

## 저온·고온고습 환경시험에 의한 GFRP의 미시계면 접착상태 및 노치형상강도 특성에 관한 연구

김 옥 만\* · 박 귀 성\* · 한 길 영\*\* · 이 동 기\*\* · 김 이 곤\*\*\*  
(96년 8월 23일 접수)

A Study on Characteristic Adhesive Condition at Microscopic Interfaces and Notch Shape Strength of GFRP Composites Laminates under Low-Hot-Wet Environment

Yok-Man Kim\* · Gue-Seung Park\* · Gil-Young Han\*\* · Dong-Gi Lee\*\* · E-Gon Kim\*\*\*

**Key Words** : Thermoplastic Resin (열가소성 수지), Continuous Fiber Reinforced Composite (연속섬유강화 복합재료), Adhesive Condition (접착상태), High Viscosity (고점성)

### Abstract

The purpose of this investigation is to estimate the strength with the variations of the notch shape and the adhesive condition at the fiber/matrix micro interface of E-glass/PP laminates. To promote the degradation of the adhesive condition at the fiber/matrix micro interface without matrix dissolution loss, low-, hot-wet and spiking tests were carried out. The absorption properties and the tensile properties were compared according to the fiber orientation and the content.

The results show that, firstly, saturated moisture absorption was reached at 5cycles and their absorptions of RD-40, UD-42 and UD-50 are 0.68%, 0.63%, 0.60%, respectively.

Secondly, all the specimens investigated were mostly degraded at 5cycle, whereas UD-50 having ellipse shaped notch the least decrement of strength.

### 1. 서 론

최근, 열가소성 수지를 모재로 하고 유리섬유를 강화재로 한 섬유강화 고분자 복합재료(FRTP)는 고성능, 고기능, 성형성이 뛰어나며 내충격성이 우

수하고 소재 저장성도 양호하며 2차부형이 가능하다. 이 재료는 비중이 작기 때문에 구조부품의 경량화에 유효하고 수지계의 복합재료이므로 내식성 및 생산성이 뛰어나며, 또한 열가소성 수지이므로 재생이 가능하고 최종처리로서 소각도 용이하기

\* 조선대학교 대학원

\*\* 조선대학교 공과대학, 수송기계부품 공장자동화 연구센터

\*\*\* 국민대학교 공과대학, 정밀정형 및 금형가공 연구센터

때문에 여러 산업분야에서 각광을 받고 있다.

그러나 섬유강화 복합재료는 일반 금속재료와 달리 매우 복잡한 섬유배향 특성을 갖는 비균질 이방성 재료이기 때문에 이론적 해석이 어렵고, 제작 과정에서 수반되는 많은 변수들과 재료물성 등의 평가가 어려워 높은 신뢰도를 요구하는 구조물의 적용에는 많은 제약을 받고 있다. 이러한 점을 극복하기 위해서는 복합재료의 기계적 특성, 파괴거동, 섬유배향 상태측정, 수분흡수 특성 등에 관한 실험적 자료가 절실히 요구되고 있으나 아직은 실험여건 등의 미비로 정량적인 실험결과가 크게 부족한 실정이다.

특히, 열가소성 수지는 긴 분자 연결로 구성된 사슬배열형 쇄상 고분자이기 때문에 용융시에도 점도가 높고<sup>1)</sup> 연속섬유강화 복합재료의 성형에서는 강화섬유속내의 수지함침이 곤란하므로<sup>2)</sup> 강화섬유-매트릭스 수지간의 미시계면에서의 접착상태의 불량이 우려된다. 강화섬유와 매트릭스 수지간의 접착상태 평가는 단섬유와 매트릭스 수지사이에서의 미시영향을 기초로 한 예<sup>3,4)</sup>는 많지만 랜덤한 배향상태를 갖는 구조와 연속섬유로서 일방향의 배향을 갖는 FRTP에 대하여 저온, 고온고습, 건조 사이클이 반복되는 환경하의 미시계면에서 접착상태가 적층판의 역학적 특성에 미치는 영향과 노치형상에 따라 강도에 어떠한 영향을 미치는가에 대해서는 명확히 확립되어 있지 않은 실정이다.

