

〈論 文〉

## 섬유-Matrix의 계면전단강도에 관한 통계적고찰

문창권\* · 남기우\* · 엄윤성\*

(1991년 7월 18일 접수)

### Statistical Analysis of Interfacial Shear Strength on Fiber-Matrix

C.K.Moon, K.W.Nam and Y.S.Um

**Key Words :** SUS316 Fiber(스텐레스 섬유), Carbon Fiber(탄소섬유), Matrix Resin(매트릭스 수지), Tensile Strength(인장강도), Shear Strength(전단강도), Weibull Distribution(웨이블분포)

#### Abstract

The effect of fiber diameter and gauge length on pull-out test for the interfacial properties in fiber reinforced resin composites have been investigated and these results have been arranged as statistical analysis. The fiber and matrix resins used for this study were stainless steel fiber (SUS316) and carbon fiber (high strength type), epoxy and high density polyethylene resin. From this study, it has been found that shear strength are constant regardless of gauge length of pull-out test and coefficient of variation depend on fiber diameter. In addition, it has been found that the interfacial shear strength decreased with the increasing fiber diameter, and in all case, Weibull parameter(m) has approximately 1.2/C.O.V.

#### 1. 서 론

복합재료는 이종재료를 분산상 재료와 matrix상 재료로서 조합하여, 그것들을 복합·성형하므로써 각각의 재료로서 가질 수 없었던 특성을 얻으므로 개발된 것이다. 복합재료의 시초는 1940년대 불포화폴리에스테르수지에 유리섬유를 혼입한 섬유강화플라스틱(FRP : fiber reinforced plastic)이고, FRP를 중심으로 복합재료는 약 50년의 역사를 가진다. 복합재료는 경량, 고강성, 고강도의 특성을 가지고, 내식성, 성형성에 뛰어나 항공기용 구조재로서 본격적 채용도 서서히 전개되고 있으며 응용분야가 급속하게 확대되어 가고 있는 실정이다.

이와 같은 면에서 강도개선에 관한 연구는 많은

연구자들에 의하여 활발하게 실시되고 있는 실정이며<sup>(1~7)</sup>, 저자들도 탄소섬유와 열가소성수지와와의 계면전단강도에 미치는 섬유표면처리효과를 검토한 바 있다<sup>(8,9)</sup>. 그러나, 여러가지 재료에 대한 여러가지 조건하에서의 강도에 대한 통계적성질을 조사하여, 공통적성질을 알아내는 것이 바람직하다. 재료의 통계적성질에 관한 종래의 실험은 거의 금속재료에 대한 것이고, 복합재료에 관한 것도 성형품에 관한 것이 일부<sup>(10~12)</sup> 실시되고 있는 실정이다. 그런데, 복합재료의 개발에 있어서 가장 기본적으로 할 수 있는 단섬유와 matrix와의 계면강도를 체계적으로 연구하고<sup>(8,9)</sup>, 통계적으로 정리한 것은 볼 수 없는 것 같다.

그래서, 본 연구에서는 SUS316 strand, SUS316 단섬유 및 탄소단섬유를 사용하여, 인장시험과 pull-out시험<sup>(13)</sup>을 실시하여 인장강도 및 계면강도의 통계적성질에 대하여 조사하였다.

\*정회원, 부산수산대학교 재료공학과

2. 시험편 및 실험방법

본 연구에 사용된 시험편은 Table 1과 Table 2에 나타내듯이 SUS316 strand, SUS316 단섬유 및 탄소단섬유로서, SUS316은 직경이 21.6 $\mu\text{m}$ , 9.4 $\mu\text{m}$ , 4.9 $\mu\text{m}$ 이고, 탄소단섬유는 직경이 7.38 $\pm$ 0.645 $\mu\text{m}$ 이다. 탄소단섬유의 경우는 섬유표면의 유기물과 이물질등의 영향을 없애기 위하여 아세톤에 세척한 후 80 $^{\circ}\text{C}$ , 3hr 건조시켜 인장시험 및 pull-out시험에 사용했으며, 섬유직경은 laser를 사용하여 각 섬유마다 3곳을 측정한 전체평균값이다.

