공침법으로 제조된 Fe_3O_4/에폭시 나노복합재의 인장특성

Tensile behavior of Fe_3O_4/Epoxy nanocomposites synthesized by coprecipitation

*박정욱[1], #이경엽[1]
*J. O. Park[1], #K. Y. Rhee(rheeky@khu.ac.kr)[1]
[1] 경희대학교 기계공학과

Key words : Coprecipitation, tensile, Fe_3O_4/epoxy nanocomposites

1. 서론

나노복합재는 다기능, 고성능의 시너지 효과를 도출하기 위해서 나노수준의 강화재를 기지재와 물리적 또는 화학적 방법으로 합체화, 혼성화한 재료로서, 기존의 단일 소재가 갖는 물성상의 한계를 극복할 수 있는 재료이다. 또한 고분자기지 나노복합재는 기존의 고분자재료가 갖고 있는 경량성, 경제성 및 용이한 제작과 같은 장점을 가지면서, 동시에 제조방법에 따라 고강도, 내마모성 등과 같은 기계적 특성을 조절할 수 있기 때문에, 이에 대한 제조방법 및 기계적 특성에 관한 연구가 활발히 진행되고 있다. 예를 들어 Ha[1] 등은 Montmorillonite/에폭시 나노복합재의 인장특성을 연구하였으며, Kodgire[2] 등은 Clay/polypropylene 나노복합재의 기계적 특성을 연구하였다. 특히, Fe_3O_4/고분자 나노복합재의 경우 기존의 고분자재료가 가질 수 없던 자성을 가질 수 있기 때문에 Fe_3O_4를 나노크기로 제조하는 방법과 제조된 나노복합재의 자성에 관한 연구가 많은 연구자들에 의해 진행되고 있다. 예를 들어 Dai[3] 등은 Fe_3O_4/Pt_3Co 나노복합재의 자성에 관한 연구를 하였으며, Gass[4] 등은 Fe_3O_4 나노복합재의 자성 및 제조 방법을 연구하였다. 비록 Fe_3O_4/에폭시 나노복합재는 제조방법과 자성 측정에 관해서는 꾸준한 연구가 지속되고 있지만 Fe_3O_4/에폭시 나노복합재의 기계적 특성에 관해서는 연구가 부족한 실정이다.

따라서 본 연구에서는 Fe_3O_4/에폭시 나노복합재의 인장특성을 규명하였다. 이를 위해 공침법(coprecipitation)으로 Fe_3O_4 나노파우더를 제조한 후 에폭시와 혼합함으로서 나노복합재를 제조하였다. 이 후 순수 에폭시와 Fe_3O_4/에폭시 나노복합재를 이용하여 인장시험을 수행하여 인장강도를 비교함로써, Fe_3O_4/에폭시 나노복합재의 인장특성을 검토하였다.

2. 시편제작 및 실험방법

2.1 재료

본 연구에서 사용된 에폭시는 분자량이 180~190g/eq인 DGEBA (Diglycidyl Ether of Bis-phonol A, YD-115 국도화학) 계열이고, 경화제는 분자량이 95~115g/eq인 PAA (Poliamidoamine) 계열이다. 또한 강화제로 사용된 Fe_3O_4 나노파우더는 Wako Pure Chemical Industries 社의 Iron(Ⅱ) Chloride Tetrahydrate와 Kanto Chemical 社의 Iron(Ⅲ) Chloride Hexahydrate를 사용하여 제작하였다.

