

이온도움 반응법을 이용한 스펙트라 섬유의 표면처리에 대한 연구

이경엽, 신동혁*, 지창현

경희대학교 기계·산업시스템공학부, *강남정공 기술연구소,
*원광대학교 기계시스템디자인공학부

A Study on the Surface Treatment of Spectra Fibers Using an Ion Assisted Reaction Method

K. Y. Rhee, D. H. Shin*, C. H. Chi*

School of Mechanical and Industrial Engineering, Kyunghee University

*Kanam Industrial Co. Ltd

**School of Mechanical System Design Engineering, Wonkwang University

Abstract

It is known that ion-assisted reaction method is effective for the surface modification of polymers. The surface treatment of Spectra fibers using the ion-assisted reaction method was investigated in the present study. The Spectra fibers were treated by Ar^+ ion irradiation under oxygen environment. The treatment was carried out at different Ar^+ ion doses. The Ar^+ ion doses used were 5×10^{15} , 1×10^{16} , 5×10^{16} , 1×10^{17} ions/cm². Optimal Ar^+ ion dose in the treatment of Spectra fibers was determined by measuring the tensile strength and modulus of Spectra/vinylester composites as a function of ion dose. It was found that the optimal ion dose was 1×10^{16} ions/cm². It was also found from the scanning electron microscope examination that the surface-treatment improved adhesion between fibers and vinylester resin.

Keywords : Spectra fibers, Spectra/vinylester composites, ion-assisted reaction method

1. 서 론

복합재료란 두 가지 이상의 재료를 거시적으로 혼합하여 새로운 재료가 된 것을 말한다. 두 가지 이상의 재료를 혼합하여 새로운 재료로 만드는 이유는 단일 재료에서 나타낼 수 없는 재료의 특성을 혼합

함으로써 재료의 장점을 적절히 이용할 수 있기 때문이다. 복합재료가 다양한 요구조건을 만족시킬 수 있는 장점이 있지만 현재 복합재료 제조에서 제기되고 있는 문제점 중의 하나는 보강재와 기지재간에 결합력을 어떻게 향상시킬 수 있는 가이다. 보강재와 기지재간의 계면 상태는 강도 및 내구성에 영향

을 주는 중요한 인자이다. 따라서 복합재료의 계면력을 향상시키기 위해 보강재에 대한 다양한 표면처리가 연구되고 있다¹⁻⁴⁾.

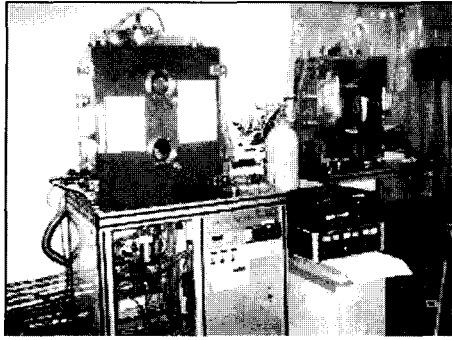


Fig. 1 Photograph of ion-assisted reaction system

스펙트라(Spectra) 섬유는 미국 Allied Signal사에서 생산되는 폴리에틸렌계 섬유를 일컫는 상표명으로 충격흡수 성질이 우수해 장갑차, 헬리콥터, 방탄복, 방탄헬멧 등에 많이 사용되고 있다. 그러나 스펙트라 섬유의 단점은 기지재와의 낮은 결합력으로서 스펙트라 섬유와 기지재간의 결합력을 높이기 위해 다양한 표면처리 연구가 이루어지고 있다⁵⁾.

한편 최근에는 복합재의 계면 결합력을 향상시키기 위해 이온도움반응법(ion-assisted reaction)을 이용한 표면처리 연구가 활발히 이루어지고 있다.⁶⁻⁷⁾ 이온도움반응법을 이용한 표면처리는 재료 표면의 젖음성을 증가시켜 표면에너지가 높아지고 결국 결합력을 높이는 것으로 알려져 있다⁸⁾.

