



저작자표시-비영리-변경금지 2.0 대한민국

이용자는 아래의 조건을 따르는 경우에 한하여 자유롭게

- 이 저작물을 복제, 배포, 전송, 전시, 공연 및 방송할 수 있습니다.

다음과 같은 조건을 따라야 합니다:



저작자표시. 귀하는 원저작자를 표시하여야 합니다.



비영리. 귀하는 이 저작물을 영리 목적으로 이용할 수 없습니다.



변경금지. 귀하는 이 저작물을 개작, 변형 또는 가공할 수 없습니다.

- 귀하는, 이 저작물의 재이용이나 배포의 경우, 이 저작물에 적용된 이용허락조건을 명확하게 나타내어야 합니다.
- 저작권자로부터 별도의 허가를 받으면 이러한 조건들은 적용되지 않습니다.

저작권법에 따른 이용자의 권리는 위의 내용에 의하여 영향을 받지 않습니다.

이것은 [이용허락규약\(Legal Code\)](#)을 이해하기 쉽게 요약한 것입니다.

[Disclaimer](#)

공 학 석 사 학 위 논 문

Ni 분말이 함침된 TPU 및 열 경화형
에폭시 접착제의 유도가열 발열 거동
및 접착 특성에 관한 연구



2020년 2월

부 경 대 학 교 대 학 원

공업화학과

임 태 규

공 학 석 사 학 위 논 문

Ni 분말이 함침된 TPU 및 열 경화형 에폭시 접착제의 유도가열 발열 거동 및 접착 특성에 관한 연구

지도교수 손 민 영
(공동지도교수 문 명 준)

이 논문을 공학석사 학위논문으로 제출함.

2020년 2월

부 경 대 학 교 대 학 원

공업화학과

임 태 규

임태규의 공학석사 학위논문을 인준함.

2020년 2월



위원장 이학박사 문명준 (인)

위원 공학박사 이근대 (인)

위원 공학박사 손민영 (인)

목 차

목 차	i
List of Tables	iii
List of Figures	v
Abstract	vii

I. 서 론	1
II. 이론 및 문헌 조사	3
2.1. 유도가열 발열 메커니즘	3
2.2. Curie Temperature	7
2.3. Skin effect	8
2.4. Failure mode	9
III. 실험	10
3.1. 원료 물질	10
3.2. 유도가열 용 접착제 제조	11
3.2.1. TPU 용액 및 접착제 필름 제조	11
3.2.2. 일액형 에폭시 접착제 제조	14
3.3. 유도가열 거동 및 접착 특성 분석	15
3.3.1. TPU 필름의 유도가열 승온 거동 및 접착 특성 분석	15
3.3.2. 에폭시 접착제의 유도가열 승온 거동 및 접착 특성 분석	

.....	16
IV. 결과 및 고찰	17
4.1. Ni 분말 크기 및 형상 분석	17
4.2. TPU 필름의 유도가열 승온 거동에 대한 Ni 분말의 영향	17
4.2.1. Ni 분말의 형상에 대한 영향	17
4.2.2. Ni 분말의 크기 변화에 대한 영향	23
4.2.3. Ni 분말의 함량 및 접착제 두께에 대한 영향	25
4.3. TPU 필름의 유도가열 접착 특성 분석	27
4.3.1. Ni 분말의 형상 변화에 따른 영향	27
4.3.2. Ni 분말의 크기 변화에 따른 영향	28
4.3.3. Ni 분말의 함량 및 접착제 두께 변화에 따른 영향	29
4.4. 다중 층 TPU 필름의 발열 층 밀도 변화에 따른 유도가열 거동	34
4.5. 다중 층 TPU 필름의 발열 층 밀도에 따른 접착 강도 분석 ..	35
4.6. Ni 분말이 첨가된 일액형 에폭시 접착제의 유도가열 거동 분석	40
4.6.1. Ni 분말의 함량 변화에 따른 일액형 접착제의 유도가열 특성	40
4.6.2. 피착제의 두께 변화에 따른 유도가열 특성	40
4.7. Ni 분말이 첨가된 에폭시 접착제의 가열 방법에 따른 접착 특성	45
V. 결론	49
참고문헌	51

List of Tables

Table 1. Ingredients of TPU films for induction heating : shape, size, content of susceptor and thickness of film	13
Table 2. Components of mono and multi layered TPU film	14
Table 3. Heating behavior of TPU film with respect to particle shape through induction heating	20
Table 4. Coercive force and hysteresis loop area of Ni particle	20
Table 5. Heating behavior of TPU film about particle size through induction heating	24
Table 6. Specific absorption rate and ingredients of Ni particle according to the particle size	25
Table 7. Heating behavior of TPU film on content of particle through induction heating	26
Table 8. Heating behavior of TPU film according to thickness via induction heating	26
Table 9. Peel strength value and failure mode of TPU film.	28
Table 10. Result of peel strength and failure mode of TPU film with regard to the Ni size.	30
Table 11. Result of peel strength and failure mode of TPU film according to the Ni content.	31
Table 12. Peel strength value and failure mode of TPU film in terms of film thickness.	33
Table 13. Reaching time to 180°C on contents of Ni particle of epoxy	

adhesive.	42
Table 14. Reaching time to 180℃ of epoxy adhesive on thickness of substrate.	43



List of Figures

Fig. 1. Eddy current induced by alternating magnetic field	5
Fig. 2. Hysteresis loop model of magnetic material	5
Fig. 3. Schematic of skin effect in cylindrical object	8
Fig. 4. A kind of failure mode of adhesive	9
Fig. 5. Process on manufacturing TPU adhesive solution	12
Fig. 6. SEM images of Ni particles : (a) 70nm spherical type (b) 1 μ m spherical type (c) 70 μ m spherical type (d) 1 μ m irregular type (e) 1 μ m flake type	19
Fig. 7. Hysteresis loop of Ni particle : (a) spherical type (b) flake type (c) irregular type	22
Fig. 8. Specific absorption rate of Ni particle with respect to the particle size.	24
Fig. 9. Result of peel test of TPU film with respect to Ni particle shape.	27
Fig. 10. Result of peel test of TPU film in terms of Ni particle size.	30
Fig. 11. Peel strength of TPU film about Ni particle content.	31
Fig. 12. Result of peel test of TPU film with respect to thickness. ...	33
Fig. 13. Heating behavior of mono and multi layer TPU films.	34
Fig. 14. Peel strength of mono and multi layered TPU film.	36
Fig. 15. Images of fracture plane of mono and multi layer TPU film after peel test : (a) mono layer film, 20phr (b) 100 μ m core layer, 40phr (c) 65 μ m core layer, 60phr (d) 50 μ m core layer,	