2.2 Fe_3O_4 나노파우더 및 Fe_3O_4/에폭시 나노복합재 제조

Fe_3O_4 나노파우더는 다음과 같은 방법으로 제조되었다. 우선, 증류수 300 ml, Iron(Ⅱ) Chloride Tetrahydrate 2.528g, Iron(Ⅲ) Chloride Hexahydrate 4.288g을 (약 Fe^{2+} : Fe^{3+} = 1 : 1.7) 혼합하였다. 이 혼합물에 질소가스와 암모니아(Ammonia Solution, 28.0% ~ 30.0% m/m)를 공급하여 2시간 동안 교반하였다. 교반이 끝난 후 Filter Paper에 의해 걸러진 Fe3O4 나노파우더를 오븐에서 60℃로 6시간 동안 건조시켰다. 이렇게 제조된 Fe3O4 나노파우더가 Fe_3O_4/에폭시 나노복합재에서 균일하게 분포되도록 하기 위해 에탄올과 Ultrasonicator를 이용하여 10분간 교반하였다. 위와 같이 교반된 혼합물을 에폭시와 재교반 하였으며 에탄올을 제거하기 위해 Hot & Stir를 이용하여 80℃로 25분간 가열 하였다. 이후 에폭시와 경화제(PAA)의 비율이 10:6으로 유지되도록 경화제를 첨가한 후 20분간 교반 하였다. Fe_3O_4/에폭시 나노복합재는 30분 동안 10 kPa 압력의 진공오븐에 넣어 기포를 제거한 후 80℃에서 6시간 동안 경화시켰다.

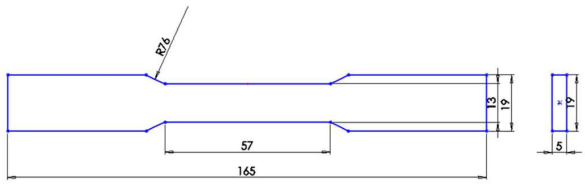

Fig 1. Schematic diagram of tensile specimen

2.3 인장시험

나노복합재의 인장특성을 살펴보기 위해 인장시험을 수행하였다. 인장시험은 성형된 나노복합재를 ASTM D6385에 따라 두께 5.0mm, 양끝단 및 가운데 폭이 각각 19.0mm, 13.0mm의 인장시편으로 가공한 후 만능재료시험기(Instron 8871)를 이용하여 일정한 변형률 속도 (4 mm/min)로 수행하였다. 본 연구에서는 실험결과의 유사성을 위하여 최소한 다섯 번 이상의 실험을 반복 수행하였다. Fig. 1은 본 연구에 사용된 인장시편의 형상을 나타낸 것이다.

3. 결과 및 검토

본 연구에서 공침법으로 제작된 Fe_3O_4 나노파우더의 입자크기를 분석하기위해 Transmission Electron Microscopy (TEM)을 이용하였다. Fig. 2는 TEM을 이용하여 분석된 Fe_3O_4 나노파우더를 나타낸 것이다. 그림에서 검은 알갱이는 Fe_3O_4 나노파우더를 나타내고 있으며, 대부분의 입자 크기가 20 nm 이하임을 알 수 있다.

