

일반논문

시험시간 관련인자가 로크웰 경도측정에 미치는 영향

방건웅[†] · 탁내형

한국표준과학연구원

(2004년 9월 9일 접수, 2005년 11월 15일 채택)

Effect of Time-Related Parameters on Rockwell Hardness Measurement

Gun Woong Bahng[†] and Nae-Hyung Tak

Korea Research Institute of Standards and Science, Doryong-dong, Yusoung-gu, Daejeon 305-340, Korea

(Received September 9, 2004; accepted November 15, 2005)

초록 : 로크웰 경도시험 조건 중에서 시간과 관련이 있는 인자들이 경도측정 결과에 미치는 영향을 연구하였다. 대상 소재는 PE, PP, PVC, PMMA이었으며 압입속도, 시험하중 유지시간, 그리고 계기판독 시점 등을 중심으로 시험한 결과 탄성이 큰 소재일수록 이들 인자들의 영향을 크게 받는 것으로 나타났다. 시험에 소요되는 시간 등을 고려하였을 때 최적 시험 조건은 각기 4, 15, 15초 이었으며 이 기준에 따라 순회 비교시험을 실시하였다. 순회 비교시험 결과 고분자소재의 경도를 제대로 측정하려면 부가하중을 제하하고 나서 계기판독 시점인 15초의 시간을 유지할 수 있는 기능이 중요한 것으로 나타났다. 황동 기준편으로 경도시험기를 간접 검증하는 것만으로는 탄성 회복력이 좋은 고분자 소재의 특성 때문에 경도 측정값의 신뢰도를 보증할 수 없는 것으로 나타났다.

Abstract: The effect of time-related parameters such as loading velocity, load application time, gauge reading time on Rockwell hardness measurement was investigated for PE, PP, PVC, and PMMA. It was found that keeping the specific requirements in the same condition is very important to obtain reliable and repeatable data in polymer hardness measurement. The optimum condition for hardness measurement was 4 sec for load application time, 15 sec for test load application net time, and 15 sec for gauge reading time after unloading. Using these conditions, round robin test was carried out for 6 laboratories and it was shown that the testing machine should be one in which time-related variables are controllable. Indirect verification of hardness tester using brass reference block was not enough to guarantee the test results for polymer.

Keywords: polyethylene, poly(vinyl chloride), polypropylene, PMMA, Rockwell hardness, round robin test.

1. 서론

고분자 소재의 실용화 측면에서 역학적 특성을 판단하는 중요한 수단 중의 하나가 경도이다. 오랜 역사를 가지고 있는 금속소재의 경도시험과 달리 고분자소재의 경도시험은 최근 들어 개발되기 시작하였으며 대부분 금속 경도시험법을 원용하고 있다.^{1,3} 그러나 고분자소재의 특성상 금속 경도시험법을 그대로 적용하는 데는 여러 가지 문제가 있다. 예를 들어 고분자소재의 우수한 탄성회복 특성으로 인하여 하중 유지시간에 따라 경도 측정값이 쉽게 변하기 때문에 하중 유지시간, 압입속도 등의 시간과 관련된 인자들을 세밀하게 제어하여야 한다. 그러나 이들 인자들에 대한 조건을 규격에서 분명하게 명시하지 않고 허용 범위로 표시하는 경우가 있는데 이 때문에 같은 소재에 대해서 같은 시험 규격에 따라 시험하였어도 그 결과가 다르게 나오는 경우가 있다. 더욱 문제가 되는 것은 고분자소재의 종류별로 역학적 특성이 크게 달라서 동일한 시험조건을 적용하여도 측정 결과가 종류에 따라 많이 차이가 난다는 점이다.⁴ 따

라서 고분자소재의 종류별로 경도값이 어떤 시험조건에 민감하게 변하는지에 대한 기본적 데이터가 필요하다.

본 연구에서는 고분자소재의 경도시험에 자주 사용하는 로크웰 경도시험을 대상으로 하여 여러 가지 시험조건에 따른 영향을 연구하였다. 시험조건과 고분자소재의 종류에 따라 측정결과가 어떻게 바뀌는지 검토하여 최적 시험조건을 도출하고자 하였다. 이 연구 결과를 바탕으로 고분자소재의 경도시험을 자주 시행하는 국내 주요 시험기관 및 업체들을 대상으로 순회비교시험을 실시하였으며 순회 비교시험 결과를 분석하여 경도측정 결과의 신뢰도를 높이기 위한 방안을 제시하였다.

2. 실험

2.1 로크웰 경도시험

로크웰 경도시험기는 본디 금속 소재의 경도를 측정하기 위하여 개발된 것이며 시험시간이 짧고 계기판독이 용이하다는 장점이 있어 가장 널리 쓰이고 있다. 고분자소재의 경도를 측정할 때는 누르개로서 원추형의 다이아몬드 대신에 강구를 쓴다는 점이 다르다. 로크웰 경도시험은 시험하중이 비교적 높은 편이기 때문에 주로 고

[†]To whom correspondence should be addressed. E-mail: gwbahng@kriss.re.kr

경도 소재의 시험에 사용된다. 시험에 사용한 고분자소재는 시중에 서의 사용 빈도와 경도, 역학적 특성에 따른 차이 등을 고려하여 폴 리에틸렌(PE, LG, 분자량, 13만~25만), 폴리프로필렌(PP, LG, 분자량, 4만 이상), 아크릴(PMMA, 일웅(주)), 폴리(염화 비닐)(PVC, 일웅(주)) 의 4종을 선정하였다.

