

## 음향방출과 미세역학적시험법을 이용한 단일섬유강화 에폭시 복합재료의 비파괴적 섬유파단 위치표정 및 계면물성 평가

### Nondestructive Interfacial Evaluation and Fiber Fracture Source Location of Single-Fiber/Epoxy Composite using Micromechanical Technique and Acoustic Emission

박종만\*<sup>†</sup>, 공진우\*\*, 김대식\*, 윤동진\*\*\*

Joung-Man Park\*<sup>†</sup>, Jin-Woo Kong\*\*, Dae-Sik Kim\* and Dong-Jin Yoon\*\*\*

**초 록** 섬유파단은 복합재료의 기계적물성을 규명하는 가장 중요한 현상 중 하나이며, 섬유파단 위치는 기지재료의 물성과 섬유표면 처리에 따라 광학현미경에 의한 방법 뿐만 아니라 음향방출법을 이용하여 확인 및 상호비교할 수 있다. 두 개의 음향방출 센서를 단일섬유강화 에폭시 복합재료 시편 표면에 부착 시켜 연속적인 섬유파단 신호를 변형률과 측정 시간에 따라 감지하였으며, 계면전단강도는 단일섬유강화 복합재료 시험에서 광학적 방법과 음향방출법을 이용하여 측정하였다. 탄소섬유의 파단 수는 섬유표면을 전기증착으로 처리한 경우가 많았으며, 광학적인 관찰 시에 좀 더 많이 나타났다. 하지만 음향방출법과 광학적 방법에 의한 섬유파단의 위치는 작은 오차범위 내에서 상호 잘 일치하는 결과를 얻을 수 있었다. 음향방출법에 의한 섬유파단 위치표정과 파형분석은 투명, 반투명 및 불투명한 복합재료의 계면물성을 비파괴적으로 측정하기 위한 유용한 방법으로 사료된다.

**주요용어:** 위치표정, 미세역학적 시험법, 음향방출, 계면전단강도

**Abstract** Fiber fracture is one of the dominant failure phenomena affecting the total mechanical performance of the composites. Fiber fracture locations were measured through the conventional optical microscope and the nondestructive acoustic emission (AE) technique and then were compared together as a function of the epoxy matrix modulus and the fiber surface treatment by the electrodeposition method (ED). Interfacial shear strength (IFSS) was measured using tensile fragmentation test in combination of AE method. ED treatment of the fiber surface enlarged the number of fiber fracture locations in comparison to the untreated case. The number of fiber fracture events measured by the AE method was less than optically obtained one. However, fiber fracture locations determined by AE detection corresponded with those by optical observation with small errors. The source location of fiber breaks by AE analysis could be a nondestructive, valuable method to measure interfacial shear strength (IFSS) of matrix in non-, semi- and/or transparent polymer composites.

**Keywords:** source location, micromechanical test, acoustic emission (AE), interfacial shear strength (IFSS)

#### 1. 서 론

고강도 섬유강화 고분자복합재료는 복잡한 구조

로 인해 일반적인 기계적 시험방법을 이용하여 섬유파단 메커니즘을 명확하게 이해하기는 어렵다. 기계적 시험방법과 연계한 비파괴적 평가는 이러한

(접수일: 2003. 8. 18, 심사완료일: 2003. 10. 6) \* 경상대학교 응용화학공학부, 항공기부품기술연구센터, \*\* 한국기계연구원 복합재료그룹, \*\*\* 한국표준과학연구원 스마트측정그룹, † Corresponding author: Dept. of Polymer Science and Engineering, Gyeongsang National University, Jinju 660-701 (E-mail: Jmpark@nongae.gsnu.ac.kr)

문제점을 해결할 수 있는 중요한 시험방법이며, 특히 음향방출법은 복합재료의 파단 거동과 손상을 평가할 수 있는 유용한 기법으로 알려져 있다[1]. 섬유와 기지재료 사이의 계면전단강도는 복합재료의 기계적물성을 결정하는 가장 중요한 요소 중 하나로서 단일 섬유강화 복합재료 시험법[2], microdroplet 시험법[3] 그리고 microindentation 시험법[4] 등과 같은 미세역학적 측정방법을 이용하여 평가할 수 있다. 많은 연구자들[2-6]은 단일 섬유강화 복합재료 시험법에서 시험과정 동안 광학적 방법으로 측정된 실제 섬유파단 수는 음향방출법에 의해 감지된 경우와 작은 오차범위 내에서 거의 같다고 보고하였다.

음향방출법은 탄성파의 전파를 통해서 복합재료 내부의 실제 손상을 감지하기 위한 비파괴적 방법 중 가장 감도가 높은 평가 방법이다[7]. 많은 연구자들[8-10]은 음향방출 신호의 구별과 손상 평가 및 섬유파단 위치표정 그리고 복합재료에서 음향방출 파라미터와 파단 메커니즘을 관련시킨 연구를 수행하였다. 다채널 음향방출 시스템을 이용한 섬유파단 위치 확인은 음향방출의 실제응용에 가장 중요한 분야 중 하나이다. 두 센서 사이의 거리와 탄성파 전파 속도를 알고 있다면 두 센서 사이에서 일어나는 파단의 위치는 확인 가능하다. 이러한 방법을 선형 위치표정[1,11]이라하며, 이 기술은 크고 복잡한 실제 복합재료 구조물로 그 응용을 확대할 수 있다. 위치표정법은 다음의 두 가지 형태로 응용 가능한데 그 하나는 누출 및 마찰과 같은 연속적인 음향방출 신호에 대한 응용이며[12], 다른 하나는 섬유파단과 크랙 전파와 같은 돌발적인 음향방출 신호에 대한 응용이다[13,14].

Ziolar과 Gorman[13]는 만약 음향방출 신호의 종류를 구별할 수 있고 신호가 센서까지 도달하는 시간을 알 수 있다면 정확한 신호의 위치를 찾는 것은 가능하다고 보고하였다. 또한 Surgeon과 Wevers[14]는 판 형태의 일차원 시편 표면에 두 개의 음향방출 센서를 부착함으로써 신호의 위치를 찾는 연구를 수행하였다. 시편 내부에서 동적인 섬유파단이 일어날 경우 첫 번째 신호는 두 센서에서 각각 감지되는데 이를 'the first hit'이라 부르며, 위치표정은 두 센서에 도달하는 신호의 시간 차이를 이용하여 수행된다.

