

# Electro-Micromechanical 시험법과 음향방출 (AE) 측정법을 이용한 전도성 섬유 강화된 Single-Fiber 및 Multi-Fiber Composites 의 계면특성에 관한 연구

이상일<sup>1</sup>, 박종만<sup>1</sup>, 김영민<sup>1</sup>, 김기원<sup>2</sup>, 윤동진<sup>3</sup>

<sup>1</sup>경상대학교 고분자공학과 및 항공기부품기술연구센터, <sup>2</sup>경상대학교 금속재료공학과, <sup>3</sup>한국표준과학연구원 방재연구센터

## 서론

계면 물성은 전도성 섬유/에폭시 복합재료의 기계적 성능을 조절하는 중요한 역할을 한다. 계면 물성을 평가하는 방법으로는 single fiber pull-out test 와 single-fiber-composites (SFC) test 등이 널리 이용되고 있다 [1,2]. 최근 electro-pullout 시험법을 통한 contact resistivity의 측정으로 전도성 섬유 강화복합재료의 계면접착력과 미세파괴구조를 해석하려는 연구가 보고되고 있다 [3]. 본 연구에서는, 전도성 섬유인 탄소, graphite 와 steel 섬유로 보강된 에폭시 복합재료를 이용한 electro-mechanical 시험법을 도입하였다. 인장을 가하는 동안에 발생하는 섬유직경의 감소, 함침된 섬유의 마찰력과 섬유 파단 등에 의해 감지되는 전기저항률을 측정하여, 계면현상을 분석하였다. 압전센서 또는 광섬유 센서들이 복합재료의 계면 연구 [4]에 널리 이용되고 있는데, 이 센서들은 성능은 우수하나, 고가이기 때문에 실용적이지 못하다. Electro-micromechanical 시험법은 값비싼 광섬유센서 등과 비교해 볼 때, 전도성 섬유 자체가 센서 역할을 하기 때문에 매우 경제적이다. 따라서, 비파괴검사의 한 종류로서 미세파괴구조의 규명과 계면 물성의 평가에 많이 사용될 것으로 기대된다. 전기중착 처리된 탄소 및 graphite 섬유가 함침된 다섬유에폭시복합재료의 전기저항률을 측정함과 동시에 음향방출 측정법 (acoustic emission, AE) [5,6]을 수행하여, 두 가지 시험법을 통한 최종적 결과를 상호관련 지었다. 이것은 동일한 시편에서 동일한 실험조건에서 인장을 가하는 동안에 발생하는 섬유표면 처리에 따른 계면접착력, 미세파괴현상의 특성, 섬유간 거리의 효과를 규명하는데 유용한 방법이었다.

## 실험

### 실험재료

직경 8  $\mu\text{m}$  와 18  $\mu\text{m}$  인 탄소섬유, 370  $\mu\text{m}$  인 graphite 섬유, 그리고, 280  $\mu\text{m}$  인 steel 섬유들을 전도성 보강섬유로 사용하였다. Diglycidyl ether of bisphenol A 계의 에폭시수지를 기지재료로, 그리고

Polyoxypropylene diamine (Jeffamine 계)을 경화제로는 사용하였는데, 시험에 용이하도록 하기위해 flexibility를 조절하였다. Polybutadiene-maleic anhydride (PBMA)를 탄소섬유의 전기중착용 커플링제로 사용하였으며, (주)한국화이바에서 제공받은 인장축 방향으로 배열된 탄소섬유/에폭시 단층복합재료를 실제 복합재료의 모델시편으로 사용하였다.

### 실험방법

Electromechanical 시험법에 도입된 시편의 제조: Electromechanical 시험에 사용된 시편의 종류는 Fig. 1에 나타난 것과 같이, 각각 단섬유강화복합재료, 다섬유강화복합재료, 단섬유 pull-out 시편, 인장 축 방향으로 배열된 단층복합재료들이다.

