

Single Fiber Composite(SFC) 시험법과 Acoustic Emission(AE)를 이용한 고분자 복합재료의 계면전단강도 및 미세파손기구의 해석

이 준 현*(부산대 공대), 박 종 만(경상대 공대), 윤 동 진(한국표준과학연구원)

Abstract

The failure phenomenon of Dual Basalt Fibers Reinforced Epoxy Composites(DFC) under tensile load was studied using acoustic emission(AE) technique. AE amplitude and AE energy were mainly associated with the internal microscopic failure mechanism of DFC specimen, such as fiber fracture, matrix cracking, and fiber/matrix debonding. Fiber failures in the DFC specimens were distinguishable by showing the highest AE energy amplitude. They were dependant on the fiber diameters. Matrix cracking was determined from the relatively lower AE amplitude and AE energy, whereas fiber/matrix debonding could not be successfully isolated.

AE method, however, can be applicable to the fragmentation method for interfacial shear strength(IFSS) in DFC specimens with adjusting the threshold to isolate fiber breaks from matrix crack and debonding.

1. 서 론

섬유강화 복합재료(FRP)는 기존의 금속재료에 비하여 비강도, 비강성이 뛰어나기 때문에 우주항공산업 및 자동차 산업 등에 그 사용이 증가하고 있고 이에 따라 이들 재료들의 신뢰성을 확보할 수 있는 평가기술의 개발이 중요한 과제로 대두되고 있다. 일반적으로 복합재료의 내부결합 평가기술에 있어서는 단성파를 이용한 비파괴 평가방법들이 많이 이용되고 있고 특히 이 중에서 편리하면서도 신뢰성이 있는 비파괴 평가 방법들 중의 하나는 음향방출(acoustic emission ; AE)이라고 할 수 있다. 복합재료내에서 발생할 수 있는 흥미로운 3가지의 파손기구는 fiber breakage, matrix cracking, 그리고 fiber와 matrix간의 debonding 등이 있다. AE를 이용한 복합재료의 구조적인 파괴에 대한 연구들은 많이 발표된 적이 있다[1,2]. 하지만, 대부분의 실제 복합재료를 시편으로 사용하여 AE를 실험했을 경우에 그 구조의 복잡성으로 인하여 수많은 AE데이터를 얻게 되어 실제의 정량적인 분석이 어려운 실정으로 대부분 정성적인 유추에 기인하여 해석을 하는 상태에 있다. single fiber composite(SFC) 방법은 single fiber와 matrix간의 계면강도와 in-situ fiber strength를 구하는 방법으로 이에 대한 이력연구가 연구되고 있다[3-6]. 최근에는 불투명한 기질인 MMC등에도 AE와

fragmentation시험법을 사용한 미세-파괴구조의 고찰이 시행된 적이 있다[7].

본 연구의 목적은 AE를 이용하여 tensile 하중 하에 있는 single fiber composites(SFC)의 변형인 dual fiber composite(DFC)의 파괴현상을 연구하는 것이다. 이것은 DFC specimen의 내부파괴에 따른 AE진폭과 AE에너지의 구별되는 정도를 비교하여 행하여졌다. dual fiber composite(DFC)시험법을 이용하여 두 다른 직경의 basalt fiber와 에폭시 수지간의 계면전단강도를 구하는 방법과 비파괴시험법인 AE를 이용하여 섬유 및 수지의 파괴에 따른 특징치와 계면전단강도를 상호 관련시키고자 한다.

2. 실험방법

Fiber와 Epoxy matrix : basalt fiber는 화산지역에 주로 존재하는 광물성을 많이 함유하는 basalt암석으로 부티 얻었으며, 그것의 주된 조성은 SiO₂, 49%; Al₂O₃, 14%; FeO, 12%; CaO, 9.5%, 그리고 MgO, 5%로 구성되어 있다. 사용된 섬유의 직경은 약 15 μ m이었으며, 또한, winding속도를 달리하여 특별히 제조된 98 μ m도 상대비교를 목적으로 사용하였다. basalt 암석은

1250-1350℃에서 platinum-rhodium의 도가니에서 녹아졌다. 제조 초기의 섬유인장강도는 drawing상태에 따라 2-4GPa의 범위에서 변하고, FRP에서 널리 사용되는 E-glass fiber의 물성과 비슷하며, Young's modulus는 약 85GPa이다.

그리고, SFC시편은 bisphenol-A의 diglycidylether의 기저 물질인 Epon 828의 에폭시를 사용하여 제조하였다. fragmentation 시험을 위한 시편의 flexibility를 조절하기 위해서 curing 혼합물에서 D400과 D2000의 상대적 비율 변화하여 사용하였다. 시편의 casting은 Dow Corning 3112 RTV encapsulant와 촉매를 사용하여 만든 silicone mould에서 사용되었다.

