(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2021년02월09일
(11) 등록번호 10-2214478
(24) 등록일자 2021년02월03일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C08K 9/04 (2006.01) *C08J 5/04* (2006.01)
C08J 5/24 (2006.01) *C08L 63/00* (2006.01)
(52) CPC특허분류
C08K 9/04 (2013.01)
C08J 5/042 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2019-0111409
(22) 출원일자 2019년09월09일
심사청구일자 2019년09월09일
(56) 선행기술조사문헌
JP2001164148 A*
KR100665130 B1*
KR1020190032278 A*
KR1020110138349 A
*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자
인하대학교 산학협력단
인천광역시 미추홀구 인하로 100(용현동, 인하대학교)
(72) 발명자
박수진
서울특별시 강남구 역삼로 315-1 (역삼동, 개나리SK뷰) 501-2101
김성황
서울특별시 은평구 증산서길 106-14 (증산동) 현대빌라 5층 502호
(74) 대리인
이은철, 이수찬

전체 청구항 수 : 총 5 항 심사관 : 서진화

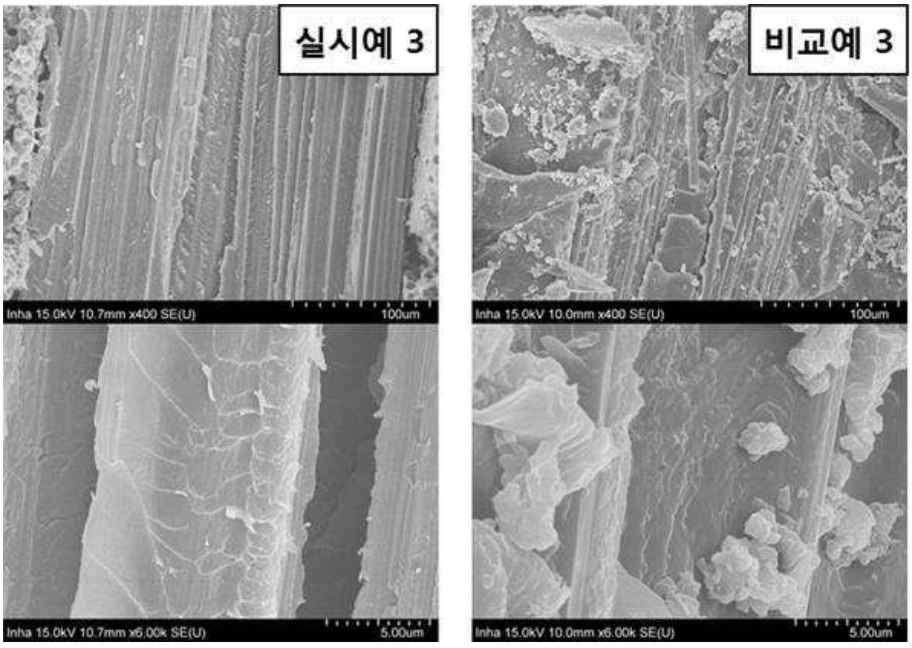
(54) 발명의 명칭 **오존 처리한 카본블랙이 도입된 탄소 섬유 강화 에폭시 복합재료 및 제조 방법**

(57) 요 약

오존처리한 카본블랙과 에폭시 수지를 아세톤에서 초음파 처리 및 혼합하여 안정된 분산액을 얻고, 유기용매를 제거 한 후 경화제와 혼합하여 탄소 섬유에 수작업으로 함침 후, 핫 프레스에서 총 3단계로 3에서 6시간 경화시켜 계면 및 기계적 강도가 향상된 오존처리한 카본블랙으로 강화된 탄소 섬유 강화 에폭시 복합재료를 제공하기

(뒷면에 계속)

대 표 도



위한 것이다.

보다 상세하게는 본 발명은 (1) 카본블랙(carbon blacks: CBs)을 오존처리 하여 오존처리한 카본블랙(ozone-treated carbon blacks: OCBs)를 제조하는 단계; (2) 상기 (1) 단계에서 오존처리 된 카본블랙을 아세톤과 혼합하여 초음파 처리하는 단계; (3) 상기 (2) 단계의 초음파 처리된 혼합물을 에폭시 수지와 혼합하여 교반 하는 단계; (4) 상기 (3) 단계에서 제조된 혼합물에 경화제를 첨가하는 단계; (5) 상기 (4) 단계에서 제조된 혼합물의 기포를 제거하는 단계; 및 (6) 상기 (4) 단계의 혼합물을 탄소 섬유에 함침하여 경화하는 단계를 수행하여 탄소 섬유 강화 에폭시 복합재료를 제조한다.

본 발명은 오존처리한 카본블랙을 도입하여 탄소 섬유 강화 에폭시 복합재료의 계면 및 기계적 강도가 향상된 탄소 섬유강화 에폭시 복합재료를 제공한다.