따라서, 본 연구에서는 섬유함유율이 서로 다른 일방향재와 랜덤재 GFRP 복합판재에 원형, 사각형, 타원형 노치를 가공하여 -20℃ 알코올/증류수에서 24시간 유지시킨 후 40℃ 진공오븐에서 12시간 건조, 80℃ 증류수에서 24시간 침적하여 40℃ 진공오븐에서 12시간 건조시키는 사이클을 반복하여 이러한 환경 하에서 장시간 노출되었을 때 섬유함유율과 배향상태에 따른 미시계면에서 접착상태가 적층판의 역학적 특성에 미치는 영향과 노치형상에 따른 잔류강도저하, 반복 사이클에서의 수분흡수 특성, 흡습율의 크기를 실험적으로 고찰하여 어떠한 배향성과 노치형상을 갖는 GFRP 복합재가 실제 사용환경하에서 잔류강도 특성이 우수함을 실험적 관점에 고찰하고자 한다.

## 2. 이 론

섬유강화 고분자 복합재료가 저온·고온고습, 진공상태건조와 같은 반복사이클하에 장시간 노출되었을 때 재료내에 포함된 수분흡습율은 다음식으로 구하였다<sup>5)</sup>.

$$M = \frac{W_m - W_d}{W_d} \times 100 \quad (1)$$

여기서 M : 수분 흡습율(%)  
 $W_d$  : 흡습전의 시험편 무게(g)  
 $W_m$  : 흡습후의 시험편 무게(g)  
 인장강도는 다음식으로 구하였다.

$$\sigma_t = \frac{P}{bt} \quad (2)$$

여기서  $\sigma_t$  : 최대인장강도(MPa)  
 P : 최대하중(N)  
 b : 시험편의 폭(mm)  
 t : 시험편의 두께(mm)

## 3. 실험장치 및 방법

본 연구에서 사용한 실험재료인 복합재료는 E-glass/polypropylene으로서 유리섬유와 모재의 비중량은 각각 2.55g/cm<sup>3</sup>, 0.9g/cm<sup>3</sup>이며 유리섬유 함유율이 40wt%인 쉘트스트랜드 매트(sheet)를 소재로 하여 프레스 성형한 랜덤재(이하 RD-40 이라 한다)와 유리섬유 함유율이 42wt%, 50wt%인 연속섬유 매트의 시트(sheet)를 소재로 하여 프레스 성형한 한방향재(이하 UD-42, UD-50 이라 한다)의 3종류를 이용하였다.

GFRP 복합재료의 저온-고온 고습, 고온건조 후의 노치형상에 따라서 잔류강도를 평가하기 위하여 원형, 사각형, 타원형의 노치를 시험편에 가공하여, 시험편이 완전 건조상태가 되도록 가공된 시험편을 80℃ 진공오븐에서 약 24시간 동안 유지시켰고, 건조된 시험편을 저온조와 정밀항온조(size: 400 × 400 × 450mm, SADAЕ TESTING INSTRUMENT AB1701)를 이용하여 흡습을 시켰다.

저온조에서는 알콜(C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH)과 증류수를 6 : 4로 혼합하여 -20℃로 유지시켰으며 고온에서는 증류수를 이용하였다. 항온조내의 시험편은 Fig. 1과 같이 정밀항온조 내에 같은 위치의 수심에서 시험편을 세로로 세워 1열로 배열하였으며, 시험편 지지대는 온도와 습도에 의한 변형을 방지하기 위하여 스테인레스강을 이용하여 제작하였다.

저온·고온고습, 고온건조의 반복사이클을 행하는 스파이크(Spike)시험의 유지시간과 온도는 실제 사용환경을 고려하여 Fig. 2에 도시한 바와 같은 사이클을 20회까지 행하였다.