미세역학적시험법은 섬유와 기지재료 사이의 계면결합력의 척도인 평균섬유파단 길이를 측정하는

데 사용되며, 계면전단강도는 고분자 기지재료 내부에 섬유가 함침 되어 있는 시스템에서의 힘의 균형에 근거하여 측정된다[2]. 일반적으로 평균섬유파단 길이는 단일섬유강화 복합재료 시험법에서 현미경을 이용하여 측정하지만 금속이나 세라믹 그리고 결정형 고분자와 같은 불투명한 기지재료의 경우에는 섬유파단을 관찰 할 수 없다. Netravali[15,16] 등은 음향방출에 근거한 간단한 선형적인 방법을 이용하여 섬유와 기지재료 사이의 계면전단강도 측정을 위해 단일섬유강화 복합재료 시험법에서 평균 섬유파단 길이를 측정하였다.

본 연구에서 미처리 및 전기증착 처리된 탄소섬유로 강화된 에폭시 복합재료의 위치표정을 광학적 관찰 방법과 조합하여 다양한 물성의 에폭시 기지재료에 따라 상호 비교 분석하였다. 또한 계면물성을 위치표정 결과와 관련시켜 비교함으로써 불투명한 시편의 계면물성 평가에 적용할 수 있음을 확인하였다.

## 2. 실험

### 2.1. 재료

강화제로 사용된 미처리 탄소섬유 (TZ-307, 태광산업)의 밀도와 평균직경은 각각  $1.8\text{g/cm}^3$ 와  $7.9\mu\text{m}$ 였으며, 인장강도와 탄성률은 약 3727 MPa과 245 GPa였다. 에폭시 수지 (YD-128, 국도화학)는 diglycidyl ether of bisphenol-A (DGEBA) 타입을 사용하였으며, 경화제는 유연성 조절을 위해 분자량이 다른 두 가지 polyoxypropylene diamine (Jeffamine D400 and D2000, Huntzman Petrochem. Co.)을 적정 비율로 혼합하여 사용하였다.

### 2.2. 섬유표면처리 및 시편제조

전기증착은 실온에서 음극으로 작용하는 알루미늄 판과 양극의 역할을 하는 탄소섬유 사이에 일정한 전압을 가해 줌으로써 수용액에 이온화되어 있는 커플링제를 탄소섬유 표면에 전기적으로 증착시키는 방법이다. 약 50개의 미처리된 탄소섬유를 아크릴 프레임에 적당한 간격으로 고정시킨 후 한쪽 끝 부분을 실버 페이스트를 이용하여 섬유의 전기 접점을 만들었다. 탈 이온화된 2차 증류수에 polybutadiene maleic anhydride (PBMA) 0.5 wt%를 녹인 수용액에 탄소섬유가 고정되어 있는 아크

릴 프레임을 폭 20 mm, 길이 120 mm의 알루미늄 판을 함께 담은 다음 전원공급 장치 (GP 4303TP, LG전자)를 이용하여 약 3 V의 일정한 전압을 공급하였다. 처리시간은 10 분으로 설정하였으며, 증착 후 중합반응을 방지하기 위해 열처리 없이 실온에서 건조하였다.

음향방출법을 이용한 섬유파단에 대한 위치표정은 두 가지 형태의 시편을 이용하여 수행하였다. 먼저 경화제 비율에 따라 제조된 직사각형 형상의 에폭시 시편은 연필심 파단법을 이용하여 탄성파의 속도를 측정하여 상호 비교하는데 사용하였고, 탄소섬유가 강화된 아령형 시편은 계면전단강도 측정과 섬유파단에 대한 위치표정을 위한 실험에 적용하였다. 에폭시 수지의 경화조건은 80℃에서 2시간 동안 선 경화 시킨 후 120℃에서 2시간 동안 후 경화하였다.

### 2.3. 음향방출 시험

계면전단강도와 섬유파단 위치표정은 단일섬유강화 복합재료시험을 이용하여 평가하였고 인장하중은 만능시험기 (피코산업, 1 kN 로드셀)를 이용하여 가하였다. 임계파단길이는 편광판이 부착된 광학현미경과 음향방출 프로그램을 이용하여 측정하였으며, 두 음향방출 센서는 시편의 양쪽 끝 부분에 부착하였다. 음향방출신호는 피크감도가 54 Ref. V (m/s)이고 공명주파수가 500 kHz인 공진형의 소형센서 (PICO 모델, Physical Acoustic Co.)를 이용하여 감지하였다. 증폭기와 문턱전압 값은 각각 40 dB과 45 dB로 설정하였으며, 신호는 상용 음향방출 장비 (MISTRAS 2001, Physical Acoustic Co.)에 내장된 자체 소프트웨어를 이용하여 분석하였다. Fig. 1(a)와 (b)는 음향방출 시험법에서 에폭시 기지재료의 탄성파 속도 측정 및 탄소섬유강화 에폭시 복합재료의 섬유파단 위치표정에 위한 실험장치도를 각각 도시한 것이다.

일반적인 음향방출 위치표정 방법에서 [17] 신호의 위치는 탄성파가 센서에 도달하는 시간과 센서 사이의 거리 그리고 탄성파의 전파속도 등에 근거하여 결정된다. 에폭시와 같은 기지재료에서 위치표정에 대한 약간의 오차는 탄성파의 속도는 재료 내부의 결정학적 구조와 주파수 등에 영향을 받기 때문에 나타난다.

### 2.4. 선형 위치표정 및 탄성파 속도 측정

에폭시 기지재료에 대한 탄성파 속도는 Fig. 1(a)와 같은 50 mm 길이의 시편 양쪽에 두 개의 센서를 부착한 다음 두 센서 밖에서 연필심 파단 신호를 감지한 후 도달시간의 차이를 이용하여 측정하였으며, 두 센서 사이의 도달시간 차이는 자체 내장된 음향방출 프로그램을 이용하여 측정하였다. 탄성파 속도는 도달시간의 차이와 두 센서 사이의 거리의 함수로 다음과 같이 나타낼 수 있다.

$$V = \frac{D}{\Delta t} \quad (1)$$

여기서  $V$ 는 음향방출 신호에 대한 탄성파의 전파속도이고,  $D$ 는 두 센서 간의 거리이며,  $\Delta t$ 는 신호가 두 센서에 도달하는 시간 차이이다.

