

온도변화에 따른 열가소성 복합재료 유리섬유/폴리에틸렌의 인장파괴거동

고성위* · 최영근*
부경대학교

Temperature Effect on Tensile Fracture Behavior of Thermoplastic Glass Fiber/Polyethylene Composites

S. W. KOH and Y. K. CHOI
Pukyong National University

KEY WORDS:

Tensile test(인장시험), Fracture Behavior(파괴거동), Tensile Strength(인장강도), Fracture strength(파단강도), Fracture mechanisms(파괴기구), SEM(주사현미경)

ABSTRACT:

Thermosetting matrix composites have disadvantages in terms of moulding time, repairability and manufacturing cost. Thus the high-performance thermoplastic composites to eliminate such disadvantages have been developed so far. As a result of environmental and economical concerns, there is a growing interest in the use of thermoplastic composites. However, since their mechanical properties are very sensitive to the environment such as moisture, temperature etc., those behaviors need to be studied. Particularly the temperature is a very important factor influencing the mechanical behavior of thermoplastic composites. The effect of temperature have not yet been fully quantified. Since engineering applications of reinforced composites necessitate their fracture mechanics characterization, work is in progress to investigate the fracture and related failure behavior. An approach which predicts the tensile strength was performed in the tensile test.

The main goal of this work is to study the effect of temperature on the result of tensile test with respect to GF/PE composite. The tensile strength and failure mechanisms of GF/PE composites were investigated in the temperature range 60°C to -50°C. The tensile strength increased as the fiber volume fraction ratio increased. The tensile strength showed the maximum at -50°C, and it tended to decrease as the temperature increased from -50°C. The major failure mechanisms was classified into the fiber matrix debonding, the fiber pull-out, the delamination and the matrix deformation.

1. 서 론

복합재료는 2개 이상의 물리적으로 다른 구성요소가 그 자체의 원래 구조와 특성을 유지한 채 결합하여 만들어진 재료이다. 넓은 의미로는 이러한 정의가 자연적인 복합재료인 나무나 뼈 등과 인공적인 복합재료인 강화 콘크리트, 유리섬유, 종이류 등 다양한 종류의 재료에 대해서 적용될 수 있지만 현대적인 의미의 복합재료는 일반적으로 섬유강화 플라스틱(fiber reinforced plastics : FRP)을 말한다¹⁾.

섬유강화 플라스틱은 경량이기 때문에 과거에는 단지 구조물의 무게를 경감하기 위해 부속품으로 사용되었으나 고강도와 고강성의 성질을 가지는 열경화성 복합재료가 사용되기 시작한 이후에 구조물의 주하중을 받는 주부품으로 사용되기 시작하였다. 그러나 최근 10년동안 열경화성 복합재료에 비해 성형시간이 짧고²⁾, 저가이며, 재활용과 수리 또한 유리한 이점이 있는 폴리에틸렌(PE)과 폴리프로필렌(PP) 수지를 이용하여 성형한 열가소성 복합재료가 열경화성 복합재료를 대신하여 점진적으로 대체되고 있다. 열가소성 복합재료는 열경화성 복합재료보다 인성의 잇점을 가지고 있지만 환경적 요인에 대해 민감한 단점이 있으므로 실제구조물에 사용시 온도와 압력 그리고 기후의 환경적 요인에서 그들의 성능을 유지하기 위한 좋은 내구성과 기계적 특성이 요구된다³⁾. 그러므로 열가소성 복합재료가 실제 구조물에 주하중을 받는

† 부경대학교

E-mail : swkoh@pknu.ac.kr

TEL : (051)620-1579 FAX : (051)620-1574

* 부경대학교 대학원

기본 구조물로서 사용이 될 때 이들 요인들의 영향으로 인한 강도저하나 파괴거동에 대한 예측은 필수적이며 이러한 예측을 하기 위한 기초자료의 축적으로서 인장시험이 필요하다.