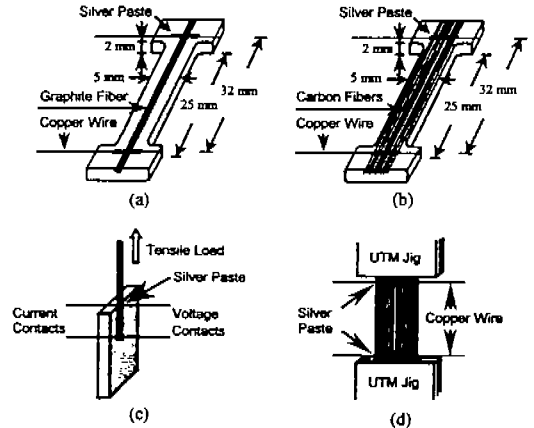


Fig.1 Dimensions of four testing specimens for electromechanical test.

Fig. 1(a)와 (b)에 나타난 시편의 제조공정은 다음과 같다. 아령형 실리콘 금형에 가는 구리선 한 쌍을 3.2 cm 간격이 되도록 하여, 수직방향으로 고정시킨다. 그 위에 한가닥 또는 여러가닥의 전도성 섬유를 놓고, 접착테이프를 고정시킨 후, 섬유와 구리선의 교차점에 전기적 접촉이 유지되도록 silver paste를 바르고, 상온에서 20분간 건조시킨다. 미리

교반된 에폭시 혼합체를 섬유와 구리선이 고정된 실리콘 금형에 부은 후, 80 °C에서 2 시간, 120 °C에서 1 시간 동안 경화시킨다. 이 시편에는 8 μm의 탄소섬유와 370 μm의 graphite 섬유가 사용되었다. Fig. 1(b)의 경우, 특별한 space bar를 이용하여 섬유간 거리를 조절하였다. 다섬유 시편은 섬유간 간격이 다른 두 종류로 제작하였는데, 한 종류는 섬유 직경의 1 배로 다른 종류는 5 배로 제작하였다. Electro-pullout 시험법에는 steel 단섬유강화 에폭시 복합재료가 사용되었는데, 기지 내부에서 섬유가 함침된 길이는 5 mm였고, 전기적 접촉점간의 거리는 4 mm였다. 실제 복합재료의 모델 시편은 폭이 넓은 시편과 좁은 시편으로 제작하였는데, 각각의 치수는 다음과 같다. 좁은 시편은 길이 100 mm x 두께 0.2 mm x 폭 5 mm 였고, 넓은 시편은 길이 100 mm x 두께 0.2 mm x 폭 10 mm 였다. 그리고, 전기적 접촉점간의 거리는 75 mm였다.

Electro-mechanical 시험법에 의한 계면전단강도와 전기저항률의 측정: Electromechanical 시험법에서 계면전단강도를 구하기 Kelly-Tyson식을 이용하였는데, 그 관계식은  $\tau = (\sigma_f d) / (2l_c)$ 이며,  $l_c$ 는 임계파단길이,  $\sigma_f$ 는 섬유의 인장강도, 그리고  $d$ 는 섬유직경이다. 단섬유 electro-pullout 시험법에 의한 계면전단강도는 최대 pull-out force ( $F_d$ ), 섬유의 함침길이 ( $L$ )와 섬유직경 ( $D_f$ )에 의해 결정되는데, 계산식은  $\tau = F_d / (\pi D_f L)$ 이다. 전기저항 측정에 HP34401A 디지털 멀티미터가 사용되었고, four probes법을 적용하였다. 실험장치는 Fig. 2에 나타내었다. 기계적 물성은 10 KN 로드셀이 장착된 Lloyd 사의 소형만능시험기 (UTM)를 이용하였고, 인장속도는 0.1 mm/min 였다. 시편을 만능시험기에 장착한 후, 시편과 디지털 멀티미터를 전기적으로 연결한다. 인장을 가하면서, 시편내부의 전기저항의 변화와 기계적물성을 동시에 측정한다. 전기저항률 ( $\rho$ )은 측정된 전기저항, 전도성 섬유의 단면적 ( $A$ ), 전기적 접촉점간의 거리 ( $L_{ec}$ )로부터 구해지는데, 관계식은  $\rho = (A / L_{ec}) \times R$ 이다. 여기서  $R$ 은 측정된 전기저항값이다.

