

# 전 열처리 조건이 탄소/페놀 부직포 복합재료의 역학적 성질에 미치는 영향

정경호\*·박종규\*\*·이성호\*\*·강태진\*

## The Effect of Pre-carbonization Condition on the Mechanical Properties of Nonwoven Carbon/Phenolic Composites

Kyoung Ho Jung\*, Jong Kyoo Park\*\*, Seong Ho Lee\*\*, Tae Jin Kang\*

**Key Words:** Needle punching, Carbon/Phenolic composite, Oxi-PAN, Pre-carbonization

### Abstract

The effect of pre-carbonization condition on the mechanical properties of nonwoven needle-punched carbon/phenolic composite was studied. The nonwoven Oxi-PAN felt was pre-carbonized at different temperature. The pre-carbonized Oxi-PAN felt was needle-punched and then carbonized. Needle-punched nonwoven carbon preforms were formed into composites with phenol resin. The tensile and flexural strengths showed maximum value with pre-carbonization temperature of 500°C. Compared with the non-pre-carbonized composite, the mechanical properties were slightly improved.

### 1. 서 론

탄소/탄소 복합재료는 1300°C 이상의 고온에서도 강도를 유지하는 특성 때문에 로켓 노즐, 항공기용 브레이크 디스크 등에 내열재료로서 적용되고 있다. 탄소/탄소 복합재료는 탄소 직물을 적층하는 비교적 간편한 방법을 통하여 제조할 수 있다. 그러나, 적층 복합재료는 두께 방향으로 보강된 섬유가 없기 때문에 두께 방향의 기계적 성질이 취약하고, 고온의 환경에 노출되었을 때 층간 분리에 의한 기계적 성질의 급격한 저하를 보이는 단점을 가지고 있다. 이러한 단점을 극복하기 위하여 적층 복합재료에서 층간의 결합력을 높이는 방법이나 3차원 또는 그와 유사한 구조를

가지는 프리폼으로부터 복합재료를 제조하려는 연구가 활발히 진행되고 있다. 3차원 구조의 프리폼을 제조하는 여러 가지의 방법 중의 한 가지로 니들펀칭 방법은 장비의 구조 및 제조 공정이 간단하기 때문에 생산성과 작업성 및 경제성이 우수하다는 장점을 가지고 있다.

그런데, 탄소 섬유는 취성이 크기 때문에 니들펀칭을 가하게 되면 심한 파손을 받게 되므로 3차원의 탄소 프리폼을 얻기 위해서 Oxi-PAN 단계에서 니들펀칭을 가해준 다음 탄화하는 방법이 사용되고 있다. Oxi-PAN 상태의 섬유 집합체는 연성이 좋기 때문에 니들펀칭시에 작업성이 매우 뛰어나다는 장점을 가지지만, 니들펀칭 후에 탄화를 하는 과정에서 섬유가 심하게 수축하게 되므로 전체적인 프리폼의 크기와 형태가 예측하지 못하는 방향으로 변화하게 된다는 문제점을 가지고 있다. 또한, 탄화에 수반하는 섬유의 수축이 니들펀칭에 의해 부여된 집속력을 저하시키고 복합재료 내에서 섬유의 부피분율을 감소시키는 요인이 될 가능성도 크다.

\* 서울대학교 재료공학부

\*\* 국방과학연구소

니들 펀칭 공정의 전 단계에서 Oxi-PAN 펠트를 전 열처리하는 방법을 사용한다면, 니들 펀칭된 3차원 섬유 집합체가 탄화시에 받을 수 있는 변화를 줄여줄 수 있을 것이라고 생각할 수 있다. 본 연구에서는 400℃부터 800℃까지 100℃의 간격의 다른 온도로 전 열처리된(pre-carbonized) Oxi-PAN 펠트와 전열처리를 거치지 않은 Oxi-PAN 펠트를 니들펀칭하고 이를 탄화하여 탄소 프리폼을 제조하였다. 페놀 수지를 사용하여 RTM(Resin Transfer Molding)법으로 탄소/페놀 복합재료를 제조하였다.

## 2. 실험

### 2.1 시편 제조

#### 2.1.1 펀칭 fabric의 제조

최고 온도를 400℃, 500℃, 600℃, 700℃ 및 800℃로 하여 전 열처리한 Oxi-PAN 펠트와 전열처리를 하지 않은 Oxi-PAN 펠트를 이용하여 여섯 가지의 서로 다른 니들 펀칭 부직포를 제조하였다. Oxi-PAN 섬유는 미국 Zoltek社의 제품을 사용하였으며, 단면의 지름은 13 $\mu$ m이다.

