

Fragmentation 시험법을 이용한 Gradual Multi-Fiber Composites의 섬유 간격에 따른 계면특성에 대한 새로운 평가방법

김진원¹, 박종만¹, Koichi Goda²

¹ 경상대학교 고분자공학과 및 항공기부품기술연구센터,

² Dept. of Mechanical Engineering, Yamaguchi University, Japan

서 론

계면 결합력은 섬유상 복합재료에서 물성을 결정하는데 중요한 요소중의 하나이다. 복합재료의 계면 결합력을 평가하는 것에는 섬유를 하나 또는 둘 이상 심겨진 미세 시편을 micromechanical 시험법으로 계면 물성을 평가할 수 있으며, 섬유와 기지 그리고 부러진 섬유들의 형상비로서 계면전단강도를 평가할 수 있다. 전통적인 계면전단강도 (IFSS)를 측정하는 방법으로서는 microdroplet 시험 [1], single fiber composite (SFC) 시험 [2,3], 그리고 micro-indentation 시험이 있다. Microdroplet 시험 (pull-out 시험)과 microindentation 시험은 계면전단력을 직접적으로 측정할 수 있는 관점에서 중요하다. SFC 시험 (fragmentation 시험법이라고 함)은 단지 몇 개의 시편으로부터 계면전단강도 (IFSS)와 계면파괴 mode 같은 풍부한 통계학상의 정보를 제공해 줄 수 있다. 위의 실험방법들은 각각 상호작용점이 있으며 상호보완적으로 이용될 수 있다.

SFC 시험은 단일 섬유의 계면주변만을 고려 하였으므로 이것은 실제 복합재료에서 섬유들 서로간의 계면 물성과 다소 상이할 수 있다. 따라서 복합재료 시편을 적은 수의 섬유들로서 좀더 실제적인 복합재료 모델을 제안 하였다 [4]. 이러한 복합재료는 multi-fiber composite (MFC)라 불리며, 균일한 섬유간의 거리를 유지하여 제조하였다 (이것을 'regular MFC'라 함). 이와 같은 regular MFC 시험은 섬유간의 간격에 따른 함수로서 섬유와 섬유의 상호작용에 의한 계면물성을 평가하는데 이용하였다. 섬유간의 간격을 변화시킨 시편은 gradual MFC라고 하였다. 섬유간 간격이 좁은 regular MFC에서는 섬유간 상호작용이 강하며, SFC에서는 섬유간의 상호작용이 없다. 따라서 gradual MFC에서는 SFC와 regular MFC 시험을 동시에 나타낼 수 있으며, 섬유간 간격 변화에 따른 과단 물성을 얻을 수 있다. 본 연구의 목적은 섬유간 거리를 달리한 gradual multi-fiber fragmentation 방법을 통해 섬유들 사이의 상호 효과에 의한 계면 물성에 대한 새로운 평가방법을 제안 하는 것이다.

실 험

재료

본 연구에 사용된 섬유는 sizing 처리하지 않은 직경 30.3 μm 인 E-glass 섬유를 이용하였다. 유리섬유의 강도는 단섬유 시편을 이용한 인장 시험에 의해서 측정되었다. Diglycidyl ether of bisphenol-A 계의 에폭시수지를 기지재료로 사용하였고, Poly-oxypropylene diamine이 경화제로 사용하였다. 에폭시 수지에 경화제의 혼합비율을 조절하여 시험에 적절한 인성을 가지도록 하였다.

방 법

Regular와 Gradual MFC시편 준비 Regular-, gradual MFC 시편은 아래와 같이 준비하였다.

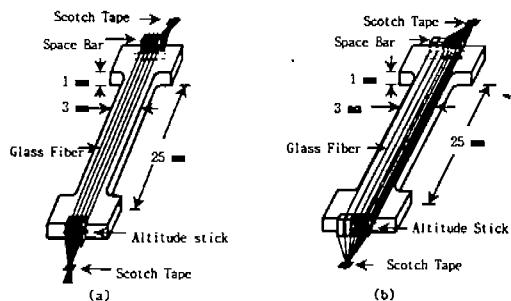


Fig.1 Schematic illustration showing the fiber arrangement and the inter-fiber separation in two-typed composites: (a) the regular multi-fiber composite; and (b) the gradual multi-fiber composite.

섬유간 분리를 위해 space bar를 사용하였으며, 섬유를 space bar 사이에 위치 시킨 후 Scotch type으로 고정하였다. gradual MFC에서 섬유간 거리 d_i 는 섬유직경의 비율에 맞게 점차적으로 증가하였다.

