(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2015년01월26일
(11) 등록번호 10-1483981
(24) 등록일자 2015년01월13일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
G01N 27/04 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2013-0100189
(22) 출원일자 2013년08월23일
심사청구일자 2013년08월23일
(56) 선행기술조사문헌
JP2001318070 A
JP06050830 A
JP11216657 A
PARK, J.M., et al., Journal of Colloid and Interface Science, 2001., Vol.237, pages 80-90.

(73) 특허권자
경상대학교산학협력단
경상남도 진주시 진주대로 501 (가좌동)
주식회사티비카본
경상남도 양산시 둘넘길 18 (소주동)
(72) 발명자
박종만
경상남도 진주시 진주대로 805 주약현대아파트 118-704
김제준
부산광역시 해운대구 삼어로 181 우신아파트 102동 807호
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
특허법인 플러스

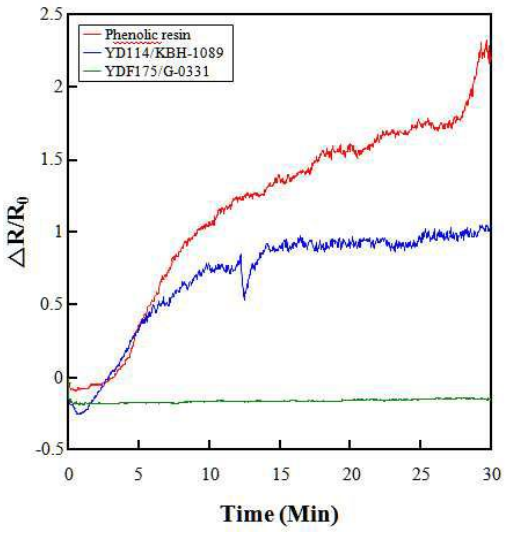
전체 청구항 수 : 총 7 항 심사관 : 김기현

(54) 발명의 명칭 **전도성 섬유와 수지간 계면물성 평가방법**

(57) 요 약

본 발명에 따른 전도성 섬유와 수지간의 계면물성 평가 방법은 전도성 섬유 다발에 액상의 수지를 위치시킨 후, 액상의 수지에 의한 전도성 섬유 다발의 전기저항 변화를 기반으로 전도성 섬유와 수지간의 계면 물성을 평가하는 방법이다.

대 표 도 - 도2



(72) 발명자

장기욱

경기도 용인시 기흥구 새천년로 38 (신갈동, 녹원마을주공새천년그린빌4단지) 406-1403

정삼태

부산광역시 해운대구 센텀중앙로 145
더샵센텀파크1차아파트 104동 2304호

왕작가

경상남도 진주시 가좌길29번길 63 경상대학교 학생생활관

권동준

대구광역시 달서구 선원로 137 성서푸른마을아파트 106동 702호

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	2012-1004
부처명	지식경제부
연구관리전문기관	(재)동남광역경제권선도산업지원단
연구사업명	동남권 광역경제권 선도산업 R&D 사업
연구과제명	SiCnanofiller를 이용한 초고탄성 epoxy/carbon 복합재료소재개발
기 여 율	1/1
주관기관	경상대학교산학협력단
연구기간	2012.08.01 ~ 2013.04.30

특허청구의 범위

청구항 1

전도성 섬유 다발에 액상의 수지를 위치시킨 후, 액상의 수지에 의한 전도성 섬유 다발의 전기저항 변화를 기반으로, 상기 전도성 섬유와 상기 수지를 포함하는 복합재료의 전도성 섬유와 수지간의 계면전단강도를 포함하는 계면 결합력을 평가하는 전도성 섬유와 수지간의 계면물성 평가 방법.

청구항 2

제 1항에 있어서,

a) 전도성 섬유 다발을 가로지르며 전도성 섬유 다발과 접촉하도록 제1전극 및 제2전극을 이격 위치시키는 단계; 및

b) 상기 제1전극과 상기 제2전극 사이의 전도성 섬유 다발 영역인 반응 영역 상에 액상의 수지를 위치시키고, 상기 제1전극과 상기 제2전극을 이용하여 상기 반응 영역의 시간에 따른 전기저항 변화를 측정하는 단계;

를 포함하는 전도성 섬유와 수지간의 계면물성 평가 방법.

청구항 3

제 2항에 있어서,

상기 계면물성 평가 방법은

c) 수지를 상기 반응 영역에 위치시킨 후 일정 시간이 흐른 시점에서의 하기의 식 1에 의해 규정되는 전기적 퍼짐 시간을 이용하여 전도성 섬유와 수지간의 계면물성을 평가하는 단계;

를 더 포함하는 전도성 섬유와 수지간의 계면물성 평가 방법.

(식 1)

$$\text{전기적 퍼짐 시간} = [(R_{t1}-R_0)/R_0]/t_1$$

(식 1에서 t_1은 수지를 상기 반응 영역에 위치시킨 후 흐른 시간(분)을 의미하고, R_{t1}은 t_1의 시점에서 측정된 전기저항이며, R_0는 수지가 위치하기 전 측정된 전기 저항이다)

청구항 4

삭제

청구항 5

제 3항에 있어서,

상기 계면 결합력과 상기 전기적 퍼짐 시간은 비례관계인 전도성 섬유와 수지간의 계면물성 평가 방법.

