

論文

복합재료의 계면 전단강도를 평가하기 위한 새로운 반구형 미소접합 시험편

박주언*, 최낙삼**+

A novel hemispherical microbond specimen for evaluating the interfacial shear strength of single fiber composite

Joo-Eon Park* and Nak-Sam Choi**+

Abstract

A hemispherical microbond specimen adhered onto single carbon fiber has been proposed for evaluating the interfacial shear strength between epoxy and carbon fiber. Hemispherical microbond specimens showed low interfacial shear strength data and its small standard deviation as compared with the droplet one, which seemed to be caused by the reduction of the meniscus effects and of the stress concentration in the region contacting with the tip of pin hole. In comparison with the droplet specimen the hemispherical specimen showed the shear stress distribution similar to the cylindrical one in that low stress concentration arose around the contacting region. Average interfacial shear strength obtained by the hemispherical ones represented a good correlation with the hardness of the epoxy matrix.

Key Words : 계면 전단강도(Interfacial shear strength), 반구형 미소접합 시험편(Hemispherical microbond specimen), 드랍레트 미소접합 시험편(Droplet microbond specimen), 탄소섬유/에폭시(Single carbon fiber/epoxy)

1. 서론

섬유강화 복합재료는 섬유와 모재 사이의 물리화학적 성질에 의하여 성형 후 계면이 형성된다. 섬유와 모재 사이의 계면의 강도는 섬유 강화 복합재료에 높은 기계적 성질을 부여하기 위한 중요한 요소이다. 계면 전단강도는 섬유와 수지의 종류, 섬유의 표면상태, 섬유와 수지간의 결합 조건 등에 영향을 받는 것으로 알려져 있다[1,2].

지금까지 수행되고 있는 계면 전단강도의 시험 평가 방법은 인발 실험(pull-out test)[3], 마이크로 디본딩 실험(microdebonding test)[4], 프래그멘테이션 실험 (fragmentation test)[5], 마이크로 드랍레트 실험(droplet microbond test)[5,6] 등이 있다. Piggott와 Dai[7]의 보고에 의하면 단순 인발시험과 미소접합 시험, 프래그멘테이션 시험 결과들을 비교한 결과 동일한 소재라도 계면전단강도 값의 평균 수준이 20~65% 정도 차이를 보였으며, 결과들의 분산 정도가 심하게 나타난다고 하였다.

본 연구에서는 이러한 문제점들을 개선하기 위하여 새로운 반구형 인발 미소 시험편(hemispherical pull out specimen)을 제시하고자 한다. 이 반구형 인발 미소 시험편의 계면 전단강도를 측정할 수 있는 시험 장치를 구성하고 본 시험편과 드랍레트 미소 시험편(droplet microbond specimen)을 비교 실험하였다. 또한 FEM결과를 비교 분석하고 실험적 데이터의 분산 정도를 확인하였다.

2. 미소접합 시험**2.1 시험편 제작**

섬유로는 지름이 $7.5\mu\text{m} \pm 0.06$ 이고 인장강도가 3.86GPa인 탄소섬유(AS4-W-12K, Hercules)와, 모재로는 비스페놀 A형(DGEBA) 에폭시(YD-128, Kukdo Chemical Co.)에 경화제 피페리딘(KBH-1089, Kukdo Chemical Co.)을 사용하여 복합재의

* 한양대학교 대학원 기계공학과

**+한양대학교 기계공학과, 교신저자(E-mail:nschoi@ac.kr)

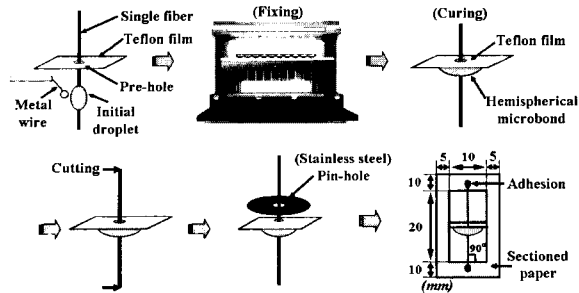


Fig. 1 Schematic of manufacturing steps for a hemispherical type single fiber/epoxy specimen.