일반 경도시험기는 시험결과만을 알 수 있게 되어 있어 중간과정 에 대한 정보를 확보하기가 어렵다. 본 연구에서는 압입깊이를 연속 적으로 측정할 수 있도록 센서를 교체하고 신호 처리를 위한 장치 를 보완한 다음에 필요한 소프트웨어를 개발하였다. Figure 1은 완성 된 장치를 이용하여 시간-변위 곡선을 구한 실례로서 하중을 가하는 시간이 종료된 뒤에도 압입깊이의 변화를 연속적으로 측정할 수 있 도록 하였다.

고분자소재의 경도시험에서 시간과 관련된 인자로는 압입속도, 시험하중 유지시간, 그리고 부가하중을 제거한 후 계기판독 시점을 들 수 있다. 시험 조건은 Table 1과 같이 설정하였다. 부가하중을 가 하는 시간은 6초를 기준으로 하여 ± 4 초의 조건, 즉 2, 6, 10초의 세 가지 조건을 택하였다. 시험하중을 유지하는 시간도 10초를 기준으로 하여 ± 6 초의 조건, 즉 4, 10, 16초의 조건을 설정하여 ISO 규격과 JIS 규격에서 요구하는 범위가 모두 포함되도록 하였다. 계기판독 시점에 대해서는 2, 10, 20초의 조건에서 읽도록 하여 시간에 따른 변화량을 측정하였다.

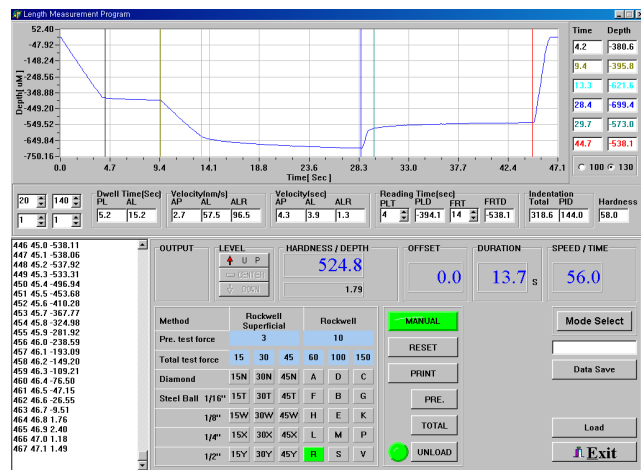


Figure 1. An example of real time measurement of time-displacement during hardness test.

Table 1. Selected Test Conditions for Hardness Measurement

Test condition	Load application time(sec)	Test load holding time(sec)	Reading time(sec)
Standard	4	15	15
Variation of load application time	2		
	6	15	15
	10		
Variation of test load holding time		4	
	4	10	15
		16	
Variation of reading time after test			2
	4		10
		15	10
			20

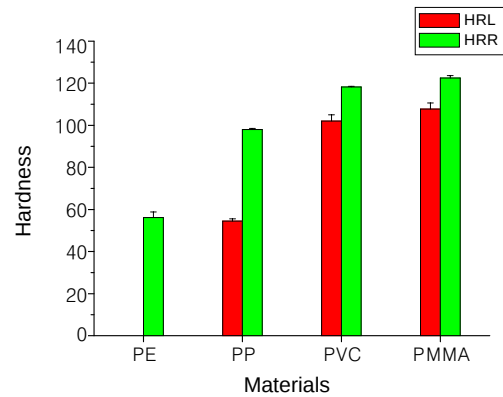


Figure 2. Comparison of HRR and HRL hardness values for the 4 kinds of polymer.

PE의 경우, 소재가 너무 물러서 6.35 mm 직경의 강구를 사용하는 로크웰 경도 HRL 잣대로는 시험이 불가능하였다. 이 때문에 시험 방법마다 상호 비교를 위하여 PE와 PP는 12.7 mm 직경의 강구를 사용하는 로크웰 경도 HRR 잣대를, PMMA와 PVC는 HRL 잣대를 사용하여 비교하였다. 시험에 사용한 플라스틱의 경도를 측정한 결과 Figure 2에서와 같이 PE는 대략 56 ± 3 HRR, PP는 98 ± 1 HRR 이었으며 PVC는 118 ± 1 HRL, PMMA는 122 ± 2 HRL이었다.

2.2 순회 비교시험

고분자소재 순회 비교시험에 대한 일본에서의 보고를 참고하면⁵ 시험 기관들 간의 차이가 매우 크다. 국내에서는 고분자소재의 경도시험에 대한 순회 비교시험을 실시한 사례가 없다.