Matthews 등⁴⁾은 HDPE(high density polyethylene)와 LDPE(low density polyethylene)의 인장시험을 통해 기계적인 이완과 인장변형을 규명하였으며, Gan 등⁵⁾은 PTFE복합재료에 입자를 함입시켜 개선된 인장강도에 대해 보고하였고, Koh 등⁶⁾은 실온~80℃에서 GF/PP복합재료의 인장파괴 거동을 고찰하였다. Yang 등⁷⁾은 TiC입자로 강화된 718 알루미늄복합재료의 인장강도의 개선에 대해 연구하였으며, Asp⁸⁾는 수분과 온도의 영향에 대한 CF/epoxy의 층간 파괴인성에 대해 연구하였다. Alessandro와 Ricco⁹⁾는 PP에 유리단섬유로 강화된 복합재료의 섬유함유량이 증가하면 피로크랙에 대한 저항이 증가한다고 하였으며, Diello 등³⁾은 PP-nikel-coated 니켈로 코팅한 탄소섬유와 PP수지를 사출하여 만든 복합재료의 인장실험을 통해 인장특성과 다양한 온도조건과 변형도의 영향에 대해 연구하였다. Synder 등¹⁰⁾은 PP의 인장시험편에 single-edge-notch를 주어 다양한 온도조건하에서 인장시험을 하여 노치와 온도변화가 인장특성에 미치는 영향에 대해 보고하였으며, Takashi¹¹⁾는 PP에서의 점 탄-소성거동과 응력이완을 인장과 사이클릭 하중상태 하에서 연구하였다. Asp 등¹²⁾은 인장시험을 통해 GF/PP의 파괴개시 시점의 예측에 대해 보고하였으며, Miwa와 Horiba¹³⁾는 에폭시에 유리단섬유와 탄소단섬유로 강화된 복합재료의 인장 변형률이 증가할 때 인장강도가 증가하며 온도의 변화에 영향을 받는다고 하였다. Nagae와 Otsuka¹⁴⁾는 물속에서 유리섬유강화복합재료의 부식에 대한 부식방지재의 영향에 대해 연구를 하였으며, Choi와 Takahashi¹⁵⁾은 고강도 열가소성수지에 유리단섬유로 강화된 복합재료의 온도의 영향에 대해 조사하였다. David¹⁶⁾는 인장, 압축 그리고 굽힘시험을 통해 파단된 열가소성복합재료의 파단을 파단면사진으로 파괴특성을 해석하였다. 이상의 연구결과들을 종합하여 보편 인장강도에 영향을 미치는 인자에 대한 다양한 연구결과가 있으나 섬유함유율과 온도에 따른 인장파괴거동에 대한 고찰은 아직 희박한 실정이다.

따라서 이 연구에서는 열가소성 복합재료의 기계적 특성과 파괴거동에 관한 종합적인 연구의 일환으로 섬유함유율이 10%인 GF/PE 복합재료를 -50℃에서 60℃사이의 온도범위에서 인장시험을 통하여 인장파괴 거동을 고찰하고 각각의 온도범위에서의 파단면을 SEM사진을 통해 비교 검토하였다.

2. 재료 및 실험방법

실험에 사용한 복합재료의 매트릭스는 PE수지, 강화섬유로는 유리단섬유(2~4mm)를 사용하였으며 용융된 PE수지에 유리섬유를 혼합하여 인 라인 스크류(in-line screw)식의 사출기를 사용하여 3mm의 두께로 성형하였다. 성형조건은 스크류속도 60rpm, 1차 사출속도 1200kg/cm², 그리고 2차 사출

속도 900kg/cm²으로 사출 성형하였으며 성형시 수지에 대한 섬유함유의 체적비는 10%로 성형한 국산 단섬유 국산 단섬유 GF/PE복합재료(H사)를 사용하였다. GF/PE 복합재료의 각종 성질은 Table 1과 같다. 인장시험은 최대하중 1tonf 그리고 최대변위 1100mm인 만능시험기(SHIMADZUE AGS-1000G)를 이용하여 1.0mm/min의 인장속도로 실험을 행하였다.

인장 시험편은 Fig.1과 같이 시험편 폭 10mm, 시험편 길이 120mm 그리고 표점거리 45mm가 되도록 원재료에서 다이아몬드 커터를 이용하여 절단하였고 절단면을 연마제를 이용하여 표면을 가공하였다.