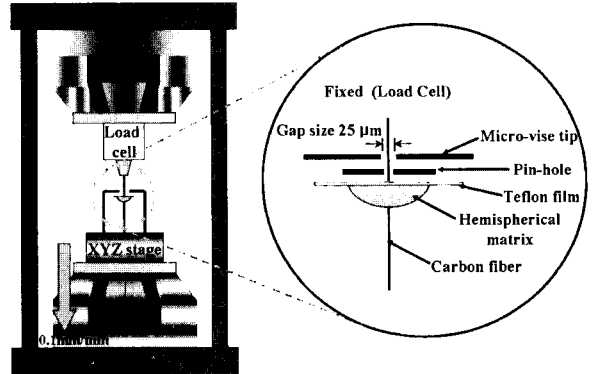


Fig. 3 Experimental setup for microbond pull-out test.

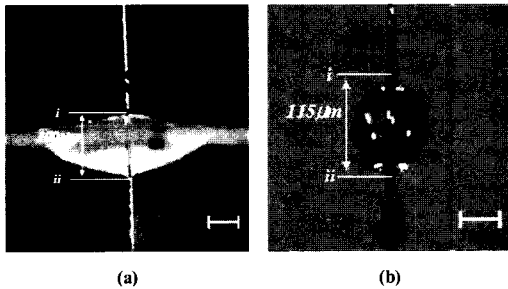


Fig. 2 A novel hemispherical specimen (a) and a conventional droplet specimen (b).

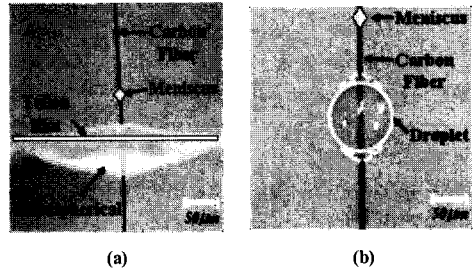


Fig. 4 Fractured hemispherical (a) and droplet (b) specimens with pin hole.

계면 평가를 위한 미소시험편을 제작하였다. 단일 섬유를 고정하기 위한 금속 틀(200mm X 150mm X 250mm)의 상단과 하단부에 양면테이프를 붙여 단일 섬유를 고정하였다.

Fig. 1은 반구형 인발 시험편의 제작과정을 나타낸 개략도이다. 두께 12.5μm의 테프론 필름(teflon film)에 30μm 정도의 구멍을 만들고 이 구멍에 단일 섬유를 통과시켜 테프론 필름을 아래 방향으로 약간 내려 단일 섬유에 미리 형성된 Fig. 2(b)와 같은 에폭시 레진 드랍레트를 Fig. 2(a)와 같이 반구 타입으로 형성시켰다. 시험편을 120℃에서 5시간 동안 경화시켰으며, 질소가스를 오븐에 주입하여 고온에 의하여 탄소섬유가 산화되는 것을 방지하였다. 경화된 미소 시험편은 25μm의 구멍이 있는 스테인레스 핀홀에 섬유부를 삽입한 후 20mm X 40mm의 크기로 절단된 모눈종이 틀에 섬유가 90°를 이루도록 양단을 고정시킴으로서 최종 시험편을 완성하였다. 또한 비교실험을 위해 드랍레트 시험편을 만들었는데, 단일 섬유에 에폭시 드랍레트를 묻혀 형성시킨 후 반구형 미소 시험편과 동일한 경화 조건에서 경화 하였다.

Fig. 2 (a), (b)는 완성된 반구형 미소 시험편과 드랍레트 미소 시험편을 나타낸다. 각 시험편은 비디오 광학현미경을 이용하여 i에서 ii까지를 묻힘길이로 하여 측정했다.

