

# 표면처리된 나노점토강화 복합재의 $G_{IC}$ 에 관한 연구

## Study on the $G_{IC}$ of Surface-modified Nano-clay reinforced composites

\*하성륙<sup>1</sup>, #이경엽<sup>2</sup>

\*S. R. Ha<sup>1</sup>, #K. Y. Rhee(rheeky@khu.ac.kr)<sup>2</sup>

<sup>1</sup> LIG 넥스원 기계연구센터, <sup>2</sup> 경희대학교 테크노공학대학

Key words Nano-clay, Montmorillonite,  $G_{IC}$ , Nanocomposite

### 1. 서론

나노점토강화 복합재는 1987년 일본의 Toyota 연구진이 나일론 단량체를 실리케이트 층 사이에 삽입을 시켜 층간 거리가 증가하는 박리현상을 보고한 이후 많은 연구자에 의하여 연구되고 있다.[1-4] 나노점토강화 복합재는 나노점토 입자가 기지재에 나노미터 간격으로 균일하게 분산되고 점토입자층 사이에 기지재가 삽입되어 점토입자와 기지재의 접촉면적이 커져 표면에너지가 증가되기 때문에 나노점토량을 기존의 입자강화 복합재보다 훨씬 소량만 사용여도 기존 입자강화복합재에서 얻기 힘든 물성을 얻을 수 있다. 또한 나노점토강화 복합재는 기존의 금속재료보다 가볍고 내부식성, 내마모성 및 강도가 우수하다는 장점을 가지고 있다. 이러한 장점으로 인하여 나노점토강화 복합재는 최근 자동차, 항공, 선박 등 고부가가치 산업에 활용이 증가하고 있다. 그러나 나노점토강화 복합재는 입자의 응집성이 매우 높아 나노점토가 기지재 안에서 응집되어 있을 경우 균일한 물성이 나타나지 않으며, 나노점토와 기지재 사이 층간분리 현상이 일어나고, 나노점토 층간에 기지재 삽입이 어렵다는 문제점을 가지고 있다. 따라서 나노점토 층간 삽입 및 분산성 향상을 위한 연구가 활발히 이루어지고 있다. 예를 들어 Yasmin 등[5]은 Twin screw 사출기를 이용하여 분산성 향상 및 에폭시를 나노점토 층간에 원활한 삽입을 유도하였고, Liu 등[6]은 정수압을 이용하여 나노점토 층간에 에폭시를 삽입하는 HPM 방법을 발표하였다. 그러나 위와 같은 기계적인 방법은 많은 시간과 비용이 소비될 뿐만 아니라 소량의 제조만이 가능한 단점이 있다.

한편 나노점토강화 복합재에 대한 기계적 특성 연구는 고분자기지재와 나노복합재의 강도특성비교와 기지재 종류에 따른 인장특성변화에 대한 연구가 주로 이루어지고 있다. Daniel 등 [7]은 순수에폭시보다 나노점토의 중량비를 5 wt%로 하여 나노점토/에폭시 복합재를 제작하였을 때 탄성계수가 50% 이상 향상됨 발표하였고, Tjong 등[8]은 나노점토/폴리아미드(PA) 복합재에 있어 폴리아미드의 화학성분 변화에 따라 탄성계수가 110% 이상 변화됨을 발표하였다. 그러나 나노점토강화 복합재를 산업용 소재로 사용하기 위해서는 나노점토강화 복합재의 파괴특성에 대한 규명이 반드시 필요하지만 이에 대한 연구는 미흡한 상태이다.

따라서 본 연구에서는 나노점토강화 복합재의 파괴특성 향상을 위해 나노점토를 표면처리하였으며, 이에 따른 나노점토강화 복합재의 파괴 특성 변화에 대하여 연구하였다. 이를 위해 나노점토를 실란으로 표면처리하였으며, 표면처리 유·무에 따른 파괴인성 변화를 검토하였다.

### 2. 시편제작 및 실험방법

본 연구에 사용된 재료는 나노점토는 미국 Southern clay社에서 제조된 Na<sup>+</sup>-Montmorillonite 와 국도화학의 에폭시(DGEBA, YD-115)를 사용하였다. 그리고 나노점토의 표면처리를 위하여 사용된 표면처리제는 미국 Aldrich Chemical Company에서 제조된 3-aminopropyltriethoxysilane 를 사용하였다. 이때 나노점토의 질량비는 전체무게 대비 6 wt% 로

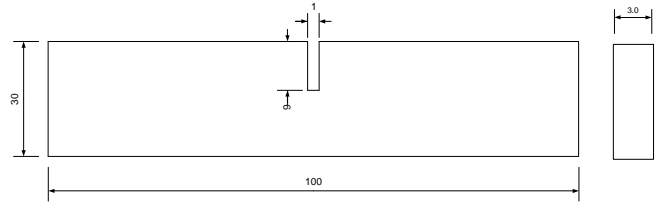


Fig. 1 Schematic diagram of fracture specimen.