Matrix로서 SUS316 단섬유는 에폭시수지를 사용하였으며, 탄소단섬유는 분자량 2만과 100만의 HDPE (high density polyethylene) 및 에폭시수지를 사용하였으며, 에폭시수지의 경화조건은 120 $^{\circ}\text{C}$ , 2hr으로 하였다. 탄소단섬유의 표면처리제는 분자량 2만과 20만의 PE, 분자량 2만과 20만의 PE와 AAm(acryl amide)를 같은량으로 중합시킨 HDPE-g-PAAm(GP)을 사용하였다. 이 표면처리제를 사용한 각 시험편은 안정화시키기 위하여 170 $^{\circ}\text{C}$ , 10

min, 열처리 하여 droplet 성형에 사용하였다. 탄소단섬유의 Matrix, 표면처리제 및 열처리시간등을 일괄하여 Table 3에 나타낸다.

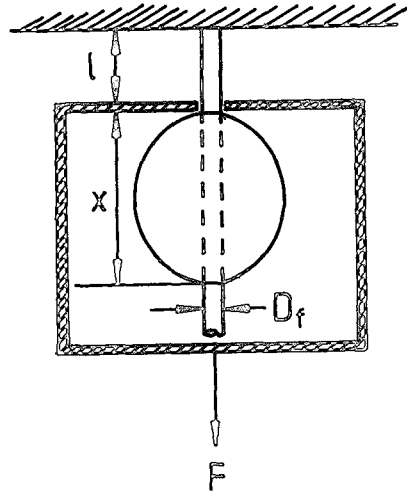


Fig. 1 The schematic illustration of pull-out test apparatus ( $l$  : distance from fixed end to pull-out test apparatus,  $X$  : embedment length of fiber,  $D_f$  : fiber diameter)

Table 1 The fiber diameter of materials used and estimated value by weibull distribution

	$D_f$ ( $\mu\text{m}$ )	Sample number	Sample mean, $\sigma$ (MPa)	Standard deviation (MPa)	C.O.V	Shape parameter	Scale parameter (MPa)
SUS316 strand	21.6	21	1167	164	0.140	9.58	1235
	9.4	10	1235	159	0.128	11.00	1304
	4.9	17	1735	256	0.147	8.99	1843
Carbon Single Fiber	7.38 $\pm$ 0.64	189	2834	60.3	0.200	5.77	3070

Table 2 The fiber diameter of material used and estimated value by Weibull distribution

	$D_f$ $l$ (mm)	Sample number	Sample mean, $\tau_d$ (MPa)	Standard deviation (MPa)	C.O.V	Shape parameter	Scale parameter (MPa)
SUS316 Single Fiber	9.4 5	17	21.0	3.68	0.175	7.17	22.6
	21.6 5	51	16.0	3.30	0.205	5.87	17.3
	21.6 10	18	16.5	3.37	0.205	5.89	17.8
	21.6 20	21	16.9	3.75	0.222	5.36	18.3

Table 3 The fiber surface treatment condition and matrix of carbon single fiber

Fiber	Matrix	Coupling agent	CAMW	Treat time
①non-treated	HDPE (MW=20,000)			
②non-treated	Commercial PE			
③treated	Commercial PE	HDPE	20,000	1sec
④treated	Commercial PE	HDPE	200,000	1sec
⑤non-treated	Epoxy Resin			
⑥treated	Commercial PE	HDPE-g-PAAm	20,000	5min
⑦treated	Commercial PE	HDPE-g-PAAm	200,000	5min
⑧treated	Commercial PE	HDPE-g-PAAm	200,000	10min

\* Commercial PE refers to the high molecular weight (ca. 1,000,000) PE.

\*\* CAMW : Coupling Agent Molecular Weight

Pull-out 시험에 사용할 droplet의 성형은 micro-bond method<sup>(14)</sup>(에폭시수지) 및 전보<sup>(8)</sup>에서 제안된 solution microbond method(PE)에 의하였다.