80phr.	37
Fig. 16. Analysis of NBR surface (a, white arrow) after peel test and enlarged SEM image (b).	38
Fig. 17. Result of IR analysis of raw TPU film, Rubber and failure surface.	39
Fig. 18. Temperature plot of epoxy adhesive with Ni particle heated by induction heating.	41
Fig. 19. Temperature plot of raw epoxy adhesive in terms of thickness of substrate heated by convection oven.	42
Fig. 20. Temperature plot of epoxy adhesive with respect to thickness of substrate heated by induction heating.	43
Fig. 21. Comparison of reaching time to 180°C of Oven curing and Induction heating on thickness.	44
Fig. 22. Result on single lap shear test of adhesive with Ni particle and raw adhesive heated by convection oven.	46
Fig. 23. Result on single lap shear test of adhesive with Ni particle heated by Induction heating.	47
Fig. 24. Comparison of shear strength of Raw adhesive (oven curing) and 2vol.% of Ni added adhesive (induction curing).	48

A study on Heating Behavior and Adhesion Property of Ni particle-embedded TPU and Thermosetting Epoxy Adhesive through Induction Heating

Tae Gyu Im

*Department of industrial engineering,
The Graduate School, Pukyong National University*

Abstract

Nowadays, in order to improve an efficiency of manufacturing process according to developing of technologies and industry, diverse studies have been vigorously conducting. Among a lot of industries, bonding process included in shoes, automobile or aircraft area is generally using convection oven method for heating the material. This method can be applied to consecutive processing for a large quantity of material as well as huge object such as automobile. However, because heat moves from surrounding air to adhesive through the object, object can be damaged thermally. Therefore, for replacing this heating method, a new method is needed for speedy and efficiency heating.

Induction heating is a method which heats the object using by high frequency alternating magnetic field (AMF). Because it is adopting the amf, it can be possible non-contact, selective and localized heating. Hence, induction heating was utilized in welding, annealing or melting of metal in the past, now it is being used for hyperthermia, electric stove as well as bonding between metal and polymer. When the induction heating is applied to shoe, automobile and aircraft industries, more efficient heating process can be possible by reducing the processing time.

In order to apply an induction heating method to manufacturing process, object should has a conductive or magnetic property. However, normal adhesive

do not have these properties, so magnetic materials such as metal or ceramic should be embedded into the adhesive for generating heat. There are lots of studies about induction heating behavior of metal particles such as Fe, Ni, Co, Cu, Fe_3O_4 . As a result, It was possible that controlling the heat generation by regulating size, contents of particle, output of induction heater and adhesive thickness. Also, this heating method showed a faster heating speed and higher efficiency than oven heating.

In this paper, spherical type Ni particle with 70nm, 1 μm , 70 μm in size, flake and irregular type Ni particle with 1 μm in size were used as a susceptor for observing an induction heating behavior and adhesion properties of TPU (Thermoplastic poly urethane) adhesive with respect to size, contents and shape of Ni. Furthermore, induction heating behavior and adhesion property of multi layered TPU adhesive with core layer in regard to content of Ni particle have been studied.

Additionally, induction heating behavior and adhesion property of one component epoxy adhesive with 70nm Ni spherical type particle also have been studied on thickness of adherend, content of Ni.

I. 서론

현대의 산업이 발전함에 따라 생산 공정의 효율을 개선하기 위해 다양한 연구가 이루어지고 있다. 그중에서도 신발이나 자동차, 항공 산업에서의 접착 공정은 일반적으로 오븐을 이용한 가열 방법을 많이 사용한다. 오븐을 이용한 가열 방법은 대량의 물체를 연속적으로 가열할 수 있으며, 크기가 큰 물체에도 적용할 수 있다는 장점이 있다. 그러나, 피가열물의 외부로부터 열이 이동하여 접착제에 도달하기 때문에 물체가 두꺼울수록 가열 시간이 더 많이 소요되며 피가열물 전체를 가열하기 때문에 물체가 열에 의해 손상을 입을 가능성도 존재한다. 따라서, 이러한 오븐 가열 방법을 대체하여 좀 더 빠르고 효율적인 새로운 가열 방법이 요구되고 있다.

유도가열은 고주파수의 교류 자기장을 이용하여 물체를 가열하는 방법이다. 자기장을 이용하기 때문에 물체에 직접 접촉하지 않으면서, 원하는 부위만 부분적으로 가열이 가능하고 가열부 이외의 부분에 열적인 충격이 가해지지 않는다. 그렇기 때문에, 과거에는 금속의 열처리, 용융 공정 등에 주로 사용되는 방법이었으나, 현재는 고분자와 금속 간의 이중접합, 금속 간의 접합 등의 접합 분야뿐만 아니라 가정이나 식당에서 많이 사용되는 인덕션 전기레인지, 그리고 CFRP와 같은 고분자 복합재 성형[1] 등 여러 분야에서 사용되고 있다. 또한, 의학 분야에서 hyperthermia라고 하는 열 치료법에도 적용하여 연구가 활발히 진행되었다.[2-5] 이러한 유도가열 방법을 기존의 신발, 자동차, 항공 산업 등에 적용한다면, 가열 시간을 단축함으로써 더 효율적인 공정이 가능할 것으로 판단된다.

유도가열 방법을 접착 공정에 적용하기 위해선 물체가 전도성이나 자기성을 가져야한다. 일반적으로 접착제는 두 성질 모두 가지고 있지 않기 때문에 자기성을 가진 금속 또는 세라믹과 같은 자성체 분말을 접착제 내에

함침시켜 사용한다. 현재까지 많은 논문에서 Fe, Ni, Co, Cu, Fe₃O₄ 등의 금속 분말이나 세라믹 및 합금의 유도가열 거동에 관한 연구를 진행하였다.[6-11] 연구 결과, 첨가한 자성체 분말들의 크기, 함량, 유도가열기의 출력 조건 및 접착제의 두께를 조정함으로써 발열량을 제어할 수 있었다. 뿐만 아니라, 기존의 오븐 가열을 이용한 공정보다 가열 시간이 훨씬 더 빨랐으며, 높은 효율을 나타내는 결과를 얻었다.

본 연구에서는 70nm, 1 μ m, 70 μ m 크기의 구형 니켈 분말과 1 μ m 크기의 판형, 불규칙형 니켈 분말을 사용하여 분말의 크기, 함량 및 형상에 따른 열가소성 폴리우레탄 접착제 (Thermoplastic polyurethane, TPU)의 유도가열 승온 거동 및 접착 특성을 관찰하였다. 또한, 3겹의 TPU 접착제를 겹쳐서 하나의 필름으로 제작하여 가운데 층에 함침 되어있는 Ni 분말의 함량에 따른 유도가열 발열 거동 및 접착 특성에 대해 연구하였다.

또한, 본 연구에서는 일액형 에폭시 접착제에 70nm 구형 니켈 분말을 함침시켜 피착재의 두께, 분말의 함량에 대해 오븐 가열과 유도가열 방법을 이용하여 발열 특성을 비교하고 접착 특성을 분석하였다.