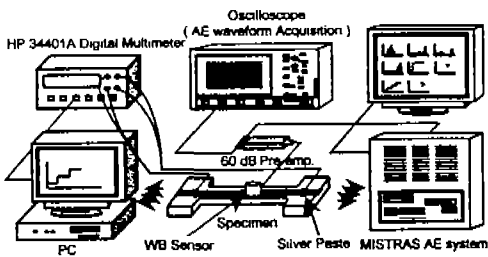


Fig. 2 Combined system with digital multimeter and AE using micro-specimen.

음향방출 (AE) 측정법: 특별하게 고안된 인장을 가하는 장치에 시편을 고정시킨 후, 시편 중앙부에 음향방출 센서를 장착하였다. 음향방출 측정을 수행한 후, 전도성 섬유의 파단 갯수와 미세파괴 현상을 편광현미경으로 관찰하였다. 본 연구에 사용된 음향방출 측정 장치는 MISTRAS 2001 system 이었으며, 음향방출 신호는 550 kHz에서 최대감도 -60 dB (ref. 1V/ubar)를 갖는 wideband 형태의 압전센서 (model WD by PAC)에 의해 감지되었다. Threshold level은 30 dB로 하였으며, 신호는 preamplifier에서 60 dB로 증폭되었다. Band-pass 필터를 통과한 신호는 음향방출 신호 처리기로 공급되었으며, 이 장치와 연결된 디지털 오실로스코프(LeCroy 9354A)에서 파형을 분석하였다. 전형적인 음향방출 파라메타에는 hit rate, peak amplitude, and event duration 등이 있으며, 시간과 분산의 분석에 의해 평가되었다.

## 결과 및 고찰

Table 1은 본 연구에 사용된 전도성 섬유 고유의 전기저항과 전기저항률을 나타낸 것이다. 탄소섬유의 전기저항과 전기저항률이 스틸 섬유 보다 더 큰데, 이는 그 재료의 고유 특성 때문에 기인한 것으로 사려된다. 두 탄소섬유의 경우에, 전기저항과 전기저항률이 다르게 나타나는데, 이는 섬유 직경에 따른 차이로 볼 수도 있겠으나, 섬유 제조에 사용된 실제 원료가 다르기 때문에 재료물성이 달리 나타난 것으로 사려된다.

Table 1 Intrinsic electrical resistance and resistivity for four conductive fibers and filaments at measured gauge length (32 mm) between inter-contacting points.

Fiber	Diameter (μm)	No. of Sample (EA)	Electrical Resistance (Ω)	Electrical Resistivity (Ωcm) × 10 <sup>-4</sup>
Graphite	370	7	1.60 (0.04)	5.37 (0.14)*
Steel	280	8	0.57 (0.07)	1.09 (0.14)
Carbon	18	7	1.57 × 10 <sup>2</sup> (120)	12.5 (1.0)
Carbon	8	8	1.19 × 10 <sup>4</sup> (570)	18.6 (0.9)

\*Standard deviation

Fig. 3은 electro-pullout 시험법에 의한 스트레스-스트레인 곡선과 전기저항률의 변화를 나타낸 것이다. 미처리 steel 섬유/에폭시 복합재료는 계면 접촉력이 작기 때문에 steel 섬유가 갑자기 뚫히는 현상이 나타나는데, 이 때, 전기저항은 갑자기 무한대로 증가하였다. 반면에 기계적인 계면 결합으로 계면 접촉력을 향상시킨 사포로 표면 처리한 시편은 미처리와 다른 거동을 보였다. 최대 응력에서, 1차 뚫힘 현상이 나타났고, 이때 전기저항은 약간 증가하였다. 그 후, 2차적인 계면의 미끄러짐 현상이 발생하

는데, 이때 전기저항률은 서서히 증가하게 되고, 최종적으로는 무한대에 도달하였다.

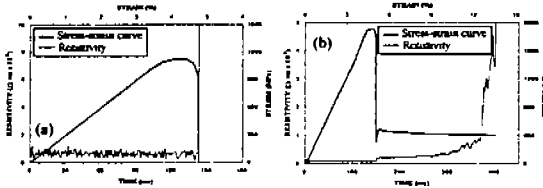


Fig. 3 Comparison of electrical resistivity and stress between (a) the untreated and (b) the treated single steel filament/epoxy composites using electro-pullout test.