따라서 본 논문에서는 스펙트라/비닐에스테르 복합재의 물성특성 향상을 위해 스펙트라 섬유의 표면처리에 대한 기초연구로서 산소환경에서 Ar⁺ 이온빔을 적용한 스펙트라 섬유의 표면처리 시 최적의 Ar⁺ 이온 조사량을 결정하였다. 또한 표면처리에 유무에 따른 스펙트라 섬유와 비닐에스테르 수지간의 계면특성을 주사현미경을 이용해 비교하였다.

2. 실험방법

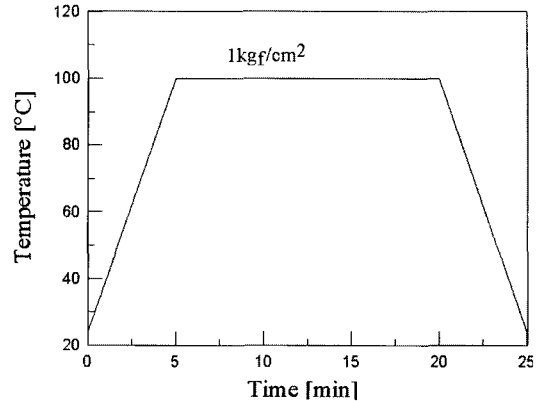


Fig. 2 Consolidation cycle of Spectra/vinylester composites

2.1 이온도움반응법에 의한 스펙트라 섬유의 표면처리

본 연구에 사용된 스펙트라 섬유는 Allied Signal사의 SpectraTM 900이며 인치당 18×18의 woven 형태로 직조되었다. 스펙트라 섬유의 표면처리는 기존의 이온빔을 이용하는 고분자 개질 방법과는 달리, 이온조사시 시편 표면에 반응성 가스를 흘려줌으로써 반응성 가스와 고분자 표면에 반응이 일어나게 하여 새로운 기능성 그룹을 형성하는 이온도움반응법을 이용하여 수행하였다. 즉 산소가스를 분위기 가스로 사용하고 Ar⁺ 이온을 이용하여 표면처리 하였다. 산소가스와 Ar⁺ 이온은 질량흐름제어기(Mass Flow Controller)를 이용하여 O₂와 Ar을 각각 4 sccm과 8 sccm 주입하여 형성하였다. 이온빔 표면처리 시 진공도는 1.6×10⁻⁴ Torr 이었으며 입사되는 Ar⁺ 이온은 주입된 Ar을 할로우 캐소드타입 이온건(hollow cathode type ion gun)을 이용하여 발생시켰고 이때 이온의 에너지는 1 keV 이었다. 스펙트라 섬유의 표면처리 시 최적의 Ar⁺ 이온빔 조사량을 결정하기 위해 고분자의 최적 이온 조사량 범위(1×10¹⁵ions/cm² - 1×10¹⁷ions/cm²) 중 네 경우의 이온 조사량(5×10¹⁵, 1×10¹⁶, 5×10¹⁶, 1×10¹⁷)

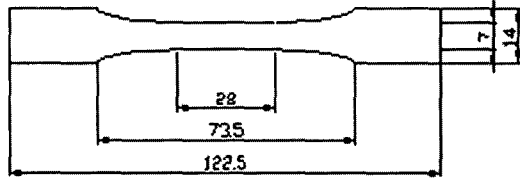


Fig. 3 Schematic diagram of dog-bone tensile Spectra/vinylester composite specimen

ions/cm²)을 적용 표면처리 하였다. Fig. 1은 본 연구에 이용된 이온빔 표면처리 장치를 나타낸다.

2. 2 스펙트라/비닐에스테르 복합재 제조

스펙트라/비닐에스테르 복합재료 제작에 사용된 비닐에스테르 수지는 한진화학의 VIST-1802를 경화제도 한진화학의 BPO (Benzoyl Peroxide)를 사용하였다. 비닐에스테르 수지와 경화제를 100:1 중량비로 혼합하였으며 이를 세 층으로 적층된 스펙트라 섬유에 충분히 흡수시킨 다음 몰드에 넣고 핫프레스에서 경화시켰다. Fig. 2는 본 연구에 적용된 스펙트라/비닐에스테르 복합재료의 성형온도 및 압력을 나타낸다.