II. 이론 및 문헌 조사

2.1. 유도가열 발열 메커니즘

유도가열이란 50kHz에서 100MHz 사이의 주파수를 가진 교류 자기장 (Alternative magnetic field) 을 이용한 가열 방법이다. 이 방법을 이용하여 물체를 가열하기 위해선 가열물이 전도성 (Conductivity) 또는 자성 (magnetic property)를 가져야 한다. 하지만, 이러한 성질을 가지지 않는 접착제와 같은 절연체를 가열하기 위해선 교류 자기장에서 열을 발생하는 발열체 (Susceptor)를 첨가해야 한다. 이러한 유도가열에는 2가지의 발열 메커니즘이 존재하는데, 교류 자기장에서 전도성 물체에 유도되는 와전류 (Eddy current)에 의한 발열과, 자성체의 자화 (Magnetization)와 소자 (Demagnetization)의 반복에 의한 히스테리시스 (Hysteresis) 발열이 있다.

Fig. 1와 같이 전도성을 가진 물체에 자기장이 가해질 때, 자속 밀도 (Magnetic flux density)의 변화가 일어나면 그로 인해 유도기전력 (Electromotive force)이 발생하고, 이 유도기전력에 의해서 전류가 유도된다. 이 때, 물체의 표면에 맴돌이 모양의 전류가 유도되는데 이것을 와전류라고 하고, 이 와전류가 흐름으로 인해서 물체의 저항에 의해 발생하는 줄 열을 와전류 손실이라고 부른다. 와전류 손실에 의한 발열량은 아래의 식 (1)와 같이 표기한다. 와전류 손실은 물체의 두께 t , 주파수 f 그리고 자속 밀도 B 의 제곱에 비례한다.

$$P_e = K_e(t \cdot f \cdot B)^2 \quad (1)$$

자성체 내부에 존재하는 원자들은 각각의 자기 모멘트 (magnetic moment)를 가지고 있으며 각자 다른 방향으로 배향되어 있다. 이 때, 자성체가 외부 자기장에 노출될 경우, 원자들은 외부 자기장과 같은 방향으로 배향되려고 하고 같은 방향으로 배향되는 원자들은 일종의 영역을 형성하게 되는데, 이를 자기 영역 (magnetic domain)이라고 한다. 자성체에 주기적으로 방향이 변하는 교류 자기장을 가해주면 Fig. 2와 같이 외부 자기장을 따라 자기 영역들이 자화하여 포화 자화에 이르게 된다. 그다음, 외부 자기장을 제거하여도 잔류 자기가 남게 되는데 이를 제거해주기 위해선 반대 방향의 자기장을 가해주어야 하고 여기서 가해진 자기장의 세기를 보자력 (coercive force)라고 한다. 자성체들은 고유의 히스테리시스 루프와 보자력을 가지며 상자성체 (paramagnetic material)의 경우 루프가 아닌 하나의 곡선으로 나타난다. 자화되는 성질이 강할수록 히스테리시스 루프의 면적과 보자력이 커지며, 이는 곧 히스테리시스 손실로 인한 발열량에 비례한다. 히스테리시스 손실에 의한 발열량은 아래의 식 (2)와 같이 표기하며 주파수 f 와 자속 밀도 B 의 x 승에 비례한다.

$$P_h = K_h \cdot f \cdot B^x \quad 1.5 < x < 2.5 \quad (2)$$

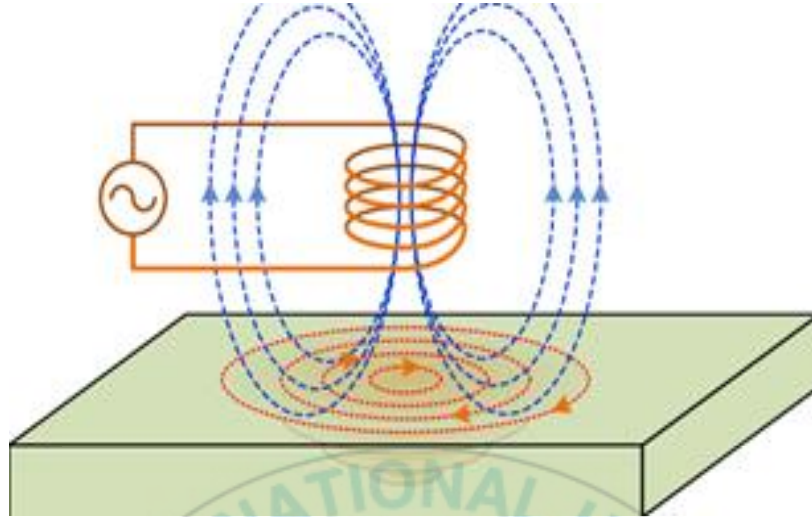


Fig 1. Eddy current induced by alternating magnetic field.

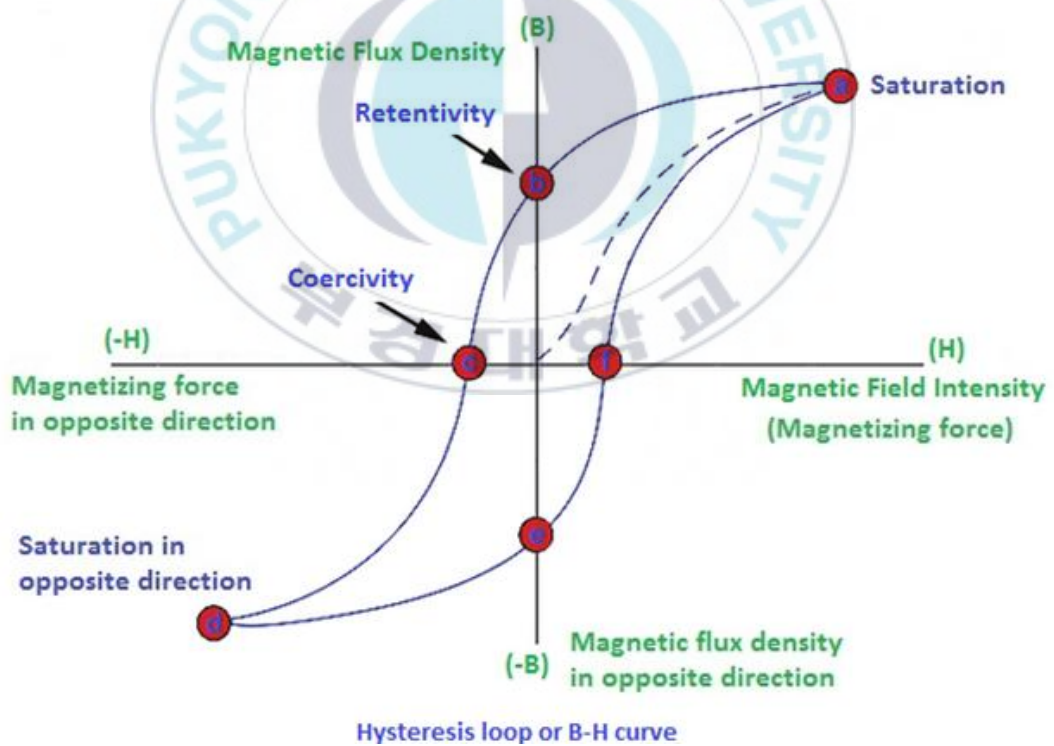


Fig 2. Hysteresis loop model of magnetic material.

