

초음파 조사에 의한 복합재료의 계면특성의
보강 개선에 관한 연구(II)

이상국[○]
인하대[○]

전춘생^{*}
인하대^{*}

김이년^{**}
인하대^{**}

A Study to Improve the Interface Strength of Composite Materials by
the Radiation of Ultrasonic Energy

Sang-Kook Lee[○]
Inha Univ.[○]

Choon-Saing Jhgun^{*}
Inha Univ.^{*}

Ik-Nyon Kim^{**}
Inha Univ.^{**}

Abstract

This study is to investigate the adhesive strength of composite material's interface on the experimental methode of tree growth in the material.

The results are as follows

- 1) The irradiations of ultrasonic energy cause the mechanical vibration in the polymer composite materials of fluid state, so then bring about physical dispersion and heat form inorganic materials, being supposed to produce chemical crosslinking reaction, decreasing of voids between filler and matrix.
- 2) The characteristics of the breakdown are increased by using coupling agent in the composite material.
- 3) As the intensity of ultrasonic energy and its irradiated time are larger, the tree inception and breakdown voltages increase and the tree growing is slower.

so we obtain that the interface adhesive force can be strengthened by the irradiation of ultrasonic energy.

1. 서론

복합재료의 개발 역사는 오래되었고, 재료를 복합한다는 것은 기원전으로 거슬러 올라갈 수 있다. 그러나 재료의 조합에 있어서 과학적인 의미를 가져다 주게 된것은 1940년경에 제작한 GFRP (Glass Fiber Reinforced Plastic) 를 모티브로 하고 있다.

복합재료란 복합하는 무기물, 유기물, 금속등의 소재가 많고, 단채, 단량체, 중합등 여러가지 형태로 쓰이는 경우가 많아지게 되었다. 그것들을 조합시키는 데에는 물리적 및 화학적인 고려가 있어야 하고, 구성하는 그 재료들 사이에는 반드시 거시적, 미시적 계면이 존재한다. 이 계면을 통한 소재간의 상호작용이 매우 중요하다.

최근 고분자 재료와 무기재료의 복합으로 형성된 복합재료, 예를 들면 Mica/Epoxy 복합재료, GFRP 및 Mica paper/Epoxy등의 무기물/결합체의 복합재료가 있다.

전력 증대에 따라서 전기기기의 고압화 및 소형화 때문에 고분자 복합재료는 전기절연 재료로 뿐만 아니라 기계적 구조물로서도 널리 사용되고 있다. 따라서 고분자 절연재료로 사용하는 데 있어 전기적 특성이나 기계적 강도에 대하여 충분한 배려가 있어야 한다.

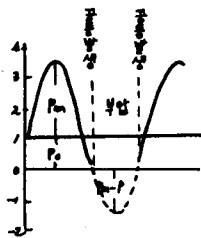
일반적으로 화학반응을 촉진시키기 위하여 가열 혹은 냉각등의 열적조작 이외에 균일하고 신속한 반응을 실행하기 위하여 기계적 교반 조작이 병행된다. 복합재료의 제조시 화학반응이 일어나는 사이에 물리적인 방법으로 초음파를 조사하면 재료의 제작공정중의

계면에 생기는 취약점 -- 예를 들면 유기고분자의 불안정화, 불량한 침재(poor wetting)로 인한 매트릭스와 필라의 불량한 접착, 불안정한 함침(incomplete impregnating), 보이드(void or bubble)의 함유, 층간분리 및 크래지나 크랙(craze or crack) 등 -- 이 초음파의 캐비테이션(cavitation) 작용과 분자적 교반작용에 따라 보강되고 화학반응이 촉진되어 재료의 전기적 특성이 개선되리라 사료된다. 또한 coupling제는 무기재료와 유기재료 또는 이종의 유기재료 복합체에 있어서, 화학적으로 양자를 결합시키기도 하고, 화학적 반응을 촉진시켜 친화성을 개선시키며, 복합재료의 기능을 향상시키는 성질을 가지고 있다.

따라서 본 연구에서는 진동에너지 전달 매체로서 액체를 사용하고 초음파 진동자의 차외효과로 인하여 수중에서 발생하는 진동압력을 복합재료의 고반동에 조사한후 그와 완결된 시편과 복합재료의 고반동에 계면결합제로서 아미노시란을 첨가한 시편과 그 시편에 초음파 진동 압력을 조사한후 그와완결된 시편등 3가지 종류의 시편에 대하여 tree 발생과 성장률 조사함으로써 초음파 조사와 계면결합제가 완결된 복합재료의 전기적 특성에 미치는 영향을 실험 비교 검토하였다.