2.2 미소 인발시험 (micro pull-out test)

Fig. 3은 본 시험에서 사용된 장치들을 나타낸 미소 인발 시험의 개략도이다. 10N 로드셀에 섬유용 지그를 부착하고, 이 지그에 섬유 시험편을 고정한 다음 섬유와 마이크로 바이스 팁의 중앙에 스테인레스 핀홀 중앙과 섬유축이 일치하도록 XYZ 마이크로 스테이지를 이용하였다. 반구형 미소 시험편과 드랍레트 미소 시험편 모두에 대해 스테인레스 핀홀(직경 25μm)을 접촉 이송시켜 미소 인발파괴 시험을 하였다. 0.1mm/min의 변위속도로 시험편이 인발 파괴(pull out fracture)될 때까지 XYZ 마이크로 스테이지를 Z축 아래방향으로 이송하여 시험을 수행하였고, 각 시험편 종류에 대해 묻힘길이가 50~150μm인 50개의 시험편을 사용했다.

Fig. 4는 인발 시험 후 모재로부터 각 시험편의 매니스커스 부가 분리된 상태를 나타낸 것으로 양 시험편 모두 파괴가 계면부를 따라 진전되었음을 나타낸다. 시험편의 종류별로 Fig. 2 및 4(a)와 (b)에 보이는 매니스커스 부는 탄소섬유 표면에 대한 수지의 젖음성(Wettability)에 기인하는 것이다. 즉, 탄소 섬유 표면의 젖음성이 높으면 일정한 점도를 가진 에폭시 레진은 탄소섬유 축을 따라 길게 형성되는 것이다. 그런데 이러한 매니스커스 부는 드랍레트 시험편의 경우 비교적 크게 형성하고 있는데(Fig. 2(b)), 이는 탄소섬유에 부착된 경화전의 유체상태의 레진 덩어리의 크기와 형태에도 의존하고 있음을 보여준다. 미소 드랍레트 시험편의 수지 몸통부는 매니스커스

부 크기의 2~3배에 불과한 구형에 가까워서 메니스커스부의 형상이 몸통부에 가파르게 이어지면서 그 폭(직경)이 상대적으로 크게 형성된 것이다. 메니스커스부는 금속 핀홀의 각진 모서리 부분과 직접 닿는 부분으로서 응력집중을 발생시키는 부위가 된다. 핀홀 접촉에 의한 초기 미소크랙이 메니스커스부에서 발생하게 되어 섬유와 에폭시 사이의 계면으로 전단크랙이 성장하였던 것이다. 이에 반하여 반구형 시험편의 경우 시험편의 몸통부가 비교적 편평하여 핀홀과 메니스커스 부가 닿는 메니스커스 부분이 드랍레트 시험편에 비하여 완만하게 접촉하므로 실린더형 인발 시험에 근사하다고 볼 수 있다.

3. 결과 및 고찰

3.1 계면전단강도 평가시 반구형 미소시험편의 데이터 유효성

Fig. 5는 인발 시험에서 반구형 미소 시험편과 드랍레트 시험편의 문힘 길이에 따른 최대하중 (계면파괴 하중) 데이터 분포를 나타낸 것이다. 두 시험편 모두 문힘 길이가 증가함에 따라 최대 하중이 증가함을 알 수 있다. 각 미소 시험편의 계면전단강도 τ_{d1} 은 계면에서의 전단응력이 일정하다는 가정 하에서 다음 식 (1)로 계산 된다[8].

$$\tau_{d1} = \frac{F_d}{\pi D_f X} \tag{1}$$

여기서 F_d : 최대하중, D_f : 섬유지름, X : 섬유 문힘길이이다. 문힘 길이 100 μ m에서 두 시험편의 계면전단강도 데이터를 비교한 결과, 드랍레트 시험편은 36MPa 그리고 반구형 시험편은 19MPa로서, 반구형 시험편의 계면 전단강도가 52.7%로 감소하였음을 알 수 있다. 또한 회귀도 R^2 은 반구형 시험편이 0.91로서 드랍레트에 비해 월등히 신뢰가능한 회귀선을 보여준다. Table 1은 Fig. 5의 각각 23개의 드랍레트와 반구형 시험편들로 구한 데이터를 식 (1)을 이용하여 구한 평균 계면 전단 강도와 그것들의 표준 편차를 나타낸 것이다. 반구형 시험편의 표준편차가 드랍레트에 비해 1/5 이하로 저하되어 안정한 데이터 분포를 보였다. 하지만, 계면에서 응력분포가 수지에 묻혀진 섬유축에 따라 일정하지 않은 사실로부터 다음과 같은 섬유축 미분형 계면전단 강도식을 도입할 수 있다[9].