Fig. 4는 electro-micromechanical 시험법을 이용하여, 8  $\mu\text{m}$ 와 18  $\mu\text{m}$  탄소섬유/에폭시 단섬유복합재료들의 전기저항 변화와 스트레스-스트레인 곡선을 비교한 것이다. 단섬유가 파단 되었을 때, 두 시편 모두 최종적으로는 무한대에 도달하지만, 탄소섬유 직경에 따른 전기저항률의 증가양상은 다르게 나타났다. 그러나, 8  $\mu\text{m}$ 의 경우, 전기저항률의 변화가 급격하게 무한대로 증가하였고, 18  $\mu\text{m}$ 의 경우는 8  $\mu\text{m}$ 보다 조금 더 늦게 무한대로 도달하였다. 이것은 섬유직경에 따른 영향인 것으로 판단되는데, 8  $\mu\text{m}$  탄소섬유는 18  $\mu\text{m}$ 에 비해 전기저항률이 높고, 직경이 작기 때문에 갑작스런 전기적 단절현상을 나타낸 것으로 고찰된다.

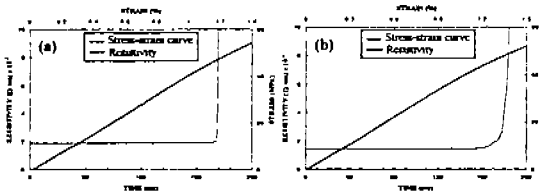


Fig. 4 Electrical resistivity in (a) 8  $\mu\text{m}$  and (b) 18  $\mu\text{m}$  carbon multi-fiber composites.

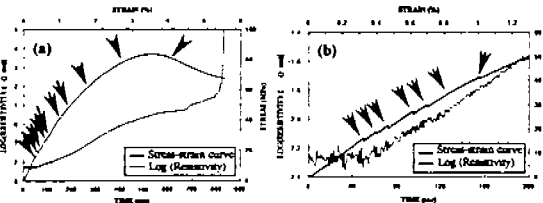


Fig. 5 Logarithmic resistivity and stress depending on testing time and strain in single graphite fiber/epoxy composite: (a) total time range; (b) initial time range.

Fig. 5는 370  $\mu\text{m}$  graphite섬유/에폭시 단섬유복합재

료를 electro-micromechanical 시험법으로 측정할 때 나타나는 로그저항률과 스트레스의 변화를 나타낸 그림이다. 특히, Fig. 5(b)는 초기의 변화를 나타낸 그림이다. 이 시편의 로그저항률 초기에 서서히 증가하다가, 나중에는 빠르게 증가하였으며, 마지막 단계에서 로그저항률이 무한대에 도달하였다. 낮은 스트레인 영역에서는 임의의 섬유 파단들에 의해 로그저항률이 서서히 증가한 것으로 사려되고, 특정 스트레인 영역을 지나면서부터 파단된 섬유 사이의 공간이 넓어지면서 로그저항률이 빠르게 증가한 것으로 사려된다.

Fig. 6은 graphite 단섬유 미세시편의 파단 현상을 보여주는 사진이다. Fig. 6 (a)를 살펴보면, 초기 0.3 % 스트레인이에서 섬유가 파단되었지만, 여전히 부분적인 전기적 접촉은 계속되고 있음을 알 수 있다. Fig. 6 (b)는 2 % 스트레인이에서 파단된 섬유 간의 공간을 보여주는 사진인데, 스트레인이 증가함에 따라 파단된 섬유 간의 공간이 더 넓어짐을 알 수 있다. 이러한 넓어지는 공간으로 인해 점차적으로 전기적으로 단절되고, 높은 스트레인 영역에서 전기저항은 빠르게 증가하였다.

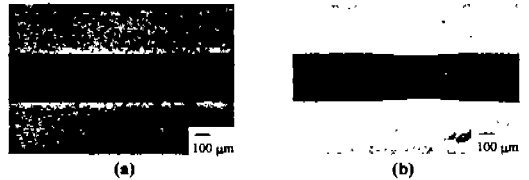


Fig. 6 Typical failure mode of single graphite fiber/epoxy specimens while testing: (a) at 0.3 % strain; (b) at 2.0 % strain.