20세기까지 유도가열은 금속의 열처리, soldering 및 brazing과 같은 납땜 또는 주조를 위해 금속을 녹이는 용도로 많이 사용되었다. 그러나, 높은 효율성과 선택적이며 국부적인 가열이 가능하다는 장점으로 인하여 의학, 접착 공정 등 다양한 분야에 적용하기 위해서 최근까지 많은 연구가 이루어졌다. Mingxiang Chen은 금속 전극에 carbon nano tube (CNT)를 붙이기 위해 유도가열을 사용하였고[12], Chaoxing Wu는 유도가열을 이용하여 wafer에 single crystal graphene을 성장시키는 연구를 진행하였다.[13] DuckHwan Bae는 Fe, Ni 그리고 Fe_3O_4 분말이 함침된 TPU 필름을 연구하여, 분말의 크기, 함량, 접착제의 두께 및 유도가열기의 출력을 조정하여 발열 특성을 관찰하였다. 연구 결과, 분말의 크기가 커지거나 작아짐에 따라 유도가열 거동이 달라졌으며, 분말의 함량, 접착제의 두께 그리고 유도가열기의 출력이 증가함에 따라 TPU 필름의 초기 승온 속도도 증가하는 경향을 나타내었다.

2.2. Curie Temperature

자성체는 외부 자기장에 의해 자화되는 정도와 방향에 따라 상자성 (paramagnetism), 강자성 (ferromagnetism), 반자성 (diamagnetism), 반강자성 (antiferromagnetism) 그리고 페리자성 (ferrimagnetism)으로 분류된다. 강자성체와 상자성체는 외부 자기장과 같은 방향으로 자화하려는 성질을 가지고 있고, 반자성체와 반강자성체는 외부 자기장과 반대 방향으로 자화되는 성질을 가지고 있다. 페리자성체는 각 이온의 크기가 다른 자기모멘트가 역평행으로 배열하는 성질을 가지지만, 물질 전체로서는 한 방향으로 자화를 나타낸다. 강자성, 반강자성 그리고 페리자성을 띠는 자성체는 자화의 정도가 크기 때문에 유도 가열에 의한 발열이 가능하지만 상자성과 반자성을 띠는 물체의 경우 자화가 약하게 이루어지기 때문에 유도 가열에 의한 발열이 매우 약하다.

이 중에서 강자성을 지닌 강자성체는 고유의 퀴리 온도를 가지고 있다. 퀴리 온도란 강자성체의 온도를 올릴 때 강자성이 사라지며 상자성만을 띠는 상전이 온도를 의미한다. 일반적으로 자발적인 자화를 갖는 강자성체라고 할지라도 일정 온도 이상에서는 스핀의 fluctuation에 의해 상자성을 띠게 된다. 퀴리 온도는 스핀 간의 교환상호작용 (exchange interaction) 에너지 크기에 의해 결정되는데, 퀴리 온도가 높을수록 이 에너지의 크기가 크다고 할 수 있다. 강자성체를 유도 가열 방법으로 가열할 경우, 퀴리 온도에 다다르면 물체가 강자성을 잃어버리고 상자성을 띠기 때문에 발열이 제한되며, 이를 이용하여 강자성체의 발열 거동을 제어할 수 있다.

2.3. Skin effect

Fig. 3와 같이 전도성을 지닌 물체에 교류 전류가 흐르게 되면, 전류의 방향 변화를 억제하는 방향으로 자기장이 생기게 되고 이는 곧 전류를 상쇄시키는 방향으로 다른 전류를 유도한다. 이로 인하여, 물체의 중심부는 전류가 상쇄되어 거의 흐르지 않게 되고, 물체의 표면 가까이에 전류가 몰려서 흐르는 현상이 나타나는데, 이 현상을 표피 효과 (skin effect)라고 한다. 게다가 물체의 표면에서 중심부로 갈수록 흐르는 전류의 밀도가 낮아지는데, 전류의 밀도가 표면에 흐르는 전류 밀도의 37%가 되는 지점을 Reference depth 또는 (Penetration) skin depth라고 한다. 이는 아래의 식 (3)과 같이 표기되는데, 주파수가 증가함에 따라 감소한다. 전도성 물체를 유도가열 할 경우, 물체의 총 발열량 중 약 86%가 skin depth 내에서 발생한다. 또한, 물체의 두께는 최소 skin depth의 4배가 되어야 하며, 그렇지 않을 경우, 전류가 흐르지 않게 된다.

$$\delta = \sqrt{\frac{2}{\omega \mu \sigma}} \quad (3)$$

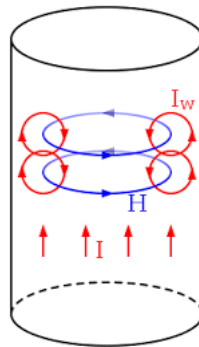


Fig 3. Schematic of skin effect in cylindrical object.

2.4. Failure mode

본 연구에서 접착 특성을 평가하기 위해 사용된 방법은 박리 강도 측정 (peel strength test)와 전단 강도 측정 (shear strength test)이다. 이 두 가지 방법을 사용하여 접착 강도를 측정할 경우 시편은 Fig. 4와 같이 3가지의 형태로 파단이 일어나게 된다. 접착제와 피착재 간의 접착력이 약할 경우 접착제와 피착재의 계면에서 시편의 파단이 일어나는데 이것을 계면 파괴 (adhesion failure)라고 한다. 접착제의 성능에 있어서 이러한 파단 유형이 가장 좋지 않은 유형이다. 접착제에서 파단이 일어나는 것을 접착제 파괴 (cohesion failure)라고 하며, 이 것은 접착제와 피착재 간의 접착력보다 접착제의 응집력이 약하기 때문에 나타나는 현상이다. 마지막으로, 피착재에서 파단이 일어나는 유형을 피착재 파괴 (substrate failure)라고 하며, 이 파단 유형은 접착제/피착재 접착력과 접착제의 응집력이 피착재의 응집력보다 높기 때문에 일어나는 것으로 접착제의 파단 유형에서 가장 좋은 파단 유형이다. 이러한 3가지의 유형과는 실제 시편의 파단 형태에서 계면 파괴와 접착제 파괴가 섞여서 나오는 경우도 종종 발생한다.

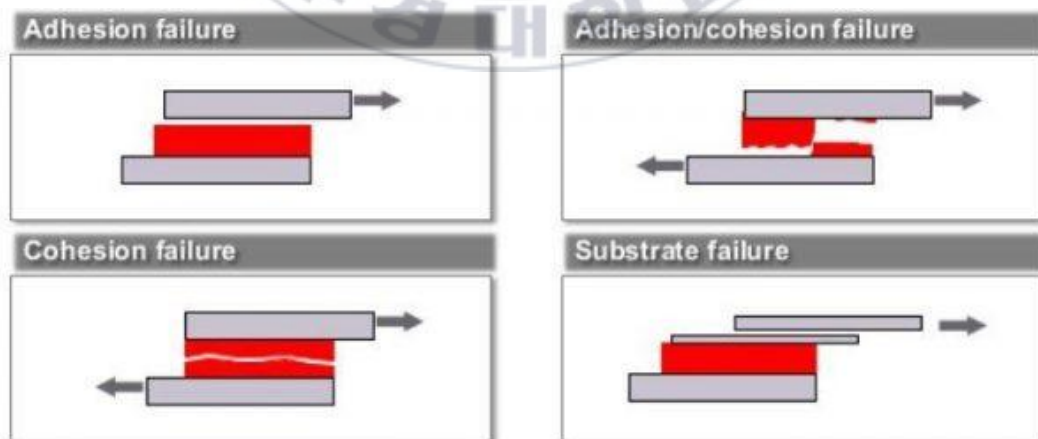


Fig 4. A kind of failure mode of adhesive.