저온·고온고습 하에서 시험편의 수분흡습율은 식 (1)로 구하였다. 흡습율의 측정은 흡습개시 직전에 1/10,000g 까지 측정이 가능한 분석용 정밀 전자 저울을 이용해 실온상태에서 습기를 제거한 시험편의 중량을 측정하고, 매 측정 때마다 흡습시험편의 중량을 측정하여 이들의 비를 백분율로 나타내었다.

흡습효과가 노치를 갖는 GFRP 복합재료의 잔류강도에 어떠한 영향을 미치는가를 조사하기 위하여 스파이크 실험에 의해서 5 사이클, 10 사이클, 15 사이클, 20 사이클에서 GFRP 시험편에 대해 재료시험기(INSTRON, 4206-001)를 이용하여 인장시험에 의해 잔류강도를 구하였다.

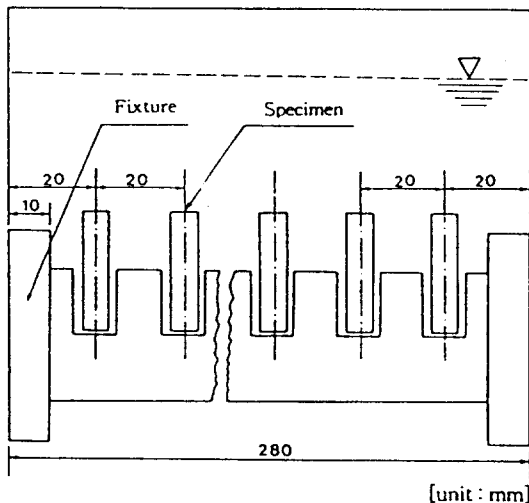
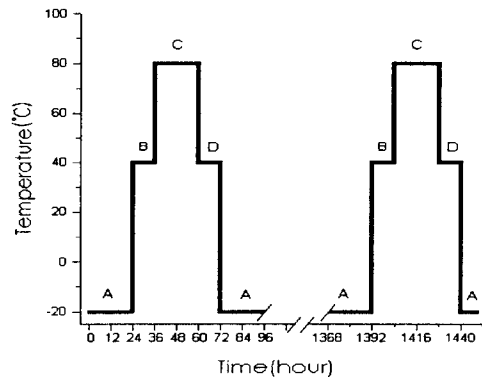


Fig. 1 Arrangement of specimens

인장시험에서는 컴퓨터 에디터 컨트롤(GP-IB)

을 이용해서 재료시험기를 컴퓨터로 제어하여 시험 후에 데이터를 컴퓨터에 전송하였다.



- A : Absorption at -20℃ for 24 hr
- B : Drying at 40℃ for 12 hr
- C : Absorption at 80℃ for 24 hr
- D : Drying at 40℃ for 12 hr

Fig. 2 Spiking method at low-high temperature

### 3.1 스파이크시험에 의한 흡습율

GFRP 복합재료의 저온과 고온에서 흡습율을 측정하기 위하여 시트를 250mm(폭)×300mm(길이)×3.8mm(두께)의 직사각형판으로 절단한 다음에 ASTM D570-81과 ASTM D3039규격을 참조하여 다이아몬드 휠톱(Power Mat 2000)으로 시험편을 가공하였으며, 시험편의 중앙에 원형, 사각형, 타원형의 노치를 CNC머시닝 센타(CNC machining center)를 이용하여 제작하였다. 이때 시험편에 손상을 최소화 하기 위하여 시험편 상·하면에 아크릴 판으로 고정시킨 후 노치를 가공하였다. 시험편의 치수와 형상은 Fig. 3과 같다.