순회 비교시험에 참여한 기관은 6개로서 시험 검사서비스를 주로 하는 공공기관, 고분자소재 제조사의 품질 검사실, 민간기업의 연구소 등으로 다양하게 선정하였다. 시험 조건은 4-15-15초로 통일하였다.

소재는 본 연구에서 선택한 PE, PP, PVC, PMMA이었으며 황동 기준편으로 시험을 하기 전에 시험기를 교정하였다.

압흔이 커서 고분자소재 시험 1개에 대해 측정할 수 있는 회수가 한정되어 있기 때문에 6개 참여 기관을 3개 기관씩 2개 그룹으로 나누어 비교시험을 하였으며 시험편도 그룹별로 측정하기 위하여 2 세트를 준비하였다. 고분자소재는 동일한 시험편이라 하여도 경도 측정 위치에 따른 경도 차이가 금속소재보다 크기 때문에 본 연구원에서 한 곳을 찍고 그 바로 옆 지점에서 다른 기관이 경도를 측정하는 방식으로 자료를 구하였다.

자동으로 측정 모드를 선택하게 되어 있는 기관 B의 경도시험기를 제외하고는 모두 수동식으로 시험 조건을 조절하였다. 한 사람이 초시계로 시간을 읽고 다른 한 사람은 시험기를 조작하면서 계기를 판독하는 방식으로 진행하였다. 한 시험편에서 5회 측정하여 구한 값들의 평균값을 기준으로 하여 그 차이를 비교하였다. 1 그룹의 결과들은 1 그룹 시험편에 대해 본 연구원에서 측정한 값을 기준으로 비교하였고, 2 그룹의 결과들은 2 그룹 시험편에 대해 본 연구원에서 측정한 값을 기준으로 하여 비교하였다.

3. 결과 및 토론

3.1 로크웰 경도시험

Figure 3은 부가하중을 가하는 속도, 즉 압입속도가 미치는 영향을

실험한 결과이다. 시험하중 유지시간과 경도값 판독시점은 모두 15초로 고정하였다. 부가하중을 가하는 시간이 길어질수록 대체적으로 측정값이 증가하는 경향이 나타났다. 그러나 금속 소재인 황동과 경도가 높은 PVC에서는 측정값의 변화가 거의 없었다. 연성이 큰 PE가 가장 큰 변화를 보였다는 것은 그만큼 압입속도에 민감하게 변한다는 것을 의미한다. 천천히 압입함에 따라 경도값이 증가하였다는 것은 천천히 압입하면 그만큼 압입에 대한 저항이 증가한다는 것으로 해석할 수 있다. 이러한 경향은 금속소재와 정 반대로서 금속소재에서는 가공화 현상 때문에 압입속도가 빠를수록 경도측정 값이 증가한다.

Figure 4는 시험하중을 유지하는 시간의 영향에 대해 시험한 결과이다. 부가하중을 가하는 시간은 4초, 계기판독 시점은 15초로 고정하였다. 황동 기준편은 시험범위 내에서 경도 변화가 없었다. 그러나 금속소재와 달리 고분자소재는 하중 유지시간에 따라 경도가 민감하게 변화하였으며 대체적으로 시간이 길어질수록 측정값이 감소하였다. PE가 가장 큰 변화량을 보였고 PMMA, PVC, PP는 비슷한 경향을 보였지만 변화량은 PE보다 적었다. 이러한 경향은 시간이 지남에 따라 크리프 현상과 유사하게 계속적으로 압입이 진행된다는 것을 의미한다. 역학적으로 해석한다면 금속소재의 경우에는 시험하중에 의한 소성변형이 완료되면서 더 이상의 변화가 일어나지 않으나 고분자소재는 시험하중 영역에서도 계속 탄소성 변형이 진행된 것으로 판단된다. 이 결과는 규격에서 허용하고 있는 것처럼 시험하중 유지시간을 11초나 15초 중에서 임의로 택할 수 있는 성질의 것이 아

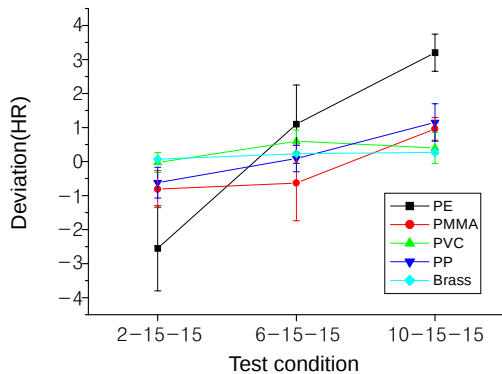


Figure 3. Variation of hardness value depend on the load application time, i.e., loading velocity. Deviation of hardness from test condition of 4-15-5 sec.