한편 pull-out 시험은 Fig. 1에 나타내는 pull-out 시험장치의 개략도에 의하여 droplet이 성형된 시험편으로 인장속도 1.5mm/min로 실시하였다. 여기서,  $x$ 는 섬유물림 길이,  $\ell$ 은 고정단에서 pull-out 시험장치까지의 거리,  $D_f$ 는 섬유직경이다. 이때 SUS316 단섬유는  $\ell=5\text{mm}$ ,  $10\text{mm}$ ,  $20\text{mm}$ 로 변화시켜  $\ell$ 에 의한 영향을 조사하였다.

### 3. 결과 및 고찰

#### 3.1 인장강도의 통계적성질

SUS316 strand에서 얻어진 인장시험의 결과를 Fig. 2에 나타낸다. 강화 형태는 가장 일반적인 일방향강화로서, 사용한 시험편수는 Table 1에 나타낸 것과 같이 직경  $21.6\mu\text{m}$ 가 21개, 직경  $9.4\mu\text{m}$ 가 10개, 직경  $4.9\mu\text{m}$ 가 17개이다. 본 그림에서 SUS316 strand의 인장강도는 섬유의 직경이 적을수록 크고, 연신율도 크게 되는 섬유직경의 의존성을 나타내고 있다. 이러한 섬유직경의 의존성은 섬유표면에 형성된 transcrystallinity의 영향<sup>(9)</sup>이라고 생각되어 진다. 한편, Fig. 3은 Fgi. 2의 결과를 2 parameter Weibull 분포에 적용시켜 parameter 추정을 하여 얻어진 그림이다. 이 그림에서 SUS316 strand의 인장강도 분산특성은 아래식으로 주어지는 weibull 분포의 적용이 타당하다는 것을 나타내고 있다.

$$F(x) = 1 - \exp[-(x/\eta)^m] \quad (1)$$

여기서  $m$ 은 형상계수,  $\eta$ 는 척도계수이다.  $m$ 은 직경  $4.9\mu\text{m}$ 는 8.99, 직경  $9.4\mu\text{m}$ 는 11,  $21.6\mu\text{m}$ 는 9.58이지만,  $\eta$ 는 각각 1843MPa, 1304MPa 및 1235MPa이다. 그러나 강도의 분산을 나타내는 척도인 변동계수(coefficient of variation : C.O.V)는 직경  $9.4\mu\text{m}$ 가 가장 적은 것을 알 수 있다.

Fig. 4는 탄소단섬유에서 얻어진 인장강도를 Weibull 확률지상에 나타낸 것이다. 탄소단섬유에서 얻어진 인장강도를 Weibull 확률지상에 나타낸 것이다. 탄소단섬유의 인장강도 역시 식(1)로서 나타내는 2 parameter Weibull 분포에 잘 따르고 있음을 알 수 있다. 형상계수는 5.77이고, 변동계수는 0.2로서 SUS316 strand보다 분산이 조금 큰 것을 알 수 있다. SUS316 strand 및 탄소단섬유의 통계적인 결과를 Table 1에 나타낸다.

#### 3.2 계면전단강도의 통계적성질

Fig. 1과 같은 개략도의 pull-out시험 장치<sup>(8,9)</sup>에 의하여 얻어진 하중-변위곡선에서 섬유와 matrix에 debonding이 일어나는 하중을  $F_d$ , debonding 후 섬유와 matrix간에 순수한 마찰하중을  $F_s$ 라 한다. 이러한 하중으로부터 다음식에 의하여 계면전단강도( $\tau_d$ ) 및 마찰전단강도( $\tau_s$ )를 구할 수 있다<sup>(8,9)</sup>.

$$\begin{aligned} \tau_d &= F_d / (\rho D_f x) \\ \tau_s &= F_s / (\pi D_f x) \end{aligned} \quad (2)$$

여기서  $D_f$ 는 섬유의 직경,  $x$ 는 matrix에 묻힌 섬유길이를 나타낸다. 그리고, 식(2)의  $x$ 는 embedded length가 작은 경우( $50 \sim 1000\mu\text{m}$ )에만