2. 3 인장실험

인장실험은 도그본 (dog-bone) 형태의 인장시편 형태로 제작하여 수행하였다. 인장강도 및 강성계수를 측정하기 위해 만능 인장시험기 (Instron 8516)을 사용 변위 조절을 통한 일정 변형율 (2mm/min) 하의 하중-제하 방법을 이용하였다. 하중에 따른 변위 데이터는 정확한 데이터의 측정을 위해 시편에 extensometer (25mm)를 장착하여 측정하였다. 그룹에 몰릴 인장시편의 끝 부분은 시편 보호를 위해 탭을 붙여서 인장실험을 시행하였다. Fig. 3은 본 연구에 사용된 인장시편을 나타낸다.

3. 실험결과 및 고찰

하중-변위 선도는 재료의 탄성계수, 항복강도, 최대강도, 최대변형률 등 재료특성을 나타낸다. Fig. 4는 이온빔 조사량을 네 가지로 표면처리 한 경우와 표면처리하지 않은 경우에 있어 스펙트라/비닐에스테르 복합재료의 인장실험 결과에 대한 전형적인 하중-변위 선도를 나타낸다. Fig. 4에 나타나 있듯이 하중-변위 선도는 크게 세 구간으로 구분할 수 있다. 하중을 받기 시작하면서 실험이 안정화되는 비선형 구간, 강성계수 값이 결정되는 선형구간, 인장강도까지 하중을 받은 후 급속히 파손되는 부분으로 나눌 수 있다. 첫 번째 단계의 비선형 구간은 보강재가 힘을 받지 못하는 수지 특성을 나타낸다. 두 번째 단계의 선형구간은 강성계수가 결정되는 구간으로 표면처리 한 경우와 표면처리 하지 않은 경우 모두 최고의 인장강도 까지 선형구간이 존재함을 알 수 있다.

Fig. 4는 또한 네 가지 경우로 표면처리 한 경우와 표면처리 하지 않은 경우 모두 2 차 저항이 있음을 나타낸다. 그러나 표면처리 한 경우가 표면처리 하지 않은 경우보다 2 차 저항 현상이 더 뚜렷하게 나

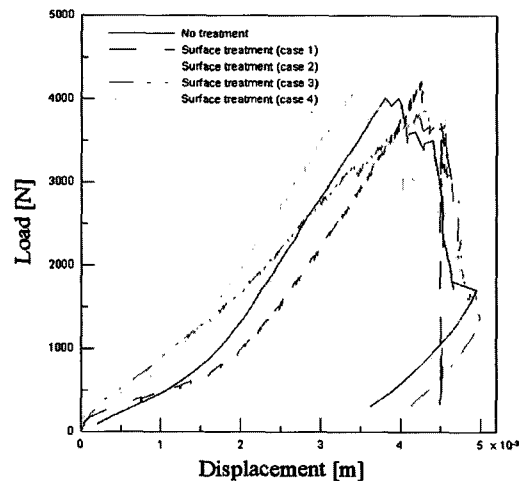


Fig. 4 Typical load-displacement curves of untreated and four cases of surfacetreated Spectra/vinylester composites

타남을 알 수 있다. 이 현상은 세 장의 스펙트라/비닐에스테르 복합재중 한 층이 층간분리가 일어나서 급격히 저항하중이 감소하지만 남은 두 장의 스펙트라/비닐에스테르가 다시 하중을 받게 될 때 표면처리 한 경우가 잔류강도가 더 크다는 것을 나타낸다고 하겠다.

이온조사량이 인장강도에 미치는 영향을 이해하기 위해 이온조사량에 따른 최대하중을 비교하였다. Fig. 5에서 "case 0"은 스펙트라 섬유를 표면처리 하지 않은 시편을 가리키고 "case 1", "case 2", "case 3", "case 4"는 각각 5×10^{15} , 1×10^{16} , 5×10^{16} , 1×10^{17} ions/cm²의 이온량으로 스펙트라 섬유를 표면처리 한 경우의 시편을 나타낸다. 또한 각 경우의 에러바 (error bar)는 실험데이터의 최소 및 최대값을 나타낸다. Fig. 5에 나타나 있듯이 섬유의 표면처리로 인해 최대하중의 변화가 있음을 알 수 있다. 즉 많은 차이를 보이지는 않지만 표면처리 하지 않은 경우가 표면처리 한 경우에 비해서 상대적으로 조금 낮은 최대하중 값을 나타낸다. 이는 스펙트라에 이온빔 표면처리 했을 경우 재료의 인장강도가 증가될 수 있음을 나타낸다고 하겠다. 또한 Fig. 5는