한편, 저온과 고온에서의 유지시간과 방법은 스파이크 시험법(spike method)을 이용하여 Fig. 2와 같은 시간과 온도를 유지시켰다. 저온과 고온에서의 흡습율 측정은 흡습개시 직전에 시험편을 완전 건조 상태로 유지하기 위하여 80℃ 진공오븐에서 24시간 유지시킨 후 1/10000g까지 측정이 가능한 분석용 전자저울(OHAUS AP250D)을 이용하여 실온상태에서 시험편의 중량을 측정하고, -20℃의 저

온조(TC-200Bath)에 시험편을 24시간 침지시킨 후 중량을 측정하고, 시험편을 다시 40℃ 진공오븐에서 12시간 유지시킨 후 80℃ 중류수에 24시간 침지시키고 실온에서 시험편의 중량을 측정하는 시험을 매 사이클마다 반복하여 이들의 비를 백분율로 나타냈다. 따라서 1사이클에 소요되는 시간은 72시간이 되었다.

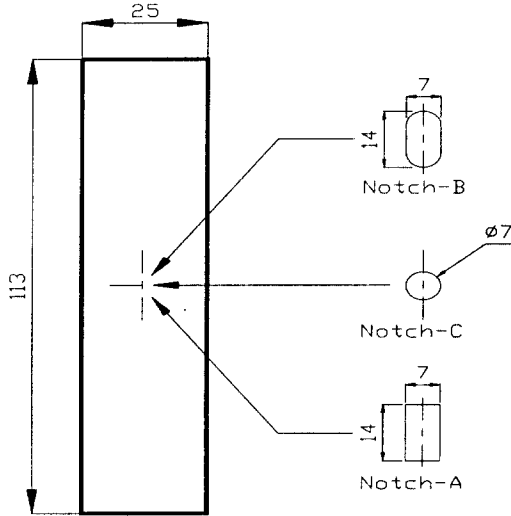


Fig. 3 Configuration of specimens with hole, rectangular and ellipse

### 3.2 스파이크시험에 의한 인장잔류강도

저온·고온고습 건조 후 GFRP 복합재료의 인장강도를 측정하기 위해 ASTM D3039 규격을 참조하여 제작한 시험편을 스파이크(spike)시험법에 의하여 흡습을 시킨 후 재료시험기(INSTRON 4206-001)를 이용하여 인장시험을 하였다. 재료시험기의 크로스 헤드속도는 1mm/min의 일정변위 속도로 하였다.

시험편은 Fig. 3과 같이 시험편의 중앙에 원형, 사각형 및 타원형 노치를 가공한 시험편을 5cycle, 10cycle, 15cycle 및 20cycle 별로 인장시험을 행하여 잔류강도를 비교하였다.

저온·고온 항온조의 내부온도는 실제 사용에 적용될 온도를 고려하여 -20℃~80℃로 유지시켰다.