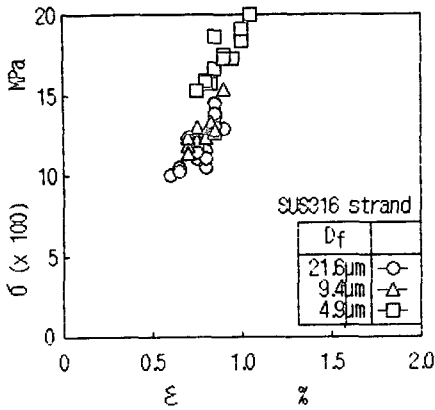


Fig. 2 The relation between fracture stress and elongation of SUS316 strand

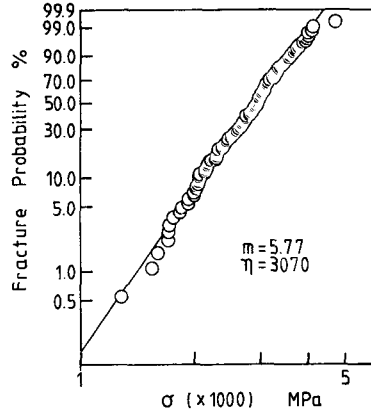


Fig. 4 Weibull plots of fracture stress in carbon single fiber

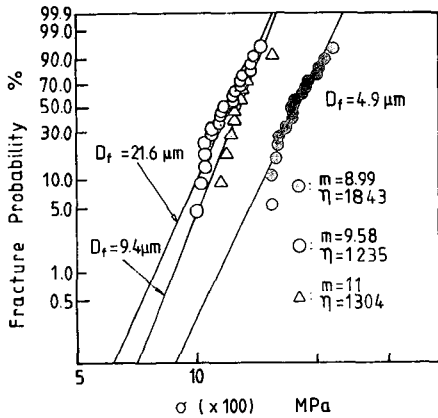


Fig. 3 Weibull plots of fracture stress in SUS316 strand

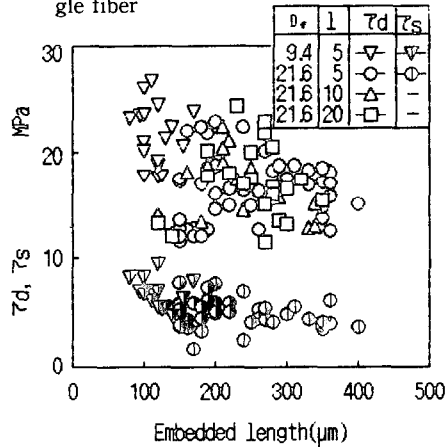


Fig. 5 The relation between debonding stress( $\tau_d$ ), slip stress( $\tau_s$ ) and embedment length( $X$ ) in SUS316 single fiber

적용가능한 식이다. 식(2)에 의하여 얻어진 SUS316 strand에 대한 결과를 Fig. 5에 나타낸다. 이것은 섬유물힘길이에 대한 계면전단강도( $\tau_d$ ) 및 마찰전단 강도( $\tau_s$ )를 나타낸 것이다. 이 그림에서 계면전단강도( $\tau_d$ ) 및 마찰전단강도( $\tau_s$ )는 섬유직경이 같을 때, 섬유물힘길이 및 Fig. 1의  $l$ 에 관계없이 거의 일정한 값을 나타내고 있다. 그러나 계면전단강도쪽이 마찰전단강도( $\tau_s$ )보다 더 큰 분산을 나타내고 있는 것을 알 수 있고, 섬유물힘길이가 길어질수록 강도의 분산이 적음을 나타내고 있다.

Fig.6은 SUS316 strand에서 얻어진 계면전단강도( $\tau_d$ )를 Weibull 확률지상에 나타낸 것으로, 직경 21.6 $\mu\text{m}$ 의 섬유는 형상계수  $m$ 이 5.5에 가까운 값을 나타내고 있고, 9.4 $\mu\text{m}$ 의 경우는 약간 큰 값인