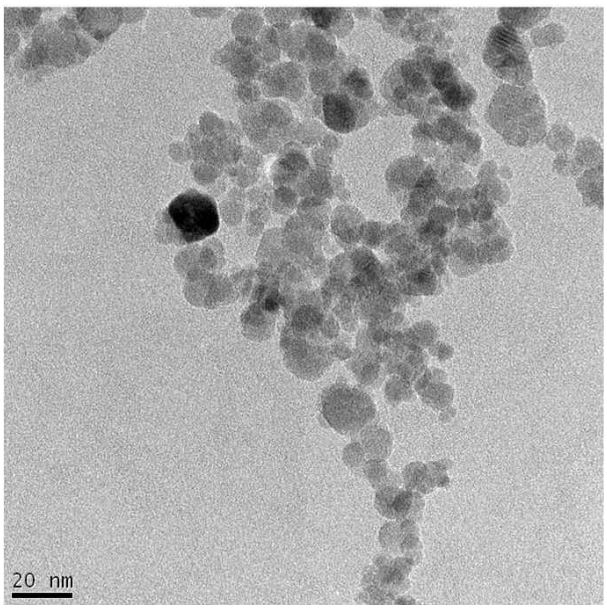

Fig. 2. Photograph of Fe_3O_4 nanopowder by TEM

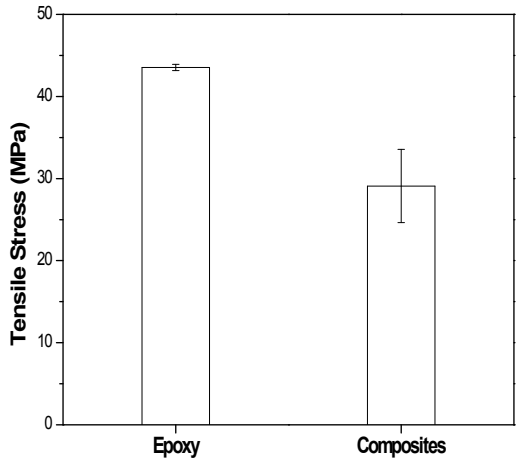

Fig3. Tensile stress of epoxy and Fe_3O_4/epoxy nanocomposite

공침법으로 제조된 Fe_3O_4/에폭시 나노복합재의 인장특성을 규명하기 위해서 인장시험을 수행, 이로부터 인장응력-변형률 선도를 플라팅하였고, 플라팅된 선도에서 최대응력을 인장강도로 하였다. Fig. 3은 순수에폭시와 Fe_3O_4/에폭시 나노복합재의 인장강도를 나타낸 것이다. 그림에서 살펴보면, Fe_3O_4를 이용하여 Fe_3O_4/에폭시 나노복합재를 제조함에 따라 인장강도가 오히려 감소됨을 알 수 있다. 구체적으로 순수에폭시의 경우 인장강도가 약 42 MPa이지만, Fe_3O_4/에폭시 나노복합재의 인장강도는 약 28 MPa 이었다. 이와 같이 Fe_3O_4/에폭시 나노복합재를 제조함에 따라 인장강도가 감소하는 이유는 다음과 같이 설명할 수 있다. Fe_3O_4/에폭시 나노복합재의 경우 에폭시와 Fe_3O_4 나노파우더 사이 약한 계면결합력으로 인한 층간분리현상과 Fe_3O_4 나노파우더의 응집으로 인한 응력집중으로 인하여 Fe_3O_4/에폭시 나노복합재의 인장강도가 감소되는 것으로 사료된다. 따라서 Fe_3O_4/에폭시 나노복합재의 계면결합과 분산을 향상을 위한 연구가 필요할 것으로 판단되면, 이에 대한 연구를 수행할 예정이다.

4. 결론

본 연구에서는 공침법으로 제조된 Fe_3O_4/에폭시 나노복합재의 인장특성을 규명하였다. 이를 위해 공침법을 이용하여 Fe_3O_4/에폭시 나노복합재를 제작한 후 인장시험을 수행하였다. 그 결과 공침법으로 제조된 Fe_3O_4/에폭시 나노복합재의 인장강도가 순수에폭시의 인장강도에 비해 감소하였다. 이는 Fe_3O_4 나노파우더와 에폭시의 층간분리현상과 Fe_3O_4 나노파우더의 응집으로 인한 응력집중현상의 증가로부터 기인한 것으로 사료된다.

참고문헌

1. 하성록, 정협재, 이경엽,"실란처리된 MMT/에폭시 나노복합재의 인장특성," 23, 103-107, 2006.
2. Pravin Kodgire, Rajendra Kalgaonkar, Sangeeta Hambir, Neelima Bulakh, J. P. Jog, "PP/Clay Nanocomposites: Effect of Clay Treatment on Morphology and Dynamic Mechanical Properties," 81, 1786-1792, 2001
3. Jingtao Dai, Ying Wang, Yukou Du, Ping Yang, Guoqing Di, "Synthesis and Mafnetic Properties of Pt_3Co/Fe_3O_4 Nanocomposites," 29, 205-208, 2008.
4. James Gass, Pankaj Poddar, James Almand, Sanyadanam Srinath, Hariharan Srikanth, "Superparamagnetic Polymer Nanocomposites with Uniform Fe_3O_4 Nanoparticle Dispersions," 16, 17-75, 2006.
5. ASTM D638, "Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics," 2003.