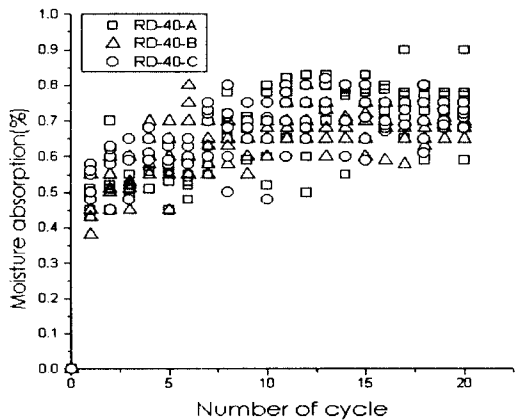
## 4. 실험결과 및 고찰

### 4.1 반복사이클시의 흡습율

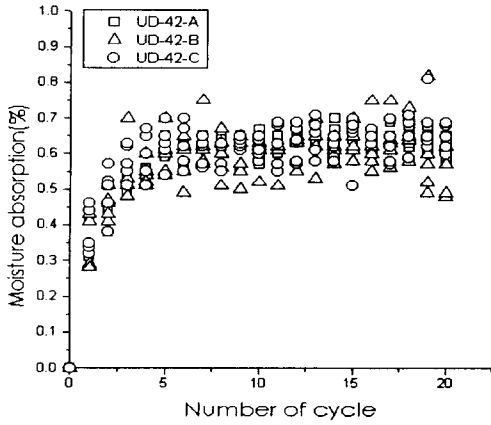
Fig. 4는 시험편 RD-40, UD-42 및 UD-50에 대한 사이클 수와 노치형상에 따른 흡습거동을 나타낸 것으로 강화재인 유리섬유 함유율이 적고, 모재인 폴리프로필렌(P.P)이 많이 함유되어 있을수록 흡습율이 크게 나타났다. 그리고 포화흡습상태에 도달한 흡습율은 섬유함유율이 높은 UD-50이 RD-40, UD-42보다 낮은 포화흡습상태에 도달하였다. 이는 GFRP 복합판의 강화재인 유리섬유는 습기를 거의 흡수하지 않고, 모재인 폴리프로필렌이 습기를 흡수하기 때문에 섬유함유율이 높을수록 흡습율이 낮게 나타났다고 생각된다. 이때 섬유함유율과 섬유배향상태가 같고 노치형상이 다른 시험편의 경우 흡습율 변화는 거의 비슷한 흡습율을 나타내고 있어서 노치형상 변화에는 큰 영향을 미치지 않고 있음을 알 수 있었다.

한편, 포화흡습율에 도달한 사이클 수는 약 5사이클(약 360시간)이었으며, 랜덤재인 RD-40은 약 0.68%, 한 방향재인 UD-42는 약 0.63%, UD-50은 약 0.60%이었다.

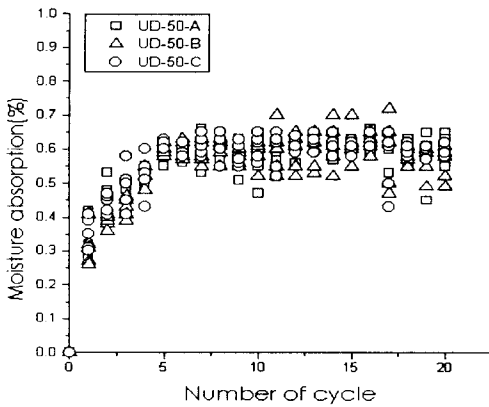
이 결과는 HAN<sup>6,7)</sup> 등의 연구결과보다 높은 포화흡습율을 나타내고 있는데 일정한 온도에서 흡습을 계속해서 진행시키는 것보다 스파이크 시험법에 의한 흡습방법이 시험편의 열화를 훨씬 촉진시키기 때문인 것으로 생각된다.



(a) Specimen of RD-40



(b) Specimen of UD-42



(c) Specimen of UD-50

Fig. 4 Moisture absorption of specimens as a function of number of cycle

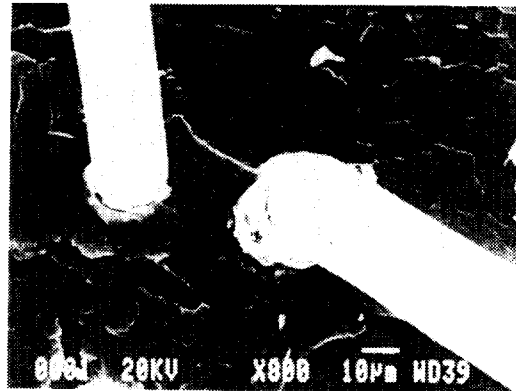
#### 4.2 적층판 미시계면의 특성

저온·고온고습 환경에서 FRP의 열화는 미시적으로는 강화섬유와 모재와의 분리를 촉진시켰다. 본 연구에서는 Fig. 2와 같이 스파이크 시험법에 의해서 저온·고온고습 환경에서 일정시간 유지시킨 후 건조하는 과정을 반복함으로써 강화섬유와 모재사이의 미시계면을 Fig. 5와 같은 SEM 사진을 통해서 고찰할 수 있었다.