하여 나노복합재를 제작하였다. 시편제작을 위해 나노점토와 에폭시를 1 시간동안 교반한 후 경화제를 첨가하여 다시 2 분간 교반하여 혼합물을 제조하였다. 이후 제조된 혼합물을 몰드에 붓고 오븐에 넣어 60℃에서 6 시간, 120℃에서 2 시간 동안 경화시켜 나노점토강화 복합재를 제작하였다.

제작된 나노복합재를 이용하여 파괴시험을 수행하기 위해 다음과 같이 파괴시편을 제작하였다. 파괴시편은 두께 3.0 mm, 가로, 세로의 길이 100.0 mm, 30.0 mm로 가공하였고, 이후 초기크랙을 9.0 mm로 가공하였다. Fig. 1은 본 연구에 사용된 파괴시편의 형상을 나타낸 것이다.

파괴시험은 만능재료시험기(INSTRON 8871)를 이용하여 수행하였으며, 0.2 mm/min의 일정한 변형률을 유지한채 수행하였다. 본 연구에서는 실험결과와 유사성을 위하여 최소한 다섯 번 이상의 실험을 반복 수행하였다.

### 3. 결과 및 검토

일반적으로 금속재의 경우 파괴인성은  $K_{IC}$  를 사용하지 않, 복합재는 물성이 방향에 따라 다른 이방성 재료이기 때문에 파괴인성을  $K_{IC}$  가 아닌 재료의 파괴 시 크랙진전에 에너지관점에서 보는  $G_{IC}$  를 사용하고 있다. 나노점토강화 복합재의 경우 거시적으로 균일재료로 가정할 수 있기 때문에 파괴인성이 대부분  $K_{IC}$  로 규명되고 있는 실정이다. 그러나 나노점토강화 복합재도 미시적으로 이방성 재료이기 때문에 파괴인성을  $G_{IC}$  로 규명해야할 것이다. 따라서 본 논문에서는 나노점토강화 복합재의 파괴인성을  $G_{IC}$  로 규명하였다.

본 연구에서는 나노점토강화 복합재의 파괴인성을 규명하기 위해 컴플라이언스 방법을 사용하였다. 이를 위해 나노점토강화 복합재의 균열진전에 따른 컴플라이언스를 측정하였다. 컴플라이언스는 나노점토강화 복합재의 균열 길이에 따른 하중-변위 선도에서 기울기의 역수를 측정함으로써 구하였다. Fig. 2는 나노점토강화 복합재의 컴플라이언스 변화를 표면처리 유·무에 따라 나타낸 것이다. Fig. 2에서 알 수 있듯이 나노점토강화 나노복합재의 컴플라이언스는 균열길이에 상관없이 표면처리된 경우가 낮은 값을 보이고 있다.

본 연구에서 나노점토강화 복합재의 파괴인성,  $G_{IC}$  는 아래 식을 이용하여 도출하였다.

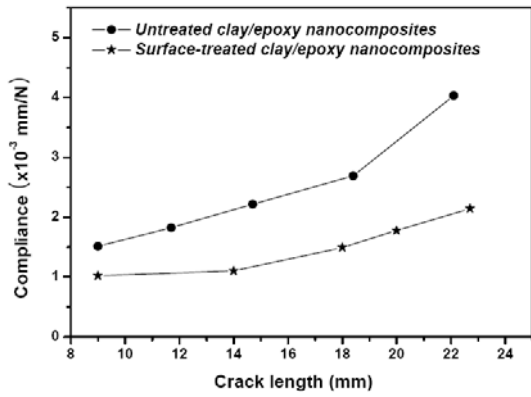


Fig. 2 Change of compliance of untreated and surface-treated clay/epoxy nanocomposites as a function of crack length.

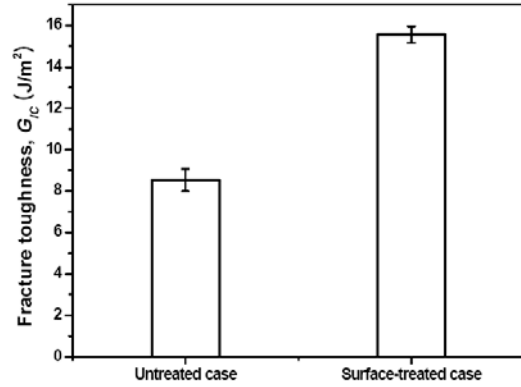


Fig. Fracture toughness of untreated and surface-treated clay/epoxy nanocomposites.

$$G_{IC} = \frac{P_{cr}^2}{2B} \frac{dC}{da} \quad (1)$$

위 식에서  $P_{cr}$  은 파괴하중을,  $C$  는 컴플라이언스를,  $B$  는 시편의 두께를,  $a$  는 균열길이를 각각 나타내고 있다.