2. 이 론

1) 초음파 캐비테이션



캐비테이션의 발생정역도

액체중에서 강력한 초음파를 조사하면 초음파는 소밀파임으로 위의 그림에 나타난 바와 같이, 액체중에서 과압과 부압이 발생한다. 이 부압에 의해 액체가 분리되어 공동이 발생하게 되는 데 이 현상을 cavitation 이라 한다.

이때 발생한 기포는 음압의 압축위상에서 수축되어 액체중에서 일부분은 용해되어 버리고 어떤 반지름 이상의 기포는 소멸되지 않고 음장내에서 진동하게 된다.

이와 같이 진동하는 가운데 기포가 깨어지는 데 파괴되는 순간에 충격파가 발생되어서 국부적으로 큰 힘을 받으면서 고온으로 된다.

액체중에 어떤 물질이 있을 때는 캐비테이션은 그 물질에 물리적, 화학적 영향을 준다.

2) 계면결합제의 역할

coupling제는 무기재료와 유기재료 또는 이종의 유기복합체에 있어서, 화학적으로 양자를 결합시키기도 하고, 화학적 반응을 촉진시켜 친화성을 개선시키며, 복합재료의 기능을 향상시키는 성질을 가지고 있다.

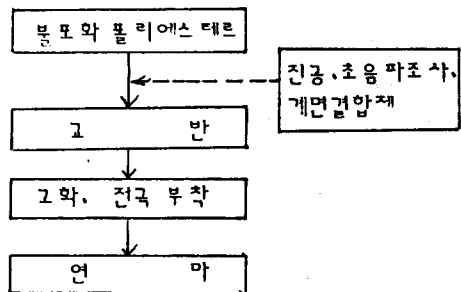
유리섬유 강화 플라스틱이 이용되어진 이래로 coupling제는 주로 강성을 높이는 목적으로 사용되어 졌지만, 요즘에는 유리아목시적중판, 수지가고, 기능성 부여의 분야에서의 응용 개발이 촉진되어지고 있다. 그러나 시란계의 coupling제의 특징은 무기물이 시란계의 경우에 특이하게 효과를 나타내는 것과 주로 열경화형 수지에 한정되어 사용되는 문제가 있다.

이에 대하여 더욱 광범위하게 플라스틱의 고기능화 동향에 대응하기 위하여 생겨진 것으로 스타네이트계와 아루미네이트계의 coupling제가 있기도 하다.

계면결합제와 무기물 재료와의 상관관계는 무기물 표면에 가교층을 형성하고, 수분을 제거하며, 마이크로크랙 및 크랙을 제거하며, 결합발생 및 수분을 제거하는 것으로 알려져 있다.

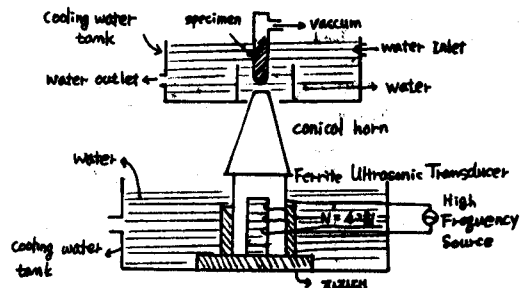
3. 실험장치 및 방법

1) 시편제작



2) 실험장치

가. 초음파 발생 및 조사장치



- 나. 내압시험기 조작반 (0-100V, 일)
musasi 전기기계제작소)
- 다. 시험용 변압기 (0-50Kv, 일)
musasi 전기기계제작소)

3) 실험방법

시험은 공기중의 연면방전의 영향을 감소시키기 위하여 상온의 변압기유에 넣어 유중실험을 하였으며 인가 고류전압원은 시험용 변압기로 사용하였다.

tree 발생과 성장은 배율 100배의 microscope (일) union)로 관측하였다.

실험방법은 다음과 같다.

가) 초음파 압력의 세기를 813 진공관의 plate 인가전압을 100 (출력165)로 일정하게 하고 초음파 조사 시간을 각각 20, 40, 60분으로 변화시켜 시료에 가해준 후 그 시료로 만든 시편에 대하여 두 전극사이의 인가 전압을 8Kv 로 부터 2 (Kv/sec)의 속도로 2Kv 씩 승압시키고 각 전압에서 5분간 유지시킨 다음, tree 의 성장을 관측하였다.

나) 초음파 조사 시간을 일정(30분)하게 하고 초음파조사 세기를 각각 70, 100, 125V (출력전력 100, 165, 180 W)로 변화시킨 시편에 대하여 일정 전압(20)을 인가하고 2분 간격으로 전압 인가시간 경과에 따른 tree 의 성장을 조사하였다.

다) 위와 같은 실험을 개면결합제로서 아미노시란을 넣어준 시편과 그에 초음파를 조사해준 시편에 대하여도 실행하였다.