청구항 6

제 3항에 있어서,

상기 전기적 퍼짐 시간과 전도성 섬유와 수지간의 계면전단강도는 선형적 비례관계인 전도성 섬유와 수지간의 계면물성 평가 방법.

청구항 7

제 2항에 있어서,

상기 전도성 섬유는 탄소나노튜브 또는 탄소 섬유인 전도성 섬유와 수지간의 계면물성 평가 방법.

청구항 8

제 2항에 있어서,

상기 반응영역에 위치하는 수지는 0.1 내지 1g인 전도성 섬유와 수지간의 계면물성 평가 방법.

명 세 서

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 전도성 섬유와 수지간 계면물성 평가방법에 관한 것으로, 상세하게, 복합재료를 형성하는 전도성 섬유와 수지 매트릭스간의 계면물성을 극히 빠르고 간단한 방법을 이용하여 저비용으로 정확하게 평가할 수 있는 방법에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 복합재료의 활용은 보잉 787의 상용화를 통해 대외적으로 소재의 활용 및 적용 분야의 확대가 진행되고 있다. 이전에는 대부분 우주 항공 분야에서 복합재료가 일부분 사용되었으나, 근래에는 복합재료에 대한 활용을 통해 중장비 및 운송 수단에 적용하여 연비를 최소화키기는 방안으로 활용되고 있는 추세이다.

[0003] 복합재료에서 가장 중요한 점은 섬유(fiber)와 기지(matrix)의 혼합으로 발생되는 계면이며, 이러한 계면이 강한 결합력을 가져야 높은 강도를 지닌 소재를 제조할 수 있다. 계면에서의 강도를 우선적으로 파악하기 위해서는 계면에서의 섬유와 기지간 접착력에 대해 분석 및 평가가 선행되어야 한다. 기존의 방법으로는 미국 등록특허 제5460052호와 같이 직접적으로 계면강도를 측정하는 직접법이나, 압축강도와 횡단굴곡강도를 측정하는 간접법이 사용되고 있다.

[0004] 이러한 종래의 방법들은 평가결과를 확보하는데 용이하지만 재료자체에 대하여 규격화된 시편의 제조가 필요하며, 소재 개발 측면에서도 많은 비용과 시간 및 고가의 장비가 필요하고 숙련된 전문가에 의한 측정 및 평가가 필요한 단점이 있다. 이러한 점을 개선하기 위해서 저가의 장비로 비 전문가 또한 빠른 시간 내에 정확한 계면 상태를 분석할 수 있는 방법이 요구되고 있다.

선행기술문헌

특허문헌

[0005] (특허문헌 0001) 미국 등록특허 제5460052호

발명의 내용

해결하려는 과제

[0006] 본 발명은 극히 간단한 방법으로 짧은 시간 내에, 저가의 장비로 복합재료를 구성하는 전도성 섬유와 수지간의 계면 물성을 평가할 수 있는 방법을 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0007] 본 발명에 따른 전도성 섬유와 수지간의 계면물성 평가 방법은 전도성 섬유 다발에 액상의 수지를 위치시킨 후, 액상의 수지에 의한 전도성 섬유 다발의 전기저항 변화를 기반으로 전도성 섬유와 수지간의 계면 물성을 평가한다.

[0008] 본 발명의 일 실시예에 따른 전도성 섬유와 수지간의 계면물성 평가 방법은 a) 전도성 섬유 다발을 가로지르며 전도성 섬유 다발과 접촉하도록 제1전극 및 제2전극을 이격 위치시키는 단계; 및 b) 상기 제1전극과 상기 제2전

극 사이의 전도성 섬유 다발 영역인 반응 영역 상에 액상의 수지를 위치시키고, 상기 제1전극과 상기 제2전극을 이용하여 상기 반응 영역의 시간에 따른 전기저항 변화를 측정하는 단계;를 포함할 수 있다.

[0009] 본 발명의 일 실시예에 따른 전도성 섬유와 수지간의 계면물성 평가 방법은 c) 수지를 상기 반응 영역에 위치시킨 후 일정 시간이 흐른 시점에서의 하기의 식 1에 의해 규정되는 전기적 퍼짐 시간을 이용하여 전도성 섬유와 수지간의 계면물성을 평가하는 단계;를 더 포함할 수 있다.

[0010] (식 1)

[0011] 전기적 퍼짐 시간 = $[(R_{t1}-R_0)/R_0]/t_1$

[0012] 식 1에서 t_1은 수지를 상기 반응 영역에 위치시킨 후 흐른 시간(분)을 의미하고, R_{t1}은 t_1의 시점에서 측정된 전기저항이며, R_0는 수지가 위치하기 전 측정된 전기 저항이다.

[0013] 본 발명의 일 실시예에 따른 전도성 섬유와 수지간의 계면물성 평가 방법에 있어, 상기 계면물성은 계면 결합력일 수 있다.

[0014] 본 발명의 일 실시예에 따른 전도성 섬유와 수지간의 계면물성 평가 방법에 있어, 계면 결합력과 상기 전기적 퍼짐 시간은 비례관계일 수 있다.