처음에 두 장의 펠트를 겹쳐서 니들펀칭을 가한 다음, 새로운 펠트 한 장을 더 겹쳐서 니들펀칭을 가하고 또다시 다른 펠트 한 장을 더 겹쳐서 니들펀칭을 가하는 식으로 진행하였다.

#### 2.1.2 펀칭된 Oxi-PAN 부직포의 탄화

펀칭된 Oxi-PAN 부직포를 탄화하여 탄소 프리폼을 제조하였다. 탄화는 다음과 같은 방법으로 하였다. 800℃까지 승온 속도 50℃/hr로 열처리한 후, 같은 온도에서 30분동안 유지하고, 1100℃까지 같은 승온 속도 50℃/hr로 처리한 다음 곧바로 온도를 내렸다. 온도를 내릴 때의 속도는 110℃/hr로 하였다.

#### 2.1.3 탄소/페놀 복합재료의 제조

펀칭된 Oxi-PAN 부직포는 3차원의 구조를 갖기 때문에 내부까지 수지가 충분히 침투하도록 하기 위해, RTM(Resin Transfer Molding)법을 사용하여 복합재료를 성형하였다. RTM법을 사용하

게 되면 페놀 수지에 다량 포함된 메탄올과 경화 과정에서 발생하는 부산물 및 기포들이 몰드(mold) 밖으로 유출될 수 없기 때문에 복합재료 내부에 공극(void)이 차지하는 부분이 증가할 우려가 있다. 이를 최소화하기 위해 페놀 수지를 압입할 때의 최종 압력을 3기압으로 하여 몰드(mold) 내부를 압력이 가해진 상태로 유지할 수 있게 하였다.

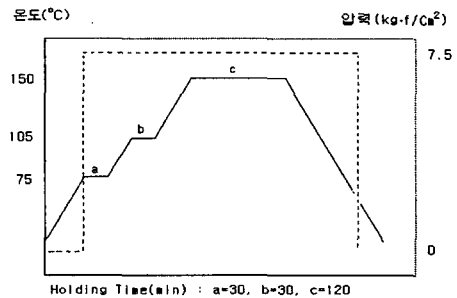


Fig.1 Curing cycle of phenol resin

페놀 수지의 경화 cycle은 Fig.1과 같이 하였고, 오븐에서 온도변화 속도를 1℃/min으로 하여 경화하였다.

### 2.2 시험 방법

#### 2.2.1 기계적 특성 시험

전 열처리 조건이 니들펀칭 탄소/페놀 복합재료의 역학적 성질에 미치는 영향을 보기 위하여 인장시험, 굽힘시험 및 Mode-I interlaminar fracture test를 수행하였다. 인장시험은 ASTM D3039-76, 굽힘시험은 D790의 방법에 따라 MTS Sintech 10/GL 시험기를 사용하여 수행하였다.

#### 2.2.2 미세구조 분석

전 열처리 조건이 섬유분포의 변화 및 복합재료의 기계적 성질에 어떻게 영향을 미치는가를 알아보기 위하여 니들펀칭 부직포 탄소/페놀 복합재료의 단면과 평면 및 파단면을 SEM을 이용하여 관찰하였다.

## 3. 결과 및 고찰

### 3.1 기계적 특성

전 열처리 온도에 따른 니들펀칭 탄소/페놀 복

합재료의 인장강도를 Fig.2에, 굽힘강도를 Fig.3에 나타내었다. 전 열처리하지 않은 복합재료는 'non'으로 표기하였다. 인장강도는 전 열처리 온도를 500℃로, 굽힘강도는 500℃와 600℃로 하였을 때의 복합재료에서 가장 크게 나타났고, 전열처리를 하지 않은 Oxi-PAN으로부터 제조한 복합재료에 비해 약간 증가한 경향을 보였다.