(52) CPC특허분류
C08J 5/24 (2013.01)
C08L 63/00 (2013.01)
C08J 2363/00 (2013.01)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업
과제고유번호 10083586
부처명 산업자원통상부
과제관리(전문)기관명 탄소융합소재연구센터
연구사업명 탄소산업기반조성사업
연구과제명 석유계 원료기반 초전도성 흑연섬유 제조 기술 개발
기 여 율 1/2
과제수행기관명 한국과학기술연구원
연구기간 2017.10.01 ~ 2021.12.31
이 발명을 지원한 국가연구개발사업
과제고유번호 S2598148
부처명 서울지방중소벤처기업청
과제관리(전문)기관명 서울지방중소벤처기업청
연구사업명 도약기술개발사업(포인트)
연구과제명 1um두께의 탄소섬유가 코팅된 절삭공구용 Tool개발 및 코팅기술개발
기 여 율 1/2
과제수행기관명 (주)세진티앤에스
연구기간 2018.06.01 ~ 2019.05.31
공지예외적용 : 있음

명 세 서

청구범위

청구항 1

(1) 카본블랙(carbon blacks: CBs)을 오존처리 하여 오존처리 한 카본블랙(OCBs)을 제조하는 단계;

(2) 상기 (1) 단계에서 오존처리 한 카본블랙(ozone-treated carbon blacks: OCBs)을 아세톤과 혼합하여 초음파 처리하는 단계;

(3) 상기 (2) 단계의 초음파 처리된 혼합물을 에폭시 수지와 혼합하여 교반 하는 단계;

(4) 상기 (3) 단계에서 제조된 혼합물에 경화제를 첨가하는 단계; 및

(5) 상기 (4) 단계에서 제조된 혼합물의 기포를 제거하는 단계;

(6) 상기 (4) 단계의 혼합물을 탄소 섬유에 함침하여 경화하는 단계를 포함하고,

상기 (2) 단계에서는 오존처리한 카본블랙이 에폭시 100 중량부에 대하여 3 내지 5 중량부로 혼합되는 것을 특징으로 하는 OCBs로 강화된 탄소 섬유 강화 에폭시 복합재료의 제조방법.

청구항 2

제 1 항에 있어서,

상기 (1) 단계는 오존 발생기를 사용하여 오존가스 유량을 0.1내지 0.8 l/min, 압력을 0.01 내지 0.08 MPa 조건에서 1 내지 10시간 동안 조건에서 처리되는 것을 특징으로 하는 OCBs로 강화된 탄소 섬유 강화 에폭시 복합재료의 제조방법.

청구항 3

삭제

청구항 4

제 1 항에 있어서,

상기 (4) 단계의 경화제는 4,4’-diaminodiphenylmethane이고, 4,4’-diaminodiphenylmethane은 에폭시 100 중량부에 대하여 34 내지 36 중량부를 첨가하여 20 내지 70° C 온도 범위에서 1 내지 5시간 동안 반응시키는 것을 특징으로 하는 OCBs로 강화된 탄소 섬유 강화 에폭시 복합재료의 제조방법.

청구항 5

제 1 항에 있어서,

상기 (6) 단계의 경화는 순차적 3단계로 수행되는 것을 특징으로 하는 OCBs로 강화된 탄소 섬유 강화 에폭시 복합소재의 제조방법.

청구항 6

제 5 항에 있어서,

상기 순차적 3단계는

(1) 60 내지 90℃에서 1 내지 2시간 동안 수행되는 단계;

(2) 90 내지 125℃에서 1 내지 2시간 동안 수행되는 단계; 및

(3) 140 내지 170℃에서 1 내지 2시간 동안 수행되는 단계인 것을 특징으로 하는 OCBs로 강화된 탄소 섬유 강화 에폭시 복합소재의 제조방법.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 오존 처리한 카본블랙이 도입된 (ozone-treated carbon blacks: OCBs) 탄소 섬유(carbon fibers: CFs) 강화 에폭시(epoxy) 복합재료 및 그 제조방법에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 분자 내에 epoxy group(C-O-C)을 두 개 이상 가지고 있는 에폭시는 탄소 섬유와 경화시켜 단단하며 용해되지 않는 FRP(fiber-reinforced polymer composites) 소재로 제조할 수 있다. 에폭시의 높은 인장탄성률, 접착 특성, 내화학성, 구조적 안정성 등의 특성과 탄소 섬유의 고강도, 저 비중 및 부식에 대한 강한 내 화학성 때문에 유리 섬유로 강화된 고분자 복합체의 좋은 대안으로 대두되고 있으며, 우주항공, 선박, 자동차 부품, 해양장비, 전기전자 산업 등에 적용되고 있다. 그러나 탄소 섬유는 구조적 결함과 화학적으로 불활성인 표면 때문에 에폭시 매트릭스 내부에서 낮은 계면 접착력을 나타낸다. 이 문제는 계면 및 기계적 강도를 저하시키고 다양한 현대 산업 분야에서 제한이 될 수 있다.