[0015] 본 발명의 일 실시예에 따른 전도성 섬유와 수지간의 계면물성 평가 방법에 있어, 상기 전기적 퍼짐 시간과 전도성 섬유와 수지간의 계면전단강도는 선형적 비례관계일 수 있다.

[0016] 본 발명의 일 실시예에 따른 전도성 섬유와 수지간의 계면물성 평가 방법에 있어, 상기 전도성 섬유는 탄소나노튜브 또는 탄소 섬유일 수 있다.

[0017] 본 발명의 일 실시예에 따른 전도성 섬유와 수지간의 계면물성 평가 방법에 있어, 반응영역에 위치하는 수지는 0.1 내지 1g일 수 있다.

발명의 효과

[0018] 본 발명에 따른 평가 방법은 액상의 수지에 의한 전도성 섬유 다발의 전기저항 변화를 이용하여 전도성 섬유와 수지간의 계면 물성을 평가함에 따라, 저가의 간단한 전기저항 측정 장비만으로 평가가 수행될 수 있으며, 샘플(복합재료)의 실 제조 및 물성평가를 위한 가공이 불필요하여 경제적이고 효율적이며, 극히 빠른시간 내에 수지와 전도성 섬유간의 계면 물성을 측정 및/또는 평가할 수 있고, 비 전문가라 할지라도 극히 용이하게 전도성 섬유와 수지간의 계면 물성의 측정 및 평가가 가능한 장점이 있다.

도면의 간단한 설명

[0019] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 평가 방법을 도시한 일 공정도이며,

도 2는 본 발명의 일 실시예에 따라, 탄소섬유 다발에 수지를 적하한 후, 수지의 종류별로 시간에 따른 전기저항 변화율을 측정 도시한 것이며,

도 3은 본 발명의 일 실시예에 따라, 페놀과 YDF-175 각각에 대해, 섬유상 퍼짐 정도를 상부에서 관찰한 사진이며,

도 4는 본 발명의 일 실시예에 따라, 페놀과 YDF-175 각각에 대해, 섬유상 퍼짐 정도를 상부에서 관찰한 사진이며,

도 5는 본 발명의 일 실시예에 따라, 탄소섬유 다발에 수지를 적하하여 측정된 전기적 퍼짐 시간과 계면전단강도간의 관계를 도시한 그래프이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0020] 이하 첨부한 도면들을 참조하여 본 발명의 전도성 섬유와 수지간의 계면물성 평가 방법을 상세히 설명한다. 다음에 소개되는 도면들은 당업자에게 본 발명의 사상이 충분히 전달될 수 있도록 하기 위해 예로서 제공되는 것

이다. 따라서, 본 발명은 이하 제시되는 도면들에 한정되지 않고 다른 형태로 구체화될 수도 있으며, 이하 제시되는 도면들은 본 발명의 사상을 명확히 하기 위해 과장되어 도시될 수 있다. 이때, 사용되는 기술 용어 및 과학 용어에 있어서 다른 정의가 없다면, 이 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자가 통상적으로 이해하고 있는 의미를 가지며, 하기의 설명 및 첨부 도면에서 본 발명의 요지를 불필요하게 흐릴 수 있는 공지 기능 및 구성에 대한 설명은 생략한다.

[0021] 본 출원인은 놀랍게도 전도성 섬유의 섬유상과 매트릭스인 수지를 포함하는 복합재료를 실 제조하여 직접 또는 간접적으로 계면 물성을 평가하지 않고도, 단지 전도성 섬유 다발에 액상의 수지를 위치시킨 후, 액상의 수지에 의한 전도성 섬유 다발의 전기 저항 변화를 측정하는 것만으로, 복합재료에서 전도성 섬유와 매트릭스 수지간의 계면물성을 정확하게 측정 및 평가할 수 있음을 발견하고 본 발명을 제안하기에 이르렀다.

[0022] 본 발명에 따른 전도성 섬유와 수지간의 계면물성 평가 방법은 전도성 섬유 다발에 액상의 수지를 위치시킨 후, 액상의 수지에 의한 전도성 섬유 다발의 전기저항 변화를 기반으로 전도성 섬유와 수지간의 계면 물성을 평가한다.

[0023] 즉, 본 발명은 액상의 수지에 의한 전도성 섬유 다발의 전기저항 변화를 이용하여 전도성 섬유와 수지간의 계면물성을 측정 및/또는 평가한다. 이에 따라, 본 발명은 단지 전기 저항 변화를 이용하여 전도성 섬유와 수지간의 계면물성을 측정 및/또는 평가할 수 있고, 전기적 저항 변화 측정만으로 계면물성을 측정 및/또는 평가할 수 있음에 따라 저가의 간단한 전기저항 측정 장비만으로 평가가 수행될 수 있으며, 샘플(복합재료)의 실 제조 및 물성평가를 위한 가공이 불필요하여 경제적이고 효율적이며, 극히 빠른시간 내에 수지와 전도성 섬유간의 계면 물성을 측정 및/또는 평가할 수 있고, 전기저항 변화를 측정함으로써 계면물성을 측정 및/또는 평가할 수 있음에 따라, 비 전문가라 할지라도 극히 용이하게 전도성 섬유와 수지간의 계면 물성의 측정 및 평가가 가능한 장점이 있다.