Table 1 Properties of GF/PE composites

volume fraction (%)	10
density(g/cm ³)	1.01
co. of thermal expansion(%)	0.7~3.5
molding temp.(℃)	150~180
elongation(%)	3
bending modulus (kgf/cm ²)	22000

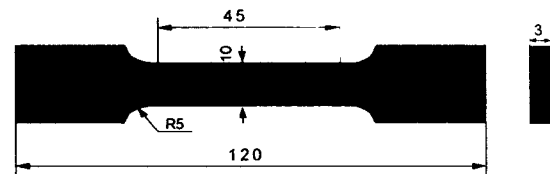


Fig. 1. Specimen geometries for tensile test (unit : mm).

Fig. 2는 온도조절을 위한 실험장치의 개략도로서 만능인장시험기에 챔버를 부착하여 시험편의 온도를 조절한 후 인장시험을 행하였다. 챔버는 고온과 저온의 환경조건을 위해 스테인리스와 강화유리로 이루어지고 벽면을 단열처리 하였으며 챔버내부의 온도는 -50℃에서 실온(room temperature : R.T.), 실온에서 60℃사이의 범위에서 변화시켰다. 고온의 실험시에는 챔버내부에 가열코일(heating coil)을 설치하여 내부의 공기를 가열하였으며 챔버내부의 온도분포가 고르게 하기 위하여 팬을 이용하여 챔버안의 공기를 대류시켰다. 그리고 저온의 실험시에는 외부에 특수제작된 액체질소통을 부착하여 액체질소량을 조절하여 챔버안의 공기를 냉각시켰다. 온도가 저하되면 고온에서처럼 팬을 사용하는 것이 불가능하므로 액체질소가 챔버안에서 고르게 분포할 수 있도록 분사

노즐을 가공하여 챔버안에서 냉각된 공기가 순환하도록 하였으며, 챔버안의 내부온도는 열전대(thermocouple)로 감지하여 온도제어기로 필요한 설정온도를 $\pm 1^\circ\text{C}$ 이내에서 유지시켰다. 챔버의 내부가 설정온도에 도달하면 시험편의 내부도 표면과 동일한 온도가 되도록 10분 이상 유지한 후 만능시험기를 이용하여 1.0mm/min의 크로스헤드 속도로 인장시험을 행하였으며 각각의 온도조건에서 최소한 3개 이상의 시험편을 사용하여 실험을 행하였다. 인장시험 후 파단면의 미소파괴를 관찰하기 위하여 파면을 주사현미경(scanning electron microscope: SEM)을 이용하여 관찰하였다.

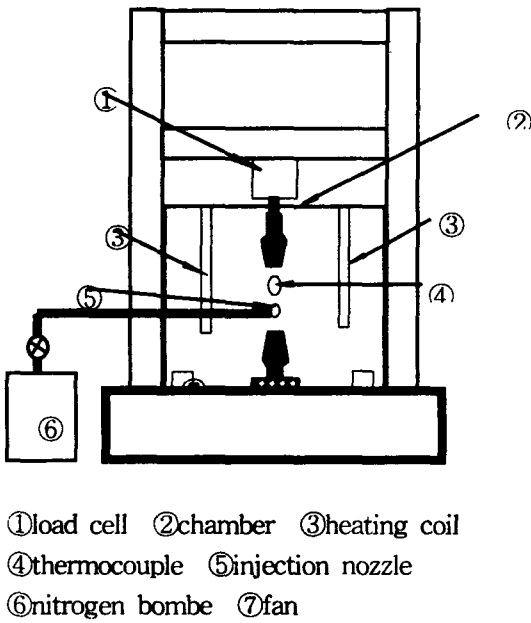


Fig. 2. Schematic diagram of experimental apparatus.

3. 결과 및 고찰

Fig. 3은 GF/PE 복합재료를 온도의 변화에 대하여 인장시험한 하중점 변위 선도를 나타낸 것으로 실선, 점선, 일점쇄선, 파선은 각각 60°C , 실온, -15°C , -50°C 를 나타내고 있다. 실온과 -15°C 그리고 -50°C 의 경우에는 탄소강에서 전형적으로 보여지는 상향복점과 하향복점이 나타나지 않고 최대응력에 도달하였다가 파단되는 양상을 보이고 있다. 이것은 온도가 낮아지면 PE수지의 연성이 감소하여 취성의 성질이 증가하였기 때문이라 생각된다. 그리고 최대하중에 도달하는 각각의 기울기는 -50°C 인 경우가 가장 크고 실온의 경우가 가장 낮게 나타났다. 또한 비례한도를 넘은 후에 변형이 많이 되고 있어 연성의 성질이 있음을 알 수 있다. 그리고 파단 될 때까지의 변위량은 -15°C 의 경우가 가장 큰 것을 알 수 있는데 이것은 PE수지의 유리전이온도가 고온에서는 120°C , 저온에서는 $-10\sim-20^\circ\text{C}$ 이므로 -15°C 인 경우에 PE수지

