

분산 방법에 따른 탄소나노섬유/에폭시 복합재료의 기계적 물성에 관한 연구

공진우*·정상수*·김태욱**

A Study on Mechanical Properties of Carbon Nanofiber/Epoxy Composites with Dispersion Methods

Jin-Woo Kong*, Sang-Su Chung*, and Tae-Wook Kim**

Key Words: Carbon nanofiber, Nano composite, Dispersion, Mechanical properties, Scanning electron microscope(SEM)

Abstract

Despite of the excellent properties of carbon nanofiber, The properties of carbon nanofiber filled polymer composites were not increased largely. The reason is that it is still difficult to ensure the uniform dispersion of carbon nanofiber in a polymer matrix. In this study, For improvement properties of carbon nanofiber filled epoxy composites, the effect of dispersion was investigated. The compounds were prepared by two methods, solution blending and mechanical mixing. Mixing of solution blending method was used using ultrasonic. Dispersion of carbon nanofiber was observed by optical microscope and scanning electron microscope (SEM). UV adsorption and turbidity measured by UV spectrometer was used for the comparison of dispersion of carbon nanofiber.

기호설명

여기에 기호 설명을 입력하십시오

1. 서 론

탄소나노재료는 독특한 전기적, 물성으로 인해 끊임없이 연구가 진행되어 오고 있다[1-3]. 특히 탄소나노섬유는 아주 단단하고 높은 강도와 우수한 열적, 전기적 물성을 가지고 있다. 그러나 이러한 탄소나노섬유의 우수한 물성에도 불구하고, 탄소나노섬유가 강화된 고분자 복합재료의 물성은 크게 향상되지 않았다[4]. 고분자 복합재료의 제조에 있어서 탄소나노섬유의 우수한 물성을 활용하기 위해서는 탄소나노섬유의 균일한 분산과 탄소나노섬유와 수지간의 계면결합력 향상이 중

요한 요인으로 작용한다. 탄소나노섬유의 균일한 분산을 위해 기계적 분산[5] 및 초음파 분산[6] 등 다양한 방법들이 제시되어 왔다. 본 실험에서는 다양한 분산 방법을 통한 최적화된 분산조건을 결정하고, 기계적 분산 및 초음파 분산을 통해 제조된 탄소나노섬유/에폭시 복합재료의 물성을 비교하였다. 또한 주사전자현미경을 통해 파 단된 시편 단면을 촬영하여 분산 정도를 확인하였다.

2. 시편제작

2.1 다양한 분산 방법을 통한 탄소나노섬유의 분산

분산 시험에 사용된 카본나노섬유는 기상증착법에 의해 생성된 일본의 Showa Denko 사의 VGCF이다. 위사의 카본나노섬유는 섬유의 형태가 꼬임이나 휘어짐이 없고 거의 곧은 직선의 형태를 가지고 있어 고강도용 재료로 적합함을 알 수 있다. 표

* 한국기계연구원 복합재료그룹

1은 사용된 카본나노섬유의 기본 물성을 나타내며 그림 1은 SEM을 통해 촬영된 섬유 형상을 나타내었다.

Table 1 카본나노섬유의 기본 물성

VGCF (Showa Denko, Janpan)		
Fiber diameter	μm	0.15
Fiber length	μm	10 ~ 20
Aspect ratio	-	10 ~ 500
Real density	g/cm ³	2.0
Bulk density	g/cm ³	0.04
Specific surface area	m ² /g	13

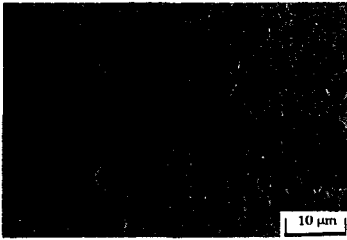


Fig. 1 카본나노섬유(VGCF)의 SEM사진

카본나노섬유의 분산에 알맞은 분산제를 선별하기 위해 기존에 분산제로 많이 사용되고 있는 DMF (Dimethyl-formamide)와 NMP (N-Methyl-2-Pyrrolidone) 및 Butyl alcohol과 Ethyl alcohol에 대하여 분산 실험을 수행하였다.

그림. 2는 DMF, NMP, ethyl alcohol, butylalcohol에 VGCF를 0.1 wt% 투여하고, Beam type의 초음파 분산기를 이용하여 상온에서 5분간 분산한 뒤 2시간 경과 후에 VGCF의 부유 여부를 눈으로 관찰한 결과이다.