$$\tau_{d2} = \frac{dF}{\pi D_f dX} \tag{2}$$

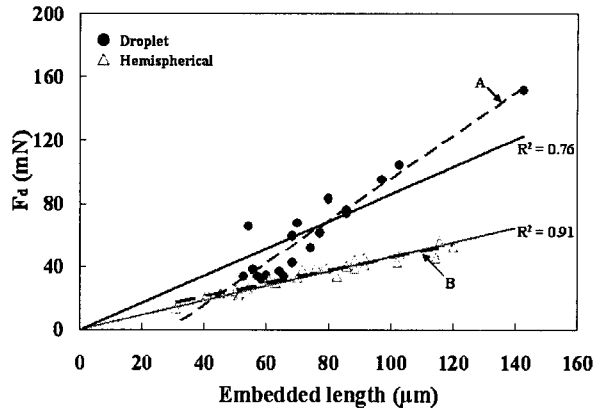


Fig. 5 Maximum loads F_d versus embedded lengths of hemispherical and droplet specimens.

Table 1 Average interfacial shear strength and standard deviations for the droplet and hemispherical specimens

specimen	τ_{d1} (MPa)	standard deviation
droplet	33.7	8.93
hemispherical	20	1.65

Fig. 5에서 각 데이터에 대해 원점을 지나지 않도록 문힘길이에 따라 회귀식으로 나타내어 그 기울기를 식 (2)의 계면전단강도 τ_{d2} 로서 구할 수 있는데(회귀선 A, B), 드랍레트 시험편은 25.6MPa, 반구형 시험편은 17.4MPa로서 역시 반구형 시험편이 30.6%로 낮게 나타났다.

3.2 경도측정에 의한 계면강도 변화의 검증

Fig. 6은 반구형 시험편의 경화 시간에 따른 최대 계면파괴 하중 분포를 나타낸다. 120 $^{\circ}$ C의 일정한 경화 온도에서 경화시간을 2~3시간씩 증가시켜 경화 실험을 하였다. 동일 문힘길이의 경우, 경화시간이 1시간에서 7시간으로 증가함에 따라 계면파괴하중이 조금씩 지속적으로 증가하였다. 문힘길이 110 μ m 이상의 시험편을 10시간 경화한 경우에는 미소 인발시험 중에 섬유가 파단 되었는데 이는 계면파괴 강도가 현저히 증가했음을 가리킨다.

Fig. 6에서 나타난 경화시간에 따른 계면파괴하중의 변화거동을 간접 확인하기 위하여 비커스 경도계를 이용하여 각 시간 조건에서의 모재의 경도(Hv)를 측정하여 Fig. 7에 나타냈다. 120 $^{\circ}$ C의 온도에서 각 시간별로 경화시킨 결과, 1~3시간 그리고 5~7시간의 경화조건에서 경도가 급격히 증가하여 계면강도의 증가현상을 입증하였다.

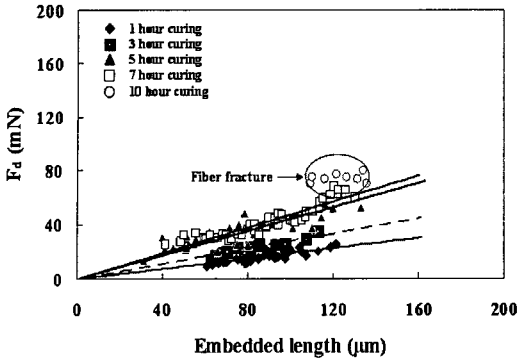


Fig. 6 Maximum loads versus embedded lengths of the hemispherical specimens depending on the curing time.