계면전단강도 (IFSS)의 측정 MFC의 IFSS는 다섬유 fragmentation 시험으로 특별히 제작된 인장 기구와

광학 현미경으로 각각의 섬유들에 발생하는 계면파괴를 관찰하였다. 섬유의 파단이 더 이상 일어나지 않을 때까지 인장을 서서히 가한 후, 파단된 섬유 길이를 측정하였다. 이때의 섬유파단 길이를 임계파단길이 (critical fragment length: l_c)하며 파단 과정은 편광 현미경으로 관찰하였다.

계면전단강도는 고전적인 Kelly-Tyson식에 통계적인 Weibull 분포를 도입한 아래의 Drzal식으로 구하였다.

$$\tau = \frac{\sigma_f}{2 \cdot \alpha} \cdot \Gamma \left[1 - \frac{1}{\beta} \right] \quad (1)$$

여기서 α 와 β 는 각각 aspect ratio에 대한 Weibull 분포 함수에서의 크기와 형상변수이고, Γ 는 Gamma 함수이다.

수백 μm 정도의 임계길이에서의 섬유 인장 강도 (σ_f)는 각각의 gauge length에서 얻은 데이터로부터 외삽하여 Weibull weakest link rule로 구하였다.

$$\sigma_f = \sigma_{f_0} \cdot \left(\frac{l_c}{l_0} \right)^{\frac{1}{m}} \quad (2)$$

여기서 σ_{f_0} 는 평균 임계 파단길이 (\bar{l}_c)와 가장 근사한 값을 갖는 gauge length (l_0)에서의 섬유의 강도이고, m 은 섬유 강도에 대한 Weibull 분포의 shape parameter이다.

결과

Regular 와 Gradual MFC에서 미세파괴 형태 Fig. 3은 편광상태에서 (a) regular와 (b) gradual MFC에서 파단 지점 주변의 기지에서 전단 응력의 복구율을 보여준다.

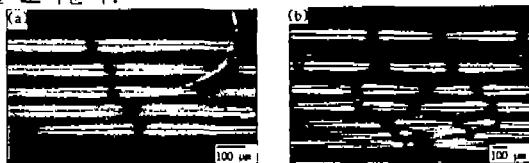


Fig. 3. Optical photographs of the fiber fractures in multi-fiber composites with a polarized-light: (a) the regular-; (b) the gradual-.

Fig. 3(a)에서는 모든 섬유들이 인접한 섬유의 동일 주변에서 일정하게 파단되었으며 뚜렷한 섬유 파괴 형태를 보여준다. 이것은 인접한 섬유들의 접종적인 파단에 의한 파괴 에너지 때문으로 고려된다. 파단 진행은 시험한 시편을 통하여 관찰되었다. 한편 Fig. 3(b)에서는 각각의 섬유의 파단지점은 불규칙적으로 관찰되었다. 인장을 서서히 가할 때, 초기상태의 파단은 섬유간 간격이 좁은 부분에서 파단이 발생한다. 이것은 특히 간격이 좁은 다섬유 기지

사이의 수축에 따른 영향때문이며, 섬유와 기지의 Poisson's 비의 차이로 인해 야기된다. 인접한 두 섬유 주변에서 두개의 기지의 크랙은 서로 겹치게 되며 cone형태의 크랙은 섬유 축의 수직방향으로 진행한다. 어떤 경우에 섬유가 파단된 후에, 다른 섬유에서 파단은 같은 섬유 축을 따라 발생하지 않으며 인접한 섬유의 약한 부분에서 발생한다. 변형이 점점 더 증가할수록 넓은 간격에서 섬유 파단이 생긴다. 최종 섬유파단 개수는 한 배의 좁은 간격보다 섬유간 간격이 넓은 부분에서 많다. 좁은 간격의 섬유파단은 차후의 기지 파괴 뿐만 아니라 섬유의 부러진 부분에서 응력 집중이 발생하기 때문에 인접한 섬유의 파단에서 야기되는 것을 고려해야 한다.

이렇게 좁게 분리된 부분에서 어떤 파단은 같은 섬유축을 따라 파단이 동반되지 않으며, 한편 간격이 넓은 부분에서 파단 지점은 응력 집중의 영향이 보다 적게 고려 되기 때문에 불규칙적이다. 이것은 위의 사실들로부터 섬유의 파단진행은 섬유간 간격의 정도에 의존한다고 말할 수 있다.