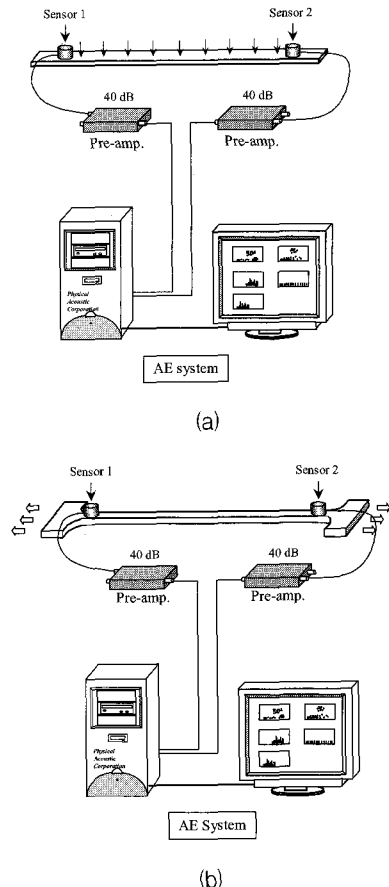


Fig. 1 Scheme of (a) AE wave velocity measurement of epoxy matrix, and (b) source location determination of carbon fiber/epoxy composite

Fig. 2는 섬유파단에 대한 선형 위치표정법의 실험적인 방법을 도시한 것이다. 음향방출 신호가 두 센서 사이에서 발생 한다면 위치표정 거리  $d$ 는 다음의 식과 같이 표현할 수 있다.

$$d = \frac{1}{2}(D - \Delta t \cdot V) \quad (2)$$

여기서 만약 두 센서 바깥의 영역에서 신호가 발생 한다면  $\Delta t$ 의 값은 항상 일정한 값을 가지게 되며  $d$ 가 0인 결과를 초래하게 되므로 event의 발생 위치가 두 센서의 내부인지 외부인지 구별이 가능하게 된다. 또한 두 신호의 도달 시간이 같은 경우 즉  $\Delta t$ 가 0인 경우  $d$ 의 값은  $1/2 D$ 로 시편 중앙에서 신호가 발생한 경우로 판단할 수 있게 된다.

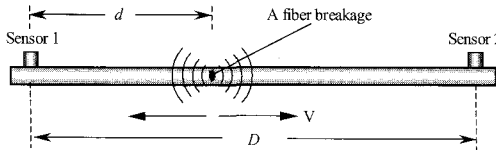


Fig. 2 Principle of linear source location

2.5. 계면전단강도 측정

계면전단강도는 음향방출 장치와 편광현미경이 연결되어 있는 자체 제작한 소형 인장시험기를 이용하여 측정하였다. 시편을 소형 인장시험기에 고정시킨 후 함침 된 섬유의 파단이 더 이상 일어나지 않을 때까지 인장하중을 가하였다. 계면전단강도는 섬유 인장강도 및 섬유파단 길이와 직경 간의 비인 형상비를 이용하여 다음의 Kelly-Tyson 식 (3)을 이용하여 계산할 수 있다[18].

$$\tau = \frac{\sigma_f \cdot d}{2l_c} \quad (3)$$

여기서  $d$ 는 섬유직경이며,  $\sigma_f$ 는 임계파단길이  $l_c$ 에서 섬유 인장강도이다. 계면전단강도는 또한 식 (3)에 Weibull 통계치리를 적용한 다음의 Drzal 식 (4)에 의해서도 계산할 수 있다[19].

$$\tau = \frac{\sigma_f}{2\alpha} \Gamma \left[ 1 - \frac{1}{\beta} \right] \quad (4)$$

여기서  $\alpha$ 와  $\beta$ 는 각각 Weibull 분포에서 파단섬유의 형상비에 대한 크기와 형상 파라미터이며,  $\Gamma$ 는 감마 함수이다. 임계파단 길이에서의 섬유인장강도

는 1 mm 이하로 너무 짧아 일반적인 단일섬유인장시험법을 이용하여 직접적으로 측정할 수 없기 때문에 다음의 Weibull weakest link rule [20,21]을 적용하여 간접적으로 계산하였다.

$$\sigma_f = \sigma_0 \cdot \left( \frac{l_c}{l_0} \right)^{-1/\rho} \quad (5)$$

여기서  $l_0$ 는 2 mm의 측정 길이에서 섬유 인장강도이며,  $\rho$ 는 섬유 인장강도에 대한 Weibull 분포에서 형상 파라미터이다.

음향방출법을 이용한 계면전단강도는 실제 두 센서 사이의 길이를 전체 섬유파단 신호수로 나눈 평균 섬유파단 길이를 측정하여 계산하였다. 음향방출법과 광학적 측정법에 의한 계면전단강도의 비교는 오차를 줄이기 위해서 Drzal 식 (4) 보다는 Kelly-Tyson 식 (3)을 이용하여 계산하였다.

3. 결과 및 토론

3.1. 에폭시 기지재료의 탄성과 속도 비교

고분자 기지재료의 탄성과 속도는 단일섬유강화 복합재료의 실제 섬유파단 위치를 파악하는데 적용되며, 단일섬유강화 복합재료 시험법에서 음향방출을 이용한 위치표정 결과는 광학적 관찰을 이용한 실제 섬유파단 위치와 최종적으로 비교함으로써 그 유용성을 검증할 수 있다. 섬유파단 위치 확인을 위한 음향방출 신호의 도달시간은 디지털화된 각각의 파형을 정밀하게 분석함으로써 측정할 수 있다. 그리고 음향방출 장비는 식 (1)을 이용하여  $\Delta t$ 를 직접적으로 측정할 수 있는 시간 간격 계수기를 이용할 수 있도록 변형한 것을 사용한다. Manor [11] 등은 펄스화된 레이저 빔을 이용하여 탄성과 속도를 측정하였는데 SiC 섬유/알루미늄 복합재료는 6352 m/s로 순수 알루미늄의 수평 전파속도인 6320 m/s와 비교하였다.

Fig. 3은 경화제 비율에 따른 에폭시 기지재료의 하중-변형 곡선을 비교한 것으로 Type (c)의 경우가 인장강도와 탄성률은 가장 크면서 연신율은 가장 작았다. 경화제 중에서 D2000의 함량이 증가하면 인장강도와 탄성률은 감소하는 반면에 연신율은 증가하여 더욱 유연해진다. Type (c)와 비교하여 Type (a)와 (b)는 인장시험 동안 넥킹 현상 없이 높은 연신율을 가져 보다 더 유연하였다. 세 가지 에폭시 기지재료

는 탄성과 속도 비교를 위해 서로 다른 기계적 물성을 가지도록 경화제 비율을 달리하여 조절하였다.

Fig. 4는 서로 다른 기계적물성을 가지도록 polyoxypropylene diamine 경화제 비율을 조절한 에폭시 기지재료에 대해 연필심 파단법을 이용하여 충격 위치와 음향방출 위치표정 결과를 도시한 보정 곡선이다. 이러한 보정곡선을 통한 오차범위를 이용해서 측정된 탄성과 속도의 신뢰성을 검증하였다. 연필심에 의한 충격은 시편 표면에 표시한 5 mm 간격의 거리에 따라 가하였고, 세 가지 에폭시 기지재료에 대한 시편의 실제 충격 위치와 음향 방출을 이용한 감지 결과는 거의 상호 일치하였다. 평균 오차범위는 0.5에서 0.8% 사이로 기계적 물성 차이가 크지 않은 데도 불구하고 상당히 신뢰할 수 있는 결과로 고려된다.