Ⅲ. 실험

3.1. 원료 물질

본 연구에서 사용된 발열체는 70nm, 1 μ m, 70 μ m 크기의 구형 Ni 분말 (Green resource, South Korea)과 1 μ m 크기의 불규칙형, 판형 Ni 분말 (Avention, South Korea)이다.

열가소성 접착제로 Thermoplastic polyurethane (TPU, JW-6, Juwon Tech South Korea)를 사용하였으며, Methyl ethyl ketone (MEK)와 N,N-dimethylamide (DMF)를 용제로 사용하였고, BYK-333을 소포제로 사용하였다. Nitrile butadiene rubber (NBR)를 피착제로 사용하였다.

열경화성 접착제로 일액형 에폭시 구조용 접착제 (D type, Unitech, South Korea)를 사용하였으며, Glass fiber reinforced plastic (GFRP, Korea carbon, South Korea)을 피착제로 사용하였다. NBR과 GFRP 모두 유도가열에 반응하여 열을 발생하지 않기 때문에 Ni 분말이 첨가된 TPU 필름의 유도가열 승온거동을 확인하기 적합한 소재이다.

3.2. 유도가열 용 접착제 제조

3.2.1 TPU 용액 및 접착제 필름 제조

40wt%의 고형분을 갖는 TPU 용액의 제조 방법을 Fig. 5와 같이 나타내었다. 약 200g의 TPU와 MEK/DMF가 4:1의 무게 비율로 혼합된 용액 300g을 반응조에 첨가하여 섞은 후 BYK-333을 소량 첨가하고 약 45℃에서 200RPM으로 5시간 동안 교반하여 TPU 접착제 용액을 제조하였다.

유도가열 용 TPU 접착제 제조를 위해 각 크기 및 형상의 Ni 분말을 TPU 접착제 용액 대비 일정 함량으로 첨가하고 고속교반기로 약 5분간 교반한 후 발생한 거품 제거를 위해 약 10분간 초음파처리를 진행하며 탈포하였다. 교반된 용액을 자동 어플리케이터를 이용하여 필름을 제작하였고, 제작된 필름은 상온에서 하루 동안 건조하여 완성하였다. 제작된 TPU 접착제 필름의 조성을 Table. 1에 나타내었다.

TPU 접착제의 발열층의 밀도에 따른 유도가열 효율을 비교 및 평가하기 위해 50 μ m, 65 μ m, 100 μ m 크기의 raw TPU 접착제와 Ni 분말이 일정량 첨가된 TPU 접착제 필름을 제작하여 Table. 2와 같이 총 두께와 Ni 분말 함량이 각각 200 μ m, 20phr가 되도록 적층하였다.

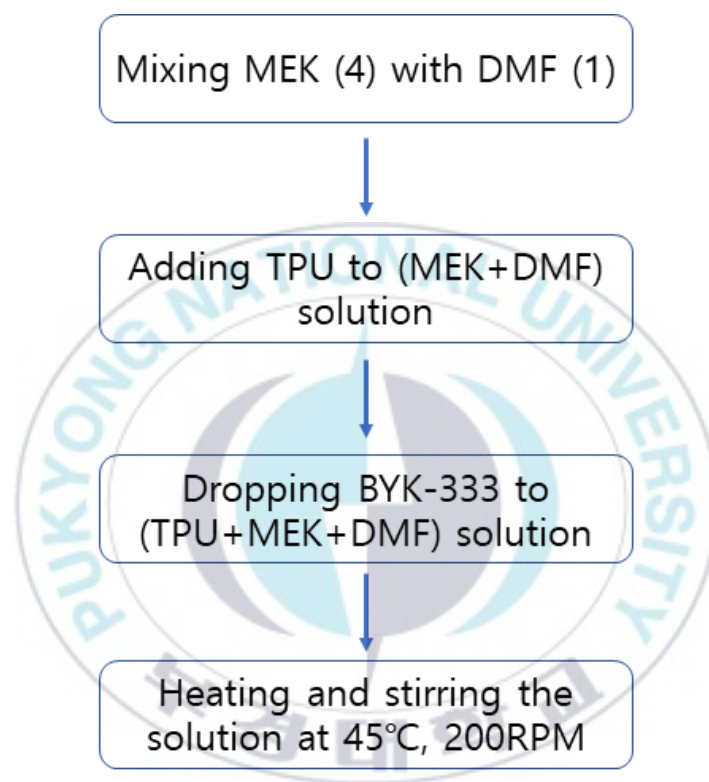


Fig 5. Process on manufacturing TPU adhesive solution.

Table 1. Ingredients of TPU films for induction heating : shape, size, content of susceptor and thickness of film.

Shape	Size	Content (phr)	Thickness of film (μm)
Spherical	1 μm	20	200
Irregular	1 μm	20	200
Flake	1 μm	20	200
Spherical	70 μm	20	200
Spherical	70nm	5	200
Spherical	70nm	10	200
Spherical	70nm	20	200
Spherical	70nm	30	200
Spherical	70nm	30	300
Spherical	70nm	30	400
Spherical	70nm	30	500
Spherical	70nm	40	200
Spherical	70nm	50	200
Spherical	70nm	60	200

Table 2. Components of mono and multi layered TPU film.

Number of layer	Thickness of core layer (μm)	Particle content in core layer (phr)	Total particle content (phr)	Total film thickness (μm)
1	200	20	20	200
3	100	40	20	200
3	65	60	20	200
3	50	80	20	200

3.2.2. 일액형 에폭시 접착제 제조

약 20g의 일액형 에폭시 접착제에 70nm 크기의 구형 Ni 분말을 각각 1.5, 2, 2.5, 3vol.% 만큼 첨가하고, 공자전분산기를 이용하여 5분씩, 약 15분간 교반시켰다. 그다음, 3분간의 탈포 과정을 거쳐 유도가열 용 접착제를 제조하였다.