7.17을 나타내고 있다. 이러한 결과를 일괄하여 Table 2에 나타내고 있다. Table 2에서 직경 21.6 $\mu\text{m}$ 와 9.4 $\mu\text{m}$ 의  $l=5\text{mm}$ 를 보면, 직경 9.4 $\mu\text{m}$ 의 평균계면전단강도가 크며, 변동계수도 적어 분산이 적은 것을 나타내고 있다. 이러한 직경 의존성은 3.1절에서 언급하였다. 그리고, 직경 21.6 $\mu\text{m}$ 에서 평균계면전단강도( $\tau_d$ )의 변동계수는  $l$ 에 관계없이 거의 일정함을 알 수 있고, 형상계수 또한 거의 일정함을 알 수 있다. 이것으로부터  $l$ 에 의한 영향은 거의 없는 것이라고 생각되어, 탄소단섬유의 실험에서는  $l=5\text{mm}$ 로 일정하게 하여 실험을 실시하였다.

Table 3과 같은 조건하에서 실시한 탄소단섬유의 pull-out결과를 Weibull 확률지상에 정리하여

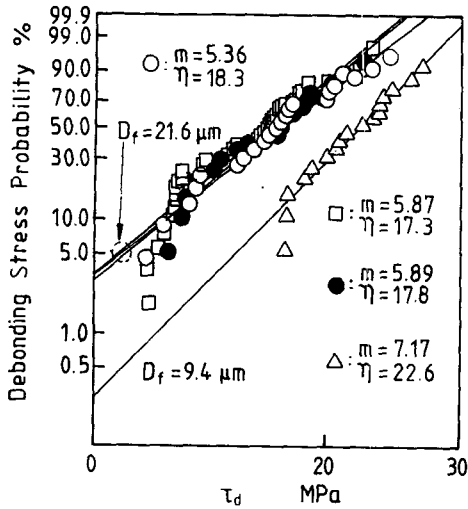


Fig. 6 Weibull plots of debonding stress in SUS316 single fiber

Fig. 7과 Fig. 8에 나타낸다. Fig. 7은 섬유 표면 처리하지 않은 것이고, Fig. 8은 섬유 표면을 표면처리제로 처리한 결과이다.

Fig. 7에서 ⑤는 에폭시수지를 matrix로 사용한 것으로 PE를 사용한 것보다  $\eta$ 가 훨씬 높은  $\eta=56.9$ 이다. 그리고, matrix로서 HDPE를 사용한 ①과 commercial PE를 사용한 ②의  $\eta$ 는 거의 유사하나, ①쪽의  $\eta$ 가 약간 높으며 형상계수  $m$ 도 5.5로서 ②의 3.09보다 높은 값을 보여준다. 그러나, 변동계수(C.O.V)는 ①이 0.217로서 ②의 0.357보다 훨씬 낮은 값을 나타내어 강도의 분산이 적음을 알 수 있다. 한편, 표면처리를 실시한 Fig. 8의 경우는 표면처리제중의 HDPE분자량 20만의 경우가 형상계수  $m$ 이 8.3으로 가장 높은 값을 나타내며, 변동계수(C.O.V)는 가장 적은 0.156을 나타내고 있다. 그리고 척도계수  $\eta$ 는 표면처리제의 HDPE분자량 및 처리 시간에 관계없이 거의 일정한 값을 갖는다. 이러한 결과를 정리하여 Table 4에 나타낸다. 이 표에서 표면처리에 관계없이 평균계면전단강도( $\tau_d$ )는 에폭시의 경우가 가장 높게 나타나 있고, PE를 matrix로 사용한 것은 표면을 처리한 것이 미처리보다 약간 높은 평균계면전단강도( $\tau_d$ )를 나타내고 있다. 또한, HDPE를 사용하여 표면처리한 ③과 ④의 결과는 분자량 2만이 20만보다 약간 높은 평균계면전단강도( $\tau_d$ )를 나타내고, GP를 사용한 것도 역시 2만이 약간 높은 값을 보

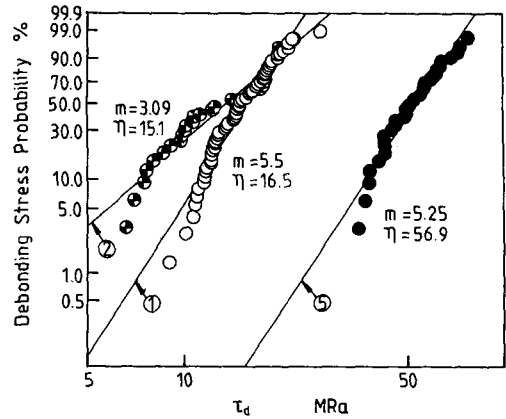


Fig. 7 Weibull plots of debonding stress in carbon single fiber (non-treated)