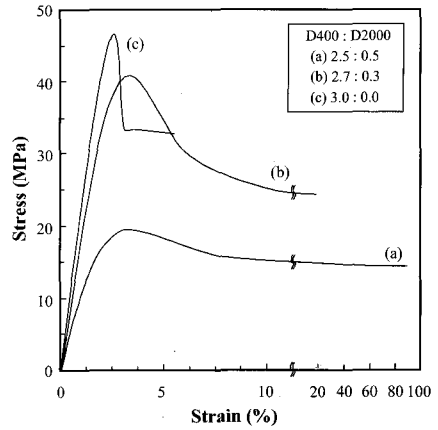


Fig. 3 Stress-strain curves for epoxy matrices

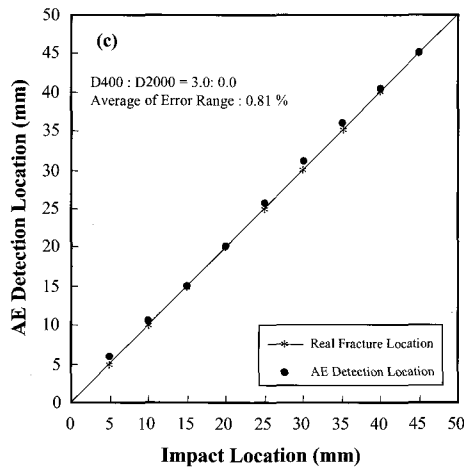
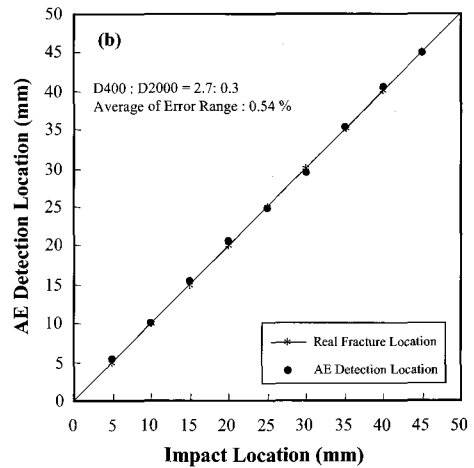
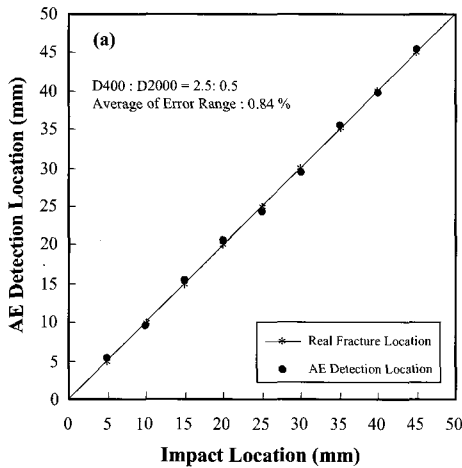


Fig. 4 Calibration curve obtained by pencil-lead- break method: (a) 2.5:0.5, (b) 2.7:0.3, and (c) 3.0:0.0

Table 1. Wave velocity of epoxy resins with curing agent ratios

Curing Agent Ratio (D400:D2000)	Density (g/cm <sup>3</sup> )	TEC (10 <sup>-6</sup> /°C)	Wave Velocity (C <sub>L</sub> )(m/sec)	Error Range (%)	Modulus (GPa)
2.5:0.5	1.073	202	1560	0.78	1.08
2.7:0.3	1.078	152	1640	0.84	1.85
3.0:0.0	1.098	96	1750	0.54	2.19

- Interval of impact point: 5 mm
- Distance between two sensors: 50 mm
- Pencil-lead-break method

Fig. 5는 식 (2)를 이용하여 Figure 4(b)의 2.7:0.3 비율에 대한 파형으로부터 계산한 위치와 연필심 파손에 의한 실제 위치를 도시한 것이다. 센서로부터의 거리가 먼 양쪽 끝부분의 오차는 중앙부분 보다 더 컸는데 이러한 오차는 파형분석으로부터 계산한 방법과 음향방출 프로그램을 이용한 방법 사이의 도달시간 결정 방법의 차이 때문에 나타난 결과로 고려된다. 자체 내장된 음향방출 프로그램에서 두 인장신호의 시간차이는 특정 문턱전압 값 이하를 무시하면서 계산되지만, 파형분석의 경우 이러한 절차 없이 첫 번째 인장신호로부터 시간 차이를 계산한다는 특징이 있다. 음향방출 프로그램을 이용한 방법은 기본적으로 에폭시 기지재료에 대한 탄성과의 전파속도는 위치에 관계없이 모든 지점에서 일정하다고 가정한다. 이러한 오차는 또한 시편 표면의 센서로부터 표시한 연필심 파단 위치와 두 센서 사이의 공간 때문에 나타난 결과로 고려할 수 있다.

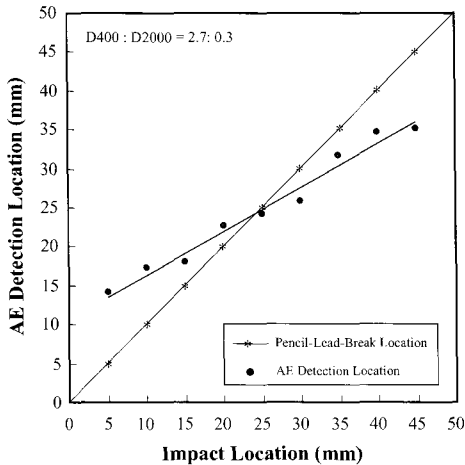


Fig. 5 Source location calculated from real waveform for 2.7:0.3 epoxy specimen

Table 1과 Fig. 6은 에폭시 기지재료의 경화제 비율에 따른 탄성과 속도, 열팽창계수 그리고 밀도와 의 관계를 나타낸 것이다. 에폭시의 밀도와 탄성률이 증가함에 따라 열팽창계수와 탄성과 속도는 감소하였다. 에폭시 기지재료가 취성이 증가하는 조건인 D2000 경화제의 양이 감소함에 따라서 탄성파속도는 점차적으로 증가하는 경향을 보였다. 유연한 에폭시 기지재료의 탄성과 속도는 취성이 강한 경우와 비교하여 더 느렸으며, 이는 탄성과의 전파 속도는 화학적 조성 변화에 의한 재료물성 변화에 따라 달라진다는 것을 의미한다.