Fig. 7은 섬유간의 간격이 좁은 경우 (a)와 넓은 경우 (b)의 8  $\mu\text{m}$  탄소섬유의 다섬유복합재료 시편을 사용하여, electro-micromechanical 시험법을 수행했을 때, 측정 시간과 스트레인에 따른 전기저항률과 스트레스를 보여주는 그림이다. 섬유간의 간격이 좁은 시편은 섬유간격이 섬유직경의 1배 (8  $\mu\text{m}$ )이고, 넓은 시편은 섬유간격이 섬유직경의 5배 (40  $\mu\text{m}$ )이다. 이 시편들의 electro-micromechanical 시험법을 통한 결과는, 섬유가 파단될 때마다 급격한 전기저항률의 변화로 나타났으며, 전기신호의 변화와 섬유 파단이 일대일로 일치한다는 것을 확인할 수 있었다. Fig. 7 (a)에서, 좁은 시편은 섬유파단 신호가 두 부분으로 잘 분리되었는데, 이는 임의의 한섬유가 파단되었을 때, 발생한 파단에너지가 인접한 다른 섬유들에게 직접적인 영향을 주기 때문인 것으로 사려된다. 그림 7 (b)의 섬유 간격이 넓은 시편에서는 섬유 파단이 인접한 섬유들에게 큰 영향을 주지 못했으며, 전기저항률이 무작위적으로 증가한 것으로 볼 때, 합침된 다섬유의 가장 약한 부분

에서 판단되었는다는 것을 짐작할 수 있었다

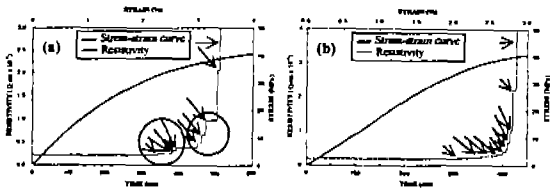


Fig. 7 Comparison of electrical resistivity with different inter-fiber spacing in (a) narrow-; and (b) wider multi-carbon fiber/epoxy composites.

Fig. 8은 섬유간의 거리가 넓은 탄소섬유 8  $\mu\text{m}$  다섬유 복합재료 시편을 electro-micromechanical 시험법을 수행하는 동안에 발생하는 섬유파단 현상을 보여주는 편광사진이다.

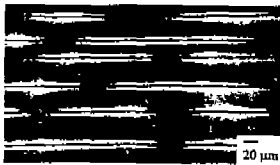


Fig. 8 Photograph of random fiber break of multi-carbon fiber composite by polarized-light microscopy.

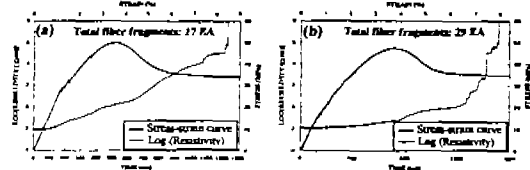


Fig. 9 A comparison of logarithmic electrical resistivity depending on (a) 1 time and (b) 5 times inter-fiber spacing in the triple-graphite fiber specimens.

Fig. 9는 섬유간의 간격이 다른 두 종류의 370  $\mu\text{m}$  graphite섬유/에폭시 다섬유복합재료를 도입하여, electro-micromechanical 시험법으로 측정할 때 나타나는 로그저항률과 스트레스의 변화를 비교한 그림이다. 특히, Fig. 9(a)는 섬유간의 간격이 섬유직경의 1배 (370  $\mu\text{m}$ )인 것이고, (b)는 섬유간의 간격이 섬유직경의 5배 (1850  $\mu\text{m}$ )인 것이다. 로그저항률은 두 경우 모두에서 일정하게 증가하였다. 섬유간의 간격이 좁은 시편에서는 섬유파단 갯수가 17개였으며, 섬유간의 간격이 넓은 시편에서는 섬유파단 갯수가 29개였다. 이것은 섬유간의 간격이 좁은 시편에서 인접한 섬유에 영향을 줌으로써, 파단에너지를 분산시키기 때문에 섬유간의 간격이 넓은 시편보다 파단갯수가 적은 것으로 판단된다.