[0003] 한편, 최근 이러한 계면 및 기계적 강도를 향상 시키기 위해 다른 고분자나 탄소 소재, 나노 사이즈의 입자를 복합하는 등의 방법을 도입한 연구들이 확인되고 있다.

[0004] 다양한 필러소재들 중 탄소소재는 에폭시 기지에 복합되어 계면 및 기계적 강도를 월등히 향상 시킬 수 있다. 다양한 탄소소재 중 카본블랙 (CBs)은 나노 스케일의 우수한 특성을 마이크로 스케일로 전달할 수 있는 기능성을 제공한다. 그러나 CBs는 본질적으로 소수성 물질이며 입자사이에 van der Waals 힘으로 인하여 에폭시 매트릭스 내에서 계면 상호작용과 관련하여 응집되고 어려움이 있다. 이와 관련하여 에폭시 수지와의 상호작용을 촉진하기 위해 오존 처리에 대한 연구가 수행되며 CBs에 -OH, -C=O, -COOH 와 같은 산소 함유 관능기를 도입하여 에폭시 매트릭스 내에서의 계면 접착력을 향상시킨다. 따라서 오존처리한 카본블랙을 탄소 섬유 강화 에폭시 기지에 도입하여 계면 및 기계적 강도를 향상시키는 필러로써 매우 활발히 연구되고 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0005] 본 발명의 목적은, 오존 처리된 카본블랙을 필러로 사용하여 계면 및 기계적 강도가 향상 탄소 섬유 강화 에폭시 복합재료의 제조방법 및 탄소 섬유 강화 에폭시 복합재료를 제공하는 데 있다.

과제의 해결 수단

[0006] 본 발명은 (1) 카본블랙(carbon blacks: CBs)을 오존처리 하여 오존처리한 카본블랙(OCBs)를 제조하는 단계; (2) 상기 (1) 단계에서 오존처리 된 카본블랙(ozone-treated carbon blacks: OCBs)을 아세톤과 혼합하여 초음파 처리하는 단계; (3) 상기 (2) 단계의 초음파 처리된 혼합물을 에폭시 수지와 혼합하여 교반 하는 단계; (4) 상기 (3) 단계에서 제조된 혼합물에 경화제를 첨가하는 단계; 및 (5) 상기 (4) 단계에서 제조된 혼합물의 기포를 제거하는 단계; (6) 상기 (4) 단계의 혼합물을 탄소 섬유에 함침하여 경화하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 탄소 섬유 강화 에폭시 복합재료의 제조방법을 제공한다.

[0007] 상기 (1) 단계는 오존 발생기를 사용하여 오존가스 유량을 0.1내지 0.8 l/min, 압력을 0.01 내지 0.08 MPa 조건에서 1 내지 10시간 동안 조건에서 수행되는 것일 수 있다.

[0008] 상기 (2) 단계는 오존처리한 카본블랙이 에폭시 100 중량부에 대하여 1 내지 5 중량부 포함되는 것일 수 있다.

[0009] 상기 (4) 단계의 경화제는 4,4’-diaminodiphenylmethane이고, 4,4’-diaminodiphenylmethane은 에폭시 100 중량부에 대하여 34 내지 36 중량부를 첨가하여 20 내지 70° C 온도 범위에서 1 내지 5시간 동안 반응시키는 것일

수 있다.

[0010] 상기 (6) 단계의 경화는 순차적인 3단계로 수행되는 것일 수 있다.

[0011] 상기 순차적인 3단계는 각 단계가 60 내지 90℃에서 1 내지 2시간 동안 수행되는 단계; 90 내지 125℃에서 1 내지 2시간 동안 수행되는 단계; 및 140 내지 170℃에서 1 내지 2시간 동안 수행되는 단계일 수 있다.

발명의 효과

[0012] 상기와 같은 본 발명에 따르면, OCBs를 필러로 사용하여 에폭시 수지에 첨가함으로써, OCBs의 많은 산소관능기가 열경화성 수지로 가공이 용이한 에폭시 수지와의 강한 계면 접착력을 이끌어내어, 열적 특성 및 기계적 강도가 향상된 탄소 섬유 강화 에폭시 복합재료가 제조되는 효과가 있다.

도면의 간단한 설명

[0013] 도 1 은 본 발명의 실시예에 따른 OCBs로 강화된 탄소 섬유 강화 에폭시 복합소재와 비교예의 표면 에너지 비교 그래프이다

도 2 은 본 발명의 실시예에 따른 OCBs로 강화된 탄소 섬유 강화 에폭시 복합소재와 비교예의 층간전단강도(ILSS) 비교 그래프이다.