가 유리전이온도의 영향으로 인해 실온과 -50°C 의 변위량보다 큰 것으로 판단된다. 60°C 의 경우에는 다른 온도조건인 경우에는 다르게 최대하중에 도달한 후 하중이 급격히 감소한 후 서서히 감소하다가 파단되는 양상을 보이고 있으며 다른 온도조건하에서의 하중점 변위곡선보다 증가된 변위량을 보이고 있다. 이것은 GF/PE 복합재료의 매트릭스로 사용한 PE수지는 온도가 증가하면 연성이 증가하는 열가소성 수지의 특성을 가지고 있으므로 온도조건을 실온에서 60°C 로 변화시켰을 때 PE수지의 연성의 증가로 인해 강화재로 사용한 유리탄섬유가 강화재의 역할을 하지 못하고 PE수지의 특성에 지배되기 때문이라 판단된다.

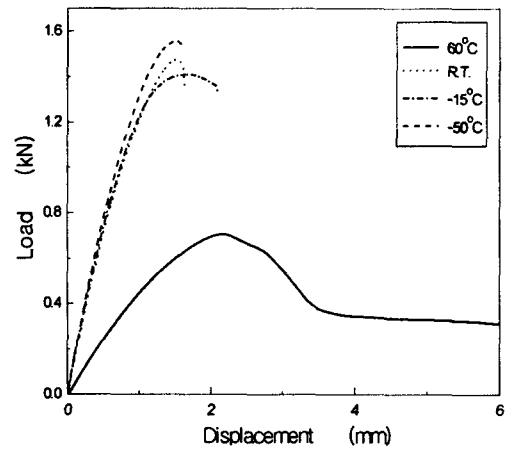


Fig. 3. Load-displacement curves at various temperature.

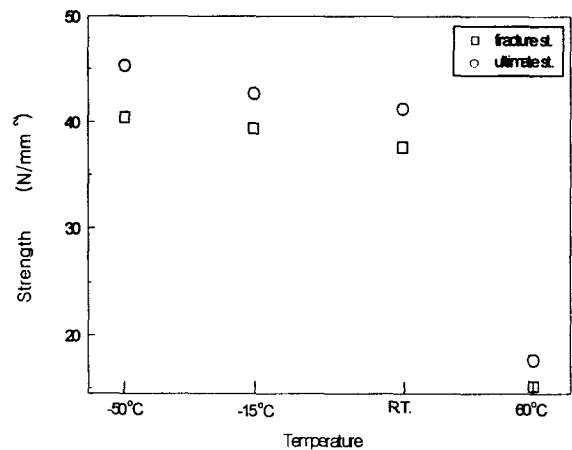


Fig. 4. Ultimate strength and fracture strength for various temperature.

Fig. 4는 온도의 변화에 대한 최대 인장강도(ultimate strength)와 파단강도(fracture strength)를 나타낸 것이다. ○는 최대 인장강도, □는 파단하중에서의 파강도를 나타내고 있다. 그림에서 알 수 있듯이 최대 인장강도는 -50℃인 경우가 가장 높게 나타나고 -15, 실온 그리고 60℃의 순으로 낮게 나타났다. 파단강도는 -50℃, -15℃, 실온, 60℃로 변화함에 따라 40.4, 39.3, 37.6, 15.2N/mm²으로 나타났다. 60℃인 경우의 최대인장강도와 파단강도가 가장 낮게 나타난 것은 Fig. 3에서 알 수 있듯이 유리단섬유를 지배하는 PE수지의 고온특성 때문이라 판단된다. 그리고 실험온도가 낮아질수록 최대인장강도와 파단강도가 증가하는 경향은 Fig. 3에서 고찰한 바와 같이 유리단섬유의 강도와 취성이 증가한 PE수지에 지배를 받기 때문이라 판단된다.