3.3. 유도가열 거동 및 접착 특성 분석

3.3.1. TPU 필름의 유도가열 승온 거동 및 접착 특성 분석

본 연구에서는 높이와 내경이 각각 45mm, 35mm인 4-turn helical type의 코일을 가진 유도가열기 (Insung Heavy Industry, South Korea)를 사용하였고, 주파수는 730kHz, 최대 출력은 5kW이다. 앞서 제작한 Ni 분말이 첨가된 TPU 필름을 2cm X 10cm 크기로 재단하고, NBR에 길이 2cm, 폭 2mm의 홈을 판 뒤, 유도가열기의 전자기장에 감응하지 않는 광섬유 온도 센서 (FISO TMI-4, Canada)를 삽입하였다. 그 위에 TPU 필름을 위치시키고 홈을 파지 않은 NBR을 덮어 폴리에미드 테이프로 고정하여 온도 측정용 시편을 제작하였다. 제작한 시편을 유도가열 코일 내부의 중앙에 위치시킨 후 실험을 진행하였다. TPU 필름이 접착제로 작용하기 위한 온도인 120℃로 목표 온도를 설정하였고, 이 온도에 도달 하는 시간을 측정하여 발열 효율을 비교하였다. 광섬유 온도 센서를 통해 실시간 온도 변화 및 도달 시간을 측정하였다.

피착제인 NBR을 MEK로 세척 후, primer를 도포하여 표면처리를 하였고, 두 NBR 사이에 TPU 필름을 위치시킨 후 폴리에미드 테이프로 고정하여 접착 강도 측정용 시편을 제작하였다. 위와 같이 유도가열 코일의 내부 중앙에 위치시킨 후 앞서 측정된 120℃ 도달 시간만큼 유도가열을 진행하였다. 유도가열이 끝난 시편은 상온에서 냉각시킨 후, Universal testing machine (UTM)을 이용하여 박리 강도 (Peel strength) 측정 실험을 진행하였다.

3.3.2. 에폭시 접착제의 유도가열 승온 거동 및 접착 특성 분석

GFRP를 1inch x 4inch 크기로 재단하고, 폴리에미드 테이프를 사용하여 길이, 폭, 높이가 각각 25.4mm, 12.7mm, 200 μ m인 접착면을 만들고, Ni 분말이 첨가된 이액형 에폭시 접착제를 접착면에 도포한다. 광섬유 온도 센서를 접착면에 삽입하고, 다른 GFRP로 덮어 폴리에미드테이프로 고정하여 유도가열 측정용 시편을 제작하였다. 그다음, 유도가열 코일의 내부 중앙에 시편을 삽입한 후 실험을 진행하였다. 광섬유 온도센서를 통하여 실시간으로 승온 거동을 측정하였고, 목표 도달 온도인 180℃까지 도달하는 시간을 측정하였다. 그리고, Ni 분말의 유도가열 효율을 비교하기 위해 기존에 사용하던 컨벡션 오븐을 이용하여 동일한 조건에서 시편의 승온 거동을 측정하였다. 온도가 180℃에 도달한 이후 약 7분간 온도를 유지하여 접착 강도 측정용 시편을 제작하였다.

강도 측정용 시편은 ASTM D 5868에 따라 제작되었으며, UTM을 이용하여 13mm/min의 인장 속도로 전단 강도 (Shear strength) 측정 실험을 진행하였다.

IV. 결과 및 고찰

4.1. Ni 분말의 크기 및 형상 분석

본 연구에서 사용된 Ni 분말의 형상 및 크기를 확인하기 위하여 Field emission scanning electron microscopy (FE-SEM, TESCAN)로 분석한 결과, 70nm, 70 μ m 크기의 구형 Ni 분말과 1 μ m 크기의 구형, 불규칙형, 판형 Ni 분말을 Fig. 6와 같이 확인하였다.

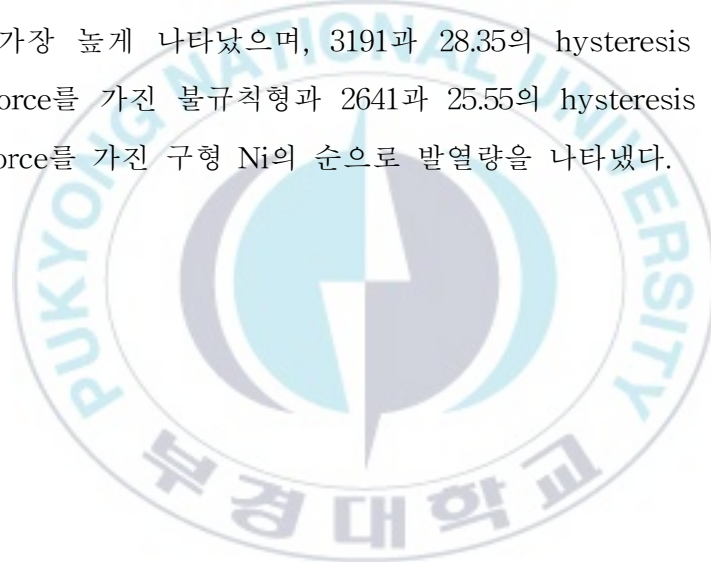
4.2. TPU 필름의 유도가열 승온 거동에 대한 Ni 분말의 영향

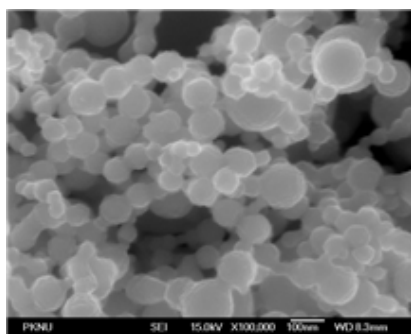
4.2.1. Ni 분말의 형상에 대한 영향

Ni 분말의 형상에 따른 TPU 필름의 120 $^{\circ}$ C 도달 시간을 Table 3.와 같이 나타내었다. 1 μ m 크기의 구형, 불규칙형, 판형의 Ni 분말이 첨가된 TPU 필름의 120 $^{\circ}$ C 도달 시간을 측정한 결과, 65초로 판형 분말 시편이 가장 짧은 시간에 목표 온도에 도달하였으며, 불규칙형 분말이 210초로 두 번째, 구형 분말이 800초로 목표 온도에 도달하는데 가장 긴 시간이 소요되었다.

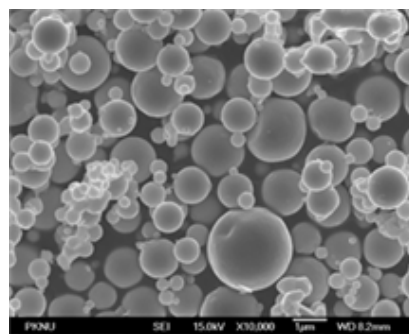
이러한 형상에 따른 발열 거동의 차이는 분말의 hysteresis loop와 coercive force를 통해 그 이유를 알 수 있다. Ni 분말의 형상에 따른 hysteresis loop와 coercive force 측정 결과를 Fig. 7와 Table. 4에 나타냈다. Hysteresis loop area는 magnetic material이 자화 (magnetization)와 소자 (demagnetization)를 반복하면서 그리는 폐곡선으로 이 면적이 넓을 수록 자화가 강하게 일어난다. 그리고, 자계 강도 (magnetic field

intensity)가 0일 때 자화된 물체에 남아있는 residual magnetic flux를 0으로 만드는데 소모되는 자기장의 세기를 coercive force라고 한다. Hysteresis loss는 자성체 내의 magnetic domain이 외부의 교류 자기장에 의해 자화와 소자를 반복할 때 생기는 에너지가 열의 형태로 변환되어 나타난다. Hysteresis loop가 클수록 자화/소자가 발생할 때 더 많은 에너지를 요구하게 된다. 이는 곧 hysteresis loop area의 크기와 hysteresis loss로 인한 발열 정도가 비례하는 것을 나타낸다. 따라서, 약 7422와 40.05로 가장 큰 hysteresis loop area와 coercive force를 나타낸 판형 Ni 분말에서 발열량이 가장 높게 나타났으며, 3191과 28.35의 hysteresis loop area와 coercive force를 가진 불규칙형과 2641과 25.55의 hysteresis loop area와 coercive force를 가진 구형 Ni의 순으로 발열량을 나타냈다.