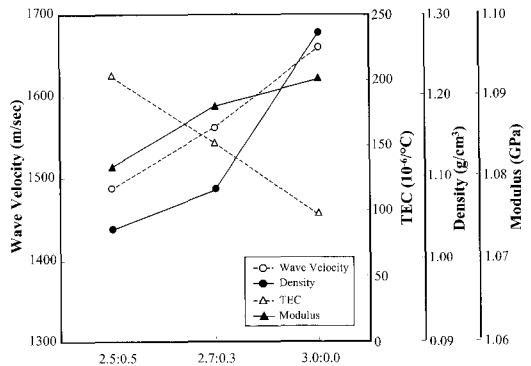


Fig. 6 Wave speed and other properties of epoxy resins with curing agent ratios

3.2. 위치표정 결과

Fig. 7은 미처리 탄소섬유와 세 가지 경화제 비율에 따른 에폭시 기지재료 복합재료에서의 위치표정 결과이다. 섬유파단 위치는 음향방출 프로그램을 이용하여 확인하였고 이와 비교하여 실제 섬유파단 위치는 광학현미경을 이용하여 관찰하였다. 광학현미경을 이용할 경우 관찰되지만 음향방출법을 이용할 경우 감지되지 못한 검정색 원으로 표시한 신호

는 위치표정에 대한 오차 때문에 나타난 결과이다. 세 가지 경화제 비율 모두에서 음향방출에 의해 감지되지 못한 신호들은 불규칙하게 나타난 반면, 선형회귀의 경우 통계적으로 좁은 오차범위 내에서 나타났다. 탄화수소의 사슬이 긴 D2000 경화제의 양이 감소함에 따라서 에폭시 기지재료는 점차적으로 취성이 강해진다. 그러나 계면전단강도를 결정하는 섬유 파단 수에 근거하여 2.7:0.3은 가장 큰 계면전단강도를 가지기 때문에 유연한 2.5:0.5와 취성의 3.0:0.0 비율과 비교하여 최적의 경화제 비율이라 할 수 있다. 음향방출에 의해 감지되지 못한

신호는 에폭시 기지재료의 탄성률과는 큰 관련이 없는 것으로 사료된다.

Fig. 8은 전기증착된 탄소섬유와 세 가지 경화제 비율에 따른 에폭시 수지와와의 위치표정 결과이다. 전기증착의 경우 섬유 파단 수는 기존의 연구결과에서와 마찬가지로 에폭시와의 화학결합을 유도하는 친수성 작용기로 인해 미처리 결과와 비교하여 더 많았다 [22]. 전기증착된 시편의 음향방출법에 의한 위치표정 결과는 섬유 파단 수의 증가에도 불구하고 실제 위치와 비슷하였고, 예상했던 결과와는 다르게 감지하지 못한 신호 수 역시 미처리의 경우와 비슷하였다.

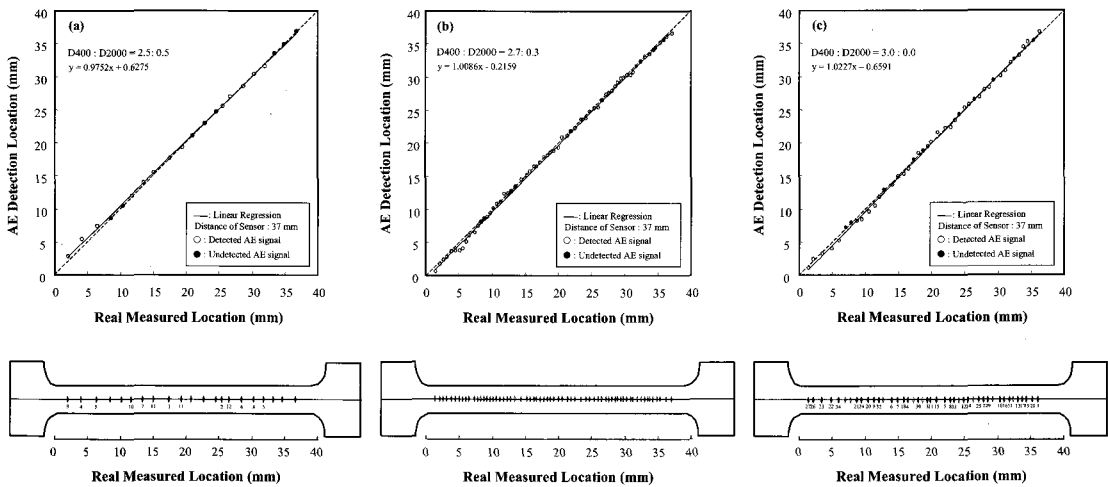


Fig. 7 AE detection location versus optically measured location for the untreated cases: (a) 2.5:0.5, (b) 2.7:0.3, and (c) 3.0:0

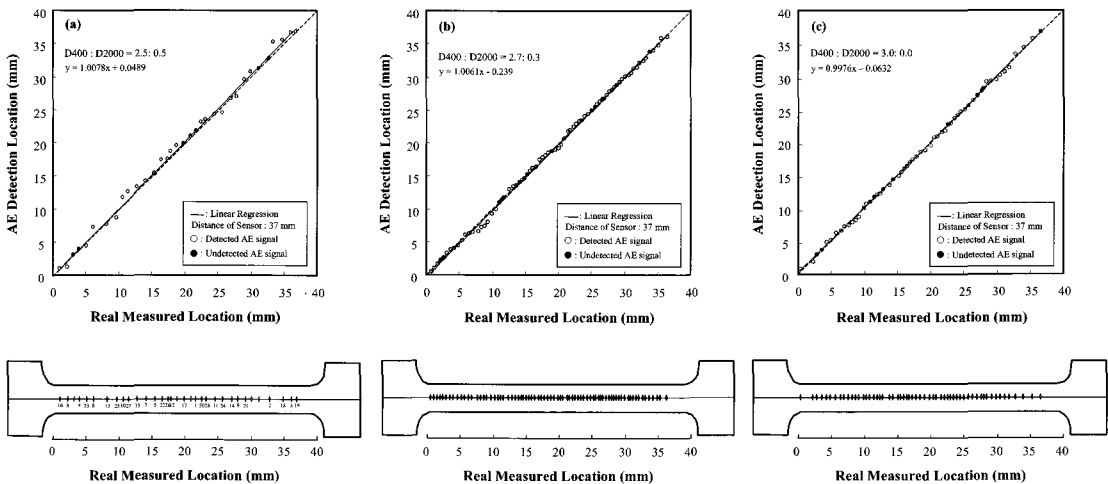


Fig. 8 AE detection location versus optically measured location for the ED-treated cases: (a) 2.5:0.5, (b) 2.7:0.3, and (c) 3.0:0