[0024] 본 발명의 일 실시예에 따른 평가 방법에 있어, 전도성 섬유 및 수지는 목적하는 복합재료를 구성하는 원료물질에 해당할 수 있으며, 전도성 섬유는 복합재료의 섬유상에, 수지는 복합재료의 매트릭스(matrix) 수지에 해당할 수 있다.

[0025] 본 발명의 일 실시예에 따른 평가 방법에 있어, 전도성 섬유는 탄소나노튜브 또는 탄소 섬유일 수 있으며, 전도성 섬유 다발은 탄소나노튜브 다발 또는 탄소 섬유 다발일 수 있다. 전도성 섬유 다발은 다수개의 전도성 섬유가 섬유의 장축방향이 서로 평행하도록 정렬된 상태일 수 있으며, 인접하는 섬유간 물리적으로 서로 접한 상태일 수 있다. 또한, 전도성 섬유 다발은 1000개 내지 20000개의 서로 평행하게 정렬된 전도성 섬유(110)들로 1층 내지 10층으로 층을 이루며 적층된 상태일 수 있다.

[0026] 본 발명의 일 실시예에 따른 평가 방법에 있어, 수지는 본 발명의 평가 방법이 수행되는 온도, 구체적으로 상온에서 액상인 수지이면 족하나, 목적하는 복합재료의 가공성, 사용 상한온도, 가연 특성, 내부식성 등의 요구물성을 고려하여 이러한 물성을 만족하는 수지일 수 있다. 신 소재 개발 측면에서, 수지는 목적하는 복합재료의 매트릭스 수지로 사용하고자 하는 후보 물질일 수 있다.

[0027] 상세하게, 본 발명의 일 실시예에 따른 평가 방법에 있어, 수지는 열경화성 수지 또는 열가소성 수지일 수 있다. 열경화성 수지는 페놀 수지; 요소 수지; 멜라민 수지; 알키드 수지 및 불포화 폴리에스테르 수지(FRP)를 포함하는 폴리에스테르 수지; 실리콘 수지; 에폭시 수지; 및 폴리우레탄 수지;에서 하나 또는 둘 이상 선택된 수지일 수 있다. 열가소성 수지는 폴리염화비닐 수지; 폴리스티렌 수지; 폴리에틸렌 수지; 폴리프로필렌 수지; 아크릴 수지; 및 나일론;에서 하나 또는 둘 이상 선택된 수지일 수 있다.

[0028] 액상의 수지는 수지 자체의 물성에 의해 측정이 수행되는 상온에서 액상을 유지하는 경우 수지 자체일 수 있으며, 비스페놀 A 또는 비스페놀 F와 같은 희석제를 포함하는 수지일 수 있다. 보다 현실적으로 의미 있는 측정 및 평가 결과를 확보하는 측면에서, 이러한 희석제를 포함하는 수지는 YD-114(국도화학), YDF-175(국도화학)과 같이, 상업적으로 시판되는 상품일 수 있다. 또한, 액상의 수지는 수지의 특성에 따라, 경화제를 더 함유할 수 있음은 물론이다. 실질적으로, 액상의 수지는 복합재료를 제조하고자 할 때, 전도성 섬유와 혼합하여 매트릭스 수지를 제조하고자 실 사용되는 조성 및 성분의 수지일 수 있다.

[0029] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 전도성 섬유와 수지간의 계면물성 평가 방법의 공정도를 도시한 일 예로, 도 1에 도시한 바와 같이, 본 발명의 일 실시예에 따른 계면물성 평가방법은 a) 전도성 섬유 다발(100)을 가로지르며 전도성 섬유 다발(100)과 접촉하도록 제1전극(210) 및 제2전극(220)을 이격 위치시키는 단계; 및 b) 상기 제1전극(210)과 상기 제2전극(220) 사이의 전도성 섬유 다발 영역인 반응 영역(A) 상에 액상의 수지(300)를

위치시키고, 상기 제1전극(210)과 상기 제2전극(220)을 이용하여 상기 반응 영역(A)의 시간에 따른 전기저항 변화를 측정하는 단계;를 포함할 수 있다.

[0030] 이때, 제1전극(210) 및 제2전극(220)은 통상의 전기저항 측정기와 연결되어, 전기저항 측정기에 의해 반응 영역(A)의 전기저항이 측정될 수 있음은 물론이다.

[0031] 제1전극(210) 및 제2전극(220)은 각각 전도성 섬유 다발(100)을 가로지르도록 서로 이격되어 위치할 수 있는데, 비한정적이며 구체적인 일 예로, 전도성 섬유의 장축과 수직 내지 수직과 근접한 각도(80°내지 110°)가 되도록 위치할 수 있다. 상술한 바와 같이 제1전극(210) 및 제2전극(220) 각각의 일 단은 전기저항 측정기와 연결될 수 있으며, 측정의 신뢰성을 높이기 위해, 제1전극(210) 및 제2전극(220) 각각의 다른 일 단은 전도성 섬유 다발(100) 외부 영역에 위치할 수 있다.

