

# 접착전단시험을 적용한 자가치료제의 접착특성 평가

허광수\* · 박희원\* · 이종근\*\* · 윤성호\*\*\*

## Evaluation of Bond Strength for Self-Healing Agents Using Modified Single Lap Shear Test

Kwang Su Heo, Hee Won Park, Jong Keun Lee, Sung Ho Yoon

**Key Words:** Bond strength, Self-healing agents, Modified single lap shear test

### Abstract

In this study, bond strengths for the self-healing agents were evaluated through the modified lap shear test in order to suggest the optimal healing conditions for the repair of polymeric composites. The healing agents of DCPD, ENB, and their mixtures were activated with Grubbs' catalysts. According to the results, the mixture of DCPD and ENB gave better opportunity than DCPD only due to the rapid activation with catalyst in view of the economic and practical use.

### 1. 서론

고성능 섬유강화 복합재는 비강성과 비강도가 높고 내부식성과 피로특성이 우수하지만 외부에서 가해지는 하중에 의해 수지, 강화섬유와 수지와와의 경계면, 적층 경계면 등에 육안으로 식별하기 어려운 손상이 유발될 가능성이 있다. 최근에는 외부하중으로 인해 복합재 구조재에 손상이 발생한 경우 자가치료제가 저장된 마이크로캡슐을 이용하여 손상을 보수하려는 시도가 행해지고 있다[1-3]. 이러한 방법은 복합재 구조재를 제작할 때 자가치료제가 저장된 마이크로캡슐과 촉매를 각각 미리 분산시켜 주어 마이크로캡슐 자체가 스스로 손상을 인지하여 내부에 저장된 자가치료제를 스스로 방출하게 함으로써 주위에 분산된 촉매와 반응하여 손상을 치료하게 하는 개념으로 복합재 구조재에서의 손상탐지 및 손상보수

의 양면성을 모두 얻을 수 있다는 장점이 있다.

자가치료기법을 효율적으로 적용하기 위해서는 자가치료제는 첫째, 자가치료제는 점도가 낮아 복합재 내부의 손상 부위로 침투가 용이하도록 하여야 한다. 둘째, 충분한 자가치료 기능을 발휘할 수 있도록 낮은 온도에서도 액상을 유지하여야 한다. 셋째, 자가치료제는 촉매와 반응하게 되면 빠른 중합반응이 진행되어야 한다. 넷째, 경제성을 고려하여 비교적 고가인 촉매의 사용을 최소화할 수 있어야 한다는 조건을 만족하여야 한다.

본 연구에서는 접착전단시험을 적용하여 자가치료제와 촉매간의 혼합비율 그리고 경화시 분위기 온도에 따른 자가치료제의 접착특성을 조사하였다. 자가치료제는 DCPD, ENB, DCPD와 ENB의 혼합액인 세 경우를 적용하였으며 DCPD에 대한 촉매의 혼합비율이 0.5wt%인 경우, ENB에 대한 촉매의 혼합비율이 0.1wt%인 경우, DCPD와 ENB를 3:1로 혼합한 자가치료제에 대한 촉매의 혼합비율이 0.5%wt인 경우 등을 고려하였다.

\* 금오공대 기계공학부 대학원생

\*\* 금오공대 고분자공학과 교수

\*\*\* 금오공대 기계공학부 교수

## 2. 시편제작 및 실험방법

그림 1에는 ASTM D5868에 근거하여 제작한 접착전단시편의 개략적인 형상이 나타나 있다[4]. 시편은 유리섬유/페놀릭 수지 (#650/AP300, (주)한국화이바)로 되어 있으며 길이는 105mm, 폭은 25mm, 두께는 3mm, 시험치구에 장착되는 부위는 25mm로 하였다. 하중작용시 시편중앙의 접착부위에 굽힘모멘트가 유발되는 것을 최소화하기 위해 접착부재와 동일한 두께를 갖는 블록을 시험치구에 장착되는 상부 접착부재와 하부 접착부재에 각각 부착하였다.

