산화 그래핀 나노플레이트릿을 강화제로 사용한 에폭시 도료의 역학적 특성

Mechanical Properties of Epoxy Paint using Oxidized Graphene Nanoplatelet as a Reinforcement

서 원 우

김 규 용*

윤 민 호

이 보 경

남 정 수

Seo, Won-Woo Kim, Gyu-Yong* Yoon, Min-Ho Lee, Bo-Kyeong Nam, Jeong-Soo

Dept. of Architectural Eng., Chungnam National University, Daejeon, 34134, Korea

Abstract

In this study, oxidized graphene nanoplatelet(GO) was prepared by oxidizing graphene nanoplatelet(GNP) with nitric acid in order to solve the problem of dispersion of GNP, one of nano materials. The surface chemical composition of the prepared GO was analyzed by fourier transform infrared spectroscopy(FT-IR) before incorporation into the epoxy paint, and the dispersibility in the solvent was confirmed. Meanwhile, GNP/Epoxy and GO/Epoxy paint were prepared by mixing GNP, GO with 0.1, 0.3, 0.5 and 1.0wt.% in epoxy paint and the mechanical properties were evaluated. As a result, GNP/Epoxy and GO/Epoxy paints showed better mechanical properties than Neat Epoxy which did not incorporate GNP, GO. Especially, when 0.3wt.% of GO was incorporated into epoxy resin, it showed higher tensile strength than Neat Epoxy. It was confirmed that acid treatment of GNP was effective in improving the mechanical properties of epoxy paint.

Keywords : epoxy paint, oxidized graphene nanoplatelet, reinforcement, mechanical properties

1. 서 론

콘크리트는 반영구적인 재료로 알려져 있지만 다양한 환경조건에 의한 열화요인에 따라 최초 설계된 수준에 비하여 내구수명이 단축될 수 있다. 특히, 이산화탄소, 염화물이온 등과 같은 열화인자는 콘크리트 내부에 침투하여 콘크리트를 중성화시키거나 철근을 부식시키는 등 콘크리트의 내구성을 저하시키는 가장 큰 요인으로 볼 수 있다.

이러한 열화요인에 의해 콘크리트의 내구성이 저하되면 보수 및 보강이 필요하게 되고, 보수 및 보강을 실시하더라

도 초기수준 또는 그 이상으로 성능을 개선하는 데에는 막대한 비용과 시간이 소요된다. 이러한 문제점을 해결하기 위해 고분자 수지 도료를 콘크리트에 도포하여 콘크리트의 내구성을 향상시키는 연구가 진행되어 왔다[1]. 그러나 고분자 수지 도료만으로는 콘크리트의 내구성을 향상시키는데 한계가 있기 때문에 고분자 수지에 다양한 나노소재를 첨가하여 콘크리트의 표면에 도포하는 방법을 활용하여 내구성을 향상시키는 연구가 일부 진행되었다[2].

에폭시는 일반적인 콘크리트용 도료로서 경화제와 반응하여 3차원적 망상구조를 이루며 경화하고, 우수한 접착력, 내화학성을 가지고 있다. 또한, 가공성이 우수하여, 도료, 코팅, 접착제, 난연재 등 다양한 분야에서 광범위하게 사용되고 있다. 하지만, 경화된 에폭시는 취성적인 성질을 가지고 있기 때문에 충격에 의해 파괴되기 쉽고, 낮은 내마모성 및 인성을 가지는 단점이 있다. 따라서, 이러한 문제점을 해결하기 위해 다양한 나노소재를 강화제로 첨가함으로써

Received : August 30, 2017

Revision received : September 11, 2017

Accepted : September 19, 2017

* Corresponding author : Kim, Gyu-Yong

[Tel: 82-42-821-5623, E-mail: gyuyongkim@cnu.ac.kr]

©2017 The Korea Institute of Building Construction, All rights reserved.

에폭시 도료의 특성을 향상시키는 연구가 진행되고 있다 [3,4,5,6].

한편, 다양한 나노소재 중에서도 그래핀은 흑연을 한층 박리시킨 탄소계 나노소재로써 다른 나노소재에 비해 넓은 표면적을 가지며 기계적 강도, 열적, 전기적 특성이 매우 우수한 특징이 있기 때문에 전자산업분야, 에너지 산업분야 등에 활용되고 있다. 따라서 이러한 그래핀을 에폭시에 첨가하였을 경우 에폭시 도료의 역학적 특성을 효과적으로 향상시킬 수 있을 것으로 기대되고 있다.