[0032] 제1전극(210)과 제2전극(220)간의 이격 거리에 의해, 액상의 수지(300)를 위치시키는 반응 영역(A)의 크기가 결정될 수 있다. 제1전극(210)과 제2전극(220)간의 이격 거리는 반응 영역(A)에 위치하는 액상의 수지(300)가 전도성 섬유 다발 속으로 스며들어간 후에도, 액상의 수지(300)와 제1전극(210) 및 액상의 수지(300)와 제2전극(220)이 서로 물리적으로 접촉하지 않을 정도의 거리이면 족하다. 즉, 제1전극(210)과 제2전극(220)간의 이격 거리에 의해 반응 영역(A)의 크기가 결정될 수 있으며, 반응 영역(A)의 크기는 b) 단계의 전기 저항 변화 측정 시 제1전극(210) 및 제2전극(220)이 수지(300)와 접촉하지 않을 정도의 크기일 수 있다.

[0033] 제1전극(210)과 제2전극(220)간의 이격거리는 반응 영역에 위치하는 수지(300)의 양을 고려하여 결정될 수 있으며, 수지(300)의 양은 전도성 섬유 다발을 구성하는 전도성 섬유의 수 및 중력에 의한 영향등을 고려하여 전도성 섬유 다발의 일정 영역을 덮을 수 있는 양으로 적절히 결정될 수 있다. 구체적인 일 예로, 반응 영역(A)에 위치하는 수지(300)의 양은 0.1 내지 1g일 수 있으며, 이러한 수지(300)의 양은 전도성 섬유 다발(100)이 1000개 내지 20000개의 서로 평행하게 정렬된 전도성 섬유(110)들로 1층 내지 10층으로 층을 이루며 적층된 상태인 경우 보다 바람직하다. 수지(300)의 양이 0.1g 미만으로 너무 작으면, 전도성 섬유(110)와 수지(300)간의 젖음 특성이 우수하여 수지(300)가 전도성 섬유 다발(100)로 완전히 스며든 경우에도 절대적인 수지 양이 부족하여 전도성 섬유간 물리적 접촉이 유지되어 전기저항 변화가 미미할 수 있으며, 수지의 양이 1g을 초과하는 경우, 전도성 섬유 다발(100) 쪽으로 수지(300)를 끌어 당기는 중력의 영향을 배제할 수 없는 위험이 있다.

[0034] 최대 수지의 양을 고려할 때, 제1전극(210)과 제2전극(220)간의 이격 거리는 3㎝ 이상이면 무방하며, 구체적인 일 예로 이격 거리는 3 내지 30㎝일 수 있다.

[0035] 제1전극(210)과 제2전극(220)을 전도성 섬유 다발(100)과 접촉하도록 서로 이격 배열한 후, 및 제1전극(210)과 상기 제2전극(220) 사이의 전도성 섬유 다발 영역인 반응 영역(A) 상에 액상의 수지(300)를 위치시키고, 제1전극(210)과 상기 제2전극(220)을 이용하여 상기 반응 영역(A)의 시간에 따른 전기저항 변화를 측정하는 단계가 수행될 수 있다.

[0036] 상술한 바와 같이, 수지(300)는 열경화성 수지 또는 열가소성 수지일 수 있다. 열경화성 수지는 페놀 수지; 요소 수지; 멜라민 수지; 알키드 수지 및 불포화 폴리에스테르 수지(FRP)를 포함하는 폴리에스테르 수지; 실리콘 수지; 에폭시 수지; 및 폴리우레탄 수지;에서 하나 또는 둘 이상 선택된 수지일 수 있다. 열가소성 수지는 폴리염화비닐 수지; 폴리스티렌 수지; 폴리에틸렌 수지; 폴리프로필렌 수지; 아크릴 수지; 및 나일론;에서 하나 또는 둘 이상 선택된 수지일 수 있다.

[0037] 반응 영역(A) 상에 위치하는 수지(300)는 0.1 내지 1g일 수 있다. 반응 영역(A)상에 수지(300)를 위치하는 방법으로, 반응 영역 상에 수지(300)를 점적하는 방법, 주사기등을 이용하여 일정량의 수지(300)를 반응 영역상에 토출하는 방법, 수지가 담긴 용기를 이용하여 반응 영역상에 수지를 붓는 방법등 일정량의 액상을 특정 위치에 위치시킬 수 있는 종래의 어떠한 방법이라도 사용 가능하며, 본 발명이 액상의 수지(300)를 반응 영역에 위치시키는 방법에 의해 한정될 수 없음은 물론이다.

[0038] 이후, 제1전극(210)과 상기 제2전극(220)을 이용하여 상기 반응 영역(A)의 시간에 따른 전기저항 변화를 측정하는 단계가 수행될 수 있는데, 이때, 시간에 따른 전기 저항 변화의 기준을 마련할 수 있도록, 수지(300)가 위치하기 전, 반응 영역의 전기 저항이 선 측정될 수 있음은 물론이다.