Fig. 3 은 표면처리 유· 무에 따른 나노점토강화 복합재의 파괴인성을 나타내고 있다. Fig. 3 에서 살펴보면 파괴 인성은 균열길이에 관계없이 표면처리된 나노점토강화 복합재가 높은 것을 알 수 있다. 구체적으로 표면처리가 안된 나노복합재의 파괴인성은 8.52 J/m<sup>2</sup> 이고, 표면처리된 나노복합재의 파괴인성은 15.55 J/m<sup>2</sup> 로 나노점토를 표면처리함에 따라 파괴인성이 약 80% 이상 증가되었다.

나노점토를 표면처리함에 따라 파괴인성이 증가하는 이유는 다음과 같이 설명할 수 있다. 나노복합재는 외부에서 힘이 가해지면, 그 힘을 기지재가 나노점토로 전달하고, 이때 나노점토는 전달된 힘에 저항하여 결과적으로 나노복합재를 강화시키게 된다. 즉 나노점토를 표면처리하는 경우 나노점토와 기지재 사이의 계면결합력은 증대되기 때문에 기지재가 나노점토에 더욱 효과적으로 힘을 전달할 수 있게 된다. 또한 나노점토와 기지재 사이 계면결합력의 증대는 나노점토와 기지재의 층간분리를 억제시키는 역할을 하기 때문에 결과적으로 표면처리된 나노복합재의 파괴인성이 표면처리 안된 나노복합재의 파괴인성보다 높은 것으로 판단된다. 이를 보다 명확하게 규명하기 위해서는 각 경우 나노복합재의 파단면을 분석해야하며, 이는 추후 연구에 반영하도록 할 것이다.

#### 4. 결론

나노점토의 표면처리가 나노점토강화 복합재의 파괴특성에 미치는 영향을 규명하기 위해 나노점토를 실란을 이용하여 표면처리하였다. 이 후 표면처리 유· 무의 나노복합재를 제작하였고 이로부터 파괴시험을 수행하였다. 본 연구에서 얻은 결론은 다음과 같다.

- 1) 나노점토강화 복합재는 나노점토를 실란을 이용하여 표면처리함에 따라 파괴인성이 약 80% 이상 증가된다.
- 2) 나노점토를 표면처리함에 따라 파괴인성이 증가하는 원인은 나노점토와 에폭시의 계면결합력이 증가하여 계면분리 현상이 억제되고, 외부하중을 에폭시가 나노점토로 더욱 원활히 전달할 수 있는 현상에 기인하는 것으로 사료된다.

#### 참고문헌

1. X. Liu, Q. Wu, "PP/clay nanocomposites prepared by grafting-melt intercalation", *Polymer*, vol. 42, pp. 10013-10019, 2001.
2. A.S. Zerda, A. J. Lesser, "Intercalated clay nanocomposites: morphology, mechanics, and fracture behavior", *J. polymer science:part B*, vol. 39, pp. 1137-1146, 2001.
3. L.L. Pluart, J. Duchet, H. Sautereau, "Epoxy/montmorillonite nanocomposites: influence of organophilic treatment on reactivity, morphology and fracture properties", *Polymet*, vol. 46, pp.12267-12278, 2005.
4. Yasmin, A., Abot, J., L. Daniel, I. M., "Processing of Clay/Epoxy Nanocomposites With a Three-Roll Mill Machine", *Materials Research Society symposia proceedings*, vol. 740, pp. 75-80, 2003.
5. A. Yasmin, J. L. Abot and I. M. Daniel, "Processing of clay/epoxy nanocomposites by shear mixing", *Scripa Materailia*, Vol. 49, pp. 81-86, 2003.
6. W. Liu, S. V. Hoa and M. Pugh, "Fracture toughness and water uptake of high-performance epoxy/nanoclay nanocomposites", *Composites Sci. Technol.*, Vol. 65, pp. 2364-2373, 2005.
7. Daniel, I. M., Miyagawa, H., Gdoutos, E. E., Luo, J. J., "Processing and Characterization of Epoxy/Clay Nanocomposites", *Experimental mechanics*, vol. 43, pp.348-354, 2003.
8. Tjong, S.C., Bao, S. P., "Preparation and nonisothermal crystallization behavior of polyamide 6/montmorillonite nanocomposites", vol. 42, pp.2878-2891, 2004.