도 3 은 본 발명의 실시예에 따른 OCBs로 강화된 탄소 섬유 강화 에폭시 복합소재와 비교예의 파괴인성의 비교 그래프이다.

도 4 은 본 발명의 실시예 3에 따른 OCBs로 강화된 탄소 섬유 강화 에폭시 복합소재와 비교예 3의 균열 후 인성의 비교 그래프이다.

도 5 는 본 발명의 실시예 3에 따른 OCBs로 강화된 탄소 섬유 강화 에폭시 복합소재 및 비교예 3의 파괴인성 측정 후 파단면의 SEM 사진이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0014] 이하, 본 발명을 상세히 설명한다.

[0015] 본 발명은 (1) 카본블랙(carbon blacks: CBs)을 오존처리 하여 오존처리한 카본블랙(OCBs)를 제조하는 단계; (2) 상기 (1) 단계에서 오존처리 한 카본블랙(ozone-treated carbon blacks: OCBs)을 아세톤과 혼합하여 초음파 처리하는 단계; (3) 상기 (2) 단계의 초음파 처리된 혼합물을 에폭시 수지와 혼합하여 교반 하는 단계; (4) 상기 (3) 단계에서 제조된 혼합물에 경화제를 첨가하는 단계; 및 (5) 상기 (4) 단계에서 제조된 혼합물의 기포를 제거하는 단계; (6) 상기 (4) 단계의 혼합물을 탄소 섬유에 함침하여 경화하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 OCBs로 강화된 탄소 섬유 강화 에폭시 복합재료의 제조방법을 제공한다.

[0016] 본 발명의 제조과정을 상세히 살펴보면, (1) 오존발생기(Ozonizer, Ozone Tech Co, Lab II, Korea)를 이용하여 오존가스 유량 0.1 내지 0.8 l/min, 압력 0.01 내지 0.08 MPa 조건에서 1 내지 10시간 동안 CBs를 오존처리 하였다. 유기용매를 이용하여 에폭시 수지와 혼합하였다. 아세톤(C3H6O) 200 mL에 OCBs를 후에 첨가될 에폭시 100 중량부에 대하여 1 내지 4 중량부 넣은 뒤, 10 내지 50° C에서 1 내지 2시간 동안 초음파 처리를 진행한다. 상기 반응이 끝난 혼합물에 에폭시 수지를 넣은 뒤 30 내지 65° C의 온도범위에서 가열하여 유지시키고 1 내지 4 시간 동안 교반한다.

[0017] 상기 제조된 혼합물을 사용하여 상기 (1) 단계의 제조된 혼합물의 안정화하는 단계를 진행하였다. 상기 (1) 단계에서 제조된 혼합물은 유기용매를 100° C에서 150° C의 온도범위에서 4에서 10시간 동안 제거하는 것이 바람직하다. 그 다음, 잔류하는 OCBs와 에폭시 수지를 상기 (3) 단계의 경화제를 첨가하여 혼합하는 단계를 진행하였다. 상기 (2) 단계에서 유기용매 제거된 혼합물은 경화제(4,4’-diaminodiphenylmethane)를 에폭시 100중량부에 대하여 34 내지 36 중량부를 첨가하여 20 내지 70° C 에서 1 내지 5시간 동안 반응시킨다. (4) 상기 (3)단계에서 제조된 혼합물을 진공 오븐에서 안정화하는 단계를 진행한다. 상기 (3) 단계에서 제조된 혼합물은 에폭시 수지에 경화제가 첨가되어 화학적 반응으로 인해 기포가 생긴다. 혼합과정에서 발생한 기포는 최종적으로 제조된 에폭시 복합재료 내에 기공을 형성하여 탄소 섬유 강화 복합재료의 계면 및 기계적 강도를 저하시킬 수 있다. 따라서 진공 오븐에서 감암 하에 10 내지 60° C 온도 범위에서 1에서 3시간 동안 기포를 제거하는 것이 바람직하다. 상기 (4) 단계의 제조된 에폭시 혼합물을 탄소 섬유와 함침하여 경화시켜 OCBs으로 강화된 탄소 섬

유 강화 에폭시 복합소재를 제조하는 단계로써, 금형에 상기 (4) 단계에서 제조된 혼합물과 탄소 섬유를 수작업으로 함침시킨다. 그 다음, 핫 프레스에서 1단계는 60 내지 90° C에서 1 내지 2시간 (안정화단계), 2단계는 90 내지 125° C 에서 1 내지 2시간 (가경화단계), 3단계는 140 내지 170° C 에서 1에서 2시간 (경화단계)으로 총 3단계로 3내지 6시간 경화시켜 OCBs로 도입 탄소 섬유 강화 에폭시 복합소재를 제조하였다. 경화단계를 3단계로 진행하지 않을 경우, 기공이 생기며 함침성이 저하된다. 또한, 경화온도가 110° C 미만일 경우에는 완전히 경화되지 않으며, 170° C 이상일 경우에는 물성저하를 초래한다.