고려한 자가치료제는 DCPD (Acros, USA)와 ENB (Aldrich, USA)이며 촉매는 Grubbs' catalyst (Strem Chemicals, USA)를 적용하였다. 자가치료제와 촉매간의 혼합비율에 따른 접착전단강도의 변화를 조사하기 위해 정밀저울 (Mettler AE240, USA)을 이용하여 자가치료제와 촉매를 규정된 양만큼 계량하여 바이알 병에 넣고 충분히 혼합시킨 다음 마이크로 피펫 (Volac R680/A, USA)을 이용하여 시편의 접착부에 주입하였다. 경화시의 분위기 온도는 25℃, 60℃, 80℃ 그리고 경화시간은 15분, 30분, 1시간, 2시간, 6시간, 12시간, 24시간을 고려하였다.

그림 2에는 접착전단강도를 평가하기 위한 실험장치가 나타나 있다. 접착전단시편은 하중시험기에 장착한 다음 0.5mm/min의 변위제어상태로 하중을 가하였다. 접착전단강도의 평가에 필요한 임계하중 및 변위는 Labview를 이용한 자료수집장치를 통해 수집하였다. 접착전단강도는 접착부위에서의 임계하중과 접착면에서의 면적을 이용하여 식(1)에 의해 평가하였다.

$$\tau = \frac{P_c}{A} \quad (1)$$

이때  $P_c$ 는 접착 부위에서의 임계하중,  $A$ 는 접착면에서의 면적을 나타낸다.

## 3. 결과 및 고찰

### 3.1 자가치료제와 촉매와의 혼합비율 영향

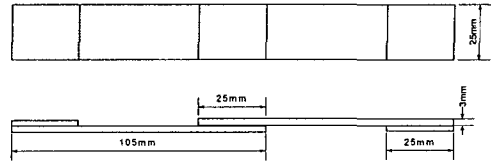


Fig. 1 Configuration of modified single lap specimen.

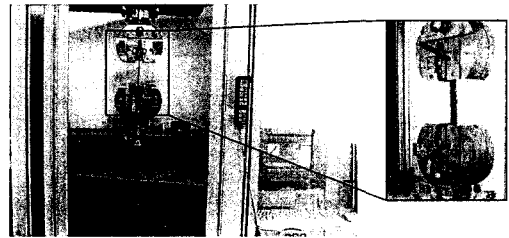


Fig. 2 Experimental set-up for modified single lap test.

#### 3.1.1 DCPD의 경우

그림 3에는 DCPD에 대한 촉매의 혼합비율이 0.5wt%인 경우 경화시간에 따른 접착전단강도의 변화가 나타나 있다. 이 경우에는 경화시간이 15분 이상 경과되지 않으면 중합반응이 충분히 일어나지 않아 접착전단시험이 불가능하며 경화시간이 15분 이상 경과되면 경화시간이 경과함에 따라 접착전단강도는 서서히 증가하고 경화시간이 120분 이상 지나면 경화시간에 무관하게 접착전단강도의 변화가 거의 없는 일정한 값을 갖는다. 이때 안정화된 평탄부에서의 접착전단강도는 1.11MPa이다.

#### 3.1.2 ENB의 경우

그림 4에는 ENB에 대한 촉매의 혼합비율이 0.1wt%인 경우의 경화시간에 따른 접착전단강도 변화가 나타나 있다. ENB의 경우에는 DCPD에서와는 달리 0.5wt%를 적용하게 되면 경화반응이 매우 빨리 진행되어 접착전단시험이 불가능하기 때문에 0.1wt%의 혼합비율을 적용하였다. 여기에서 보면 DCPD의 경우에 비해 매우 짧은 시간에 경화반응이 발생하며 경화시간이 15분 정도 경과되면 1.53MPa의 비교적 높은 접착전단강도를 나타낸다. 그러나 일정한 경화시간이 경과됨

에 따라 안정화된 평탄부를 갖는 DCPD의 경우와는 달리 초기의 접착전단강도에 비해 낮아지기 시작하여 접착전단강도는 경화시간이 60분 정도 경과되면 1.27MPa로 감소하며 점차 안정화된 평탄부를 나타낸다. 또한 경화시간이 15분 정도 경과한 경우의 접착전단강도는 다른 경화시간의 경우에 비해 비교적 큰 오차를 나타내는 데 이는 ENB의 경화반응이 매우 빨라 경화시간을 정확하게 조절하기 어렵기 때문으로 판단된다.