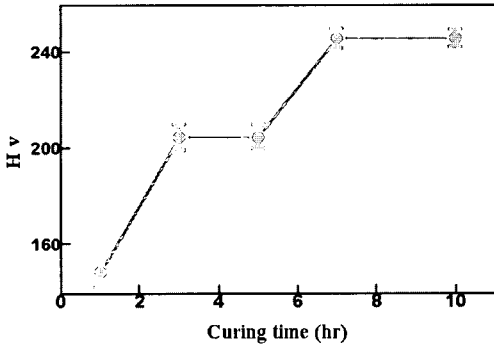


Fig. 7 Hardness variation of epoxy matrix with curing time.

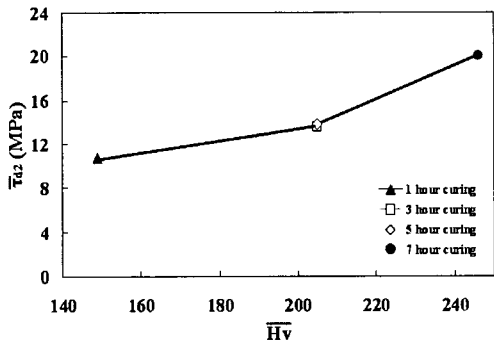


Fig. 8 Average interfacial shear strength as a function of average hardness.

Fig. 8은 Fig. 6에서 계산된 경화시간별 평균 계면파괴강도와 Fig. 7의 \bar{H}_v 평균값의 상관성을 나타낸 것으로 에폭시의 \bar{H}_v 가 증가할수록 $\bar{\tau}_{12}$ 가 증가하는 경향이 뚜렷하며 계면부의 전단강도가 모재인 에폭시에 크게 의존함을 알 수 있다. 이 실험결과는 거동적 특성 측면에서 타당한 것으로 반구형 미소 시험편이 섬유 수지 복합체의 계면전단강도의 평가에 상당히 유효함을 가리킨다.

3.3 유한요소해석에 의한 검증

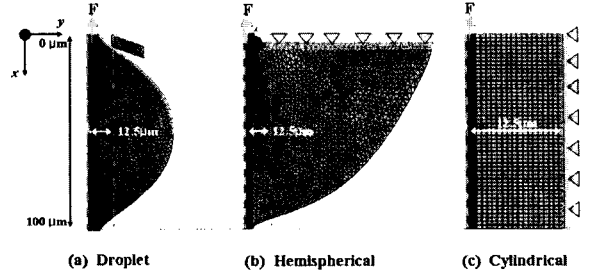


Fig. 9 FEA modeling of droplet (a), hemisphere (b) and cylindrical (c) specimens (unit: μm).

Fig. 9는 미소접합 인발 시험에 사용되는 드랍레트, 반구형 및 실린더형 미소 시험편에 대한 유한요소수치해석 모델을 나타내고 있다. 드랍레트와 반구형 모델은 물집 길이를 $100\mu\text{m}$ 으로 하고 섬유의 지름과 핀홀의 직경을 측정하여 섬유부의 중심으로부터 $12.5\mu\text{m}$ 떨어진 지점을 핀홀과의 접촉 경계조건으로 하였으며 축대칭(axisymmetric)조건으로 모델링하였다. 실린더형 인발모델은 모재의 측면 고정을 경계조건으로 하였다. 5시간 동안 120도의 경화온도 조건에서 제작한 물집길이 $100\mu\text{m}$ 의 반구형 인발시험편의 계면파괴하중 44.49mN 을 작용하중으로 하여 섬유의 상단부에 적용하였으며, 이 값을 섬유의 단면적에 작용하는 인장형 분포하중으로 환산하여 입력하였다. 탄소섬유와 에폭시의 물성치로서 탄성계수는 230GPa 과 3.84GPa 그리고 푸아송비는 0.30 과 0.31 이다. 이는 수치해석의 입력값으로 사용되었다.