Fig. 10은 미처리 (a)와 전기증착 (b) 처리한 탄소 섬유 8  $\mu\text{m}$ 의 다섬유복합재료를 시편으로 도입하여, electro-micromechanical 시험법과 음향방출 측정법을 동시에 수행하여 얻은 전기저항률과 음향방출 신호를 도시하여 비교한 그림이다. 두 경우 모두에서, 각 섬유의 첫 파단에 의해 발생하는 전기저항률과 음향방출 신호가 일치하는 결과를 보였다. 섬유파단에 따라 발생하는 모든 음향방출 신호는 감지할 수 있지만, 전기저항률의 변화는 한 섬유에서 첫 파단을 감지하였다. 높은 에너지 영역의 음향방출 신호 갯수는 Fig. 10 (b)가 Fig. (b)보다 더 많음을 알 수 있는데, 이는 전기증착 처리로 섬유표면과 기지재료 간의 화학적 결합력이 증가되었기 때문에 계면전단강도의 향상된 것으로 사려된다. 또, 전기증착 처리한 시편이 낮은 에너지 영역의 음향방출 신호가 더 많음을 확인할 수가 있었는데, 이것 또한, 섬유표면 처리에 의해 기지재료와 계면의 크래킹 수가 더 많았다는 것을 의미한다.

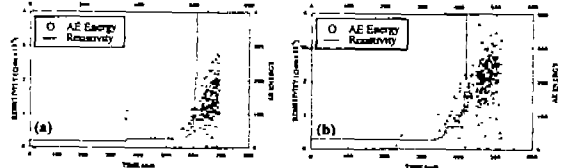


Fig. 10 AE energy and electrical resistivity by surface treatment in the 8  $\mu\text{m}$  carbon multi-fiber/epoxy composites: (a) the untreated; (b) the ED treated multi-fibers.

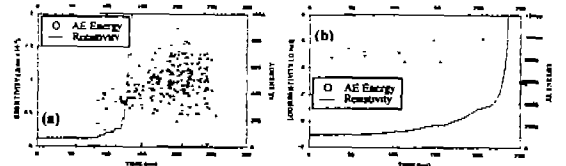


Fig. 11 Comparison of AE energy and electrical resistivity for two differing diameter fibers: (a) 18  $\mu\text{m}$  multi-carbon fibers; (b) 370  $\mu\text{m}$  single graphite fiber.

Fig. 11은 18  $\mu\text{m}$  탄소섬유의 다섬유 복합재료 (a)와 370  $\mu\text{m}$  graphite섬유의 단섬유복합재료 (b)의 측정 시간에 따른 음향방출 신호의 에너지 분포와 전기저항률을 함께 도시하여 비교한 것이다. Fig. 11(a)에서, 18  $\mu\text{m}$  탄소섬유 시편의 전기저항률은 초기에 무한대로 도달하였다. 이것은 18  $\mu\text{m}$  탄소섬유 자체가 갖는 고유한 취성 때문인 것으로 사려된다. Fig. 11 (b)는 370  $\mu\text{m}$  graphite섬유 시편의 측정 시간에 따른 로그저항률과 음향방출 신호의 에너지를 보여주 고 있는데, 18  $\mu\text{m}$  탄소섬유와는 다른 경향을 나타내

고 있다. 섬유직경이 증가함에 따라 섬유파단에 의한 음향방출 에너지가 더 크다는 것을 확인할 수 있다.

Fig. 12는 실제복합재료를 가까운 모델인 탄소섬유 단층복합재료를 electro-micromechanical 시험법으로 측정했을 때의 측정 시간과 스트레인에 따른 전기저항률과 스트레스의 상호관련성을 도시한 그림이다. Fig. 12(a)는 폭이 좁은 시편 (폭 5 mm)이고, (b)는 폭이 넓은 시편 (폭 10 mm)이다. 폭이 좁은 시편은 최대 응력값 이후, 완전한 파단의 현상을 보였고, 그 때 전기저항은 급격하게 무한대로 증가하였다. 반면에 폭이 넓은 시편은 단계적인 파단 양상을 보였고, 그 때마다 측정된 전기저항도 단계적으로 증가하였다. Electro-micromechanical 시험법을 통한 미세 시편의 결과와 실제복합재료 모델로 적용시킨 결과가 일치함을 알 수 있었고, 이 방법이 복합재료의 미세파괴양상과 계면적 고찰에 유용한 방법임을 확인할 수 있었다.