4. 실험결과 및 고찰

본 실험에서 사용한 불포화 폴리에스테르에 무기물 충전제 $Al(OH)_3$ 를 첨가한 시료가 10^3 torr 의 진공 장치내에서 가사중에 주기적으로 반복 진동용력 (초음파 cavitation 현상으로 인한 용력)을 받음으로써, 복합재료내의 무기물을 물리적으로 분산시켜 그 입자가 반복용력을 받지 않은 시편보다 작게 분산되어 있는것을 현미경 관찰로부터 확인할 수 있었다.

또한 이것은 초음파의 물리적 cavitation 및 분자적 반작용에 따라 부압의 발생으로 생긴 공동이 진동하는 가운데 기포가 깨어져 파괴되는 순간 충격파의 발생으로 국부적으로 큰힘을 받으면서 열의 발생이 일어나고 그로 인하여 복합재료내의 취약부인 무기질 표면의 마이크로크랙 및 수분을 제거하여 매트릭스와 필라를 물리적으로 흡착시켜 접착력이 강해지고 또 무기질 표면에 가교층을 형성하였으리라고 사료된다.

그것은 매트릭스의 함침을 용이하게 하고, 개면에서의 기계적 응력전달을 용이하게 하여 전기적 특성을 향상시켜 준 것으로 그찰할 수 있다. 즉, 초음파를 조사해준 시편이 초음파를 가해주지 않은 시편보다 tree 의 발생전압이 높았던 것과 같은 크기의 전압을 같은 시간 인가하였을 때 tree 의 성장이 억제된것을 확인할 수 있었다.

이것은 초음파가 복합재료의 개면부분에 물리적 영향을 주고 있음을 시사하고 있는 것이며 반복진동 용력을 받은 시편에서 tree 의 성장이 복합재료의 취약부인 무기물의 주변을 따라가지 않는다는 것으로 확인할 수 있다.

진동주파수가 $f=20kHz$ 로 일정용력 100V (165W)을 받은 경우 고반종이던 시료가 음파를 일부 흡수하여 음파에 의한 시료의 진동으로 시료내의 마찰열이 생기는 것이고 또 진동을 받은 시간이 길수록 tree 의 발생 및 성장이 억제되었다고 본다.

한편 그림 4-1은 시편을 제작할때 개면결합제로서 아미노시란을 사용한 시편에 대한 tree 의 성장을 측정한 결과이다.

그림 4-2는 시편제작시 아미노시란을 넣지않은 시편에 대한 tree 의 성장을 관측한 것인데, 이때 두 전극사이에서 20Kv 의 일정전압을 가하였을때 인가전압 상승에 대한 tree 의 성장을 비교 관측하였다. 실험 결과에 따르면 단위 시간 (min)당 tree 의 성장속도는 전압 인가시간이 경과함에 따라서 거의 직선적으로 증가하다가 tree 의 선단부가 평판전극에 가까이 접근함에 따라 신속히 절연 파괴되었다. 또 아미노시란을 넣어준 시편이 아미노시란을 넣지않은 시편보다 약 10-20분 가량 절연파괴 되는 시간이 지연되었다. 그리고 아미노시란을 넣어준 시편이 아미노시란을 넣지않은 시편보다 매트릭스와 필라의 결합을 더욱 양호하게 하고 개면사이의 수분 개입을 억제하며 개면보이드나 크랙등의 존재확률을 낮춘것으로 사료된다. 그 결과 분지가 적은 단순한 tree 형태를 보이고 있다.

이상 결과에서 개면결합제를 사용함으로써 복합재료의 전기적 및 기계적 특성이 향상된 것으로 사료된다.

5. 결론

- (1) 진공장치안에서 복합재료의 고반중에 초음파를 조사하면 필라의 분산 및 재료내부의 열적, 기계적 진동으로 복합재료의 전기적 특성이 향상된다.

- (2) 계면결합재의 사용으로 복합재료의 절연파괴 특성이 크게 향상되었다.
- (3) 초음파 압력의 세기가 클수록, 조사시간이 길수록 시험내의 tree 발생전압 및 절연 파괴 전압이 상승하며 tree 심장은 늦어진다.