그러나 그래핀은 발데르발스 힘에 의해 서로 응집하려는 성질이 있기 때문에 에폭시 내에서 분산의 어려움이 있다. 이러한 이유로 에폭시와 그래핀 간의 계면 접착력이 저하되고, 그래핀이 응집되어 역학적 특성이 저하되는 특징이 있다. 이러한 문제점을 해결하고자 그래핀을 표면개질하여 고분자 내에서 그래핀의 분산성, 고분자 매트릭스와 그래핀의 계면 접착력을 향상시키는 연구가 진행되고 있다[7,8,9,10,11].

한편, 미래창조과학부와 산업통상자원부는 2015년에 공동으로 그래핀의 제조공정을 단순화, 제조단가를 낮추기 위한 기술 개발 계획 및 그래핀 응용기술 개발 계획을 발표하였다. 그러나, 전자산업이나 에너지 산업분야에서 사용되는 싱글레이어 그래핀은 아직까지 제조과정이 복잡하고 고가이며, 대량생산이 어렵기 때문에 건설 산업에 적용하기에는 적합하지 않은 문제점이 있다.

이에 본 연구에서는 싱글레이어 그래핀에 비해 멀티레이어지만 제조 단가가 낮고 대량생산이 가능한 그래핀 나노플레이트릿(Graphene nanoplatelet; 이하 GNP)으로부터,

고분자 내에서 분산성, 고분자 매트릭스와의 계면 접착력을 향상시킬 수 있는 산화 그래핀 나노플레이트릿(Oxidized graphene nanoplatelet; 이하 GO)을 제조하였다. 이렇게 제조한 GO를 강화제로써 0.1, 0.3, 0.5, 1.0wt.% 혼입한 에폭시 도료의 인장강도, 연신율, 인장 응력-변형 특성, 파단면 분석을 실시하였으며, 이를 통해 GO를 강화제로 사용한 에폭시 도료의 역학적 특성을 검토하였다.

2. 실험계획 및 방법

2.1 사용재료

본 연구에서는 산화 그래핀 나노플레이트릿을 강화제로 사용한 에폭시 도료의 역학적 특성을 검토하기 위해 diglycidyl ether of bisphenol F(DGEBF) 타입의 에폭시 수지(YDF-170, Kukdo Chem., Korea)를 사용하였으며, 점도는 25℃에서 약 2,000–5,000cps, 당량은 160–180g/eq이다. 경화제(G-A0533, Kukdo Chem., Korea)의 점도는 25℃에서 약 500–1,000cps, 아민수소당량은 95–115g/eq인 것을 사용하였다.

또한, 에폭시 도료에 강화제로 사용한 GNP(xGnP-M-5, XG science Corp., USA)는 멀티레이어로서, 두께 6–8nm, 너비 5–25 μ m, 표면적 120–150m²/g인 것을 사용하였다.

한편, GO는 60% 질산용액 200ml에 1g의 GNP를 혼입하고 이 용액을 80℃ 조건에서 300rpm으로 4시간 동안 교반한 후, 증류수로 수차례 여과하여 질산을 제거하고 이를 건조시켜 분말형태로 제조하였다.

Table 1. Experimental plan and combination of GNP/Epoxy, GO/Epoxy paint

Specimens ID.	Base material	Curing agent	Functional group	Reinforcement ¹⁾		Assessment item
				GNP (wt.%)	GO (wt.%)	
Neat Epoxy	Diglycidyl Ether of Bisphenol F (YDF-170)	Amine based curing agent (GA-0533)	-	-	-	<ul style="list-style-type: none"> Tensile strength (MPa) Elongation (%) Tensile stress-strain Fracture surface analysis (SEM)
0.1GNP/Epoxy				0.1	-	
0.3GNP/Epoxy				0.3	-	
0.5GNP/Epoxy				0.5	-	
1.0GNP/Epoxy				1.0	-	
0.1GO/Epoxy			OH, COOH	-	0.1	
0.3GO/Epoxy				-	0.3	
0.5GO/Epoxy				-	0.5	
1.0GO/Epoxy				-	1.0	