[0018] 이하, 실시예를 통하여 본 발명을 더욱 상세히 설명하고자 한다. 이들 실시예는 오로지 본 발명을 예시하기 위한 것으로서, 본 발명의 범위가 이들 실시예에 의해 제한되는 것으로 해석되지는 않는 것은 당업계에서 통상의 지식을 가진 자에게 있어서 자명할 것이다.

[0019] 실시예 1.

[0020] 오존발생기(Ozonizer, Ozone Tech Co, Lab II, Korea)를 사용하여 오존가스 유량 0.1에서 0.8 l/min 속도와 압력 0.01에서 0.08 MPa 조건에서 1에서 10시간 동안 CBs를 오존처리 후 유기용매를 이용하여 에폭시 수지와 혼합하였다. 아세톤(C3H6O) 200 mL에 에폭시 100 중량부 대비 1 중량부의 OCBs를 넣은 뒤, 10에서 50° C의 온도범위에서 1에서 2시간 동안 초음파 처리를 하였다. 반응이 끝난 OCBs 혼합물에 에폭시 수지를 넣은 뒤 30에서 65° C의 온도범위에서 가열하여 유지시키고 1에서 4시간 동안 교반한다. 그 다음, 유기 용매를 100에서 150° C의 온도범위에서 4에서 10시간 동안 제거하였다. 그 다음, 잔류하는 OCBs와 에폭시 수지에 경화제를 에폭시 100 중량부 대비 34 내지 36 중량부를 첨가하여 20에서 70° C 온도 범위에서 1에서 5시간 동안 반응시켰다. 이 후, 진공 오븐에서 감압 하에 10에서 60° C 온도 범위에서 1에서 3시간 동안 기포를 제거하였다. 그다음 금형에 탄소 섬유를 수작업으로 함침 후, 핫 프레스에서 1단계는 60에서 90° C 온도 범위에서 1에서 2시간, 2단계는 90에서 125° C 온도 범위에서 1에서 2시간, 3단계는 140에서 170° C 온도 범위에서 1에서 2시간으로 총 3단계로 3에서 6시간 경화시켜 OCBs로 강화된 탄소 섬유 강화 에폭시 복합소재를 제조하였다.

[0021] 실시예 2.

[0022] 상기 실시예 1과 동일하게 과정을 실시하되, OCBs의 함량을 3중량부로 하여 OCBs로 강화된 탄소 섬유 강화 에폭시 복합소재를 제조하였다.

[0023] 실시예 3.

[0024] 상기 실시예 1과 동일하게 과정을 실시하되, OCBs의 함량을 5중량부로 하여 OCBs로 강화된 탄소 섬유 강화 에폭시 복합소재를 제조하였다.

[0025] 실시예 4.

[0026] 상기 실시예 1과 동일하게 과정을 실시하되, OCBs의 함량을 7중량부로 하여 OCBs로 강화된 탄소 섬유 강화 에폭시 복합소재를 제조하였다.

[0027] 실시예 4.

[0028] 상기 실시예 1과 동일하게 과정을 실시하되, OCBs의 함량을 10중량부로 하여 OCBs로 강화된 탄소 섬유 강화 에폭시 복합소재를 제조하였다.

[0029] 비교예 1.

[0030] CBs를 유기용매를 이용하여 에폭시 수지와 혼합하였다. 아세톤(C3H6O) 200 mL에 에폭시 100 중량부 대비 1 중량부의 CBs를 넣은 뒤, 10에서 50° C의 온도범위에서 1에서 2시간 동안 초음파 처리를 하였다. 반응이 끝난 CBs 혼합물에 에폭시 수지를 넣은 뒤 30에서 65° C의 온도범위에서 가열하여 유지시키고 1에서 4시간 동안 교반한다. 그 다음, 유기 용매를 100에서 150° C의 온도범위에서 4에서 10시간 동안 제거하였다. 그 다음, 잔류하는 CBs와 에폭시 수지에 경화제를 에폭시 100 중량부 대비 34 내지 36 중량부를 첨가하여 20에서 70° C 온도 범위에서 1에서 5시간 동안 반응시켰다. 이 후, 진공 오븐에서 감압 하에 45에서 65° C 온도 범위에서 1에서 3시간 동안 기포를 제거하였다. 그다음 금형에 탄소 섬유를 수작업으로 함침 후, 핫 프레스에서 1단계는 60에서 90° C 온도 범위에서 1에서 2시간, 2단계는 90에서 125° C 온도 범위에서 1에서 2시간, 3단계는 140에서 170° C 온도 범위에서 1에서 2시간으로 총 3단계로 3에서 6시간 경화시켜 CBs로 강화된 탄소 섬유 강화 에폭시 복합소재를 제조하였다.