Reference

- 1) B.S.Hockenhuil, C.N.Owston and R.G.Hocking : Techniques and equipment for fatigue testing in some aluminum alloys, with constant force or constant amplitude controle, at 20kHz, Ultrasonic, 9,1 (1971) 26-34
- 2) E.A.Neppiras : Ultrasonic Soldering, Metal Industry (1957) 3
- 3) Ultrasonic Tinning of Aluminum Wire, Machinery, 90 (1975) 72
- 4) E.P.Plueddemann, Composite Materrals, Academic Press, Vol. 6. 1974
- 5) J.T.Davis and E.k.Rideal, Interfacial Phenomena, Academic Press, 2nd.Ed., 1963
- 6) C.H.Park, A Study of the Dielectric and Mechanical Property Interactions of Glass cloth/Epoxi Composites, IEEE Trans. Vol. EI-22, No.4, 389-395. 1987
- 7) J.C.Radon. Fatigue crack growth in polymer. Interaction Journal of Fracture., Vol.16. No.6. (1980)
- 8) K.Jagannadham. A mechanism of void growth in the resin of the plastic zone ahead of a crack-tip. International Journal of Fracture, Vol. 22, pp 41-63(1983)
- 9) 절연재료 treeing 전문위원회, "유기절연재료의 treeing에 관하여", 전기학회기술보고서 제 100호 (1971)
- 10) 高田雄雄: "진동응력을 인가한 아크릴 고분자 재료의 잔류변형과 열화현상", 전기학회논문지 A, Vol.101, No.11 (1981)
- 11) 塚田正之: 유전체연상론, 일본전기학회, pp.89 - 92 (1983)
- 12) 井出正男: "초음파응용", 전파실험사, pp.119 -- 122, 126. (1980)
- 13) 板岸勝雄: "초음파기술" 동경대학출판회, pp. 45 -- 54. (1984)
- 14) 島川正憲: "초음파공학", 공업조사회, pp. 19 -- 21, 15, 22 -- 23. (1975)
- 15) 久保虎一: "복합재료와 계면", 종합기술출판사, P.3.11.217. (1986)

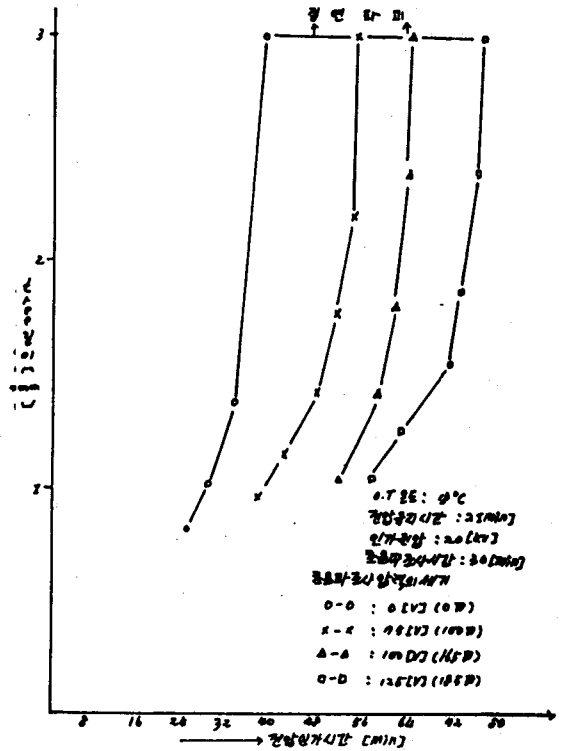


그림 1-1. 70% 진동주파수, 25% 진동주파수의 초음파 조사에 의한 표면 파괴의 발생과 성장

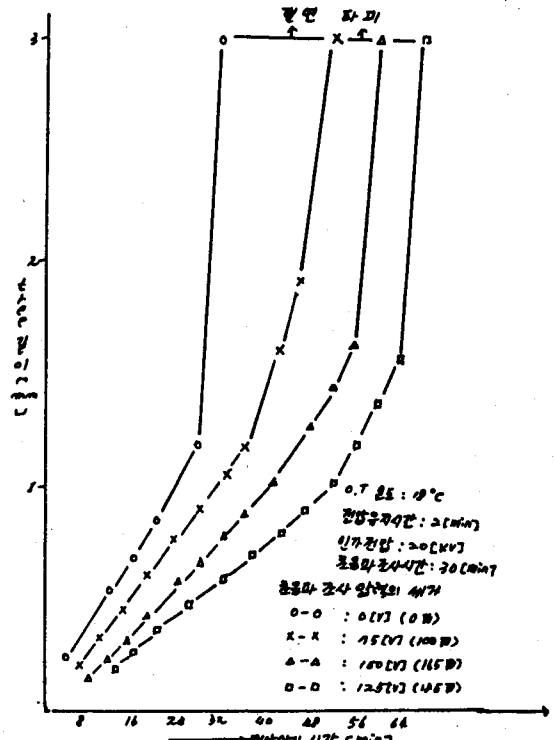


그림 2-2. 70% 진동주파수, 25% 진동주파수의 초음파 조사에 의한 tree의 발생과 성장