위와 같은 유한요소해석 모델에 의하여 계면부에서의 팔면체 전단응력의 분포를 살펴보았다. 재료의 항복파괴기준은 팔면체 전단응력(τ_{oct})의 크기로 판단되므로, 팔면체 전단응력(τ_{oct})을 식 (3)과 같이 구한다[10].

$$\tau_{oct} = \frac{1}{3} \sqrt{(\sigma_x - \sigma_y)^2 + (\sigma_y - \sigma_z)^2 + (\sigma_z - \sigma_x)^2 + 6(\tau_{xy}^2 + \tau_{yz}^2 + \tau_{zx}^2)} \quad (3)$$

Fig. 10은 섬유와 모재 사이의 계면부를 따라 모재쪽 요소에서 구해진 τ_{oct} 분포를 나타내는 것이다. 이 그림에서 x축 좌표 $0 \sim 20\mu\text{m}$ 의 메니스커스 구간에서의 응력집중의 크기는 드랍레트 > 반구형 > 실린더형 모델 순으로 나타났다. 드랍레트의 계면 전단응력 분포가 가장 크게 나타났는데, 이는 핀홀 접촉부의 위와 아래 부분에서 드랍레트 내부에 각각 인장과 압축응력이 발생하기 때문에 메니스커스 부위에서 전단응력 값이 부분적으로 작아 졌다가 다시 커지는 이중 피크 현상이 나타난 것이다. 그런데 다른 시험 모델과 동일한 파괴하중에서 드랍레트의 메니스커스 부분의 τ_{oct} 거동이 큰 값으로 나타난 것은,

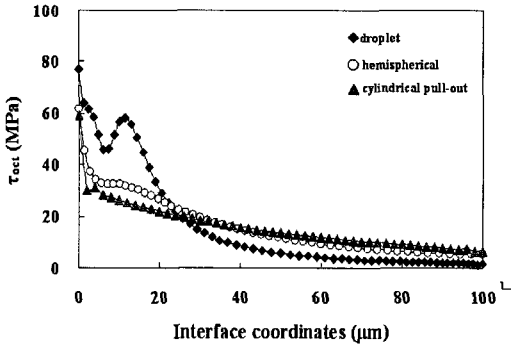


Fig. 10 Distribution of octahedral shear stresses (τ_{oct}).

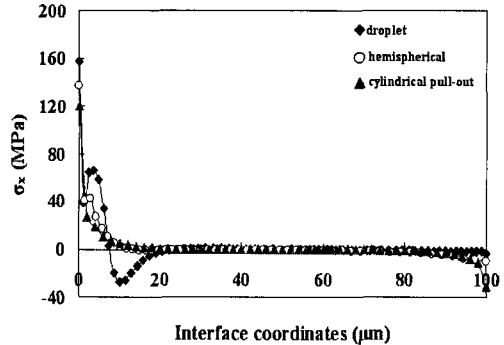


Fig. 12 Distribution of tensile stresses (σ_x).

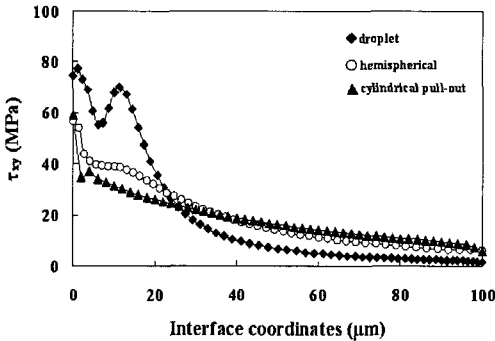


Fig. 11 Distribution of cartesian shear stresses (τ_{xy}).

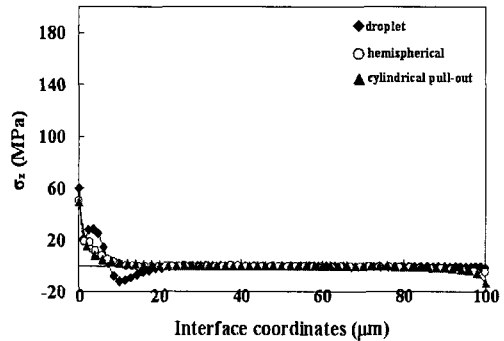


Fig. 13 Distribution of tensile stresses (σ_z).