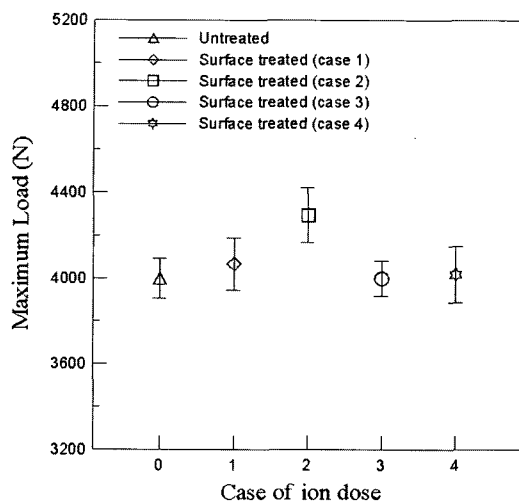


Fig. 5 Comparison of maximum load for untreated and four cases of surface-treated Spectra/vinylester composites

이온량이 1×10^{16} ions/cm² 인 경우가 다른 경우에 비해서 최대하중이 약간 높음을 알 수 있다. 그러나 이온량이 1×10^{16} ions/cm²인 경우가 다른 경우보다 약간 좋은 결과를 나타내지만 실험 변수가 많기 때문에 절대적인 최적조건이라고 생각할 수는 없다. 따라서 이온조사량에 따른 인장탄성계수를 측정 비교하였다. Fig. 6은 표면처리 하지 않은 경우와 이온조사량을 각각 다르게 해서 제작한 시편의 인장강성계수를 에러바로 정리한 결과를 나타낸다. 인장강성계수는 Fig. 4의 하중-변위 선도에서 알 수 있듯이 2차 저항이 있는 경우도 있고 비선형 구간이 있으므로 강성계수의 값을 정확히 결정하기 어려워 비선형 구간이 끝나고 최대하중이 발생할 때까지의 기울기를 측정해 결정하였다. Fig. 6에 나타나 있듯이 표면처리에 따라 인장강성계수가 영향을 받는다는 것을 알 수 있다. 또한 Fig. 6은 이온량이 1×10^{16} ions/cm²인 경우가 다른 경우에 비해서 인장강성계수가 가장 크다는 것을 나타내고 있다. 따라서 최대하중 및 인장강성계수를 바탕으로 할 때 스펙트라 섬유의 최적의 이온조사량은 1×10^{16} ions/cm²인 경우로 판단된다.

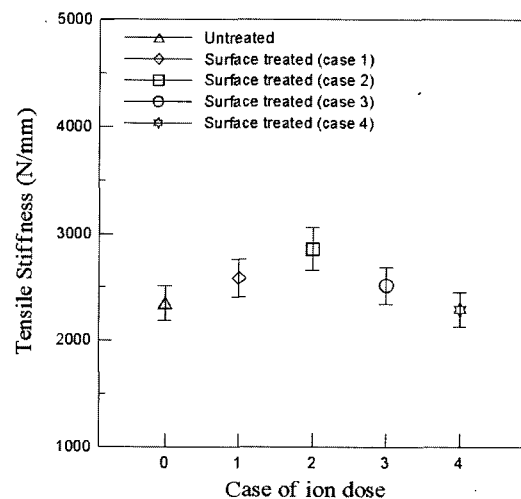


Fig. 6 Comparison of tensile stiffness for untreated and four cases of surface-treated Spectra/vinylester composites

이온도움반응법을 적용한 스펙트라 섬유유 표면처리가 왜 인장특성을 향상시키는가를 이해하기 위해 파단면을 주사현미경으로 검사하였다. Fig. 7과 Fig. 8은 각각 표면처리 하지 않은 경우와 표면처리 한 경우의 시편 층간분리 파단면을 500배로 확대하여 촬영한 사진이다.