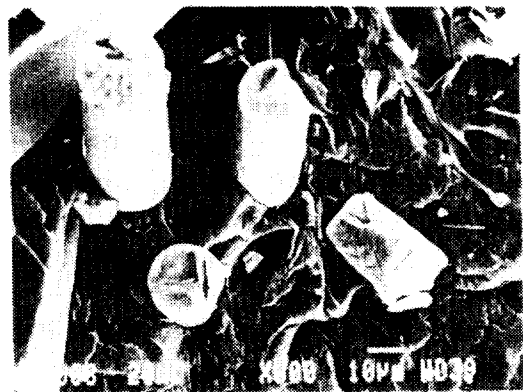
Fig. 5는 RD-40, UD-42 및 UD-50 시험편의 흡



(a) Specimen of RD-40



(b) Specimen of UD-42

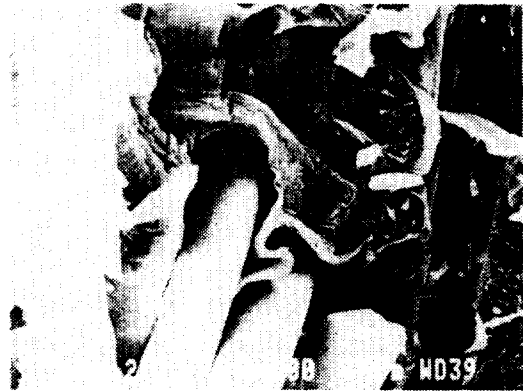


(c) Specimen of UD-50

Fig. 5 SEM fractographs showing the fracture surface of the specimens (0 cycle)



(a) Specimen of RD-40



(a) Specimen of RD-40



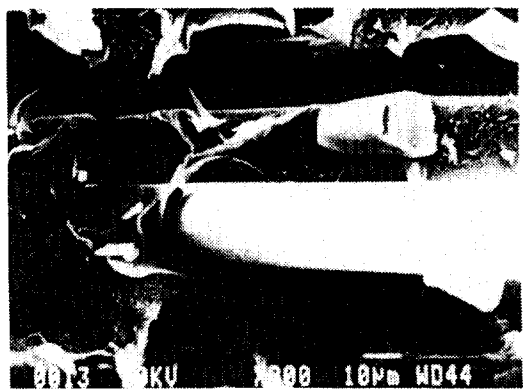
(b) Specimen of UD-42



(b) Specimen of UD-42



(c) Specimen of UD-50



(c) Specimen of UD-50

Fig. 6 SEM fractographs showing the fracture surface of the specimens (5 cycle)

Fig. 7 SEM fractographs showing the fracture surface of the specimens (10 cycle)

습을 개시하기 전 인장실험 후의 섬유와 모재와의 접착상태를 나타낸 것이며, Fig. 6과 Fig. 7은 5cycle 및 10cycle 경과 후의 섬유와 모재와의 분리 상태를 나타내고 있다. 10cycle 이후부터는 모재와 섬유의 분리정도가 더 이상의 큰 차이를 나타내지 않음을 알 수 있었다.

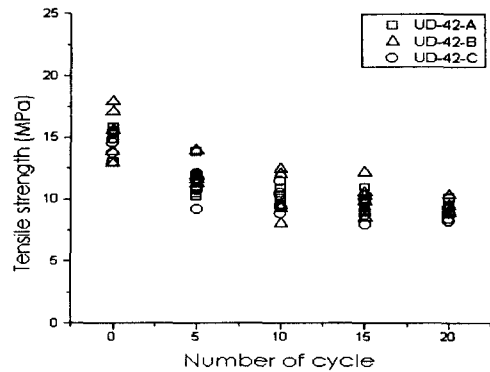
Fig. 6의 SEM 사진 결과에서 알 수 있듯이 5cycle에 이르렀을 때 강화재인 섬유와 모재인 매트릭스와의 분리가 심하게 나타남을 알 수 있었다. 5cycle 이후에서의 섬유와 모재의 분리는 5cycle보다 약간 크게 나타나는 경향을 보이지만 큰 차이는 없었다.