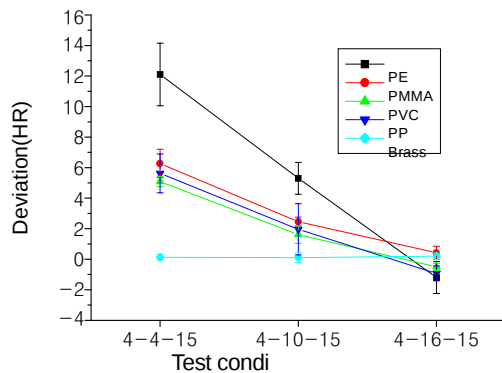


Figure 4. Effect of load application time on the hardness measurement. Deviation of hardness from test condition of 4-15-5 sec.

님을 뜻한다. PE의 경우 이 차이가 6.5 HRR에 이를 정도로 크기 때문이다. PE의 경도값을 대략 50 HRR로 본다면 이것은 10%를 넘는 값으로서 심각한 결과가 될 수 있다. 시험결과를 보면 ISO 규격에⁶ 따른 조건인 10초의 시험하중 유지시간보다는 JIS 규격에⁷ 따른 16초 유지시간이 보다 더 신뢰할만한 결과를 나타내었다. 16초에서 얻어진 결과가 15초의 표준조건에서 얻어진 결과보다 측정값이 작았다는 것은 탄소성 변형이 15초의 순간에도 계속 진행되고 있다는 것을 의미한다. 따라서 시험하중 유지시간을 가능한 한 일정하게 유지하는 것이 바람직하다.

Figure 5는 계기판독 시점의 영향을 나타낸 것이다. 읽음 시간이 짧으면 측정값이 작게 나온다는 것은 곧 부가하중을 제거하고 난 다음에도 계속 탄성회복이 진행되고 있음을 의미한다. 시간이 지나면서 탄성회복이 일어남에 따라 압입깊이가 줄어들고 이 결과 측정값이 높아지는 현상이 나타난다. 여기에서도 금속소재는 판독 시점의 영향이 거의 없었으나 PE와 같이 탄소성 변형량이 큰 소재일수록 측정값이 크게 영향을 받는 것으로 나타났다. 금속 경도시험 조건처럼 하중을 제거한 직후 측정값을 읽으면 고분자소재의 종류에 따라서는 PE에서 처럼 10 HRR 이상의 편차가 생길 수도 있다. 그러나 20초 후에 측정한 결과가 15초의 표준 조건에서 측정한 결과와 별반 차이가 없다는 것은 탄성 회복이 거의 모두 일어났다는 것으로 해석할 수 있다. 현재의 시험결과로는 15초의 시간이면 적절한 것으로 판단된다.

Figure 6은 시험하중을 가한 상태에서 얻어지는 최대 압입깊이를 나타낸 것이다. 경도가 가장 낮은 PE가 최대 압입깊이가 컸으며 그

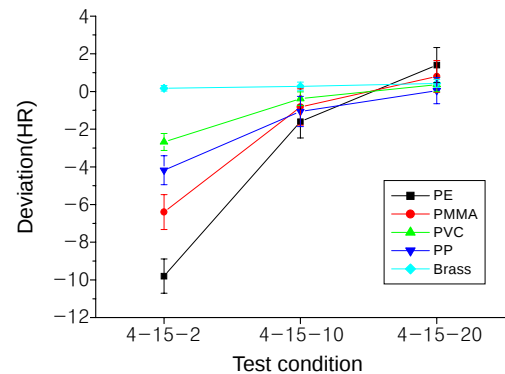


Figure 5. Effect of reading time on the hardness measurement. Deviation of hardness from test condition of 4-15-5 sec.

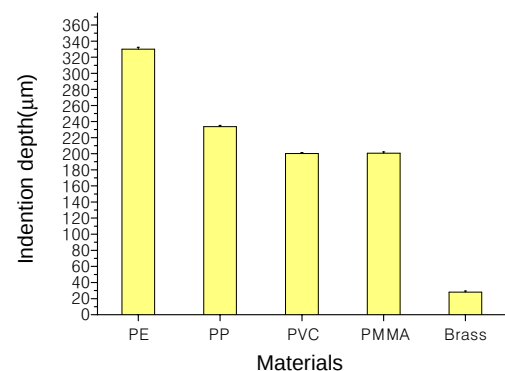


Figure 6. Result of indentation depth measurement.

다음으로는 PP, PVC, PMMA의 순서였다. 이 순서는 경도의 순서와 일치하였으며 PE와 PP 간의 차이가 가장 컸는데 이것은 이들 소재간의 경도값 차이가 가장 큰 것과도 일치한다.

시간과 관련된 인자들이 고분자소재의 경도측정에 미치는 영향은 주로 탄성 특성과 연관이 있으므로 탄성 회복량을 측정하였다. 탄성 회복량을 알기 위하여 부가하중을 덜고 기준하중을 유지하는 상태에서 압입깊이가 줄어드는 양을 측정하였다. 그 결과 Figure 7과 같은 결과가 얻어졌으며 PE의 회복량이 가장 컸다. PE와 PP를 비교하면 최대 압입깊이는 서로 큰 차이가 나지만 탄성 회복량은 그렇게 큰 차이가 나지 않는다. 이것은 양자간의 경도값 차이가 주로 소성변형에 기인한다는 것을 의미한다. 즉 PE와 PP가 탄성 변형량은 비슷하지만 PE의 소성변형량이 PP보다 큰 때문에 최대 압입깊이가 컸고 이것이 원인이 되어 경도값의 차이가 있게 된 것이다. 이 결과는 Figure 8에서처럼 탄성 회복량에 대한 백분율 계산 결과에서 PP의 경우, 탄성 회복량이 PE보다 높은 것으로부터도 확인할 수 있다.