두 그림에 나타나 있듯이 표면처리 한 경우와 표면처리 하지 않은 경우의 층간분리 파단면이 서로 많이 다름을 알 수 있다. 표면처리 하지 않은 시험편의 층간 분리 파단면은 스펙트라 섬유유와 비닐에스테르 수지가 서로 분리되어 있는 것을 알 수 있지만 표면처리 한 시험편의 층간분리 파단면은 스펙트라 섬유유가 수지와 서로 잘 엉겨 붙어 있음을 알 수 있다.

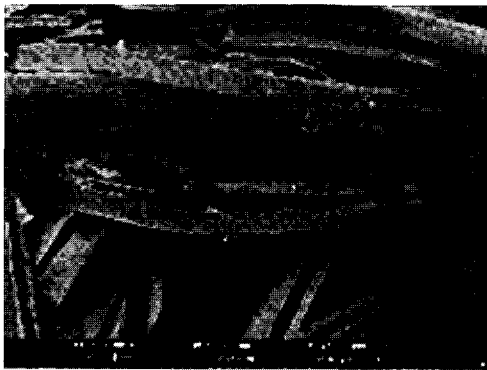


Fig. 7 SEM photograph of fracture surface (untreated specimen)

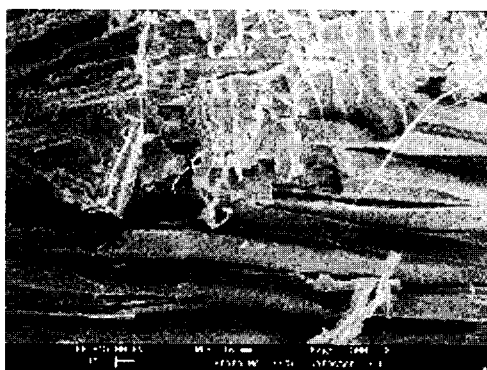


Fig. 8 SEM photograph of fracture surface (surface-treated specimen)

이는 결과적으로 표면처리로 인해 수지와 섬유유간의 결합력이 향상되었으며 비닐에스테르 수지와 스펙트라 보강재의 결합력은 스펙트라/비닐에스테르 복합재의 인장강성계수와 강도를 증가시키는 것으로 사료된다.

4. 결 론

본 논문에서는 스펙트라/비닐에스테르 복합재의 물성특성 향상을 위해 산소환경에서 Ar^+ 이온빔을 적용한 스펙트라 섬유유 표면처리 시 최적의 Ar^+ 이온 조사량을 결정하였으며 표면처리에 따른 계면 결합 상태를 검토하였다. 본 연구를 통해 얻은 결론을 요약하면 다음과 같다.

1) 산소환경에서 Ar^+ 이온빔을 적용한 스펙트라 섬유유 표면처리 시 최적의 Ar^+ 이온 조사량은 1×10^{16} ions/cm²인 것으로 판단된다.

2) 인장강도와 강성계수의 증가는 표면처리가 스펙트라 섬유유와 비닐에스테르 수지의 계면 결합력을 향상시키는데 기인한다.

후 기

본 논문은 2001년도 원광대학교의 교비지원에 의해 수행된 논문임

참고문헌

1. E.T.N. Bisanda and M.P. Ansell : Composite Science and Technology, 41 (1991) 165
2. S. Keusch and R. Haessler, : Composites, 30, (1999) 997
3. K.F. Koster and P. Schwartz : Composite Science and Technology, 60 (2000) 2005
4. Y.Z. Wan, Y.L. Wang, Q.Y. Li and X.H. Dong : J. of Applied Polymer Science, 80 (2001) 367

5. L.G. Tang and J.L. Kardos, Polymer Compos-
ites, 18 (1997) 100
6. S.K. Koh, W.K. Choi, J.S. Cho and S.K. Song S.
K : J. Mate. Res Cpp. 2933-39) (1996) 2933
7. K.Y. Rhee, N.S. Choi, Y.K. Han and S.K. Koh : J
Composite Materials, (2001) 684
8. S.C. Park, S.K. Koh and K.D. Pae : Polymer
Engineering Science (1998) 1185

accepted days : 2002. 6.17

received days : 2002.11. 8