SFC와 Regular MFC의 형상비와 계면전단강도 SFC와 regular MFC의 계면물성은 fragmentation 방법을 이용하였다. Fig. 4(a)는 섬유간 간격 변화에 따른 3개와 5개 섬유들로 구성된 regular MFC에서의 평균 형상비와 계면전단강도를 보여주며, (b)는 SFC와 regular MFC의 심겨진 섬유의 개수에 의한 영향을 보여준다.

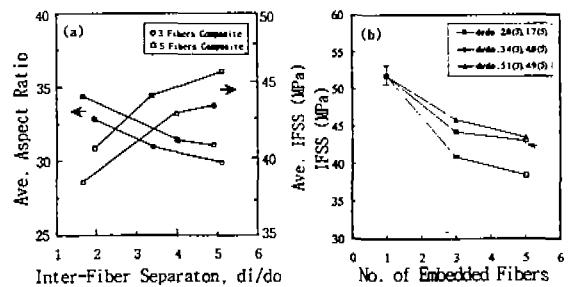


Fig. 4. (a) Effect of the inter-fiber separation on the average aspect ratio and IFSS in the regular multi-fiber composites. (b) IFSS as a function of the number of embedded fibers in the single-fiber and the regular multi-fiber composites.

섬유간 간격이 증가할수록 평균파단길이와 평균 형상비는 감소하며 계면전단강도는 증가하였다. 한편 좁게 분리된 시편에서 섬유의 파단에 의한 응력 집중은 인접한 섬유들 보다 접종적인 파단에 의한 영향을 받을 수 있으며, 시편에서 크랙 전파가 쉽게 발생하여 좁게 분리된 부분에서 파단길이는 점점 더 증가된다. Fig. 4(b)에서는 심겨진 섬유의 수가 많을수록 계면전단강도는 낮아진다. 그 이유는 MFC에

서 크랙 전파에 의한 다섬유 파단 현상으로 인한 시편의 최종적으로 파단되기 때문으로 생간된다. 한편, SFC에서는 regular MFC의 계면전단강도와 비교할 때 상당히 높은 계면전단강도를 보여주었다. 이것은 다섬유의 파단이 없기 때문에 시편의 파괴가 일어날 때 까지 좀 더 높은 연신율로 잡아 들일 수 있기 때문이며, 또한 인접한 섬유방향으로 응력 분산이 없기 때문으로 고려된다.

위의 이유로, SFC 시편은 모든 fragmentation 복합재료 시편에서 계면전단강도는 높은 값을 가지며 형상비는 가장 낮은 값을 가지는 것을 볼 수 있었다. 이와 같이 섬유상 복합재료에서 계면물성을 결정하는데 섬유간의 간격에 의한 작용이 중요하다는 것을 알 수가 있었다.

Gradual MFC의 형상비와 계면전단강도 Fig. 5은 d_o/d_i 에 의한 계면전단강도와 형상비의 관계를 보여준다. d_o/d_i 는 d_i/d_o 의 역수를 치한 값이므로 이 값이 증가하면 섬유간의 간격은 감소한다. 즉 d_o/d_i 가 증가하면 섬유간 간격은 감소하며, 6 %와 12 %의 연신율에서 형상비는 처음에는 증가하지만 각각 40과 45 정도에서 포화되었다. 계면전단강도는 6 %와 12 %에서 처음에는 감소하지만 각각 약 27.5 MPa와 32.5 MPa에서 균접함을 보여주었다.

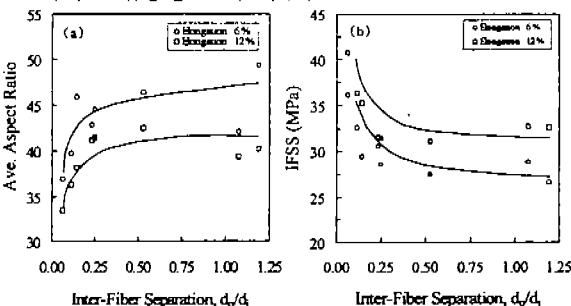


Fig. 5. (a) Average aspect ratio and (b) IFSS as a function of the reciprocal of the inter-fiber separation at 6 % and 12 % elongation.

위의 결과로부터, SFC에서 형상비는 하한범위를 나타내고 계면전단강도는 상한범위를 나타내었으며, gradual MFC에서는 형상비가 상한범위를 가지며 계면전단강도는 하한범위를 가지는 반대의 값을 구할 수 있었다. 만약 형상비가 상한범위 또는 계면전단강도가 하한범위에서 반대의 범위로 가까이 접근한다면 이 복합재료의 강화 효과는 높게 될 것이다. 왜냐하면 SFC에서 주어진 것과 같이 섬유의 상호작용이 없는 상태에서 계면물성은 최대의 값을 가지기 때문이다.