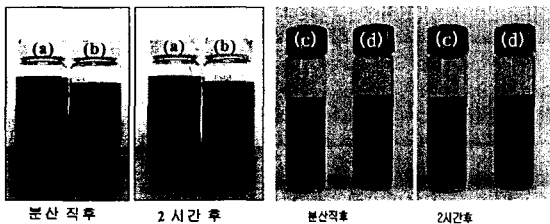
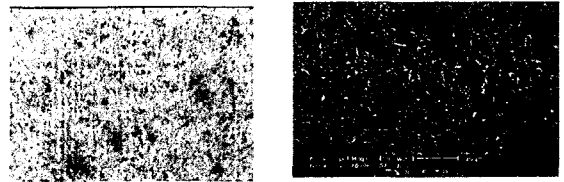


Fig. 2 VGCF의 분산상태 (a) DMF (b) NMP (c) ethyl alcohol (d) butylalcohol

4가지 종류의 Solvent를 이용하여 카본나노섬

유의 분산 효과를 확인한 결과 DMF solvent의 경우가 가장 좋은 분산 효과를 보였으나, DMF의 경우 bp가 153 °C로 매우 높아 에폭시 수지의 경화 온도가 120 °C로 수지와 mixing 후 Solvent 휘발의 어려움이 발생한다. 따라서 수지의 경화 온도보다 낮은 bp를 갖는 Ethyl Alcohol을 사용하여 연구를 수행하였다

그림. 3은 Ethyl alcohol을 사용하여 휘발 전과 휘발 후를 광학현미경과 SEM으로 관찰한 것이다. DMF에 분산시킨 카본나노섬유를 Solvent의 휘발 후에 SEM을 통해 관찰한 결과 카본나노섬유가 다시 뭉치는 응집현상이 발생하여 분산효율을 감소시키는 결과를 초래하였다. 따라서 Solvent 존재 하에서 수지와 mixing이 타당한 방법임을 알 수 있다.



(a) (b)

Fig. 3. Ethyl Alcohol 에 분산 시킨 VGCF의 분산상태: (a)휘발 전(광학현미경) and (b)휘발 후(SEM)

2.2 탄소나노섬유 복합재료의 제조

탄소나노섬유를 에폭시 내에 분산시키기 위하여 다양한 방법을 모색하였다. 그림. 4는 탄소 나노섬유를 epoxy수지 내에 최적으로 분산 시키는 방법을 나타낸 개략도이다.

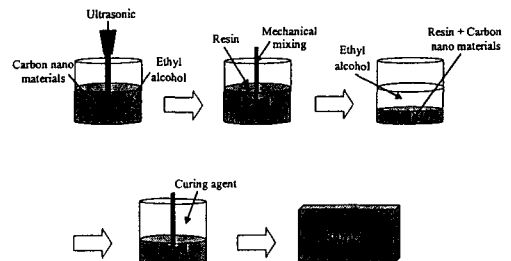


Fig. 4 탄소 나노섬유의 수지 내 최적 분산방법

먼저 Ethyl alcohol에 분산된 VGCF를 수지와 30분간 mixing한 후 증간 분리된 Ethyl alcohol을 제거한 뒤 80°C 분위기에서 1시간 교반하여 남은 Ethyl alcohol을 휘발 시킨다. 이후 경화제를 섞어 최종 복합재료를 제조하게 된다.

교반된 카본나노섬유/에폭시를 진공상태에서 내부 기포를 제거한 후 제작된 몰드에 주입하게 된다. 그림. 5는 복합재료 시편제조에 흔히 사용되는 RTM(Resin Transfer Molding)방법을 응용하여 탄소 나노섬유 복합재를 제조하는 개략적 설계도와 사진을 나타낸 것이다.

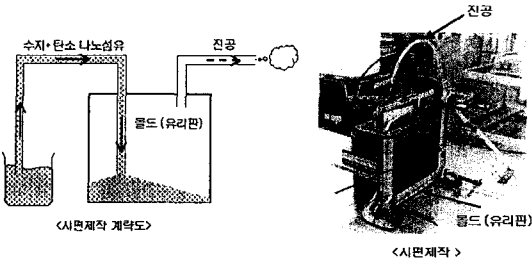


Fig. 5 탄소나노섬유 복합재료의 제조과정

2.3 분산에 따른 기계적 물성

분산에 따른 탄소 나노섬유 복합재의 기계적 물성을 측정하기 위해 UTM(Universal Testing Machine)을 이용하여 인장시험을 하였다. 그림. 6은 기계적 교반에 의한 탄소나노섬유 복합재료를 섬유 체적율(0%, 0.5%, 1%, 1.5%)에 따라 종류별로 제작한 것이며, 그림 7은 카본나노 복합재료의 기계적 특성 평가를 위해 UTM을 이용하여 인장 시험을 실시하는 사진이다.

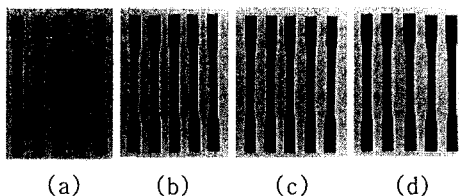


Fig. 6 탄소나노섬유 체적비(vol%)에 따른 시편 형상: (a)0%, (b)0.5%, (c)1% and (d)1.5%

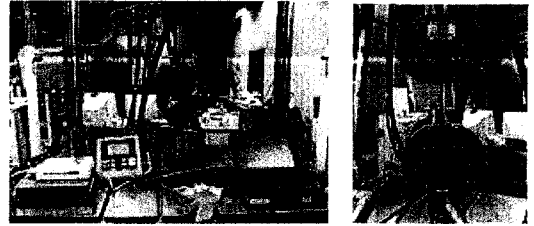


Fig. 7 UTM을 이용한 기계적 특성시험

Epoxy와 VGCF의 Mechanical mixing에 의해 만들어진 시편을 UTM 이용한 기계적 특성시험을 실시하여, 그 결과값을 표 2에 나타내었다. 섬유 체적율이 0%에 비해 1.5%는 미세한 물성향상이 있었지만 전체적으로 보면 나노섬유의 함유량에 따라 물성 증가 여부를 판단하기는 어렵다.