1) GNP : Graphene nanoplatelet, GO : Oxidized graphene nanoplatelet

01 | Mixing and defoaming

(a) Mixing

(b) Defoaming

1. GNP, GO + Ethanol + Epoxy resin
(Stirring at 150 rpm and 80 °C
for 60 minutes)
2. Above suspension + Curing agent
(Stirring at 100 rpm for 15 minutes)
3. Remove bubbles under vacuum conditions
(For 15 minutes)
4. Manufacturing of tensile test specimen

02 | Tensile test specimen

(c) Manufacturing
specimens

(d) Size of specimen

Figure 1. Process of manufacturing GNP/Epoxy, GO/Epoxy paint

2.2 실험계획

본 연구에서는 강화제로 사용한 GNP와 GO의 화학조성과 분산안정성을 검토하기 위해 푸리에변환적외선분광법 (Fourier transform infrared spectroscopy; 이하 FT-IR)으로 GNP와 GO의 화학조성을 분석하고, GNP와 GO를 증류수와 에탄올에 혼합하여 육안으로 분산성을 관찰하였다.

또한, Table 1에 나타난 바와 같이 GNP, GO를 0.1, 0.3, 0.5, 1.0wt.%를 에폭시 수지에 혼합하여 GNP/Epoxy, GO/Epoxy 도료를 제조하였으며, 인장강도, 연신율, 인장 응력-변형 특성, 파단면 분석을 실시함으로써 GNP/Epoxy, GO/Epoxy 도료의 역학적 특성을 검토하고자 하였다.

2.3 GNP/Epoxy, GO/Epoxy 도료의 제조

Figure 1에 GNP/Epoxy, GO/Epoxy 도료의 제조과정을 나타내었다. GNP, GO를 0.1, 0.3, 0.5, 1.0wt.% 혼합물로 에폭시 수지에 혼합하고 60분 동안 150rpm으로 교반을 실시하였다. 그 후, GNP, GO 혼합한 에폭시 수지와 경화제는 100:61 비율로 혼합한 뒤 15분 동안 100rpm으로 교반하였다. GNP, GO 혼합한 에폭시 수지와 경화제의 비율은 다음 식 (1)에 의해 산출하였다.

$$\text{Curing agent (g)} = \frac{AHEW(g/eq) \times \text{epoxy resin (g)}}{EEW(g/eq)} \quad \text{--- (1)}$$

여기서,

$AHEW$: 아민수소당량 (Amine hydrogen equivalent weight)

EEW : 에폭시당량 (Epoxide equivalent weight)

이 후, 교반과정에서 생긴 기포를 제거하기 위해 15분간 진공 데시케이터에서 탈포과정을 거쳐 GNP/Epoxy, GO/Epoxy 도료를 제조하였다.

인장강도 시험체는 ASTM D638에 따라 Dog-bone 형태로 제작하였으며, 온도 $23 \pm 2^\circ\text{C}$, 상대습도 $50 \pm 5\%$ 조건에서 7일간 양생한 후 인장강도를 평가했다.

2.4 실험방법

GNP, GO의 화학조성을 분석하기 위해서 FT-IR을 이용하였으며, 용매에서의 GNP, GO의 분산안정성을 확인하기 위해 증류수와 에탄올에서 분산성을 검토하였다. 한편, 인장강도의 측정은 Figure 2에 나타난 바와 같이 직접인장시험장치를 이용하여 ASTM D638 시험방법에 준해 하중재하 속도 5mm/min.에서 각 실험수준 마다 최소 3회 이상 실험을 실시하였다.

GNP/Epoxy, GO/Epoxy 도료의 분산성 차이를 확인하기 위해 주사전자현미경(Scanning Electron Microscope; 이하 SEM)을 이용하여 파단면을 관찰하였다.

Figure 2. Direct tensile test equipment

Figure 3. FT-IR analysis of GNP and GO

3. 실험결과 및 고찰

3.1 GNP, GO의 화학조성 및 분산안정성

Figure 3에 GNP, GO의 FT-IR 분석결과를 나타내었다. GNP의 FT-IR 분석결과, 1352cm^{-1} 와 1732cm^{-1} 에서 피크가 나타났다. 1352cm^{-1} 피크는 C-H 결합을 의미하며, 1732cm^{-1} 피크는 C=O 결합을 의미하기 때문에 GNP 표면에는 적은 양이지만 카르복시기(COOH)가 존재하는 것으로 판단된다.