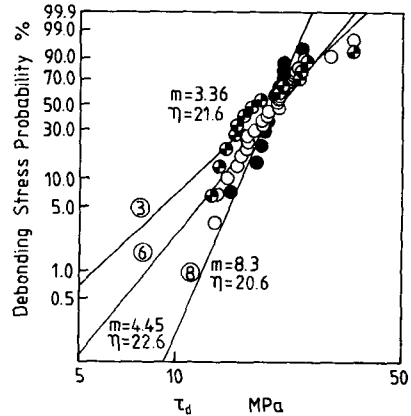


Fig. 8 Weibull plots of debonding stress in carbon single fiber (treated)

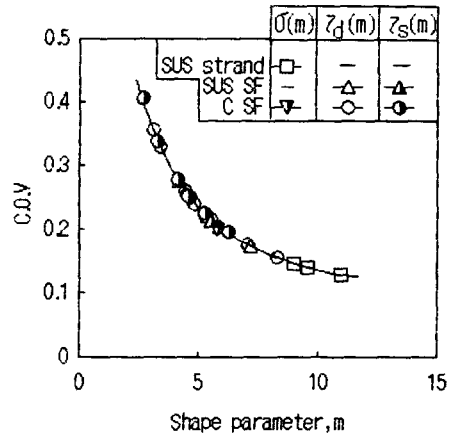


Fig. 9 The relation between shape parameter( $m$ ) and coefficient of variation(C.O.V)

**Table 4** The estimated value by weibull distribution in carbon single fiber

	No.	Sample number	Sample mean, $\tau_d$ (MPa)	Standard deviation (MPa)	C.O.V	Shape parameter	Scale parameter (MPa)
Carbon Single Fiber	①	74	15.2	3.3	0.217	5.5	16.5
	②	33	13.4	4.8	0.357	3.09	15.1
	③	14	19.3	6.4	0.331	3.36	21.6
	④	18	16.7	2.9	0.176	7.09	17.8
	⑤	34	52.3	11.8	0.225	5.25	56.9
	⑥	30	20.6	5.3	0.260	4.45	22.6
	⑦	26	19.7	4.8	0.241	4.83	21.5
	⑧	13	19.4	3.0	0.156	8.30	20.6

**Table 5** The estimated value by Weibull distribution in carbon single fiber

	No.	Sample number	Sample mean, $\tau_d$ (MPa)	Standard deviation (MPa)	C.O.V	Shape parameter	Scale parameter (MPa)
Carbon Single Fiber	①	74	5.27	1.34	0.254	4.52	5.78
	②	33	4.25	1.44	0.339	3.27	4.74
	③	14	6.39	2.60	0.407	2.66	7.20
	④	18	5.51	1.08	0.196	6.25	5.93
	⑤	34	18.73	4.69	0.250	4.64	20.50
	⑥	30	6.71	1.86	0.277	4.12	7.39
	⑦	26	5.93	1.50	0.253	4.57	6.55
	⑧	13	5.59	1.27	0.227	5.24	6.08

인다. 그러나, 분산을 나타내는 변동계수(C.O.V)는 표면처리제의 분자량 20만의 ④와 ⑧이 0.176과 0.156으로서 가장 적은 값이며, 형상계수  $\eta$ 도 7.09와 8.3으로 가장높게 나타내고 있다. 그리고, 지면관계상 마찰전단강도의 결과만을 Table 5에 나타낸다.

이상에서 얻어진 인장강도, 계면전단강도 및 계면마찰강도의 형상계수(m)와 변동계수(C.O.V)와의 관계를 Fig. 9에 나타낸다. 이 그림에서 시험재료의 종류 및 시험방식에 관계없이 C.O.V와 m은 아래와 같은 관계가 있음을 알 수 있다.

$$C.O.V=1.2/m \quad (3)$$

즉, 형상계수  $m$ 이 크면, 변동계수(C.O.V)가 적어서 강도의 분산이 작은 것을 나타내고 있다. 그리고, strand가 single fiber보다 형상계수  $m$ 이 크고, 변동계수(C.O.V)가 적음을 나타내고 있다. 이

것은 섬유축에 형성된 transcrystallinity에 의한 영향이라고 생각된다.