DFC시편의 제조 및 계면전단강도 (Interfacial Shear

Strength: IFSS)의 측정 : 주된 실험과정은 단섬유를 에폭시 수지에 함침시켜 섬유와 수지간의 계면전단강도를 측정하는 것이다. tow에 있는 섬유들간의 상호작용의 복잡성을 없애기 위하여 섬유들을 steel frame에서 각각 별도로 coating시킨다. 단 섬유들은 dogbone형태의 silicone mould에서 에폭시 수지로 채워져서 제작되었다. dogbone형태를 가지는, 1 inch의 gauge길이를 가지는 DFC시편을 얻기 위하여 80℃에서 3시간동안 pre-cure시킨 후 다시 130℃에서 2시간 동안 post-cure시켰다.

IFSS를 구하기 위하여 single fiber가 들어 있는 dogbone형태의 시편을 특수하게 제작된 fixture에 고정시켜 시편에 평행한 방향으로 점차적으로 힘을 가해, 섬유가 여러조각의 파편형태로 되어 더 이상 파편조각의 수가 증가하지 않을 때까지 연속적으로 서서히 인장을 가하였다. Fig. 1에 보는 바와 같이 인장이 증가함에 따른 single fiber fragmentation의 과정과 dogbone의 치수를 나타내었다. 그 후에 인장기기(tensile fixture)위에 바로 부착된 광학현미경을 사용하여, 시편내의 최종파편 길이들을 미세눈금이 새겨진 대안 lense를 통하여 각각 측정하였다. 최종 임계파편길이는 응력전달 길이인 l_c 와 거의 비슷하며, 이 값은 섬유의 직경 d 와 인장강도, σ_f 와 상호관련이 있으며, 이러한 값들을 이용하여 계면전단강도(IFSS)를 다음과 같은 공식, $l_c/d = \sigma_f/2\tau$ 를 통하여 구하였다. 파편조각 길이와 섬유인장강도에 대한 값들은 lognormal 분포를 이용하여 조항되어 계면전단강도(IFSS)를 구하였다. 섬유파편조각들은 각 경우마다 5개씩의 SFC시편들로부터, 충분한 통계적인 의미가 있는 평균값과 표준편차를 구하기 위해, 적어도 200개 이상을 얻었다.

Acoustic emission (AE) 시험 : AE분석기 (PAC LOCAN AT)를 이용하여 특수하게 설계된 인장 장치를 사용하여 인장을 부가하면서 측정하였다. 임진 트랜스듀서는 SFC시편의 중앙에 위치시켰으며, AE시험이 끝난 직후에 SFC시편에서의 섬유

표면의 수와 계면간의 형태를 편광판이 부착된 광학현미경을 통하여 관찰하였다. 시편과 AE센서간에는 Dow Corning의 고진공용 grease를 접촉매질로 하여 SFC시편 위에 얇게 코팅하였다. AE는 150kHz의 공진형 AE센서(model R15)에 의해 측정되었으며 signal은 100-300kHz의 bandpass filter를 가지는 예비증폭기(model 1220A)에 의해 40dB로 증폭되고 주 증폭기에서는 40 dB를 증폭하여 전체가 80dB가 되게 하였다. 한편 시험중의 noise를 없애기 위한 trigger threshold는 40dB로 하였다. 이로부터 얻은 AE진폭, AE에너지등을 측정시간과 빈도의 함수로 조사하였다.

파형의 분석을 통한 주파수 해석은 AE 5500기종과 디지털 오실로스코프(Lecroy 9310 dual 300Hz)를 사용하여 구했으며 압전 트랜스듀서는 광대역 센서(WID)를 사용하였다. 이때에 예비증폭기에서 60dB로 증폭되었고, 주 증폭기에서는 더 이상 증폭시키지 않았기 때문에 전체가 60dB가 되게 하였다. noise를 없애기 위한 trigger threshold voltage(임계전압)은 100mV로 하였다. 이들 data를 FFT(fast Fourier transformation)방법을 이용하여 주파수 분석을 실시하였다.