PVC와 PMMA를 비교하면 양자간의 최대 압입깊이는 비슷하나 탄성 회복량에 있어서는 PVC가 적은 것으로 나타났다. 그러나 경도값에서는 PMMA가 PVC보다 높은 것으로 나타났는데 이것은 곧 PMMA의 경우, 탄성 회복량이 많아서 그만큼 제하하는 동안 압입깊이가 더 많이 줄어들었고 이것이 경도 차이의 원인이 되었음을 뜻한다. PMMA의 탄성 변화량이 PVC보다 큰 것은 Figure 8에서도 확인할 수 있다. 이러한 결과를 놓고 볼 때 소재의 특성을 고려하지 않고 로크웰 경도 측정값이 높다고 하여 PMMA가 PVC보다 표면의 딱딱

한 정도가 더 높다고 판단하는 것은 위험함을 짐작할 수 있다. 이와 같은 경우에는 표면 굽힘 저항과 같은 시험방법으로 경도시험법을 보완하는 것이 필요하다.

3.2 순회 비교시험

Figure 9는 황동 기준편을 이용하여 순회 비교시험에 참여한 기관들이 보유하고 있는 경도시험기의 상태를 확인한 결과이다. 누르개를 바꾸면서 HRL과 HRR 경도 모두를 측정하였으며 2개 기관은 데이터의 호트러집 폭이 상당히 큰 것으로 드러났다. 이들을 제외하고는 평균값의 차이가 1 HRR 내지는 1 HRL 이내이어서 시험기의 교정 상태가 양호한 것으로 판단되었다.

Figure 10은 비교 시험결과를 요약한 것으로서 (a)는 PE와 PP 소재의 HRR경도이며 (b)는 PVC와 PMMA 소재의 HRL경도이다. 비교 시험결과들을 보면 기관 C가 가장 큰 차이가 있는 것으로 나타났으며 수치 데이터를 분석한 결과 5회의 측정 데이터 중에서 일부가 급격하게 변화했다. 이러한 변화가 전체 시험결과에서 모두 관찰된 것으로 미루어 그 원인은 시험기 자체의 문제 때문인 것으로 추정된다. 특히 이 기관은 공인시험기관으로서 대외 서비스를 제공하기 때문에 경도시험 성적서의 신뢰도 측면에서 볼 때 이 문제를 시급히 해결해야 할 것으로 판단된다.

전체적으로 보아서 C 기관을 제외하고는 비교적 2 내지는 3 정도 눈금 이내로 일치하는 안정된 경향을 보였다. 이것은 평균적으로 기준값과 비교하여 5% 내외의 차이가 있음을 뜻하는데 시험조건을 보다 엄밀하게 제어하면 이 차이는 더욱 줄어들 것으로 예상된다. 예

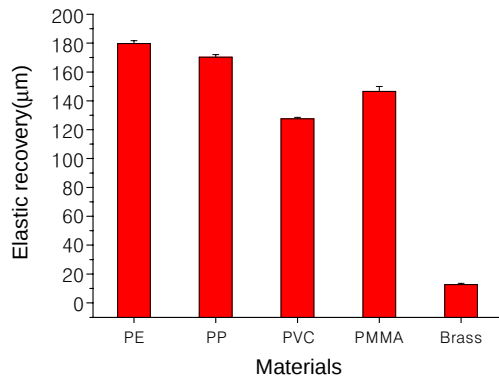


Figure 7. Amount of elastic recovery for each polymer materials after release of test load.

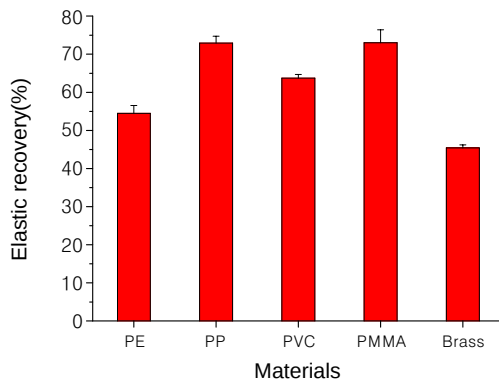


Figure 8. Amount of elastic recovery expressed in percentage after hardness measurement.