계면부의 본래의 파괴강도가 일정하다는 가정하에 Fig. 5와 같이 드랍레트의 계면전단강도가 크게 측정된 것은 모순된 해석을 주고 있다. Fig. 5의 결과에 대한 해석은 Fig. 12, 13에서 추가하기로 한다.

반면에 반구형 모델의 응력집중정도는 드랍레트 모델에 비해 응력집중정도가 작고 실린더형 모델에 유사한 수준이었으며, 반구형 미소시험편이 실린더형 섬유 인발 시험에 상당하는 것으로 나타났다.

Fig. 11은 드랍레트, 반구형, 실린더형 시험편의 모든 경우에 대해 직교좌표 전단응력 τ_{xy} 분포를 낸 것으로서 τ_{oct} 분포와 유사한 경향을 보여 τ_{oct} 의 거동이 계면부에 거의 평행하게 작용하고 있음을 알 수 있으며, 핀홀 접촉부에서 드랍레트 모델의 τ_{xy} 가 τ_{oct} 보다 오히려 큰 값으로 분포하고 있음을 알 수 있다. τ_{xy} 와 τ_{oct} 분포의 차이가 크지 않은 실린더형 인발 모델의 경우, 계면전단 응력과 팔면체 전단응력 값의 차가 거의 없기 때문에 계면전단 강도 평가에 있어 식 (1)과 (2)를 이용할 수 있는 이상적인 시험이기는 하나 미소 시험편으로서 실제로는 제작하기 어렵다는 단점이 있다.

Fig. 12는 섬유 축면의 계면부에 발생하는 수직응력(σ_x)의 분포를 나타낸 그래프이다. 반구형과 실린더형 모델의 경우 $x=0$

의 근처에서 인장응력이 집중되어 전체 계면에 걸쳐 인장모드로 작용하고 있는데 반하여, 드랍레트의 경우 x 축 $0\sim 10\mu\text{m}$ 범위에서 인장응력이 집중되었으나 x 축 $10\sim 20\mu\text{m}$ 에서는 압축모드로 크게 전환되어 있었다. 이것은 핀홀의 각진 모서리에 의한 응력변동 거동으로 생각된다. $20\mu\text{m}$ 이후의 범위에서는 다른 모델들과 거의 유사하게 σ_y 가 제로 응력상태에 있었다. Fig. 13은 시험 횡단면의 원주방향 수직응력인 σ_z 의 분포로서 σ_x 의 거동과 유사한 인장/압축의 변동거동을 계면부를 따라 나타내며 그 크기가 σ_y 에 비해 약 40%정도로 감소한 거동을 나타냈다. 드랍레트 모델의 x 축 $10\sim 20\mu\text{m}$ 에서 이와 같은 σ_y 와 σ_z 의 압축모드가 크게 나타나는 것은 계면부에서의 파괴를 억제하는 효과를 말해주며, Fig. 5와 Table 1에서 드랍레트 시험편의 계면강도가 다른 시험편보다 큰 값으로 측정되는 것을 설명해주고 있다. 즉, 드랍레트 시험편의 경우, 압축모드의 σ_y 와 σ_z 가 핀홀 모서리와의 접촉부 근처에서 형성되어 계면 전단강도를 과대하게 평가할 수 있는 것이다. 따라서 실린더형 인발 시험편에 근사한 데이터 획득과 드랍레트 시험편의 다량 제작의 장점들을 서로 공유할 수 있는 새로운 시험편으로서 반구형 인발 미소접합 시험편을 제안한다. 이 경우 실린더형 모델과의 계면 응력 비교에 있어 차이가 적기 때문에 계면 전단강도를 평가하기에 적합하다고 할 수 있다.

4. 결론

본 연구에서는 미소접합 계면전단 강도 실험을 수행하기 위한 시험 장치를 구성하고, 새로운 미소접합 반구형 시험편을 제작하여 계면강도 시험을 수행하였다. 드랍레트 미소 시험편을 제작하여 비교 실험을 하였다. 또한 유한요소수치해석을 통해 반구형, 드랍레트형, 실린더형 모델에 대한 계면전단 응력 분포를 구하여 비교 검토하였다. 그 결과는 다음과 같다.