한편, GO의 경우, 3427cm^{-1} 에서 피크가 관찰되었으며, 이를 통해 GNP를 질산으로 산화시킴으로써 GNP와는 다르게 GO 표면에 하이드록시기(-OH) 결합이 생성된 것을 확인하였다. 또한, $1600\text{--}1700\text{cm}^{-1}$ 에는 C=O 결합과 1035cm^{-1} 에는 C-O 결합 피크가 강하게 나타났다. 이를 통해, GO 표면에는 주로 에폭시기와 하이드록시기 존재하고, 가장자리에는 카르복시기 존재하는 것으로 판단되며, 이러한 결과는 기존 연구[12]에서도 확인할 수 있었다.

따라서, 에폭시기, 하이드록시기, 카르복시기의 기능기로 인해 GO가 에폭시 도료 내에서 균일한 분산성을 유지하고, 에폭시 매트릭스와 화학적 결합을 유도해 역학적 특성을 향상시킬 수 있을 것으로 판단된다.

Figure 4에 에탄올과 증류수에서 GNP, GO의 분산성 관찰 결과를 나타내었다. GNP는 증류수에서 분산되지 않고 일부가 증류수 표면에 떠오르거나 침전되는 현상을 보였다. 또한, 에탄올에서는 초기에 분산이 되는 것처럼 보였으나

Figure 4. Dispersion of (a) GNP in distilled water (b) GNP in ethanol (c) GO in distilled water (d) GO in ethanol

시간이 지날수록 침전되는 현상을 보였다. 이는 FT-IR 분석 결과에서도 확인할 수 있듯이 GNP 표면에 친수성인 하이드록시기, 카르복시기 등의 기능이 충분하지 않아 증류수와 에탄올에서 GNP, GO의 분산성이 좋지 않은 것으로 판단된다.

한편, GNP를 질산에서 산화시킨 GO는 에탄올과 증류수에서 모두 안정적인 분산성을 보였으며, 특히 증류수에서 분산성이 가장 안정적인 것으로 나타났다. 이는 GO 표면에 존재하는 하이드록시기, 카르복시기, 에폭시기 기능기의 특성인 친수성 때문인 것으로 판단되며, 이러한 이유로 GO는 증류수, 에탄올과 같은 강한 극성용매에서 우수한 분산성을 갖는 것으로 사료된다.

3.2 GNP/Epoxy, GO/Epoxy 도료의 역학적 특성

Figure 5에 GNP, GO의 혼입률에 따른 GNP/Epoxy, GO/Epoxy 도료의 인장강도, 연신율, 인장 응력-변형 특성 평가 결과를 나타내었다. Figure 5(a)에 나타난 바와 같이 GNP, GO의 혼입률에 따른 인장강도를 평가한 결과, 강화제의 종류에 관계없이 모든 시험체에서 강화제를 혼입하지 않은 Neat Epoxy 도료보다 6.8–26.3% 향상된 인장강도를 보였다. 또한, GO/Epoxy 도료가 모든 혼입률에서

Figure 5. Mechanical properties of GNP/Epoxy and GO/Epoxy paint: (a) Tensile strength (b) Elongation (c) Tensile stress-strain curve of GNP/Epoxy paint (d) Tensile stress-strain curve of GO/Epoxy paint

GNP/Epoxy 도료에 비해 높은 인장강도 값을 나타내었다. 이는 GO 표면에 존재하는 하이드록시기, 에폭시기, 카르복시기로 인해 GO/Epoxy 도료 내에서 GO의 분산과 에폭시 매트릭스와의 결합력 향상으로 인한 결과로 사료된다. 한편, GNP/Epoxy, GO/Epoxy 도료 모두 0.3wt.%까지는 인장강도 값이 증가하는 경향을 나타내었지만 그 이후로는 감소하는 경향을 나타내었다.

Figure 5(b)에 GNP/Epoxy, GO/Epoxy 도료의 연신율 측정 결과를 나타내었다. 실험 결과, GO/Epoxy 도료가 모든 혼입률에서 GNP/Epoxy 도료에 비해 높은 연신율을 보이는 것으로 나타났다. GNP/Epoxy의 경우, GNP의 혼입률이 증가할수록 연신율은 감소하는 경향을 나타냈는데 이는 GNP 표면에 존재하는 기능기가 충분하지 않은 이유로

에폭시 도료와 결합력이 약해졌기 때문으로 판단된다. GO/Epoxy의 경우, 0.3wt.%에서 가장 높은 연신율을 나타내었으며, 그 이후 혼입률에서는 감소하는 경향을 나타내었다. 이러한 결과는 기능기의 도입으로 인한 에폭시 도료의 매트릭스와 GO의 결합력 향상 때문인 것으로 판단되며, 취성적인 파괴특성을 가지는 에폭시 도료의 단점을 보완할 수 있는 결과라고 사료된다. 한편, 0.5, 1.0wt.%에서는 연신율이 감소하는 경향을 나타내었는데, 에폭시 도료 내부에 GO의 혼입률이 많아지면서 경화 중 GO가 응집한 부분에서 파단이 일어났기 때문으로 판단된다.