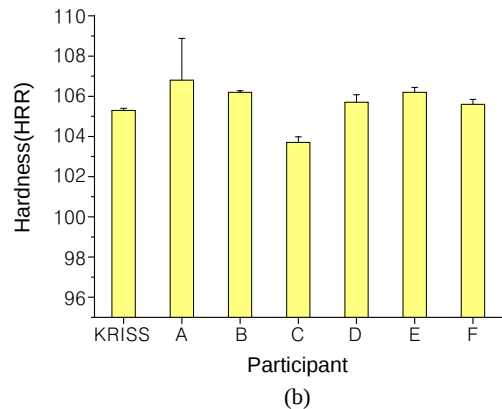
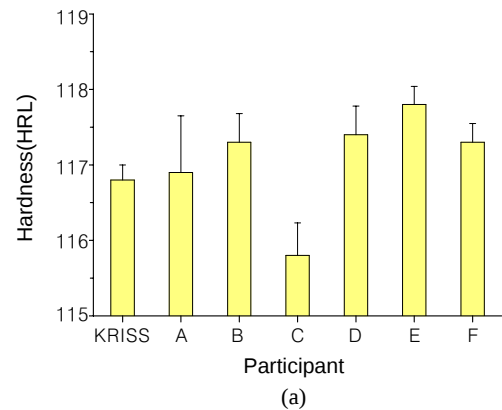


Figure 9. Results of indirect verification of hardness tester using brass reference block. (a) HRL hardness scale and (b) HRR hardness scale.

외적으로 PE의 경우에는 C 외에도 E와 F 기판이 5 HRR 내외의 차이를 보였는데 이것은 경도값을 기준으로 한다면 거의 10%에 육박

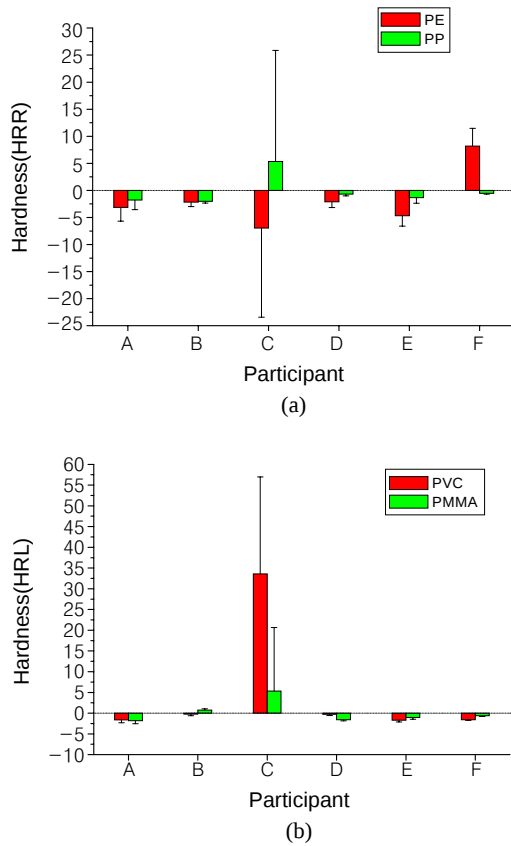


Figure 10. Results of round robin test for HRR and HRL Rockwell hardness scale. (a) PE and PP, HRR scale. Deviation from KRISS value. (b) PVC and PMMA, HRL scale. Deviation from KRISS value.

하는 큰 값이다. 이 결과는 앞서 시험결과에서도 드러났듯이 무른 소재일수록 시험조건에 민감하게 영향을 받으므로 시험조건을 엄밀하게 제어하는 것이 중요함을 뒷받침한다.

3.3 관련규격 검토

로크웰 경도시험 관련규격들을 Table 2에 정리하였다. 이 표를 보면 시간과 관련이 있는 인자들에서 서로 차이가 있음을 알 수 있다. 예를 들어 부가하중 부하시점을 보면 ISO 규격에서는 기준하중을 가하고 10초 이내라고 하여 여유가 있는 반면에 다른 규격에서는 기준하중을 가하는 것이 완료되는 대로 부가하중을 가하도록 되어 있다. Figure 11은 경도측정 경로를 나타낸 것인데 여기에 ISO, ASTM,⁸ KS⁹ 규격에 명시된 시험 조건과 JIS 규격에 명시된 시험 조건의 차이를 나타내었다.

또한 ISO 규격을 보면 기준하중 유지시간은 3초 이내, 부가하중을 가하는 시간은 1초와 8초 사이, 특히 시험하중을 유지하는 시간은 4±2초이다. 그러나 부가하중을 가하는 시간에 대한 내용을 보면 앞뒤가 맞지 않는다. ISO, ASTM, KS에서는 시험하중을 가하기 시작한 시점으로부터 15초 후에 시험하중을 제거하도록 되어 있다. 압입에 소요되는 시간이 소재마다 다르기는 하지만 대략 4~5초이므로 실질적인 부가하중 유지시간은 대략 10~11초가 된다. 이것은 시험하중 유지시간 4±2초를 크게 벗어나는 결과이다.

계기판독 시점에서도 ISO, ASTM, KS에서는 부가시험하중을 제거하기 시작한 때로부터 15초 후로 정하고 있으나 JIS에서는 부가 시험하중 제거가 완료된 후부터 15초로 정하고 있다. 따라서 JIS 규격에서는 부가하중을 제거하는데 소요되는 시간인 2초 정도 더 후에 계기를 읽는 셈이 된다.