### 3.1.3 DCPD와 ENB가 혼합된 경우

그림 5에는 D3E1에 대해 촉매의 혼합비율을 0.5wt%로 한 경우 경화시간에 따른 접착전단강도의 변화가 나타나 있다. 여기에서 보면 접착전단강도는 경화시간이 120분 될 때까지는 증가하나 경화시간이 더욱 경과하게 되면 다소 감소하며 안정화된 평탄부의 접착전단강도는 1.34MPa로 나타난다. 이로 미루어 판단하면 DCPD와

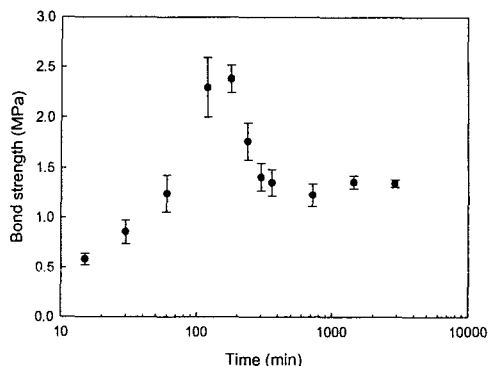


Fig. 5 Variations of bond strength by varying curing times for D3E1\_0.5wt%.

ENB를 혼합한 경우 ENB는 초기반응에 영향을 미치고 DCPD는 안정화된 평탄부에서의 접착전단강도에 영향을 미침을 알 수 있다.

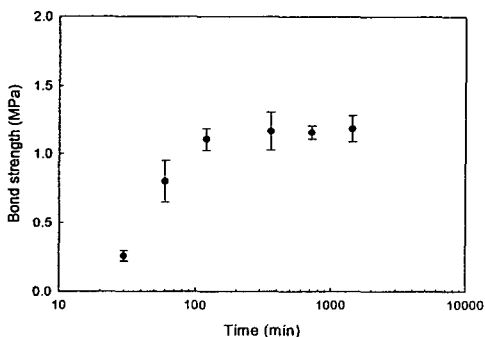


Fig. 3 Variations of bond strength by varying curing times for D1E0\_0.5wt%.

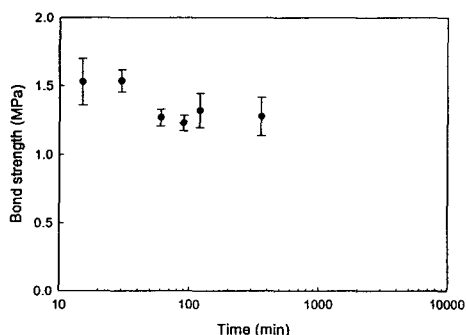


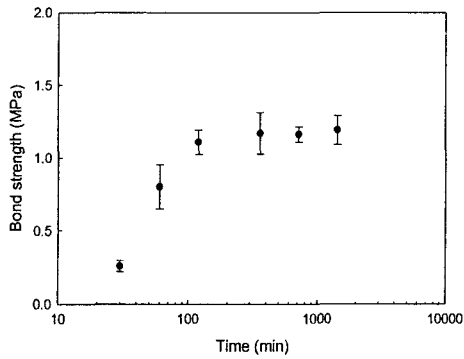
Fig. 4 Variations of bond strength by varying curing times for D0E1\_0.1wt%.