Fig. 9는 경화제 비율에 따른 미처리 복합재료에 대해서 시간에 따라 음향방출에 의해 감지된 위치 1 과 실제 관측된 위치 2 및 하중-변형 곡선을 나타낸 것이다. 음향방출에 의해 감지된 섬유파단 수는 실제 광학현미경을 이용한 경우보다 약간 작았다. 이러한 결과는 탄소섬유의 파단 신호 중 일부는 음향방출 시스템에서 약한 음향방출 신호와 예폭시 기지재료에 의한 신호의 지연 및 감쇠효과 때문에 감지하지 못한 다는 것을 의미하며, 또한 음향방출법의 경우 동시에 일어나는 섬유파단 감지에 대해 다소 제한적

인 것으로 고려된다. 그림에서 점선은 감지하지 못하고 소실된 섬유파단을 나타낸 것이다. 섬유파단 위치에 대해 음향방출법과 광학적 방법 사이에 약간의 거리차이가 존재하는데, 이는 광학적 방법에 의한 관찰 위치는 변형률이 증가하면서 인접한 섬유파단 사이의 거리가 다소 이동하였기 때문으로 고려된다. 실험과정에서 실제 섬유파단은 여러 개가 동시에 그리고 인접해서 일어나는 것을 관찰 할 수 있었다.

Fig. 10은 경화제 비율에 따른 전기증착된 시편에 대해서 시간에 따라 음향방출에 의해 감지된 위치 1

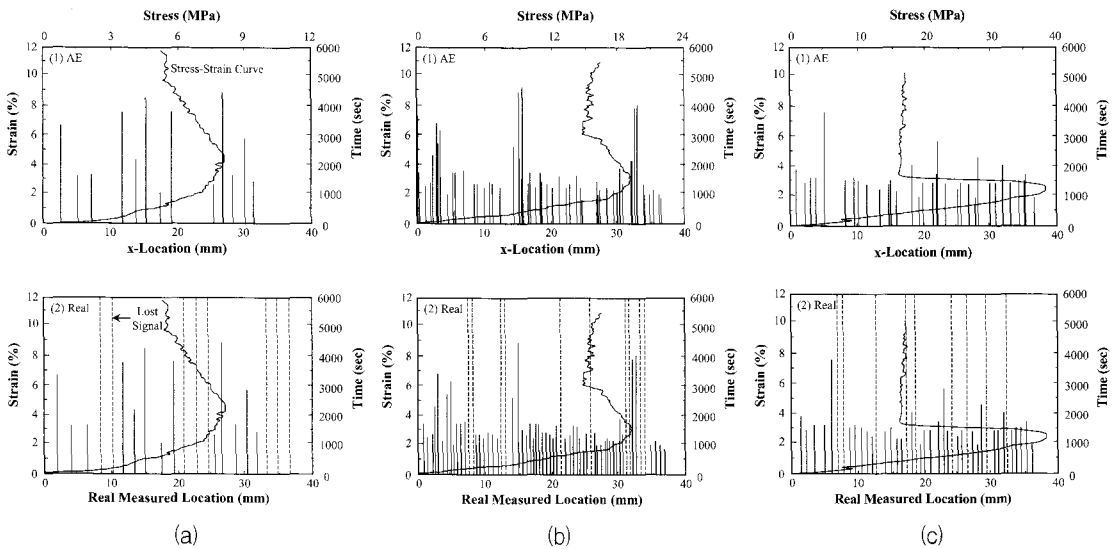


Fig. 9 (1) AE detection location and (2) optically measured location as a function of elapsing time, strain and stress (the untreated): (a) 2.5:0.5, (b) 2.7:0.3, and, (c) 3.0:0

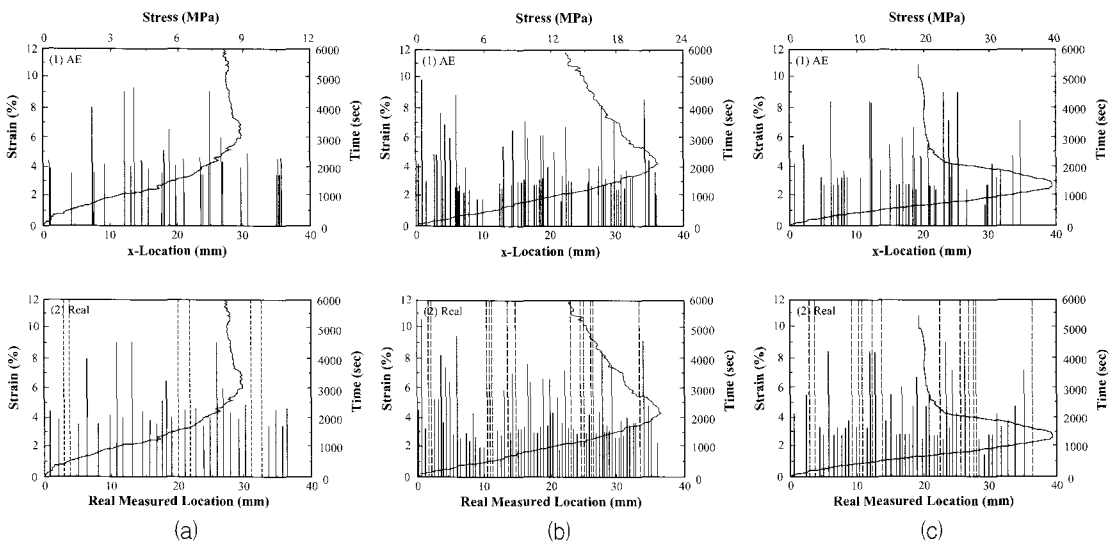


Fig. 10 (1) AE detection location and (2) optically measured location as a function of elapsing time, strain and stress (ED-treated): (a) 2.5:0.5, (b) 2.7:0.3, and (c) 3.0:0



과 실제 관측된 위치 2 및 인장-변형 곡선을 나타낸 것이다. 모든 경화제 비율에서 섬유파단 수는 미처리 경우보다 훨씬 더 많았다. 또한 실제 섬유 파단 위치는 음향방출에 의한 위치와 비교하여 더 규칙적 나타났다. 특히 Fig. 9(b)와 (c) 그리고 Fig. 10(b)와 (c)의 경우 음향방출에 의한 감지 위치는 광학적 방법에 의한 섬유 파단 위치와 비교하여 좀 더 불규칙적으로 나타났다. 이러한 결과는 미처리의 경우와 마찬가지로 음향방출 시스템에서는 시편의 변형률과 섬유파단에 대한 계면분리 길이를 고려하지 않고 초기 게이지 길이로 고정했기 때문으로 해석된다.