Figure 12는 이와 같은 규격별 차이가 경도 측정값에 미치는 영향을 나타낸 것으로서 전체적으로 ISO 규격에 따른 측정값이 낮게 나왔으며 특히 경도가 낮은 PE에서는 그 차이가 3 HRL에 이를 정도이었고 백분율로는 5%에 해당한다. 앞서 각 인자별로 측정결과에 미치는 영향의 크기를 평가한 결과를 보면 이 보다 컸으나 본 시험에서 그 영향도가 줄어 든 이유는 시험하중 유지시간이 길어지면 측정

Table 2. Comparison of ISO, ASTM, JIS, and KS Standards for Rockwell Hardness Measurements

Norm	ISO 2039-2(1987)	ASTM D 785(1993, Proc. A)	JIS K 7202(1982), K 7202(1995)	KS M 3037(1983)
Indenter diameter(mm)	R : 12.7±0.015	R : 12.7±0.0025	R : 12.700	R : 12.700
	L : 6.35±0.015	L : 6.35±0.0025	L : 6.350	L : 6.350
	M : 6.35±0.015	M : 6.35±0.0025	M : 6.350,	M : 6.350
	E : 3.175±0.015	E : 3.175±0.0025	deformation less than 0.002	
Preliminary load	98.07 N ± 2%	10 kgf	10 kgf {98.07 N}	Same as left
Calibration of preliminary load	Not specified	Not specified	±2% at (Measurement position; 130)	Same as left
Test load(N)	R : 588.4 ±2%	R : 60 kgf	R & L : 60 kgf {588.4 N} M : 100 kgf {980.7 N}	Same as left
	L : 588.4 ±2%	L : 60 kgf		
	M : 980.7 ±2%	M : 100 kgf		
	E : 980.7 ±2%	E : 100 kgf K : 150 kgf		
Calibration of test load	Not specified	Not specified	60 kgf; ±0.7(Measurement position; 100±5) 100 kgf; ±2%(Measurement position; -70±5)	Same as left
Indicator accuracy	0.001 mm	0.001 mm	At 30, 50, 70, 90 & 110, Less than ±0.5 Hardness value	Same as left
Adjustment of load application velocity	4~5 s with no specimen at 980.7 N load	4~5 s with no specimen at 100 kgf {980.7 N} load	About 5 s with no specimen at 100 kgf {980.7 N} load	4~5 s with no specimen at 100 kgf {980.7 N} load

값이 감소하지만 반대로 계기판독 시간이 길어지면 측정값이 증가하기 때문이다. 이들이 서로 상쇄효과를 일으켜 비교적 그 차이가 적게 나타난 것으로 판단된다. 그렇다고 하여도 경도가 낮은 소재에서는 그 차이가 무시할 수 있는 정도가 아니므로 이 부분에 대해서는 시험조건 제어가 용이한 JIS규격 내용으로 ISO 규격을 개정하는 것이 적절한 것으로 판단된다.

고분자소재의 종류별로 압입속도, 시험하중 유지시간, 판독시점별로

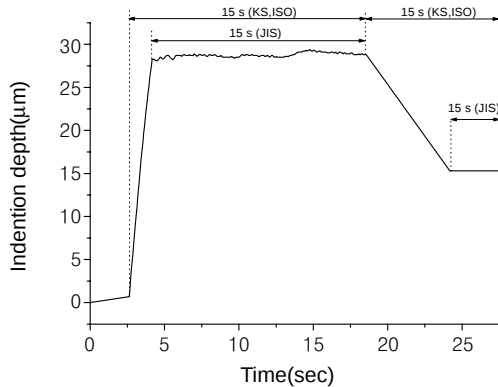


Figure 11. Differences in test cycle conditions according to the ASTM, JIS, KS and ISO standards.

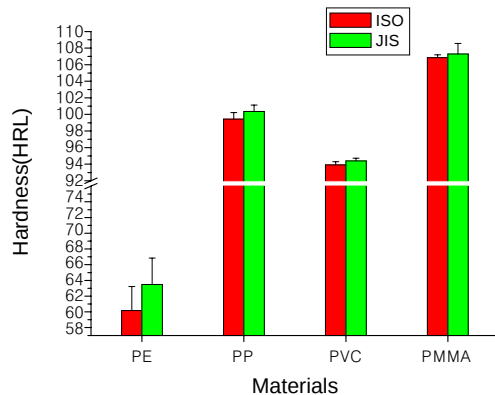


Figure 12. Results of hardness measurement obtained by JIS and ISO standards.

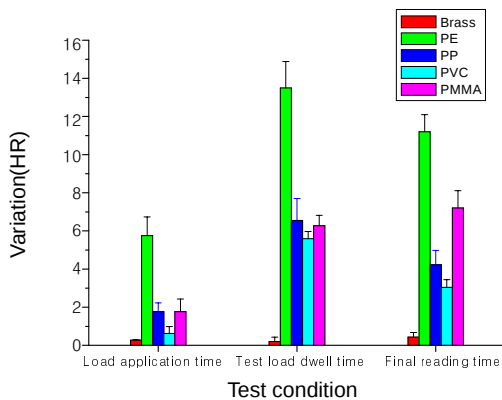


Figure 13. Variation of hardness depending on the variation of test parameters.