### 3.2 경화시 분위기 온도의 영향

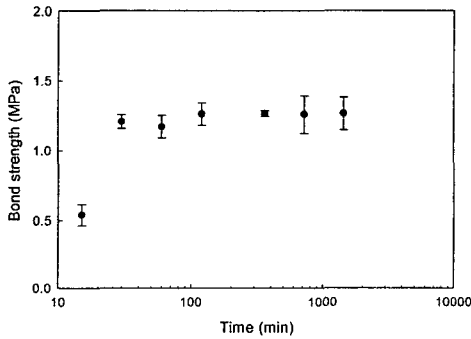
그림 6에는 경화시 분위기 온도를 달리한 경우 경화시간에 따른 접착전단강도의 변화가 나타나 있다. 분위기 온도는 (a)의 경우 25℃ (b)의 경우 60℃ (c)의 경우 80℃로서 경화시간이 경과됨에 따라 안정화된 평탄부의 접착전단강도는 점차 높아진다. 안정화된 평탄부를 갖기 위해 소요되는 경화시간은 (b)의 경우는 약 30분 정도 (a)의 경우는 120분 정도로서 분위기 온도가 높아질수록 자가치료제의 경화반응은 빨라지고 안정화된 평탄부의 접착전단강도는 높아진다. 특히 접착전단강도 측면에서 보면 (b)의 경우는 (a)의 경우에 비해 8.7% 정도 높게 나타나며 (c)의 경우는 (a)의 경우에 비해 19.5% 정도 높게 나타난다.

## 4. 결론

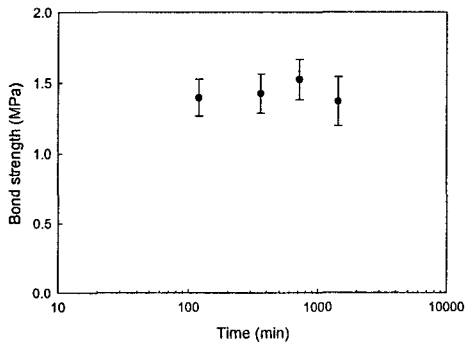
본 연구에서는 접착전단시험을 적용하여 자가치료제와 촉매간의 혼합비율과 경화시 분위기 온도에 따른 자가치료제의 접착특성을 조사하였다. 연구결과에 따르면 DCPD의 경우는 경화시간이 길어질수록 접착전단강도가 증가하지만 다량의



(a) in the case of 25°C



(b) in the case of 60°C



(c) in the case of 80°C

Fig. 6 Variations of bond strength by varying curing times for D1E0\_0.5wt%.

촉매가 필요하고 안정화된 접착전단강도를 얻기 위해서는 비교적 오랜 경화시간이 요구된다. 그러나 ENB가 포함된 경우 접착전단강도는 경화가 일어나는 초기 단계에 증가하였다가 일정한 경화시간이 경과함에 따라 점차 감소한 후 안정화되

는 양상을 나타내지만 소량의 촉매로도 빠른 경화반응을 얻을 수 있다. 또한 분위기 온도가 높을수록 접착전단강도는 증가하며 완전경화에 소요되는 시간은 짧아짐으로 미루어 자가치료제의 경화반응은 경화시의 분위기 온도에 따라 영향을 받을 수 있다. 아울러 ENB가 혼합된 경우는 DCPD만의 경우와는 달리 촉매와의 경화반응이 매우 빨리 진행되기 때문에 실용화 및 경제적 측면에서도 유리하다.

## 후 기

본 연구는 한국과학재단 목적기초연구 (R01-2002-000-00522-0) 지원으로 수행되었음.

## 참고문헌

- (1) White, S. R., *et. al.*, "Autonomic Healing of Polymer Composite Materials," *Nature*, Vol. 409, 2001, pp.794-797.
- (2) Kessler, M. R. and White, S. R., "Self-Activated Healing of Delamination Damage in Woven Composites," *Composites: Part A*, Vol. 32, 2001, pp. 683-699.
- (3) Yoon, S. H., Park, H. W., Hong, S. J., Lee, J. K., Kessler, M. R., and White, S. R., "Manufacturing Process of Microcapsules for Autonomic Damage Repair of Polymeric Composites," *Journal of the Korean Society for Composite Materials*, Vol. 4, No. 15, 2002, pp. 32-39.
- (4) ASTM D5868-95, "Standard Test Method for Lap Shear Adhesion for Fiber Reinforced Plastic (FRP) Bonding", Annual Book of ASTM Standards, Vol. 15.06, 2001.