3.3. 미세파단형상 및 계면전단강도 비교

Fig. 11은 경화제 비율에 따른 미처리 및 전기증착

된 탄소섬유강화 에폭시 복합재료의 미세파단 형상을 편광현미경을 이용하여 촬영한 사진이다. Fig. 11(a)의 (1)에서 2.5:0.5 비율은 유연하기 때문에 섬유 파단은 원형으로 나타났다. Fig. 11(a)(2)의 2.7:0.3의 경우 섬유 파단은 큰 형태로 관찰되었으며 섬유 파단 수도 더 많았다. Fig.11(a)(3)에서 취성이 가장 강한 3.0:0.0 비율의 경우 섬유 파단 후에 계면분리 현상만 관찰된 반면에 전기증착의 경우 모든 경화제 비율에서 큰 형상의 섬유파단을 관찰 할 수 있었다. 탄소섬유의 계면파손의 형상을 관찰한 결과 유연한 2.5:0.5 및 취성의 3.0:0.0 비율과 비교하여 중간의 2.7:0.3 비율의 경우가 가장 좋은 계면결합력을 보임을 확인할 수 있었다.

Table 2는 미처리 및 처리 조건에서 탄소섬유와 에폭시 기지재료 사이의 계면물성 및 통계적인

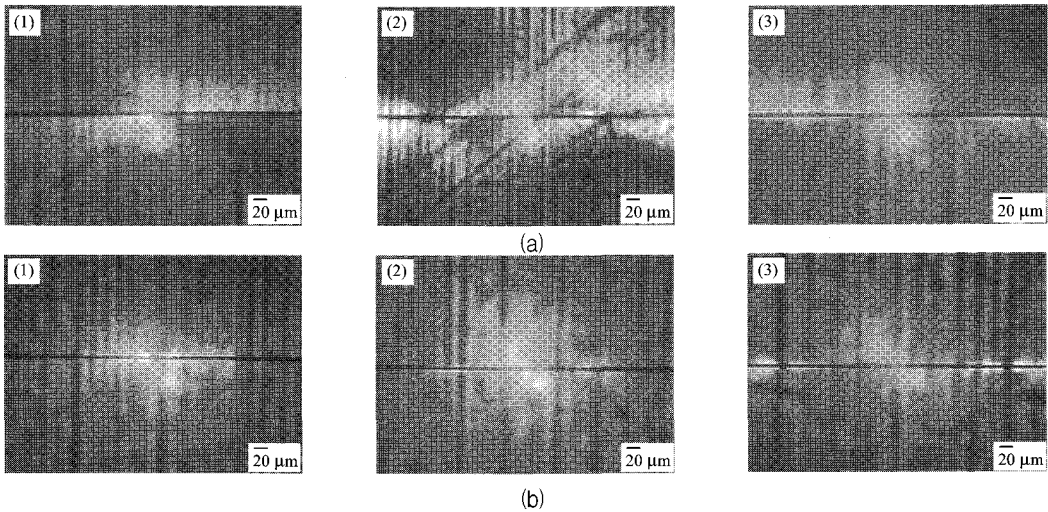


Fig. 11 Microfailure modes on (a) the untreated and (b) ED-treated carbon fiber/epoxy composites in tensile test: (1) 2.5:0.5, (2) 2.7:0.3, and (3) 3.0:0

Table 2 IFSS of the untreated and ED-treated carbon fiber/epoxy composite

Type	Curing Agent Ratio (D400:D2000)	Average Fragment Length (μm)	Aspect Ratio ( $l_c/d$ )	Fiber Strength (MPa) <sup>1)</sup>	Scale Parameter ( $\alpha$ ) <sup>2)</sup>	Shape Parameter ( $\beta$ ) <sup>2)</sup>	IFSS(MPa)		
							Drzal <sup>3)</sup>	Kelly-Tyson <sup>4)</sup>	
								Real	AE
Untreated	2.5:0.5	1696	212	3777	236	3.68	10.1	9.8	5.3
	2.7:0.3	571	71	4613	78	4.90	34.7	32.3	26.9
	3.0:0.0	829	104	4307	113	4.65	24.4	20.8	15.8
ED-treated	2.5:0.5	1088	136	4098	150	3.97	16.8	15.1	12.4
	2.7:0.3	474	59	4772	64	5.26	42.8	40.2	31.5
	3.0:0.0	623	78	4538	87	3.26	34.1	29.1	21.6

1) Fiber strength at critical fragment length,  $l_c$   
 2) Values for aspect ratio  
 3) Drzal equation,  $\tau = (\sigma_f/2\alpha)\Gamma(1 - 1/\beta)$   
 4) Kelly-Tyson equation,  $\tau = (\sigma_f \cdot d/2l_c)$

Weibull 파라미터를 나타낸 것이다. 평균과단 길이와 형상비는 미처리된 경우가 전기증착된 시편보다 더 컸다. 전기증착의 경우 평균값의 크기를 나타내는 형상비에 대한 크기 파라미터는 미처리보다 더 작은 반면, 테이타의 편차를 나타내는 형상 파라미터는 큰 차이 보이지 않았다.

Fig. 12는 음향방출법과 광학적 관찰법에 의해 측정된 미처리 및 전기증착된 탄소섬유 강화 에폭시 복합재료의 계면전단강도를 도시한 것이다. 예상한 것처럼 계면전단강도는 전기증착의 경우가 미처리보다 더 컸으며, 광학적 방법에 의한 경우가 일부 섬유 파단을 감지하지 못하는 음향방출에 의한 경우보다 더 컸다.

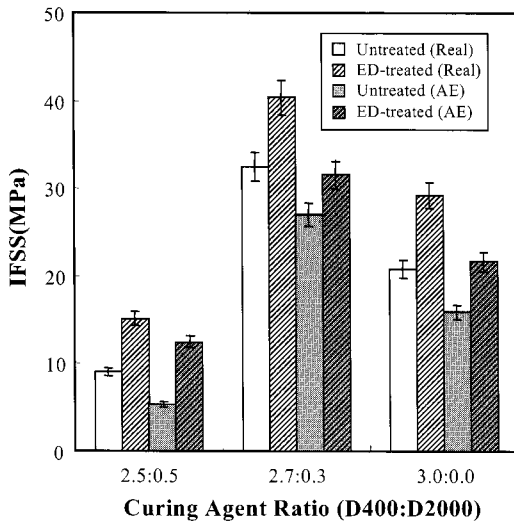


Fig. 12 Comparison of IFSS measured by AE with that by optical microscopy for the untreated and ED-treated carbon fiber/epoxy composites

불연속적인 음향방출 신호 위치표정에 대한 오차는 다음의 두 가지 이유 때문에 나타난다. 하나는 측정 과정에서 나타날 수 있고, 다른 하나는 파형의 차이와 탄성파의 반사 그리고 굴절 또는 분산과 같은 고유현상으로 인해 나타날 수 있다. 실험 과정상의 오차는 다양한 방법을 통해서 줄일 수 있지만, 탄성파의 고유현상에 의한 오차는 조절하기 어렵다. 기지재료를 통해 신호가 센서로 전파되는 동안 탄성파는 위에서 설명한 고유현상 및 기하학적인 요소 때문에 소실되거나 분산된다. 이러한 현상들은 실제 복합재료 구조물에서 음향방출 신호에 대한 위치표정 및 감지에 복잡한 영향을 미치기도 한다.