한편, 복합재료에서 응력집중효과는 확실히 존재하며 섬유들 사이의 상호작용을 포함한 평가 방법을

개발해야 한다. 이러한 관점에서 gradual MFC시편은 섬유상 복합재료에서 새로운 평가방법으로 고려될 수 있을 것이다. 더불어 섬유의 수와 계면간격 정도 등을 다양하게 변화시켜서 gradual MFC시편의 보다 최적 구성을 좀 더 조사한다면 보다 정확한 평가가 될 것이다.

고찰

섬유에서 응력분포의 차이를 가져오는 것은 무엇인가에 대해서 이 절에서는 파단된 섬유의 주변에서 생기는 응력분포를 탄성-소성 유한 요소법을 이용하여 기세역학적 관점에서 고찰하였다.

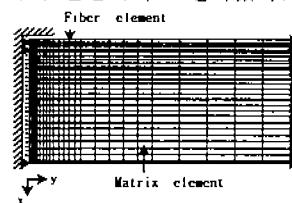


Fig. 6. Finite element (This is an example in the case that support is removed at the second-arrayed fiber from the left.)

분석방법 Fig. 6는 현재 연구중인 gradual MFC시편의 유한요소 mesh를 보여주고 있다. FE mesh는 평면응력 상태하에서 2-절점 선 요소(섬유 요소)와 4-절점의 등위변수 요소(기지 요소)로 구성되어있다. 섬유 요소는 기지 요소의 y-축을 따라 2개의 절점안에 들어가 있다.[5] 미세역학적 유한 요소분석에서 탄성-소성 재료에 심겨진 짧은 섬유는 섬유 방향의 수직 응력을 제외한 나머지 요소는 무시하였다. 기지 요소는 소성강화규칙의 n승을 따르는 탄성-소성적 물체로 가정하였다. 기지 요소부분을 단순하게 하기 위해서 기지자체의 파단은 없는 것으로 가정하였다. 따라서, 다섬유 파단 지점 주변의 응력집중상태는 실제 상태와 비교하면 어느정도 과소평가 될 수 있을 것이다. 그러나, 본 유한요소법의 주요목적은 섬유간 간격을 점차적으로 변화시킨 상태에서 섬유의 상대적 응력 분포를 이해하는 것이다. 본 연구에 사용된 재료상수는 Table 1에 나타내었다.

Table 1. Materials constants used in the FE analysis

Material Constants	Values
Elastic modulus of fiber	76.0 GPa
Fiber diameter	30.3 μm
Elastic modulus of matrix	1.76 GPa
Poisson's ratio of matrix	0.380
Tensile yield stress of matrix	17.9 MPa
Strain-hardening exponent of matrix	0.104
Plastic coefficient of matrix	28.8 MPa
Thickness of matrix element	0.2 mm

여기서 평가방법은 먼저 각각의 끝에서 y축방향을 따라 변이의 증가는 경계조건에 따라 인장방향에 반복적으로 적용되었다. 만약 국소좌표에서 섬유의 응력이 그것의 강도에 도달한다면 섬유는 파단될 것이다. 이것은 섬유의 파단이 좌우대칭의 응력분포로부터 섬유의 중앙에서 발생하는 것을 의미한다. 여기에 사용된 섬유강도는 980 MPa로 설정하였으며, 그것은 Weibull분포의 평균값으로부터 결정하였다.

분석결과 Fig.7.은 FEM 분석에서 얻어진 응력분석 결과를 보여준다. 모든 응력값은 무차원화를 나타내었다.

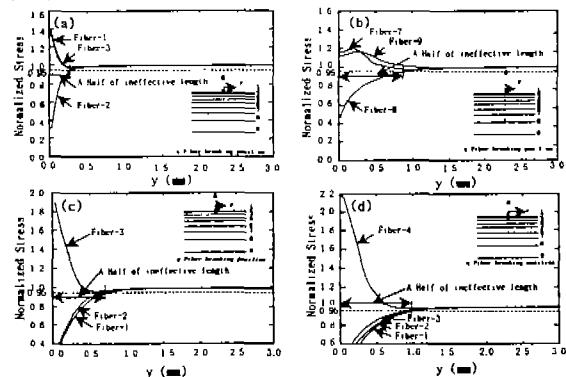


Fig. 7. Fiber stress distributions around fiber breakage(s): (a) Fiber-2 broken (b) Fiber-8 broken (c) Fiber-1 and -2 broken (d) Fiber-1, -2 and -3 broken