4. 파면해석

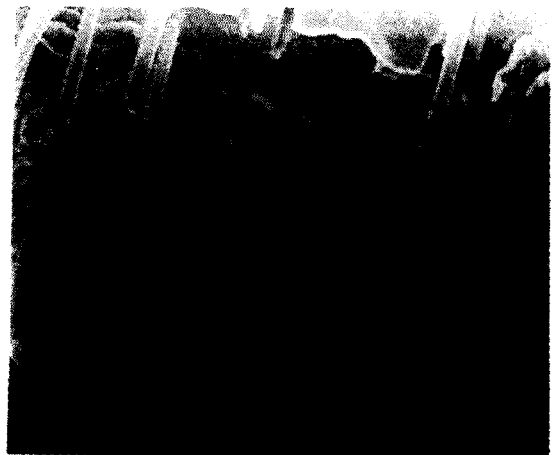
Photo 1은 GF/PE 복합재료의 온도의 변화에 대한 파면해석을 위하여 각각의 실험온도에서 SEM 사진촬영한 사진을 나타낸 것이다. (a)는 60℃, (b)는 실온, (c)는 -15℃ 그리고 (d)는 -50℃에서의 파단면을 나타내고 있다. 사진 (a)에서 알 수 있듯이 60℃의 파단 양상은 섬유와 수지간의 풀아웃(pull out)과 디본딩(debonding)이 거의 나타나지 않고, 수지와 섬유가 혼합되어 섬유의 배열상태도 불규칙하게 배열된 양상을 보이고 있다. 사진(b)를 살펴보면 실온에서의 파단면의 수지 형태는 표면이 매끈하며, 섬유와 수지사이의 풀아웃과 디본딩이 주로 일어나고 섬유의 표면에 남아있는 수지의 양도 거의 없고 섬유표면도 매끄러운 파괴양상을 보이고 있다. 사진(c)는 사진(b)보다 수지의 파단된 면이 매끄럽지 않고 불규칙하게 파단된 양상을 보이고 있으며, 사진(b)와 유사하게 섬유와 수지간의 풀아웃과 디본딩이 발생하고 있으나 풀아웃된 섬유의 길이가 사진(b)보다 길게 나타나고 있다. 사진(d)는 사진(c)보다 수지의 표면의 불규칙성과 풀아웃된 섬유의 길이도 증가된 것을 보여주고 있다. Schultz와 Friedrich¹⁷⁾는 GF/



(a)60℃.



(b)R.T.



(c) -15℃



(d) -50℃

Photo 1. SEM photographs of tensile fracture surfaces for 10% fiber fraction at various temperature.

PE 복합재료는 저온과 고변형률에서는 매트릭스가 취성 파괴되고 섬유가 풀아웃되는 현상을 보이며 실온에서 보다 기계적 특성이 좋아진다고 보고하였다. 이 연구에서 인장실험에 사용한 GF/PE 복합재료도 이들의 결과와 유사한 경향을 보이고 있다.

섬유와 수지 사이의 풀아웃된 길이를 정확하게 측정할 수 있다면 풀아웃과 온도와의 상관관계를 규명할 수 있으리라 생각되지만 현재는 실험의 제약상 추후의 과제로 남겨두고 상세한 연구가 요망된다.

따라서 온도변화에 대한 인장파괴거동은 섬유와 수지사이의 디본딩, 풀아웃, 섬유배열 상태와 매트릭스의 변형이 모두 혼합되어 나타나는 복합적인 파괴양상이라 할 수 있다.

5. 결 론

이 연구의 결과를 요약하면 다음과 같다.

- 1)GF/PE 복합재료의 인장시험시 변위량은 60℃의 경우가 가장 크고, -15℃의 경우가 -50℃의 경우보다 크게 나타났다. 이것은 유리전이온도의 영향이라 할 수 있다.
- 2)온도변 GF/PE 복합재료의 온도의 변화에 따른 인장강도는 -50℃에서의 결과가 가장 높게 나타나고 -15, 실온 그리고 60℃의 순으로 낮게 나타났다.
- 3)GF/PE 복합재료의 파괴기구는 온도의 변화에 따라 매트릭스의 변형이 나타났으며 섬유의 풀아웃, 섬유와 매트릭스 사이의 디본딩을 관찰할 수 있었으며, 이와 같은 파괴기구가 종합적으로 상호작용한다고 생각된다.