#### 4.3 반복사이클시 노치형상에 따른 잔류강도

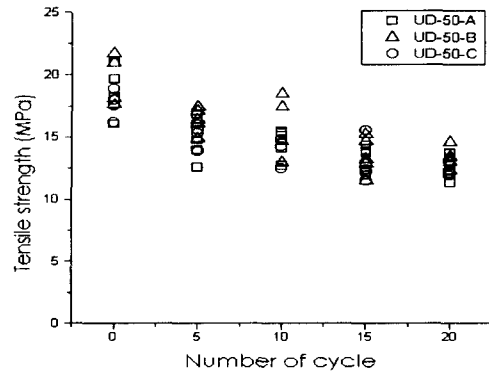
Fig. 8은 원형, 사각형, 타원형 노치를 갖는 3종류 시험편의 반복사이클과 인장강도와의 관계를 나타낸 것이다.

노치 형상에 따른 인장강도는 타원형, 사각형 및 원형노치 순으로 인장강도 값이 크게 나타났으며, 이 실험 결과의 일부는 열가소성 수지의 성능 일람 표<sup>8)</sup>의 데이터 값과 잘 일치하고 있다.

3종류의 노치를 갖는 시험편 모두 약 5cycle에서 강도값이 대부분 가장 크게 저하됨을 알 수 있었다. 이는 스파이크 실험에 의한 흡습율도 대부분의 경우 약 5cycle에 이르렀을 때 포화흡습율에 도달했기 때문에 5cycle을 기점으로 재료의 열화가 심하게 나타났기 때문인 것으로 생각된다.

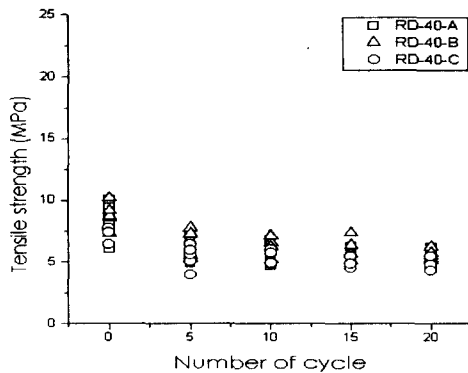


(b) Specimen of UD-42



(c) Specimen of UD-50

Fig. 8 Relation between tensile strength and number of cycles of the specimen



(a) Specimen of RD-40

Fig. 9는 3종류 시험편에 대한 스파이크 시험을 행하지 않은 시험편의 인장강도와 각각의 사이클에서 행한 인장강도와의 비를 백분율로 구한 인장강도 보지율(retention)을 나타낸 것이다.

RD-40재의 원형노치의 경우 5cycle경과 후 약 23%, 타원형 노치의 경우는 약 30%, 사각형 노치의 경우 약 31%의 강도 감소를 보였으며, UD-42재의 경우는 타원형, 사각형 및 원형 노치의 경우 각각 약 22%, 25% 및 25%의 강도 감소와 UD-50재의 경우는 타원형, 원형 및 사각형의 순으로 각각 약 17%, 17% 및 20%의 강도 감소를 보였다.

따라서 노치형상에 의한 강도 감소는 일정하지는 않지만 UD-50재의 경우가 가장 안정된 강도저하를 나타냄을 알 수 있었다.

## 5. 결 론

스파이크 시험법에 의한 GFRP의 미시계면의 접착 상태와 노치형상에 의한 인장강도를 고찰하여 다음과 같은 결과를 얻었다.