- 1) 반구형 시험편은 드랍레트 시험편과 비교하여 계면강도 평가값의 분산정도가 현저히 작아져 메니스커스 부위의 형상, 핀홀과의 접촉부의 응력 집중과 같은 영향요인들이 감소하며 안정하고 신뢰성 있는 데이터의 획득이 가능하였다.
- 2) 계면강도 값의 변화거동을 에폭시 모재의 비커스경도 측정을 통해 검토한 결과, 경화시간 증가에 따른 경도변화 거동과 계면강도 변화가 거의 일치하였으며, 이는 계면강도가 에폭시 모재의 물성변화에 크게 의존함을 가리키며 반구형 미소 시험편을 이용한 계면강도 평가가 상당히 효과적임을 알 수 있었다.
- 3) 반구형 미소시험편은 드랍레트 미소시험편보다 섬유/수지의 계면에서 응력집중이 작게 나타났으며 실린더형 인발시험편에 근사하는 응력 분포 특성을 가졌음을 알 수 있었다.
- 4) FEM 모델들을 분석한 결과, 반구형과 실린더형 모델의 경우 메니스커스 부 근처에서 전단응력과 인장응력이 집중하고 문힘길이 전체에 걸쳐 일정하게 분포하고 있는 반면, 드랍레트 모델의 경우는 전단응력의 분포가 핀홀과의 접촉 부근에서 변동이 크고 계면에 수직하게 작용하는 수직응력은 인장모드에서 압축모드로 전환되는 부분이 발생하여 미소 인발시험 시에 과대한 계면 전단강도가 측정될 수 있음을 나타냈다.

후 기

이 논문은 2006년도 한국과학재단 특정목적 기초 사업(No.R01- 2005-000-10566-0)의 지원을 받아 수행된 연구임.

참고문헌

- 1) 문창권, 엄윤성, 조현홍, 이장우, 박천욱, “섬유의 표면처리가 탄소섬유강화 복합재료의 기계적특성에 미치는 영향,” *Polymer (Korea)*, Vol. 14, No. 6, 1990, pp. 630-637.
- 2) 문창권, 엄윤성, “섬유직경과 섬유표면처리가 계면전단강도에 미치는 영향,” *Polymer(Korea)*, Vol. 15, No. 3, 1991, pp. 289-296.
- 3) Lynn S. Penn, Shaw M. Lee, “Interpretation of the force trace for Kevlar/epoxy single filament pull-out tests,” *Fibre Science and Technology*, Vol. 17, No. 2, September 1982, pp. 91-97.
- 4) J. F. Mandell, J. H. Chen, F. J. McGarry, “A microbonding test for in situ assessment of fibre/matrix bond strength in composite materials,” *Int. J. Adhesion and Adhesives*, Vol. 1, Issue, 1, 1980, pp. 40-44.
- 5) H. D. Wagner, H. E. Gallis, E. Wiesel, “Study of the interface in Kevlar 49-epoxy composites by means of microbond and fragmentation tests: effects of materials and testing variables,” *Journal of Materials Science*, Vol. 28, 1993, pp. 2238-2244.
- 6) 강수근, 최낙삼, 이덕보 “미소접합 시험과 유한 요소법을 통한 섬유/에폭시 복합재의 계면전단강도 해석,” 한국복합재료학회지, Vol. 19, No. 4, 2006, pp. 7-14.
- 7) M. R. Piggott, S. R. Dai, “Fiber Pull Out Experiments With Thermoplastics,” *Polymer Engineering and Science*, Vol. 31, No. 17, Mid-September 1991, pp. 1246-1249.
- 8) Umesh Gaur, Bernard Miller, “Microbond Method for Determination of the Shear Strength of a Fiber/Resin Interface: Evaluation of Experimental Parameters,” *Composites Science and Technology*, Vol. 34, 1989, pp. 35-51.
- 9) R. J. Day, J. V. Cauch Rodriguez, “Investigation of the Micromechanics of the Microbond test,” *Composites Science and Technology*, Vol. 58, 1998, pp. 907-914.
- 10) 김영석, 소성역학, 시그마프레스, 2001, pp. 75-77.