[0039] 또한, 시간에 따른 전기 저항 변화를 연속적이며 용이하고 정확하게 측정할 수 있도록, 전기저항 측정기의 측정값인 전기적 신호를 입력받아, 액상의 수지가 반응 영역에 위치하는 시점을 기준으로 하여, 실시간으로 측정기의 측정값을 기록하는 저장매체 또는 출력하는 출력매체가 사용될 수 있음은 물론이다.

[0040] 본 발명의 일 실시예에 따른 전도성 섬유와 수지간의 계면물성 평가 방법은 반응 영역(A)의 시간에 따른 전기저항 변화를 측정값을 기반으로, 계면물성을 평가하는 단계;를 더 포함할 수 있다. 구체적으로, 평가 및/또는 측정되는 계면물성은 전도성 섬유와 수지간의 젖음특성 및 계면결합력에서 하나 이상 선택되는 물성일 수 있으며, 보다 구체적으로 계면결합력은 계면전단강도일 수 있다.

[0041] 구체적으로, 본 발명의 일 실시예에 따른 전도성 섬유와 수지간의 계면물성 평가 방법은 c) 수지를 상기 반응 영역에 위치시킨 후 일정 시간이 흐른 시점에서의 하기의 식 1에 의해 규정되는 전기적 퍼짐 시간을 이용하여 전도성 섬유와 수지간의 계면물성을 평가하는 단계;를 더 포함할 수 있다.

[0042] (식 1)

[0043] 전기적 퍼짐 시간 = $[(R_{t1}-R_0)/R_0]/t_1$

[0044] 식 1에서 t_1은 수지를 상기 반응 영역에 위치시킨 후 흐른 시간(분)을 의미하고, R_{t1}은 t_1의 시점에서 측정된 전기저항이며, R_0는 수지가 위치하기 전 측정된 전기 저항이다. 명확한 이해를 돕기 위한 일 예로, 전기적 퍼짐 시간은 수지를 상기 반응 영역에 위치시킨 후 15분이 흐른 시점에서 측정된 전기저항(R_{15})과 수지가 위치하기 전 반응 영역의 전기저항(R_0)과의 차를 수지가 위치하기 전 반응 영역의 전기저항(R_0)의 값으로 나눈 전기저항 변화율을 다시 15(분)로 나눈 값일 수 있다.

[0045] 전기적 퍼짐 시간은 수지가 반응 영역에 위치한 시점을 기준으로 10분 내지 20분의 시간이 흐른 시점에서 측정된 값일 수 있다. 반응 영역에 액상의 수지를 위치시키면, 10분미만의 시간에서 전기적 퍼짐 시간을 측정하는 경우 중력에 의해 전도성 섬유들이 수지에 의해 눌리는 영향을 안정적으로 배제할 수 없으며, 20분을 초과한 시점에서 전기적 퍼짐 시간을 측정하는 경우, 수지와 전도성 섬유간 젖음성이 매우 우수한 경우 다시 중력에 의해 수지가 전도성 섬유를 지지하는 지지체 표면으로 모두 흘러내릴 수 있어 다시 중력에 의한 영향을 안정적으로 배제할 수 없다.

[0046] 식 1에 의해 규정된 전기적 퍼짐 시간은 전도성 섬유와 수지간의 계면 결합력과 비례관계일 수 있다.

[0047] 이에 따라, 다양한 전도성 섬유(일 예로, 탄소섬유 또는 탄소나노튜브)와 다양한 수지(일 예로, 열경화성 수지)를 이용하여 복합재료를 제조한 후, IFSS 또는 쇼트 빔 테스트와 같은 종래의 계면 결합력을 실험적으로 측정하는 직접 방법 또는 간접 방법을 이용하여 계면 결합력을 측정한 후, 종래의 직접 방법 또는 간접 방법을 통해 계면 결합력이 측정된 복합 재료를 구성하는 전도성 섬유와 수지에 대해 본 발명에 따른 방법을 이용하여 전기적 퍼짐 시간을 측정한 후, 이를 테이블화하여 기준 테이블을 마련하거나, 이를 이용하여 기준 곡선을 마련한 후, 임의의 전도성 섬유와 임의의 수지간 전기적 퍼짐 시간을 측정함으로써, 임의의 전도성 섬유와 임의의 수지가 갖는 계면결합력을 산출할 수 있다. 이때, 기준 곡선의 일 축은 실험적(직접 또는 간접)으로 측정된 계면 결합력일 수 있으며, 기준 곡선의 다른 일 축은 전기적 퍼짐 시간일 수 있으며, 기준 테이블의 일 변수는 실험적(직접 또는 간접)으로 측정된 계면 결합력일 수 있으며, 다른 일 변수는 전기적 퍼짐 시간일 수 있다.

[0048] 상술한 바와 같이, 본 발명의 일 실시예에 따른 계면물성 평가 방법은 전기적 퍼짐 시간을 이용하여 계면 물성을 측정할 수 있으며, 제조하고자 하는 복합재료 또는 제조하고 있는 복합재료의 요구 계면 물성 또는 설계 계면 물성을 고려하여, 계면 물성을 평가할 수 있다. 이에 따라, 본 발명은 계면물성 측정 방법을 포함하고, 계면물성이 설계조건이나 요구조건을 만족하느냐를 기준으로 계면물성을 평가할 수 있다.