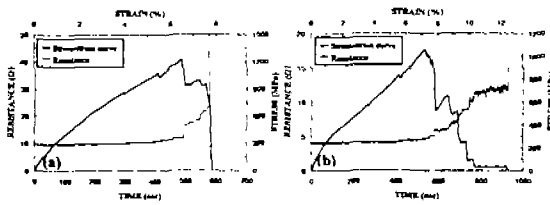


Fig. 12 Changes of electrical resistance and stress of 1-ply unidirectional laminar specimens with (a) 5 mm and (b) 10 mm width.

## 결론

Electro-micromechanical 시험법과 음향방출 측정법을 통한 전도성 섬유 강화된 단섬유 및 다섬유 복합재료의 섬유 표면의 전기증착에 따른 효과, 미세파괴양상, 섬유간격에 따른 효과 등에 대해 고찰하였다. PBMA로 전기증착한 탄소섬유는 미처리의 경우보다 높은 에너지 영역의 음향방출 신호가 계면전단강도가 현저히 증가함을 음향방출 측정법으로 확인할 수 있었다. Steel섬유/에폭시 시편의 electro-pullout 시험법에서 측정된 최대 pull-out 하중과 저항의 증가치에 의해 전기저항률과 계면전단강도 사이에 직접적인 상호관련성을 확인하였다. Electro-micromechanical 시험법을 이용한 탄소와 graphite섬유/에폭시의 단섬유 및 다섬유 복합재료 시편의 미세파괴 신호와 섬유간 거리에 따른 효과 등이 민감하게 감지되었다. 특히, 단섬유복합재료에서는 섬유파단과 갑작스러운 전기저항률의 변화가 일치함을 확인할 수 있었고, 다섬유복합재료 시편의 측정에서 시편 내부에 함침된 전도성 섬유의 파단에 의해 전기저항과 전기저항률이 증가하는 것을 확인하였다. 섬유간의 간격이 좁은 다섬유 복합재료에서

는 전기저항률이 2 ~ 3 영역으로 분리되었는데, 이것은 섬유의 파단 에너지가 인접한 섬유들에게 영향을 주기 때문인 것으로 사려된다. 전도성섬유강화 복합재료를 이 시험법과 음향방출 측정법과 동시 수행하여 계면특성과 미세파괴현상의 상호관련성을 확인하였다. Electro-micromechanical 시험법을 이용한 폭이 좁고 넓은 탄소섬유/에폭시 단층복합재료 모델시편의 전기저항률의 변화를 측정의 결과, 두 시편에서 서로 다른 경향을 보였다. 음향방출 측정법을 연결한 electro-micromechanical 시험법은 불투명한 시편을 포함한 전도성 섬유강화 복합재료의 계면 물성을 평가하는데, 비파괴 시험의 또 다른 종류로서, 적용가능함을 확인할 수 있었다.

## 참고문헌

1. J. M. Park, S. I. Lee, *Proc. ICCM-11*, IV, 671 (1997).
2. J. M. Park, J. O. Lee, and T. W. Yoon, *Polymer Compos.*, 17(3), 375 (1996).
3. X. Wang, X. Fu, and D. D. L. Chung, *J. of Materials Research*, 13(11), 3081 (1998).
4. J. M. Park, S. I. Lee, and O. Y. Kwon, *Polymer (Korea)*, 22(4), 670 (1998).
5. J. M. Park, E. M. Chong, D. J. Yoon, and J. H. Lee, *Polymer Compos.*, 19(6), 747 (1998).
6. J. M. Park, W. G. Shin, and D. J. Yoon, *Composites Sci. & Technol.*, 59(3), 747 (1999).