[0031] 비교예 2.

[0032] 상기 비교예 1과 동일하게 과정을 실시하되, CBs의 함량을 3중량부로 하여 CBs로 강화된 탄소 섬유 강화 에폭시 복합소재를 제조하였다.

[0033] 비교예 3.

[0034] 상기 비교예 1과 동일하게 과정을 실시하되, CBs의 함량을 5중량부로 하여 CBs로 강화된 탄소 섬유 강화 에폭시 복합소재를 제조하였다.

[0035] 비교예 4.

[0036] 상기 비교예 1과 동일하게 과정을 실시하되, CBs의 함량을 7중량부로 하여 CBs로 강화된 탄소 섬유 강화 에폭시 복합소재를 제조하였다.

[0037] 비교예 5.

[0038] 상기 비교예 1과 동일하게 과정을 실시하되, CBs의 함량을 10중량부로 하여 CBs로 강화된 탄소 섬유 강화 에폭시 복합소재를 제조하였다.

[0039] 측정예 1. 본 발명에서 제조한 OCBs로 강화된 탄소 섬유 강화 에폭시 복합소재 및 비교예의 CBs로 강화된 탄소 섬유 강화 에폭시 복합소재 표면 에너지 시험

[0040] 표면 에너지는 Rame-Hart 고니 오 미터 (Phoenix 300 Plus, SEO Co.)를 사용하여 3가지 표준 습윤 액 (증류수, 디요오도 메탄, 에틸렌 글리콜)에 대한 OCBs로 강화된 탄소 섬유 강화 에폭시 복합소재의 접촉각을 측정하였다. OCBs로 강화된 탄소섬유 강화 에폭시 복합소재가 CBs로 강화된 탄소 섬유 강화 에폭시 복합소재와 비교하여 표면에너지가 높다는 것을 확인하였다. 표면 에너지는 필러-고분자 매트릭스와 섬유 사이의 계면 접착 정도이며, 이는 복합재료의 물리적 계면 상호작용 및 기계적 특성을 평가하는데 매우 중요하다. 실제 복합재료 표면 에너지는 파괴 거동과 직접 관련되며, 표면에너지가 높으면 계면 및 기계적 특성을 향상 시킨다.

[0041] 측정예 2. 본 발명에서 제조한 OCBs로 강화된 탄소 섬유 강화 에폭시 복합소재 및 비교예의 CBs로 강화된 탄소 섬유 강화 에폭시 복합소재 ILSS(interlaminar shear strength) 시험

[0042] ILSS 시험은 만능재료시험기(Lloyd LR5k)를 사용하여 OCBs로 강화된 탄소 섬유 강화 에폭시 복합소재를 ASTM D-2344에 따라 시편을 제조한 후 short-beam 3포인트 굽힘 시험 방법 측정하여 그 결과를 표 2에 나타낸다. 표2를 참고하면 OCBs로 강화 된 탄소 섬유 강화 에폭시 복합소재에서 비교예에 비하여 계면전단강도가 증가한 것을 확인할 수 있다.

[0043] 측정예 3. 본 발명에서 제조한 OCBs 강화된 탄소 섬유 강화 에폭시 복합소재 및 비교예의 CBs로 강화된 탄소 섬유 강화 에폭시 복합소재 파괴인성 시험

[0044] 파괴인성 시험은 만능재료시험기(Lloyd LR5k)를 사용하여 OCBs로 강화된 탄소 섬유 강화 에폭시 복합소재를 ASTM E399에 따라 시편을 제조한 후 3포인트 굽힘 시험 방법 측정하여 그 결과는 표2에 나타낸다. 표2를 참고하면 OCBs로 강화 된 탄소 섬유 강화 에폭시 복합소재에서 비교예에 비하여 파괴인성이 증가한 것을 확인할 수 있다.