Table 2 탄소나노 섬유체적율에 따른 강도와 강성도 비교

	강도 (MPa)	탄성계수 (GPa)
섬유체적율 0%	76.1	3.85
섬유체적율 0.5%	81.69	3.66
섬유체적율 1%	74.88	3.83
섬유체적율 1.5%	77.76	4.15

그림. 8은 분산 과정을 거치지 않고 epoxy에 VGCF를 넣어 기계적으로 혼합하여 만든 시편의 파단면을 SEM으로 관찰한 것이다. 파단면 관찰 결과 탄소나노섬유가 에폭시 수지에 고루 분포되어 있지 않고 섬유가 서로 응집되어 곳곳에서 뭉쳐 있음을 확인하였다. 이러한 섬유의 응집현상이 복합재료 물성에 defect로 작용 하였다고 판단된다.

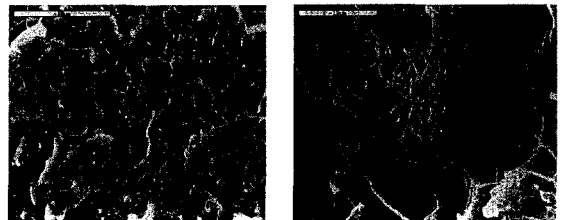


Fig. 8 Mechanical Mixing에 의한 탄소 나노섬유 복합재의 파단면 분석

그림. 9는 Ethyl alcohol을 분산제로 사용하여 Ultrasonic Mixing을 거쳐 epoxy내에 VGCF를 혼합하여 만든 시편의 파단면을 SEM으로 촬영한 것이다. 초음파 분산시킨 경우에는 탄소나노섬유가 국부적으로 응집된 부분이 없이 골고루 분산된 형태를 보여주지만, 수지에서 섬유가 빠지는 Pull-out 현상이 발생하였다. 섬유와 수지간의 계면 결합력을 약화로 인해 발생한 Pull-out 현상을 미루어 분산된 카본나노섬유 복합재료의 물성이 크게 증가하지 않으리라 판단된다.

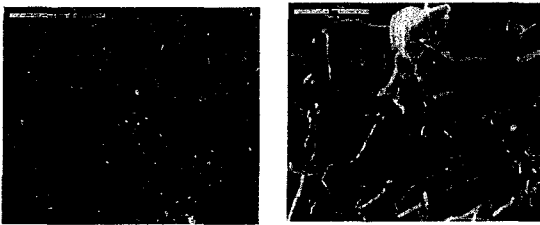


Fig. 9 Ultrasonic Mixing에 의한 탄소 나노 섬유 복합재의 파단면 분석

3. 결 론

카본나노섬유를 고르게 분산시키기 위해 다양한 방법을 시도하였는데, 에폭시 수지의 특성을 고려하여 최적화된 분산방법을 확인하였다. 최적화된 분산방법은 기존의 탄소나노섬유를 분산시키는데 걸리는 시간을 현저히 줄였으며, Solvent의 회수에 의한 낭비를 없애는 좋은 방법이라 할 수 있다. 제조된 카본나노복합재료의 기계적 특성 시험 결과 기계적 교반에 의한 시편의 경우 탄소나노섬유의 응집으로 인한 물성 저하를 확인하였고, 초음파 분산에 의한 시편의 경우 분산효율은 뛰어났으나 섬유와 수지간의 계면결합력 약화로 인해 뚜렷한 물성향상을 보이지 않았다. 따라서 이후에는 계면결합력 향상을 위한 연구를 수행할 예정이다.

후 기

이 연구(논문)은 과학기술부 지원으로 수행되

는 21세기 프론티어 연구사업(고분자 기지 고강도 나노복합소재)의 일환으로 수행되었습니다.

참고문헌

- (1) Frank K. Ko., "Structure and properties of carbon nanotube reinforced nanocomposites", *AIAA*, 2002, 1426
- (2) Rodeny S. Ruoff, "Mechanical properties of carbon nanotubes: theoretical predictions and experimental measurements", *C. R. Physique 4*, 2003(4), 993-1008.
- (3) A. Allaoui, "Mechanical and electrical properties of a MWNT/epoxy composite", *Comp. Sci. & Tech.*, 2002(62), 1993-1998.
- (4) Amy J. Wagner, "Processing and properties of carbon nanofiber/epoxy vinyl est resin composites", *SAMPE*, 2003.
- (5) Hongming Ma, "Processing, structure, and properties of fibers form polymer/carbon nanofiber composites", *Comp. Sci. & Tech.*, 2003(65), 1617-1628.
- (6) P. Richard, "Reinforcement of rubbery epoxy by carbon nanofibres", *Mater. Sci. & Eng.*, 2003 (A352), 344-348.