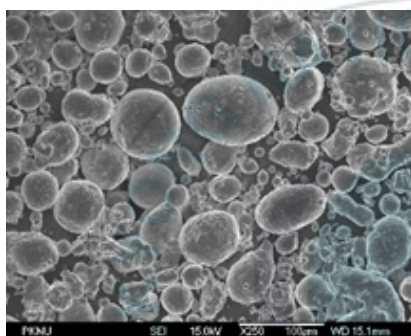




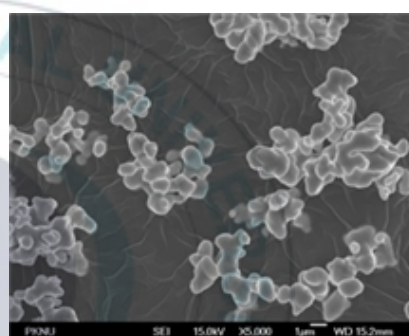
(a)



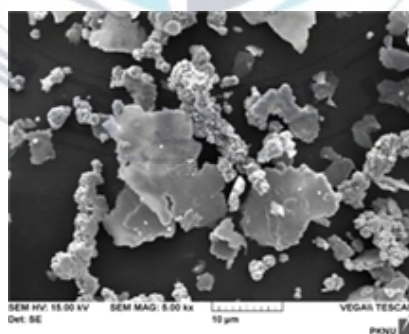
(b)



(c)



(d)



(e)

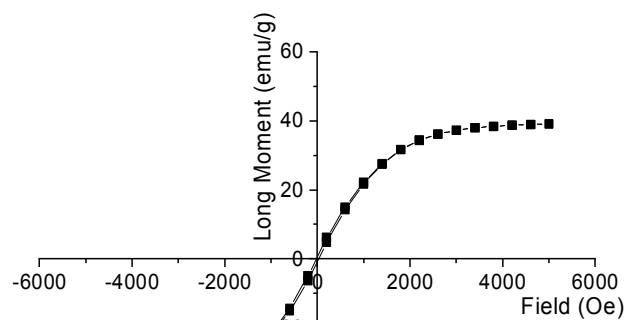
Fig 6. SEM images of Ni particles : (a) 70nm spherical type (b) 1 μ m spherical type (c) 70 μ m spherical type (d) 1 μ m irregular type (e) 1 μ m flake type

Table 3. Heating behavior of TPU film with respect to particle shape through induction heating.

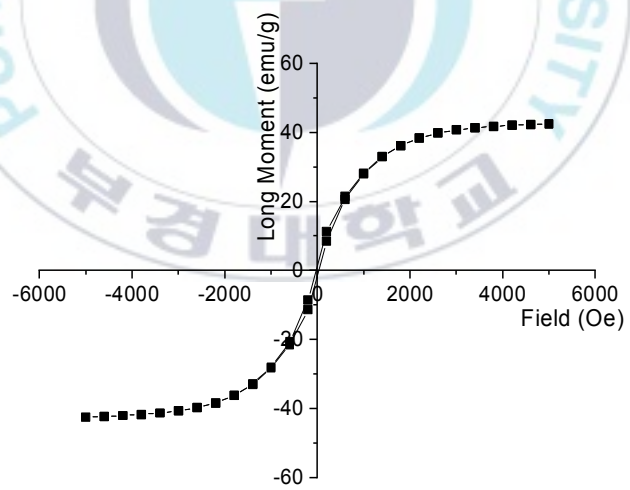
Shape	Spherical	irregular	Flake
Reaching time to 120°C (s)	800	210	65

Table 4. Coercive force and hysteresis loop area of Ni particle.

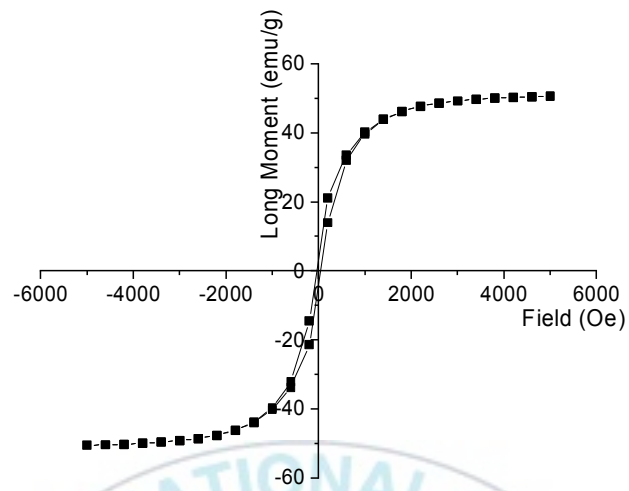
Particle shape	Hysteresis loop area
Irregular	3191
Spherical	2641
Flake	7422



(a)



(b)



(c)

Fig 7. Hysteresis loop of Ni particle : (a) spherical type (b) flake type
(c) irregular type

4.2.2. Ni 분말의 크기 변화에 대한 영향

Ni 분말의 크기에 따른 TPU 필름의 120℃ 도달 시간을 측정하여 Table 5과 같이 나타냈다. 크기가 가장 작은 70nm Ni 분말이 첨가된 시편에서 약 100초로 가장 짧은 시간에 120℃에 도달하였다. 1μm 크기의 분말이 첨가된 시편이 200초, 70μm 크기의 분말이 첨가된 시편에서 900초만에 120℃에 도달하여 분말의 크기가 증가함에 따라 TPU 필름의 발열 정도는 감소하는 것을 확인하였다. 이러한 발열 거동의 차이는 사용된 Ni 분말의 Specific Absorption Rate (SAR) 값을 측정하여 확인 할 수 있다. 자성체는 고유의 skin depth를 갖는데 분말의 크기가 이 보다 작을 경우엔 hysteresis loss에 의한 발열 거동만 나타나기 때문에 hysteresis loop 면적과 coercive force 측정을 통하여 발열 효율을 할 수 있다. 하지만, 분말의 크기가 이 보다 클 경우엔 eddy current loss에 의한 발열만 나타나기 때문에 hysteresis loop를 통해 발열 효율을 예측하긴 어렵다. 따라서, 다른 측정값인 SAR을 이용해야 한다. SAR은 교류 자기장에 의해 가열되는 자성체의 발열량을 측정하는데 사용되는 값으로 아래의 식 (4)와 같이 표기된다.[14,15] C_p 는 물체의 specific heat capacity, $\Delta T/\Delta t$ 는 시간 변화 대한 온도 변화, $m_{particle}$ 은 분말의 질량 분율을 나타낸다. Fig. 8과 Table 6에 분말의 크기에 따른 SAR 값을 나타냈다. 분말의 크기가 증가함에 따라 SAR 값이 감소하였기 때문에 유도가열 발열 거동도 감소한 것으로 판단된다.

$$SAR = C_p \cdot \frac{\Delta T}{\Delta t} \cdot m_{particle} \quad (4)$$

Table 5. Heating behavior of TPU film about particle size through induction heating.