[0049] 보다 구체적으로, 본 발명의 일 실시예에 따른 전도성 섬유와 수지간의 계면물성 평가 방법에 있어, 상기 전기적 퍼짐 시간과 전도성 섬유와 수지간의 계면전단강도(IFSS, MPa)는 선형적 비례관계일 수 있다.

[0050] 이때, 상술한 바와 같이, 임의의 전도성 섬유와 임의의 수지간 계면전단강도를 측정하고 평가하기 위해, 일 전도성 섬유와 일 수지로 이루어진 레퍼런스 복합재료를 적어도 2 내지 3개 제조한 후, 종래의 직접적 또는 간접적 방법을 사용하여 계면전단강도를 측정하고, 레퍼런스 복합재료로 사용된 전도성 섬유와 수지간의 전기적 퍼짐 시간을 측정하여 기준 곡선 또는 기준 테이블을 마련하는 단계가 선행될 수 있음은 물론이다.

[0051] 도 2는 약 12000 개의 탄소섬유(T700S, 토레이, 일본)로 이루어진 탄소섬유 다발에, 페놀수지(SC-1008, 몬산토화학(주), 미국); 메틸 테트라히드로프탈린 무수물(KBH-1089,국도화학)를 경화제로 함유하며 비스페놀A에 희석된 디글리시딜 에테르를 기반으로 한 에폭시 수지(YD-114,국도화학); 또는 폴리아미드(G-0331,국도화학)를 경화제로 함유하며 비스페놀F에 희석된 디글리시딜 에테르를 기반으로 한 에폭시 수지(YDF-175,국도화학);를 탄소섬

유 다발에 위치시킨 후, 도 1과 유사한 방법으로 시간(t)에 따른 전기저항 변화율[$(R_t-R_0)/R_0$]를 측정한 결과이다. 이때, 0.5g의 각 수지를 탄소섬유 다발 상에 떨어뜨렸다.

[0052] 도 2와 같이, 탄소섬유 다발 위에 수지가 퍼지는 효과에 의해 전기저항이 변화되는 상태를 확인하였으며, 전기저항 변화율이 수지별로 달라짐을 알 수 있다. 수지 자체의 점도는 3종류 모두 유사한 단위였으나, 섬유 다발의 섬유와 섬유 사이로 수지의 함침 정도에는 차이가 있기 때문에 전기저항 변화율이 수지별로 달라짐을 알 수 있다. 페놀의 경우 지속적인 전기저항 변화도의 증가 경향을 확인 할 수 있었으며, 에폭시 2종류 중 YDF-175의 경우 전기저항 변화율이 매우 낮음을 알 수 있었다.

[0053] 전기저항변화율을 자세히 관찰하면, 초기 2분 동안은 수지가 함침되기 보다는 섬유 다발을 누르는 단계로 존재하는 것을 확인 할 수 있다. 섬유와 섬유간의 접촉을 증가시키는 단계로 사용되었기 때문에 전기저항 변화도의 결과가 0보다 낮은 값을 갖는 것으로 해석할 수 있다.

[0054] 도 3 및 도 4는 페놀과 YDF-175 각각에 대해, 섬유상 퍼짐 정도를 관찰한 사진으로, 도 3은 상측에서, 도 4는 측면에서 관찰한 사진이다. 이때, 사진과 함께 도시된 시간은 각 사진이 관찰된 시점(수지가 적하된 후 흐른 시간)을 의미한다. 도 3 및 도 4에서 알 수 있듯이, 페놀 같은 경우는 매우 빠르게 섬유 표면으로 퍼지는 것을 확인할 수 있다. 그러나, YDF-175의 경우는 매우 천천히 상태를 유지하고 있으며, 섬유 다발과 수지자체의 접촉각 역시 매우 큰 각을 유지하면서 젖음성이 용이하지 못한 것을 확인할 수 있었다.

[0055] 도 5는 수지가 적하된 후 20분이 흐른 시점에서 측정 및 산출된 전기적 퍼짐 시간(electrical spreading time)을 X-축으로, 탄소섬유 강화 페놀 복합재료, 탄소섬유 강화 비스페놀 A타입 에폭시(YD-114/KBH-1089) 복합재료 및 탄소섬유 강화 비스페놀 F 타입 에폭시 (YDF-175/G0331) 복합재료를 이용하여 측정된 계면전단강도(IFSS 결과)를 Y-축으로 도시한 도면으로, 계면전단강도와 전기적 퍼짐 시간 결과와의 상태는 선형적 비례 관계임을 확인하였으며, 이를 통해 액상의 수지를 전도성 섬유에 적하한 후 전기저항 변화를 측정함으로써, 전도성 섬유과 수지간의 계면 특성, 구체적으로 계면전단강도를 포함하는 계면 결합력 및 젖음특성이 효과적으로 측정 및 평가될 수 있음을 알 수 있다.