[0045] 측정예 4. 본 발명에서 제조한 OCBs로 강화된 탄소 섬유 강화 에폭시 복합소재 파괴인성 시험 후 파단면 관찰

[0046] 본 발명에서 scanning electron microscopy (SEM, SU 8010, Hitachi, Ltd., Japan)을 사용하여 제조된 OCBs로 강화된 탄소 섬유 강화 에폭시 복합소재의 구조를 변화시켰는지 관찰하여 도면 5에 나타낸다. 도면 5를 참고하면 OCBs로 강화 된 탄소 섬유 강화 에폭시 복합소재에서 비교예에 비하여 파괴인성이 증가한 것을 확인할 수 있다. 비교예에서 SEM 이미지는 불균일한 분산으로 인해 매우 거칠게 응집된 골절이 관찰되며, 이미지를 확대한 결과 CB-에폭시 매트릭스에서 풀아웃이나 브리징을 찾기 어려웠던 것으로 밝혀졌다. 또한 CB-에폭시 매트릭스 사이의 인터페이스 접착력이 낮아 낮은 스트레스에서 균열이 발생하여 CF의 하중을 효율적으로 지지하지 못했다. 반면, OCBs로 강화 된 탄소 섬유 강화 에폭시 복합소재는 에폭시 매트릭스 내에서 OCB가 고도로 분산되었을 뿐만 아니라 디본딩 없이 에폭시 매트릭스에 단단히 내장되었다. 이 파단 패턴은 최상의 파괴인성과 관련된 결과를 지원한다.

[0047] 다음은 본 발명에 따른 OCBs로 강화된 탄소 섬유 강화 에폭시 복합소재의 제조조건을 표1에 표시하고, 본 발명에 따른 OCBs로 강화된 탄소 섬유 강화 에폭시 복합소재로 제조된 복합재료의 표면에너지, ILSS, 파괴인성, 균열 후 인성 및 향상 정도, 수치 값을 표2에 표시한다.

[0048] 표 1. 본 발명에 따른 OCBs로 강화된 탄소 섬유 에폭시 복합소재의 제조조건

샘플명	필러 종류	에폭시 100중량부에 대한 필러의 중량부	분산시간 (min)	교반시간 (min)	기포 제거 시간 (min)	경화온도 (℃)
실시예 1	OCBs	1	60	120	60	170
실시예 2	OCBs	3	60	120	60	170
실시예 3	OCBs	5	60	120	60	170
실시예 4	OCBs	7	60	120	60	170
실시예 5	OCBs	10	60	120	60	170
비교예 1	CBs	1	60	120	60	170
비교예 2	CBs	3	60	120	60	170
비교예 3	CBs	5	60	120	60	170
비교예 4	CBs	7	60	120	60	170
비교예 5	CBs	10	60	120	60	170

[0049]

[0050] 표 2. 본 발명에 따른 OCBs로 강화된 탄소 섬유 에폭시 복합소재의 특성

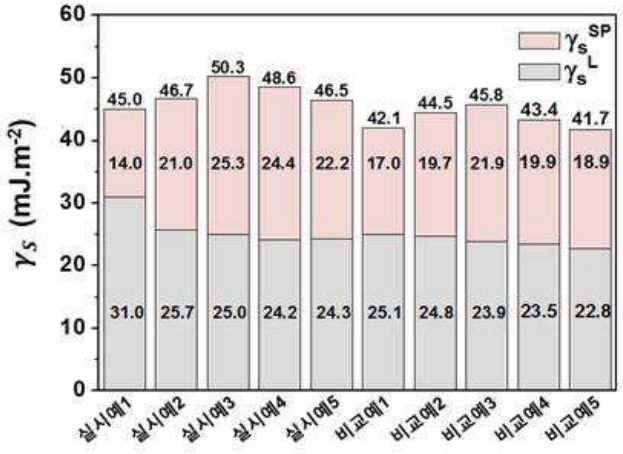
	표면에너지 ($mJ.m^{-2}$)	ILSS (MPa)	파괴인성 ($MPa.m^{1/2}$)
실시예 1	45.0	26.7 ± 1.0	61.3 ± 2.3
실시예 2	46.7	28.9 ± 2.3	75.8 ± 4.0
실시예 3	50.3	35.7 ± 1.4	94.7 ± 6.2
실시예 4	48.6	30.8 ± 2.2	84.3 ± 8.2
실시예 5	46.5	28.1 ± 1.2	81.1 ± 4.4
비교예 1	42.1	21.7 ± 1.3	57.4 ± 2.3
비교예 2	44.5	24.6 ± 1.5	70.5 ± 3.3
비교예 3	45.8	27.1 ± 1.2	85.1 ± 5.2
비교예 4	43.4	25.5 ± 1.4	81.3 ± 3.8
비교예 5	41.7	23.9 ± 1.5	78.6 ± 6.5

[0051]