Fig.7(a)는 2번 섬유의 파단후에 1번과 3번의 섬유에서 축방향 응력의 재분하는 것을 보여준다. 2번 째 섬유에서 응력은 부러진 지점에서 즉시 떨어진후 다시 회복하였다. 섬유응력이 $\phi\sigma_{app}$ 보다 더 작은 거리는 복합재료를 인장하는데 덜 효과적으로 고려된다. (여기서 σ_{app} 은 멀리 떨어진 지점에서 작용하는 섬유응력이며, ϕ 는 이 연구에서 0.95로 정의하였다.) 이 길이를 비효과적 길이라고 하며, 섬유상 복합재료에 대해서 강도 효과를 가르키는 변수로 계산되었다. Fragmentation방법에서 파단 길이는 비효과적 길이에 사실상 관계하기 때문에 형상비는 이 길이와 일치한다. Fig. 7(b)에서 비효과적인 길이는 (a)보다 더 길다. 다시 말해서 섬유간 간격이 넓은 것에는 더 큰 비효과적 길이를 발생시킨다. 이것은 실험치와 일치하지 않지만 부러진 섬유의 응력집중은 역시 섬유간 간격에 의존하는 것을 의미한다. 그림에서 보여주는 바와 같이 응력집중은 섬유사이의 간격이 작을 때 증가하였다. 그 결과로 부러진 섬유에 인접한 섬유는 간격이 더 큰 섬유들 보다 더 쉽게 부러졌다. 이 때문에 Fig. 3(b)에서와 같이 보여지는 것과 같이 섬유 파단 지점에 존재하는 응력집중의 근원이 형성되었다.

Fig. 7(c)와 (d)는 2번과 3번 섬유의 파단이 복합재료에서 섬유응력분포에 미치는 영향을 보여준다. 이 결과는 섬유들의 파단된 수가 증가할수록 파단 집단은 응력집중정도 뿐만아니라 각각의 부러진 섬유에서 비효과적 길이가 증가한다는 것을 보여준다. 3번 섬유의 파단에서 비효과적 길이는 Fig.7 (b)에서 간격이 넓은 부분에서 파단된 섬유의 경우 보다 상당히 더 크다. 만약에 섬유파단그룹이 더 크지면 비효과적 길이 역시 증가한다. 그러므로, 연속적인 다섬유파단의 형성은 섬유간 간격이 좁은 섬유들에 대한 형상비를 증가시키는 결과를 가져온다는 것으로 생각된다. 이와 반대로 간격이 넓은 경우에는 섬유들이 단섬유 시험에서와 비슷한 행동을 함으로 큰 응력분포를 가져오지 못함을 보여 주었다.

결론

Fragmentation 방법을 사용한 gradual MFC는 섬유간 간격을 점차적으로 변화시켜서 섬유상 복합재료의 계면불성을 조사하기 위한 방법으로 진행되었다. 섬유간 간격이 증가할 수록 파단에 따른 개수와 형상비는 감소하며 계면전단강도는 증가하였다. 섬유간 간격을 역수로 치환하여 위의 것과 연관시키면 형상비와 계면전단강도 모두는 섬유간 거리가 좁은 곳에서 포화되었다. 이것은 gradual MFC에서 형상비는 상한범위 그리고 계면전단강도는 하한범위를 갖는 것을 알수 있었다. 그러나 SFC에서는 이와 상호 반대되는 결과를 나타내었다. 여기에 사용된 fragmentation 방법은 복합재료 평가에 새로운 방법이 될 것이며, 두 범위사이의 차이를 감소시키는 것이 복합재료 강화시키는데 효과적일 것이다. 또한 탄성-소성 유한 분석법으로 섬유의 파단 주변의 응력분포를 평가하는 방법을 수행한 결과, 연속적인 다섬유파단이 형성되면 좁은간격에서 파단된 섬유의 형상비와 파단길이가 증가하는 것을 보여주었다.

참고문헌

1. J. M. Park, S. I. Lee, D. W. Shin, and D. J. Yoon, *Polymer Composites*, 20(1), 19(1999).
2. J. M. Park, W. G. Shin, and D. J. Yoon, *Compos. Sci. Technol.*, 59(1), 355(1999).
3. J. M. Park, E. M. Chong, D. J. Yoon, and J. H. Lee, *Polymer Composites*, 19(6), 747 (1998).
4. Li, Z. F., Grubb, D. T. and Phoenix, L., *Compos. Sci. Technol.*, 54, 251 (1995).
5. Goda, K., Hamada, J. and Fukunaga, H., *JSME Int. J.*, 38A, 616 (1995).