, 73 (1994).
10. A. Takaku and RGG Arridge, *J. Phys. D: Appl. Phys.*, **6**, 2038 (1973).
11. J. Bowling and G. W. Groves, *J. Mater. Sci.*, **14**, 431 (1979).
12. J. Favre and M. C. Merienne, *Int. J. Adhesion and Adhesives*, **1**, 311 (1981).
13. L. S. Penn and S. M. Lee, *Fiber Science and Technology*, **17**, 91 (1982).
14. J. O. Outwater and M. C. Murphy, *Modern Plastics*, **47**, 16 (1970).
15. L. T. Drzal and M. J. Rich, *J. Adhesion*, **16**, 1 (1982).
16. L. T. Drzal, *SAMPE Journal*, Sept/Oct., 7 (1983).
17. W. D. Bascom and R. M. Jensen, *J. Adhesion*, **19**, 219 (1986).
18. W. A. Curtin, *J. Mater. Sci.*, **26**, 5239 (1991).
19. M. C. Waterbury and L. T. Drzal, *J. Comp. Tech., Res.*, **13**, 22 (1991).
20. C. Baxevanakis et al., *Comp. Sci. Tech.*, **48**, 47 (1993).
21. A. N. Netravali et al., *Comp. Sci. Tech.*, **35**, 13 (1989).
22. A. N. Netravali et al., *Polymer Composites*, **10**, 4 (1989).
23. J. F. Mandell et al., *Int. J. Adhesion and Adhesives*, **5**,

- 40 (1980).
24. C. K. Moon and W. G. McDonough, *Polymer (Korea)*, **19** (6), 835 (1995).
25. A. Kelly and V. R. Tyson, *J. Mech. Phys. Solids*, **13**, 329 (1965).
26. M. Miwa and T. Osawa, *J. Appl. Polym. Sci.*, **25**, 795 (1980).
27. H. D. Wagner and A. Eitan, *Appl. Phys. Lett.*, **56**, 1965 (1990).
28. B. Yavin and H. D. Wagner, *Polymer Composites*, **12**, 436 (1991).
29. H. D. Wagner and J. R. Wood, *Advanced Composites Lett.*, **2**, 173 (1993).
30. M. Shioya et al., in Proceeding of The Adhesion Society, 248 (1994).
31. W. Weibull, *J. Appl. Mech.*, **18**, 293 (1951).
32. E. M. Asloun et al., *J. Mater. Sci.*, **24**, 3504 (1989).
33. C. L Schutte et al., *Composites*, **25**, 7 (1994).