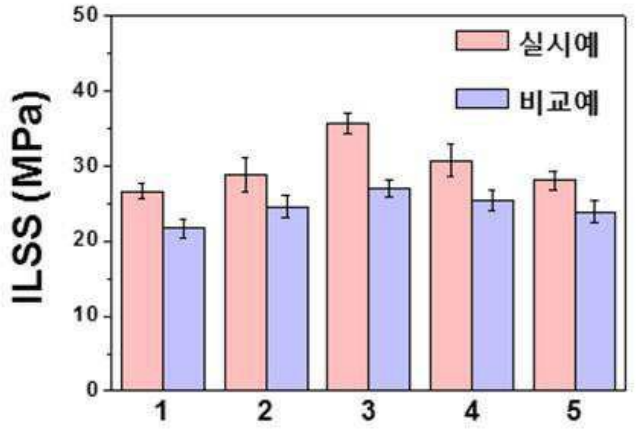
[0052] 이상, 본 발명내용의 특정한 부분을 상세히 기술하였는바, 당업계의 통상의 지식을 가진 자에게 있어서, 이러한 구체적인 기술은 단지 바람직한 실시양태일 뿐이며, 이에 의해 본 발명의 범위가 제한되는 것이 아닌 점은 명백할 것이다. 따라서 본 발명의 실질적인 범위는 첨부된 청구항들과 그것들의 등가물에 의해 정의된다고 할 것이다.

도면

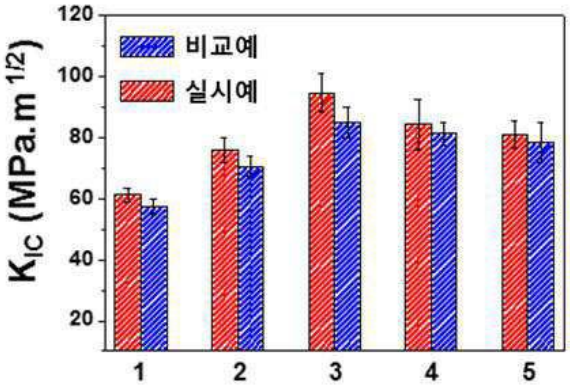
도면1



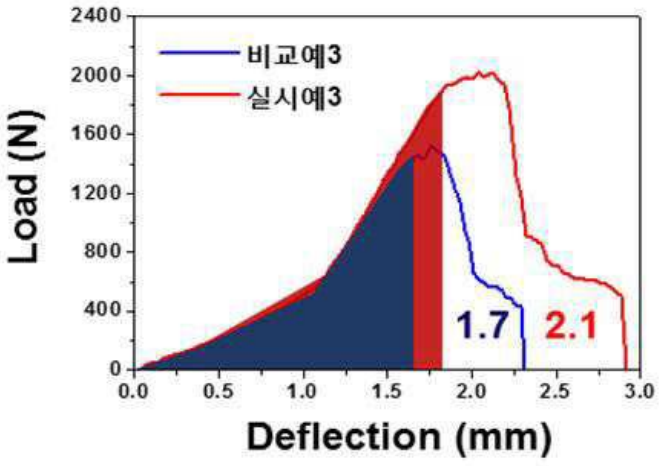
도면2


ILSS (MPa)
50
40
30
20
10
0
1
2
3
4
5
실시예
비교예

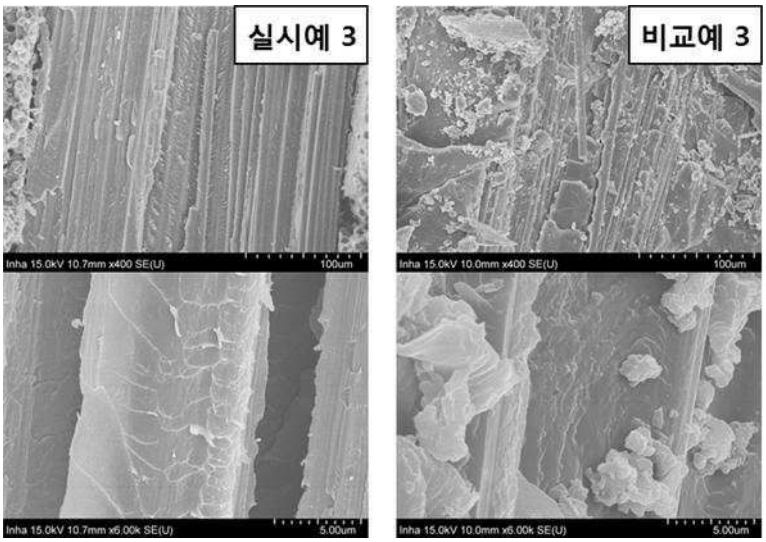
도면3


K_{IC} (MPa.m $^{1/2}$)
120
100
80
60
40
20
1
2
3
4
5
비교예
실시예

도면4


Load (N)
2400
2000
1600
1200
800
400
0
0.0
0.5
1.0
1.5
2.0
2.5
3.0
Deflection (mm)
비교예3
실시예3
1.7
2.1

도면5


실시예 3
Inha 15.0kV 10.7mm x400 SE(U)
100um
Inha 15.0kV 10.7mm x6.00k SE(U)
5.00um
비교예 3
Inha 15.0kV 10.0mm x400 SE(U)
100um
Inha 15.0kV 10.0mm x6.00k SE(U)
5.00um