Figure 5(c), (d)에 GNP/Epoxy, GO/Epoxy 도료의 인장 응력-변형 곡선을 나타내었다. GNP/Epoxy 도료는 Neat Epoxy 도료에 비해 GNP의 혼입률이 증가할수록 변

Figure 6. SEM image of fracture surface of GNP/Epoxy, GO/Epoxy specimen: (a) Neat Epoxy (b) 0.1GNP/Epoxy (c) 0.1GO/GNP (d) 0.3GNP/Epoxy (e) 0.3GO/Epoxy (f) 0.5GNP/Epoxy (g) 0.5GO/Epoxy (h) 1.0GNP/Epoxy (i) 1.0GO/Epoxy

형률이 감소하여 취성적인 파괴거동을 보였다. 그러나, GO/Epoxy 도료는 Neat Epoxy 도료에 비해 GNP, GO의 0.3wt.% 혼입률에서 연성적인 파괴거동을 보였고 GNP, GO의 0.5, 1.0wt.% 혼입률에서는 GNP/Epoxy 도료와 마찬가지로 변형 능력이 저하하는 경향을 나타내었다.

Figure 6에 Neat Epoxy, GNP/Epoxy, GO/Epoxy 도료의 파단면에 대한 SEM 관찰 결과를 나타내었다. Neat Epoxy 도료에 비해 GNP/Epoxy, GO/Epoxy 도료에서는 GNP, GO의 혼입률이 증가할수록 파단면이 거칠어지는 특징이 관찰되었다. 한편, GNP, GO의 0.5, 1.0wt.% 혼입률에서는 0.1, 0.3wt.% 혼입률에 비해 파단면 표면에서 GNP, GO가 분산되지 않고 응집되어 있는 것을 확인하였다. 또한, GNP/Epoxy 도료에서 GNP의 응집현상보다 GO/Epoxy 도료에서 GO의 응집현상이 적은 것을 관찰할 수 있었다. 이는 FT-IR 분석결과, 증류수와 에탄올에서의 분산안정성 시험결과에서도 확인할 수 있듯이 GO 표면에 존재하는 기능기로 인해 GO/Epoxy 도료 내에서 분산이 용이해진 결과로 판단된다.

4. 결 론

본 연구에서는 에폭시 도료의 역학적 특성을 향상시키기 위한 목적으로 GNP, GNP를 질산용액으로 산화시킨 GO의 화학조성 및 분산안정성 검토하고, 이를 강화제로 사용한 GNP/Epoxy, GO/Epoxy 도료의 역학적 특성을 분석하였으며, 그 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

- 1) 질산을 이용하여 간단하게 GNP를 산화시킨 결과, 강한 하이드록시기, 에폭시기, 카르복시기 피크가 발견되어 산처리를 통한 기능기의 생성을 확인하였다. 또한, GO는 증류수와 에탄올에서 분산효과가 육안으로 관찰되었다.
- 2) GNP/Epoxy, GO/Epoxy 도료의 인장강도 시험체의 파단면을 관찰한 결과 GNP/Epoxy 도료는 GNP의 응집 현상을 보였고 GO/Epoxy 도료는 상대적으로 GO의 응집현상이 적은 것을 확인하였다. 이를 통해 GNP의 산처리는 표면에 기능기를 생성함으로써 분산에 효과적인 것으로 확인되었다.
- 3) GO/Epoxy 도료는 기존 Epoxy 도료의 인장강도보다

혼입률 0.3wt.%에서 최대 26.3% 향상되었으며 GNP의 산처리에 따른 기능기의 도입은 에폭시 도료의 역학적 특성을 향상할 수 있음을 확인하였다.