3. 결과 및 고찰

Fig. 2는 측정시간에 따른 AE진폭과 AE에너지를 보여주고 있다. 그림에서 dual fibers가 있는 epoxy SFC시편에서 3 groups으로 구분이 명확하게 되는 분포가 발생하는 것을 볼 수 있다. 이들 분리의 정도는 AE진폭보다 AE에너지의 경우가 더 큰 차이로 떨어져 있다. 이것은 AE에너지와 AE진폭과의 다음의 공식에서 보듯이 AE에너지가 AE에너지에 해당하는 전압의 제곱과 관련되어 있기 때문이다.

$$AE \text{ energy} = (1/R) \int V^2(t) dt \quad (1)$$

여기서 R은 측정하는 회로의 저항이고 V(t)는 트랜스듀서의 출력전압이다. AE에너지 항에 의한 해석은 AE카운트(count)나 AE진폭 해석에 비하여 특별히 의미를 뭉뚱한 장점을 제공하지는 않는 것으로 알려져 있다. 시간에 따른 AE진폭과 AE에너지를 보면, 섬유 직경이 큰 98 μ m basalt fiber의 파손이 15 μ m보다 좀 먼저 일어나게 되는 것을 볼 수 있다. 이것은 큰 직경의 넓은 표면적에서의 결합분포 가능성이 확률적으로 작은 직경에서보다도 클 뿐만 아니라 또한, 일반적으로 동일 종류의 섬유 직경이 증가할수록 flexibility가 감소하며 좀 더 rigid하게 되기 때문에 먼저 일어난다고 여기진다.

Fig. 3은 섬유의 파단으로부터 나오는 AE event의 수와 광학현미경으로 관찰한 섬유의 부서지는 수가 거의 동일하다는 것을 보여주고 있다. 식 $\tau = d \sigma_f/2l_c$ 로 부터 보듯이, 98 μ m의

basalt fiber는 직경이 크므로 인해 전체 fiber의 부서지는 수가 13-15개 정도에 지나지 않으며, 그 반면에 15 μ m의 basalt fiber의 경우는 훨씬 더 많은 수의 파편수와 그에 상응하는 AE event의 수를 광학현미경을 통하여 확인할 수 있다. 그리고, AE event의 수가 광학현미경으로 부터 관찰한 섬유파편의 수보다 조금 크게 나타난 것은 SFC시편의 게이지 길이 (1 inch)바깥의 양쪽 그림에서의 섬유의 부서진 수가 첨가된 것에 기인하는 것으로 여겨진다.

그러나, 결론적으로 말하면 두가지 종류의 fibers에서 보듯이 섬유의 파손과 AE event간에 일-대-일 대응(one-to-one correspondence)의 결과를 볼 수 있게 된다. 이러한 결과들은 불투명한(opaque)시편일 경우에는 광학현미경을 통한 fragmentation 시험법을 사용할 수 없는데 비하여, AE시험법을 이용하면 평균 섬유파편길이를 AE event수와 시편의 게이지 길이로 부터 평균하여 구할 수 있게 되어 섬유와 matrix간의 계면전단강도를 비교적 손쉽게 구할 수 있게 되는 장점을 가질 수 있을 것이다. 또한, matrix수지로 부터 발생하는 AE events는 threshold를 조정함으로써 제거(filtering-out)시켜 섬유의 파단으로 부터의 AE events만을 얻을 수 있게 된다.

Fig. 4는 fibers의 파괴로부터 나오는 파형 및 이들에 대한 FFT주파수 해석결과를 나타내고 있다. 특징적인 영역이 두 다른 직경으로 부터와 epoxy matrix로 부터 얻을 수 있으며, 그들의 값은 98 μ m의 basalt fiber가 특징적인 큰 peak와 동시에, 높은 주파수 영역에도 peaks가 많이 발생하는 것을 보여주고 있다. matrix cracking으로 부터는 fiber breakage보다 상대적으로 훨씬 작은 크기를 보여주었다. 그리고, 그 두 fibers의 파형의 진폭크기는 매우 대조가 될 수 있을 정도로 크기에 있어서 큰 차이를 보여주었다.

참고문헌

1. J. H. Lee, J. H. Kim, D. J. Yoon, O. Y. Kwon, Proceedings on 4th Int'l Symposium on Acoustic Emission From Composite Materials(AECM-4), 300 (1992).
2. J. Yuan, A. Hilter, and E. Bear, Polymer Composites, 7(1), 26 (1986).
3. K. Goda, J. M. Park, and A. N. Netravali, J. Materials Sci., in press (1994)
4. W. A. Curtin, A. N. Netravali, and J. M. Park, J. Materials Sci., in press (1994)
5. J. M. Park, and R. V. Subramanian, J. Adhesion Sci. & Technol., 5(6), 459 (1991)
6. J. M. Park, and R. V. Subramanian, and A. E. Bayoumi, J. Adhesion Sci. & Technol., 8(2), 133 (1994)
7. I. Roman, S. Krishnamurthy, and D. B. Miracle, Proceedings on 4th Int'l Symposium on Acoustic Emission From Composite Materials(AECM-4), 109 (1992).