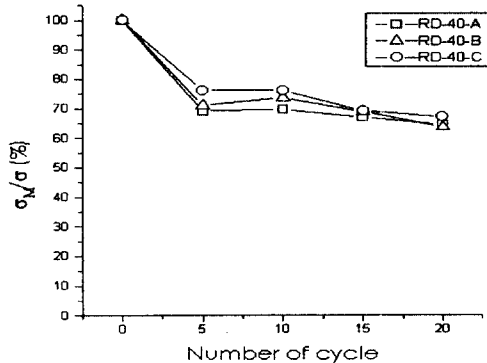
- (1) 포화흡수율은 3종류 시험편 모두 약 5cycle에서 포화흡수율에 도달하였으며, RD-40재는 약 0.68%, UD-42는 0.63%, UD-50은 0.60%로 나타났으나 노치형상이 흡수율에 영향을 미치지 않았다.
- (2) 3종류 시험편 모두 5cycle에서 열화가 가장 심하게 나타났고, UD-50재의 타원형 노치를 갖는 경우가 강도저하가 가장 낮게 나타났다. 그리고 타원형, 사각형 및 원형 노치를 갖는 시험편에서 타원형 노치의 경우가 인장강도가 가장 높게 나타났다.

## 후 기

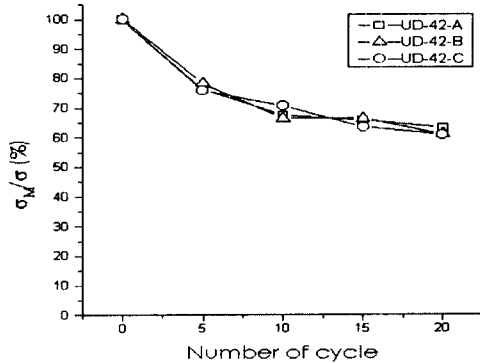
이 논문은 1995년도 조선대학교 우수연구센터의 기자재 구입지원과 교내연구비의 지원을 받아 연구되었음.

## 참고문헌

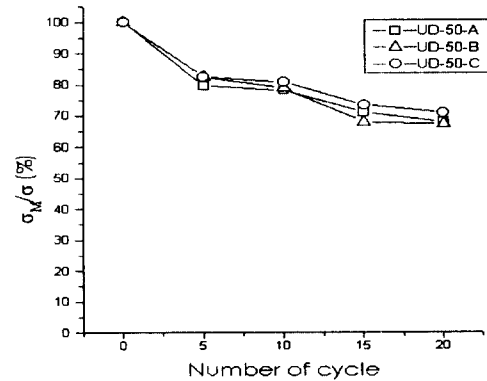
- 1) 小野木重治 “高分子と複合材料の力學的性質”, p.60 化學同人, 1976
- 2) P. K. MALLIC, “Fiber-Reinforced Composites” pp.40-46, 1993
- 3) 幾田信夫, 日本材料學會 第32回 材料研究連合講演會前刷集, p.271, 1988
- 4) T. Hirai, T. Katayama, S. Ito, H. Inoguchi, “Mechanical Behaviour of Materials-VI(Proc. of ICM-6)”, Vol.4, p.85, 1995
- 5) Stephen W. Tsai, “Introduction to Composite Materials” Technomic Publishing Co., Inc. p.333, 1980



(a) Specimen of RD-40



(b) Specimen of UD-42



(c) Specimen of UD-50

Fig. 9 Relation between tensile strength retention and number of cycles



- 6) 한길영, 이동기, 김이곤, 김기성, “열습효과가 GFRP의 잔류강도에 미치는 영향”, 한국해양공학회지, 제9권 1호, pp.53-62, 1995
- 7) 김혁, 한길영, 이동기, 김이곤, 김기성, “흡습효과가 섬유강화 고분자 복합재료의 압축·굽힘 잔류강도에 미치는 영향”, 한국해양공학회지, 제9권 2호, pp.133-140, 1995
- 8) 이국용, 문용국 공역, “최신 플라스틱 기술”, 성안당, 부록, 1994