#### 4. 결 론

탄소섬유강화 에폭시 복합재료의 계면물성 및 섬유파단 위치표정에 대해 기지재료의 물성과 섬유의 처리 조건에 따라 음향방출법과 광학적 방법을 이용하여 측정 및 상호 비교 분석하였다. 전기증착의 경우 섬유 파단 수는 두 가지 실험 방법 모두에서 미처리 결과와 비교하여 더 많았으며, 음향방출에 의한 섬유 파단 감지 수는 광학적 방법에 의해 관찰된 수보다 더 적었다. 이러한 결과는 실험과정에서 탄소섬유의 약한 파단 신호와 에폭시 기지재료의 감쇠효과로 인한 일부 음향방출 신호의 소실 때문으로 고려된다. 음향방출을 이용한 섬유파단 위치와 광학적 방법에 의한 위치는 약간의 음향방출 신호의 소실에도 불구하고 상호 잘 일치하였다. 본 연구에서 음향방출을 이용한 섬유파단에 대한 일차원 위치표정은 불투명한 섬유강화 고분자 복합재료를 포함한 비파괴적인 계면전단강도 측정을 위해 유용하게 적용할 수 있는 방법으로 사료된다.

#### 후 기

본 연구는 경상대학교 항공기부품기술연구센터를 통한 과학기술부 선정 한국표준과학연구원 국가지정연구실 (NRL)의 지원으로 수행되었으며, 이에 감사드립니다.

#### 참고문헌

[1] Q. Q. Ni and E. Jinen, "Fracture behavior and acoustic emission in bending test on single-fiber composites", Eng. Fracture Mech., Vol. 56, No. 6, pp. 779-796, (1997)

[2] J. M. Park, Y. M. Kim and J. W. Kim, "Interfacial aspects of electrodeposited carbon fiber-reinforced epoxy composites using monomeric and polymeric coupling agents", J. Colloid Interface Sci., Vol. 231, No. 1, pp. 114-128, (2000)

[3] T. Grubb and Z. F. Li, "Single-fiber polymer composites: Part I interfacial shear strength and stress distribution in the pullout test", J. Mater. Sci., Vol. 29, No. 1, pp. 189-202, (1994)

- [4] M. Kharrat, A. Chateauminois, L. Carpentier and P. Kapsa, "On the interfacial behaviour of a glass/epoxy composite during a micro-indentation test: assessment of interfacial shear strength using reduced indentation curves", *Compos. Part A*, Vol. 28, No. 1, pp. 39-46, (1997)
- [5] D. Rouby, "Acoustic emission: a micro-investigation technique for interface mechanisms in fiber composites", *J. Acoustic Emission*, Vol. 9, No. 2, pp. 117-121, (1990)
- [6] G. J. Farrow, J. D. H. Hughes and M. I. Darby, "Acoustic emission from single carbon fibers and model microcomposites", *J. Phys. D: Appl. Phys.*, Vol. 27, No. 3, pp. 644-651, (1994)
- [7] X. Lu, W. Sachse and I. Grabec, "Use of an automatic modeler and a small receiver array for acoustic emission (AE) source location", *Ultrasonics*, Vol. 36, No. 5, pp. 539-547, (1998)
- [8] S. I. Lee, J. M. Park, D. W. Shin and D. J. Yoon, "Interfacial properties of glass fiber/brittle-ductile dual-matrix composites using micromechanical technique and acoustic emission", *Polym. Compos.*, Vol. 20, No. 1, pp. 19-28, (1999)
- [9] D. B. Marshall and W. C. Oliver, "An introduction method for measuring residual stress in fiber reinforced ceramics", *Mater. Sci. Eng.*, Vol. A126, No. 1, pp. 95-103, (1990)
- [10] J. M. Park, W. G. Shin and D. J. Yoon, "Interfacial aspects of two basalt and SiC fiber reinforced epoxy composites using fragmentation technique and acoustic emission", *Compos. Sci. Technol.*, Vol. 59, No. 3, pp. 355-370, (1999)
- [11] A. Manor and R. B. Clough, "In-situ determination of fiber strength and segment length in composites by means of acoustic emission", *Compos. Sci. Technol.*, Vol. 45, No. 1, pp. 73-81, (1992)
- [12] J. Eisenblatter, "Acoustic emission analysis: Introduction, present status and future development, DGM Informations gesellschaft-Vlerlag, Oberursel., (1998)
- [13] S. M. Ziola and M. R. Gorman, "Source location in thin plates using cross-correlation", *J. Acoustic Soc. Amer.*, Vol. 90, pp. 2551-2556, (1991)
- [14] M. Surgeon and M. Wevers, "One sensor linear location of acoustic emission events using plate wave theories", *Mater. Sci. Eng.*, Vol. A265, No. 2, pp. 254-261, (1999)
- [15] A. N. Netravali, Z. F. Li and W. Sache, "Determination of fiber/matrix interfacial shear strength by and acoustic emission techniques", *J. Mater. Sci.*, Vol. 26, pp. 6631-6638, (1991)
- [16] A. R. Baker, "The single fiber composite acoustic emission measurement system", MS Thesis, Cornell University, U. S. A., (1991)
- [17] H. Jeong and Y. S. Jang, "Wavelet analysis of plate wave propagation in composite laminates", *Compos. Structures*, Vol. 49, No. 4, pp. 443-450, (2000)
- [18] A. Kelly and W. R. Tyson, "Tensile properties of fiber reinforced metals: copper/tungsten and copper/molybdenum", *Mech. Phys. Solids*, Vol. 13, pp. 329-350, (1965)
- [19] L. T. Drzal, "The effect of polymeric matrix mechanical properties on the fiber-matrix interfacial shear strength", *Mater. Sci. Eng.*, Vol. 21, pp. 289-293, (1990)
- [20] N. S. Choi, and K. Takahashi, "Characterization of the damage process in short-fiber/thermoplastic composites by acoustic emission", *J. Mater. Sci.*, Vol. 33, No. 9, pp. 2357-2363, (1998)
- [21] "Standard test method for tensile strength and Young's modulus for high-modulus single-filament materials", ASTM D 3379-75, Reapproved, (1989)
- [22] J. M. Park, S. I. Lee, J. W. Kim and D. J. Yoon, "Interfacial properties of electrodeposited carbon fibers/epoxy composites using electro-micromechanical techniques and nondestructive evaluation", *J. Colloid Interface Sci.*, Vol. 237, No. 1, pp. 80-90, (2001)