각기 어느 정도나 편차가 나는가를 종합하여 Figure 13에 나타내었다. 세로축의 편차를 구한 방법은 다음과 같다. 압입속도를 예로 들어 설명한다면 시험조건인 2초, 6초, 10초 사이의 변동 폭에 대해 표준 시험조건(4초)과 비교하여 경도값이 -2.55, +1.0, +3.2이었으므로 시험조건 변동범위에 대해 전체 경도값의 변화량은 $|-2.55| + |+3.2| = 5.75$ 이다. 이 그림은 따라서 각 고분자 소재의 종류별로 어느 시험조건이 주어진 변동폭에 대해 가장 크게 영향을 주는가를 나타낸다. 전체적으로는 탄소성 변형량이 가장 큰 PE에서 편차가 가장 컸으며 PP, PVC, PMMA는 비슷하였다. 후자의 세 가지 소재들은 비슷한 경향을 보이기는 하였으나 PMMA가 다른 두 가지 소재보다도 계기판독 시점에 따른 경도값 변화가 컸다. 이것은 부가시험 하중을 덜어낸 상태에서 일어나는 탄성 회복량이 다른 소재보다도 크다는 것을 의미한다.

세 가지 시험조건을 놓고 비교한다면 압입속도보다도 시험하중 유지시간과 계기판독 시간이 더 중요함을 알 수 있다. 금속소재인 황동의 시험결과를 보면 주어진 시험조건 변동 폭에 대해 경도 측정값이 거의 영향을 받지 않는다. 이로부터 고분자소재의 경도시험에서는 시간과 관련된 인자를 정밀하게 제어하는 것이 중요함을 다시 인식할 수 있다.

대부분의 경도시험기는 금속용으로 만들어졌기 때문에 고분자소재 경도시험에서 요구되는 시험하중 유지시간 조정 기능과 판독 시기를 조절하는 기능이 없는 경우가 많다. 금속용 경도시험기는 부가 하중을 제거하고 난 뒤에 곧바로 경도값을 읽도록 되어 있으나 고분자소재의 경우에는 상온에서도 탄성회복이 일어나므로 15초 후 계기판독 시점을 지키는 것이 매우 중요하다.

4. 결론

연구 결과를 종합하면 국내에서 처음으로 고분자소재의 경도시험과 관련하여 시험조건 및 고분자소재의 종류에 따른 시험결과와 변동에 대해 체계적인 데이터를 수집하였으며 이를 바탕으로 최적 시험조건을 파악할 수 있었다. 최적 조건은 JIS 규격을 기준으로 4-15-15초로 판단되었다. 또한 고분자소재의 경도를 비교할 때는 시험조건을 통일하는 것 못지않게 고분자소재의 종류에 따라 결과 해석에 유의하여야 할 점이 있는 것으로 드러났다.

종합적으로 평가할 때 시험기가 금속 기준편으로 시험하여 규격에서 요구하는 간접 검증 조건을 만족시켰다고 하여도 이를 바탕으로 무조건 플라스틱 경도 시험결과를 신뢰할 수 없다는 것이 드러났다. 특히 무른 플라스틱일수록 시험조건에 영향을 크게 받으므로 PE와 같이 무른 소재를 측정할 때는 시험조건을 더욱 엄밀하게 적용하여야 하며 시험기에 대해서도 이러한 조건을 만족시킬 수 있는 성능을 가진 것인지 확인하여야 한다. 이 비교 시험을 통하여 고분자소재의 경도시험에 대한 숙련도 시험을 할 수 있는 기초 데이터를 확보할 수 있었으며 시험조건 통일이 중요한 관건인 것으로 나타났다.

감사의 글 : 본 논문은 산자부에서 지원한 산업기반기술개발사업의 일환으로 수행된 “플라스틱 경도 시험평가법 개발” 과제의 연구 결과를 요약한 것입니다.

참고문헌

1. D. K. Kim, *Polymer(Korea)*, **28**, 531 (2004).

2. K. M. Kim, *Polymer(Korea)*, **27**, 470 (2003).
3. S. S. Park, *Polymer(Korea)*, **25**, 503 (2001).
4. Y. Uemura, Materials Testing Technology Association of Japan, p. 9-1 (1990).
5. Y. Uemura, Materials Testing Technology Association of Japan, p. 9-11 (1990).
6. ISO 2039-2, Plastics-Determination of hardness. Part 2. Rockwell hardness (1987).
7. JIS K 7202, Method of Rockwell hardness test for plastics (1995).
8. ASTM D 785, Standard test method for Rockwell hardness of plastics and electrical insulating materials (1993).
9. KS M3037, Standard test method for Rockwell hardness of plastics (1983).