#### 4. 결 론

SUS316 strand, SUS316 단섬유 및 탄소단섬유를 사용하여, 인장강도, 계면전단강도 및 마찰전단강도의 통계적성질을 정리한 결과는 다음과 같다.

(1) 섬유직경이 작을수록 계면전단강도( $\tau_d$ ) 및 마찰전단강도( $\tau_c$ )는 높게 나타났다.

(2)  $\ell$ 이 일정할 때, 평균계면전단강도와 변동계수는 섬유직경에 의존하고, 같은 직경에서는  $\ell$ 이 달라도 거의 같은 값을 가짐을 알 수 있었다.

(3) PE를 matrix로 사용한 것은 표면처리제가 미처리제보다 높은 평균계면 전단강도를 나타내고, 분자량 2만으로 표면처리한 처리제가 20만보다 약

간 높은 평균계면전단강도를 나타낸다. 그러나, 변동계수(C.O.V)는 분자량 20만이 작은 값을 나타낼 수 있었다.

(4) 인장강도, 계면전단강도 및 마찰전단강도는 재료, 시험방식, 표면처리등에 관계없이 Weibull 분포에 따르는 것을 생각된다.

### 참고문헌

- (1) Moon,C.K., 1989, Thesis Ph.D., "Composite structure and fracture toughness of fibrous composite materials," Tokyo Institute technology, Tokyo.
- (2) Hyakutake, H., Nisitani, H. and Hagio,T., 1988, "Fracture criterion of notched plates of FRP" JSME, Vol.54, No.498, p. 326.
- (3) Kamiya,S., Fukada,Y. and Sekine, H., 1990, "Microcrack extension and damage formation in the fracture process of a continuous fiber-reinforced cross ply composite," JSME, Vol.56, No.528.
- (4) Riess,G., et al., 1974, Proceeding of 2nd Carbon Fibers Conf., No. 8
- (5) Snbramanian,P.V., et al., 1978, Polym. Eng. Sci., Vol.18, p. 590.
- (6) Snbramanian,P.V., Pure and Appl. Chem., Vol. 52, p. 1929.
- (7) Benatar, A., et al., 1984, 39th annual Tech. Conf. SPI. Vol.3
- (8) Moon,C.K. and Cho,H.H., 1992, "A solution microbond method for determination of the shear strength of a fiber/thermoplastic resin interface," J. Appl. polym. Sci., Vol.43, p. 234.
- (9) Moon,C.K., Um,Y.S., ChoH.H. and Lee,J.O., 1990, "The effect of surface treatment on the interfacial shear strength," polymer(Korea), Vol. 14, p. 630.
- (10) Fukuda,T. and Fujii,T., 1986, "Statistical analysis of temperature effects on low-cycle fatigue strength of glass-mat FRP," JSME, Vol. 52, No.484, p. 2609.
- (11) Koda, K., Itonaga,M. and Fukunaga, H., 1988, "Estimation of the weibull parameters by the fracture strength of weakest fiber embedded in FRM and the strength of FRM," JSME, Vol.54, No.500, p. 753.
- (12) Ichikawa, M., Akita. and Kishimoto,S., 1985, "Reliability engineering approach to cumulative fatigue damage of a glass fiber reinforced composite material under varying amplitude loading," JSME, Vol.51, No. 467, p. 1757.
- (13) Jervela,P., Laitinen,K.W., Pulora,J. and Tormala,P., 1983, "The three fiber method for measuring glass fiber to resin bond strength," Int. J. Adhesion and Adhesives, Vol.3, p.141.
- (14) Miller, B., Muri,P. and Rebenfeld,L., 1987, "A microbond method for determination of the shear strength of a fiber/resin interface," Comp. Sci. Tech., Vol. 28, p. 18.