참고문헌

- 1)Stuart, M. Lee(1989) : Reference Book for Composites Technology, Technomic Publishing Company, pp. 1~ 16.
- 2)Yue, C.Y. and Cheung, W.L.(1993) : Some Observations on The Role of Transcrystalline Interphase on The Interfacial Strength of Thermoplastic Composites, J. Mat. Sci., 12, pp.1092~1094.
- 3)Diello, V., Martuscelli, E, Ragosta, G. and Zihlif, A.(1990) : Tensile Properties and Fracture Behaviour of Polypropylene-nikel-coated Carbon- fibre Composites, J. Mat. Sci., 25, pp. 706~712.
- 4)Matthews, R. G., Ward, I. M. and Capaccio, G.(1999) : The Relationship Between the Dynamic Mechanical Relaxations and the Tensile Deformation Behaviour of Polyethylene, J. Mat. Sci., 34, pp.2781~2787.

- 5)Gan, Y. X., Chu, F., Aglan, H., Faughanan, P. and Bryan, C.(2001) : Overloading Failure Analysis of Particulate and Short Fiber Filled PTFE Composites, J. Mat. Sci., 10, pp.581~584.

- 6)Koh, S.W., Um, Y.S., Heo, K.W., Kim, A.K. and Kim, H.J.(2001) : Effect of Temperature on Tensile Fracture Behavior of Glass Fiber Polypropylene Composites, Bull. Korean Fish. Tech., 37(3), pp.240~245.

- 7)Yang, J. M., Smith, C. and Davis, K.(2000) : Tensile and Stress Rupture Behaviour of a TiC Particulate-Reinforced Superalloy 718 Composite, J. Mat. Sci., 19, pp.2175~2177.

- 8)Asp, L. E.(1997) : The Effects of Moisture and Temperature on the Interlaminar Delamination Toughness of a Carbon/epoxy Composite, Com. Sci. and Tech., 35, pp.967~1062.

- 9)Alessandro Pegoretti and Ricco, Theonis (1999) : Fatigue Crack Propagation in Polypropylene Reinforced with Short Glass Fiber, Com. Sci. and Tech., 59, pp.1055~1062.

- 10)Synder, J., Hiltner, A. and Baer, E.(1992) : Analysis of the Wedge-Shaped Damage Zone in Edge-Notched Polypropylene, J. Mat. Sci., 27, pp.1969~1977.

- 11)Takashi, Ariyama(1993) : Cyclic Deformation Behaviour and Morphology of Polypropylene, J. Mat. Sci., 28, pp.3845~3850.

- 12)Asp, L. E., Sjogren, B. A. and Berglund, L. A.(1997) : Prediction of Failure Initiation in Polypropylene with Glass Beads, Polymer Comp., 18(1), pp.9~15.

- 13)Miwa, M. and Horiba, N.(1993) : Strain Rate and Temperature Dependence of Tensile Strength for Carbon/glass Fibre Hybrid Composites, J. Mat. Sci., 28, pp.6741~6747.

- 14)Nagae, S. and Otsuka, Y.(1996) : Effect of sizing Agent on Corrosion of Glass Fiber Reinforced Plastics (GFRP) in Water, J. Mat. Sci., 15, pp.83~85.

- 15)Choi, N. S. and Takahashi, K.(1996) : Toughness and Microscopic Fracture Mechanisms of Unfilled and Short-Glass-Fibre-Filled Poly(cyano arylether), J. Mat. Sci., 31, pp.731~740.

- 16)David, P.(1988) : Fractography of Fibre-Reinforced Thermoplastics, Part 3. Tensile, Compressive and Flexural Failures, Composites, 19(5), pp. 358~366.

- 17)Schultz, J. M. and Friedrich, K.(1984) : Effect of Temperature and Strain Rate on the Strength of a PET/glass Fibre Composite, J. Mat. Sci., 19, pp.2246~2258.