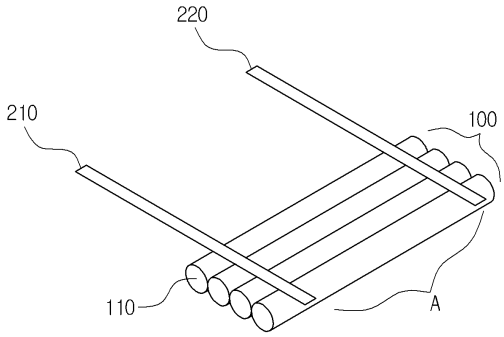
[0056] 이상과 같이 본 발명에서는 특정된 사항들과 한정된 실시예 및 도면에 의해 설명되었으나 이는 본 발명의 보다 전반적인 이해를 돕기 위해서 제공된 것일 뿐, 본 발명은 상기의 실시예에 한정되는 것은 아니며, 본 발명이 속하는 분야에서 통상의 지식을 가진 자라면 이러한 기재로부터 다양한 수정 및 변형이 가능하다.

[0057] 따라서, 본 발명의 사상은 설명된 실시예에 국한되어 정해져서는 아니되며, 후술하는 특허청구범위뿐 아니라 이 특허청구범위와 균등하거나 등가적 변형이 있는 모든 것들은 본 발명 사상의 범주에 속한다고 할 것이다.

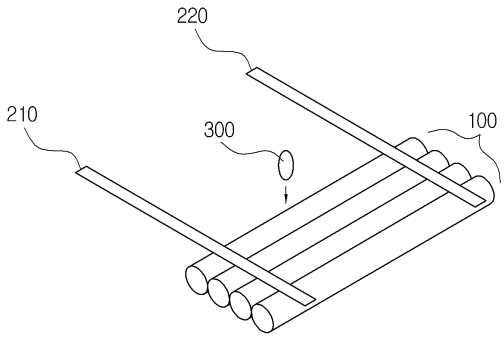
도면

도면1

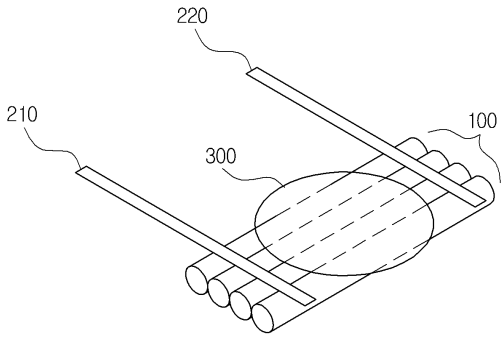
(a)



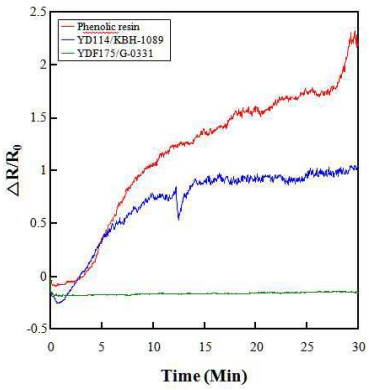
(b)



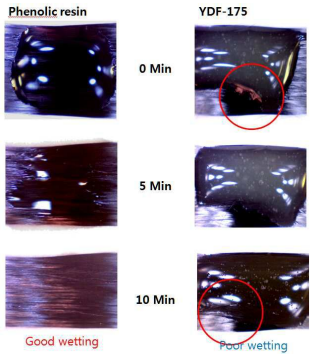
(c)



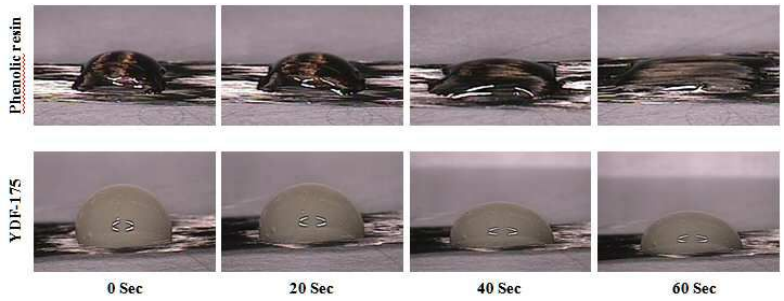
도면2


Phenolic resin
YD114/KBH-1089
YDF175/G-0331
ΔR/R0
Time (Min)

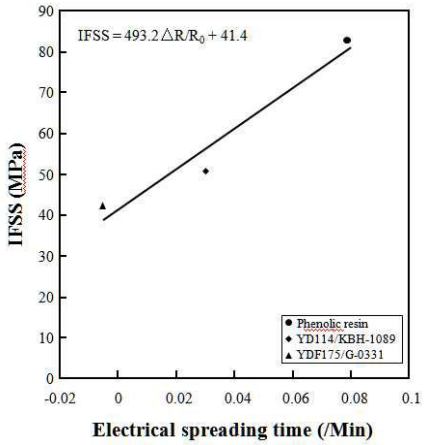
도면3


Phenolic resin
YDF-175
0 Min
5 Min
10 Min
Good wetting
Poor wetting

도면4


Phenolic resin
YDF-175
0 Sec
20 Sec
40 Sec
60 Sec

도면5


IFSS = 493.2△R/R0 + 41.4
IFSS (MPa)
Electrical spreading time (/Min)
Phenolic resin
YD114/KBH-1089
YDF175/G-0331
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0
-0.02
0
0.02
0.04
0.06
0.08
0.1