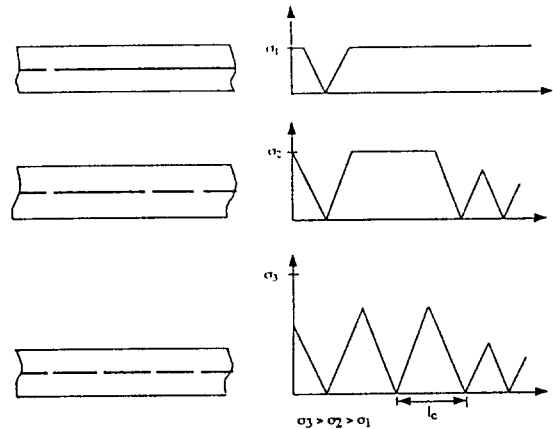


Fig. 1(a) Graphic representation of the evolution of failures and the corresponding stress profiles in the embedded fiber during SFC test

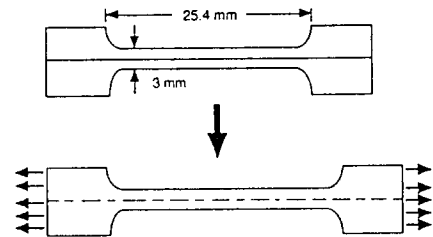


Fig. 1(b) Dogbone-shaped single fiber composite specimen

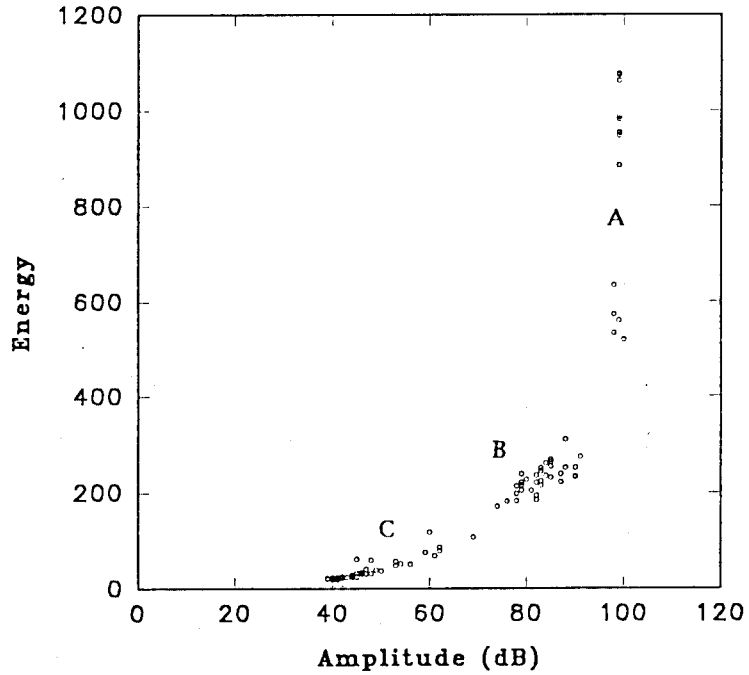


Fig. 2 Correlation between AE energy and AE amplitude

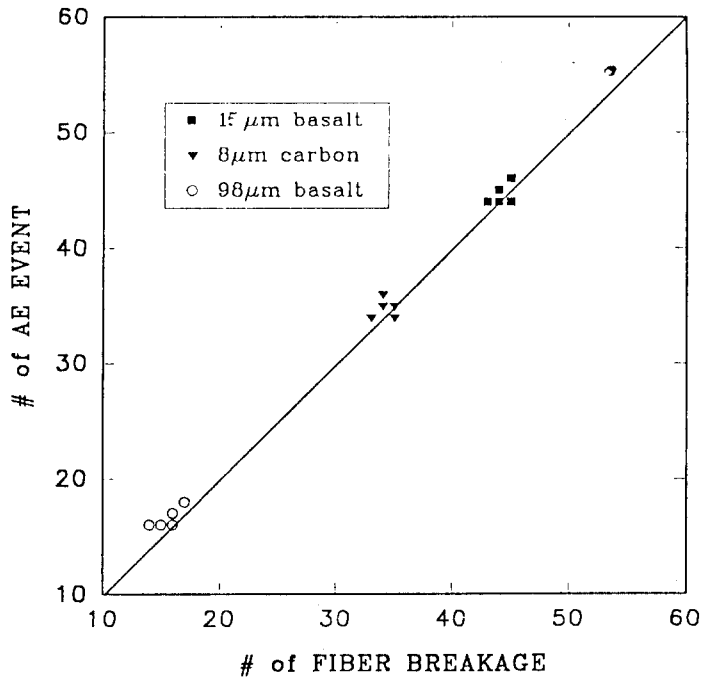


Fig. 3 Correlation between number of AE event and number of fiber breakage