요 약

본 연구에서는 그래핀 나노플레이트릿(Graphene nanoplatelet; GNP)의 분산에 대한 문제를 해결하고자 질산으로 이를 산화시켜 GO를 제조하였다. 이렇게 제조한 GO를 에폭시 도료에 혼입하기 전, 푸리에변환적외선분광법(Fourier transform infrared spectroscopy; FT-IR)을 이용한 화학조성 분석과 용매에서의 분산안정성을 확인하였다. 그 후, GNP, GO를 에폭시 도료에 0.1, 0.3, 0.5, 1.0wt.% 혼입하여 GNP/Epoxy, GO/Epoxy 도료를 제조하고 역학적 특성을 평가하였다. 실험 결과, FT-IR 분석을 통해 GO에서 하이드록시기, 에폭시기, 카르복시기 기능기가 생성된 것을 확인할 수 있었다. 또한, GO는 GNP보다 증류수와 에탄올에서 분산안정성이 향상되는 것을 확인하였다. 한편, GO/Epoxy 도료는 Neat Epoxy, GNP/Epoxy에 비해 역학적 특성이 향상되었으며, 특히 0.3wt.% 혼입률에서 높은 역학적 특성을 나타내었다. 따라서 GO를 에폭시 수지에 강화제로써 혼입할 경우 에폭시 도료의 역학적 특성을 향상시키는데 효과적인 것으로 판단된다.

키워드 : 에폭시 도료, 산화 그래핀 나노플레이트릿, 강화제, 역학적 특성

Acknowledgement

This research was supported by Basic Science Research Program through the National Research Foundation of Korea (NRF) funded by the Ministry of Science, ICT & Future Planning. (No. 2015R1A5A1037548)

References

1. Thomas NL, The barrier properties of paint coatings, *Progress in Organic Coatings*, 1991 May;19(2):101-21.
2. Mizutani T, Arai K, Miyamoto M, Kimura Y, Application of

- silica-containing nano-composite emulsion to wall paint: A new environmentally safe paint of high performance, *Progress in Organic Coatings*, 2006 Mar;55(3):276-83.
3. Khan SU, Munir A, Hussain R, Kim JK, Fatigue damage behaviors of carbon fiber-reinforced epoxy composites containing nanoclay, *Composites Science and Technology*, 2010 Nov;70(14):2077-85.
4. Xu S, Girouard N, Schueneman G, Shofner ML, Meredith JC, Mechanical and thermal properties of waterborne epoxy composites containing cellulose nanocrystals, *Polymer*, 2013 Nov;54(24):6589-98.
5. Gojny FH, Wichmann MHG, Köpke U, Fiedler B, Schulte K, Carbon nanotube-reinforced epoxy-composites: enhanced stiffness and fracture toughness at low nanotube content, *Composites science and technology*, 2004 Nov;64(15):2363-71.
6. Ji QL, Zhang MQ, Rong MZ, Wetzel B, Friedrich K, Friction and wear of epoxy composites containing surface modified SiC nanoparticles, *Tribology Letters*, 2005 Oct;20(2):115-23.
7. Tang LC, Wan YJ, Yan D, Pei YB, Zhao L, Li YB, Lai GQ, The effect of graphene dispersion on the mechanical properties of graphene/epoxy composites, *Carbon*, 2013 Aug;60:16-27.
8. Naebe M, Wang J, Amini A, Khayyam H, Hameed N, Li LH, Fox B, Mechanical property and structure of covalent functionalised graphene/epoxy nanocomposites [Internet]. London: Scientific reports; 2014 Mar 14. Available from: <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC3953726/?report=classic>
9. Ahmadi-Moghadam B, Sharafimasoooleh M, Shadlou S, Taheri F, Effect of functionalization of graphene nanoplatelets on the mechanical response of graphene/epoxy composites, *Materials & Design*, 2015 Feb;66:142-9.
10. Shiu SC, Tsai JL, Characterizing thermal and mechanical properties of graphene/epoxy nanocomposites, *Composites Part B: Engineering*, 2014 Jan;56:691-7.
11. Kim SC, Lee HI, Jeong HM, Kim BK, Kim JH, Shin CM, Effect of pyrene treatment on the properties of graphene/epoxy nanocomposites, *Macromolecular research*, 2010 Nov;18(11):1125-8.
12. Wan YJ, Gong LX, Tang LC, Wu LB, Jiang JX, Mechanical properties of epoxy composites filled with silane-functionalized graphene oxide, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2014 Sep;64:79-89.