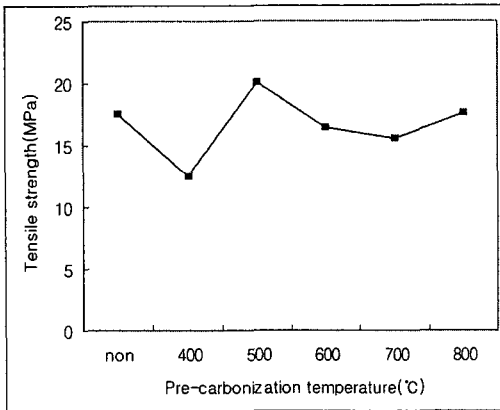


Fig.2 Tensile strength of needle punched nonwoven carbon/phenol composites with different pre-carbonization temperature

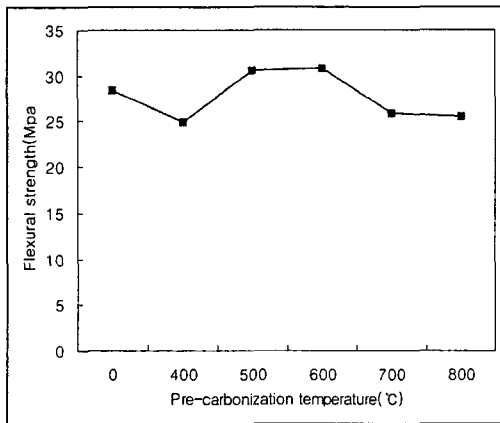


Fig.3 Flexural strength of needle punched nonwoven carbon/phenol composites with different pre-carbonization temperature

이로써 500℃ 정도의 온도에서 전 열처리를 해 준 상태의 Oxi-PAN 펠트를 니들펀칭함으로써 니들펀칭 이후의 탄화공정에서 발생할 수 있는 부직포 프리폼의 기계적 특성 저하를 어느 정도 막을 수 있는 가능성을 보인 것으로 해석할 수 있

다. 그러나, 그 차이가 크지 않기 때문에 전 열처리 과정의 제어 및 전 열처리된 Oxi-PAN 펠트에 대한 후처리 개선을 통해 전 열처리된 섬유가 펀칭니들에 의해 손상되는 정도를 감소시키도록 하는 연구가 더 필요할 것이다.

### 3.2 미세구조분석

복합재료의 단면을 관찰해 보면 수많은 크랙(crack)들이 분포함을 확인할 수 있다. 이것은 사용된 페놀 수지에 포함된 메탄올과 경화 과정에서 발생하는 부산물들이 RTM에 사용된 단형 몰드(mold)를 빠져나가지 못하여 복합재료 내부에 갇히게 되었기 때문으로 보인다. 이 크랙들은 복합재료의 기계적 성질을 크게 저하시킬 수 있을 만큼 많이 분포하고 있기 때문에 기계적 성질의 향상을 위해 크랙을 획기적으로 감소시킬 수 있는 방법이 필요하다.

## 4. 결론

전 열처리 온도를 다르게 한 Oxi-PAN 펠트를 니들펀칭하여 제조한 탄소/페놀 복합재료의 기계적 특성 및 미세구조를 평가하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 500℃로 전 열처리한 Oxi-PAN 펠트를 니들펀칭하였을 때 탄소/페놀 복합재료의 인장강도와 굽힘강도가 향상되었다.
2. 전 열처리를 하지 않은 Oxi-PAN 펠트로부터 제조한 탄소/페놀 복합재료의 강도와 비교하였을 때 500℃로 전 열처리한 복합재료의 강도가 눈에 띄게 개선되지는 않았다. 전 열처리 공정 및 전 열처리된 Oxi-PAN 펠트에 대한 후처리의 개선을 통해 전 열처리된 Oxi-PAN으로부터 제조한 복합재료의 기계적 성질을 향상시킬 필요가 있다.
3. 복합재료 내부의 크랙(crack)을 감소시키기 위하여 페놀 수지의 메탄올 함량을 조절하는 방법을 포함하여 수지의 경화 시에 발생하는 부산물을 제거할 수 있도록 하기 위한 복합재료 제조 방법의 개선이 요구된다.

## 참고문헌

- (1) E. Fitzer and L. M. Manocha, "Carbon Reinforcements and Carbon/Carbon Composites", Springer, 1997
- (2) Sungho Lee and Tae Jin Kang, "Characterization of Reinforcing Web Structures in Needle Punched Nonwoven Composites", *Journal of Composite Materials*, 33(22), 2116~2132(1999)
- (3) 이승호, 강태진, "Textile Composite의 구조와 물성(II)-부직포 복합재료의 기계적 물성과 충격 특성에 관한 연구", *한국복합재료학회지*, 제9권, 제3호, 1996 .9
- (4) Vaclav Mrstina and Frantisek Fejgl, "Needle punching textile technology", Elsevier, Wool Institute, Brno, Czechoslovakia, 1990
- (5) American Society for Testing and Materials, "Annual Book of ASTM Standards", ASTM, Philadelphia, 1986