Size	Content (phr)	Thickness (μm)	Reaching time to 120°C (s)
70nm	20	200	100
1 μm			200
70 μm			900

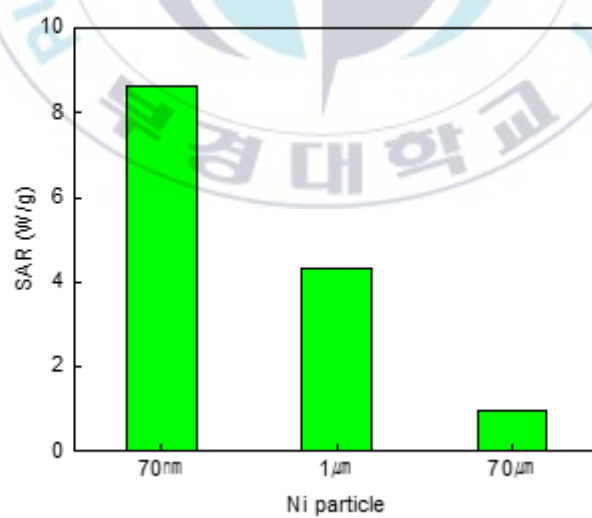


Fig 8. Specific absorption rate of Ni particle with respect to the particle size.

Table 6. Specific absorption rate and ingredients of Ni particle according to the particle size.

Ni particle size	Cp	$\Delta T/\Delta t$	mNi	SAR(W/g)
100nm	0.44	3.93	0.20	8.65
1 μ m	0.44	1.97	0.20	4.32
70 μ m	0.44	0.44	0.20	0.96

4.2.3. Ni 분말의 함량 및 접착제 두께에 대한 영향

TPU 접착제에 첨가된 70nm Ni 분말의 함량을 5phr부터 60phr까지 늘려 나가며 120℃ 도달 시간을 측정하였다. 5phr의 Ni 분말이 첨가된 시편의 경우 120℃에 도달하기까지 약 490초가 소요되며 가장 낮은 발열 거동을 나타냈으며, 60phr의 Ni 분말이 첨가된 시편의 경우 약 24초 정도가 소요되며 가장 높은 발열 거동을 나타냈다. TPU 필름에 첨가된 Ni 분말의 함량이 증가할수록 120℃ 도달 시간은 빨라지는 것을 확인하였다.

TPU 접착제의 두께에 대한 유도가열 발열 거동을 확인하기 위하여, 70 nm Ni 분말 30phr가 첨가된 접착제를 200 μ m, 300 μ m, 400 μ m 그리고 500 μ m의 두께로 캐스팅하고 유도가열 승온 거동을 관찰하였다. 두께의 증가에 비례하여 120℃ 도달 시간이 짧아지는 것을 확인하였다. Ni 분말의 함량 및 접착제의 두께 변화에 따른 TPU 접착제의 유도가열 거동을 Table. 7, 8에 나타냈다.

Table 7. Heating behavior of TPU film on content of particle through induction heating.

Size	Content (phr)	Thickness (μm)	Reaching time to 120°C (s)
70nm	5	200	490
	10		150
	20		100
	30		52
	40		32
	50		28
	60		24

Table 8. Heating behavior of TPU film according to thickness via induction heating.

Size	Content (phr)	Thickness (μm)	Reaching time to 120°C (s)
70nm	30	200	52
		300	48
		400	40
		500	35

4.3. TPU 필름의 유도가열 접착 특성 분석

4.3.1. Ni 분말의 형상 변화에 따른 영향

Ni 분말의 형상 변화에 따른 TPU 접착제의 박리 강도 측정 결과를 Fig. 9와 Table 9에 나타내었다. 구형 분말이 첨가된 시편의 경우 약 3.2kgf/cm의 강도를 나타냈고, 판형은 3.4kgf/cm 그리고, 불규칙형 분말이 첨가된 시편은 약 3.4kgf/cm의 강도를 나타냈다. 또한, 3가지 시편 모두 접착제/피착재 계면에서 파단이 일어났다. 결과적으로 본 연구에서 사용된 Ni 분말의 형상은 TPU 접착제의 접착 강도에 거의 영향을 미치지 않는 것으로 판단된다.

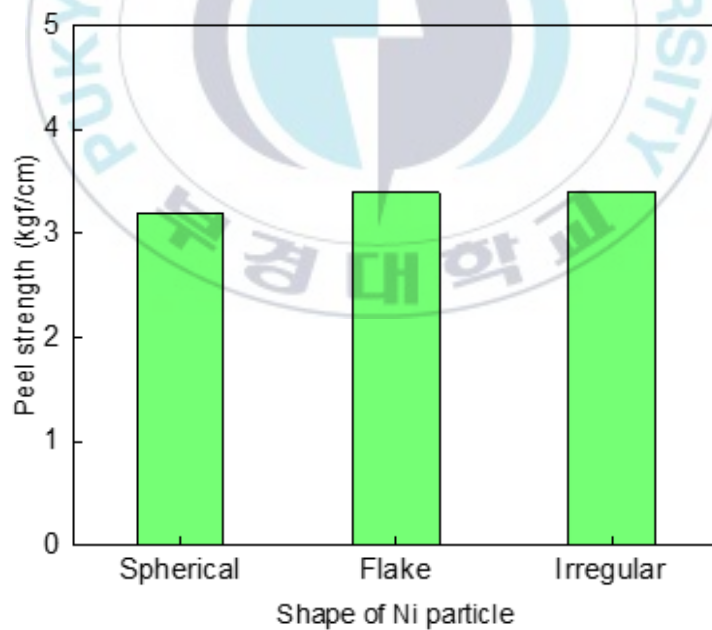


Fig 9. Result of peel test of TPU film with respect to Ni particle shape.

Table 9. Peel strength value and failure mode of TPU film.

Shape	Spherical	Flake	Irregular
Peel strength (kgf/cm)	3.2*	3.4*	3.4*

* : Adhesive failure

4.3.2. Ni 분말의 크기 변화에 따른 영향

Ni 분말의 크기 변화에 따른 TPU 접착제의 접착 특성 분석 결과 70nm Ni 분말이 첨가된 시편에서 약 4.4kgf/cm로 가장 높은 박리 강도가 측정되었으며, 1 μ m 크기의 Ni 분말이 첨가된 시편에선 3.2kgf/cm 그리고 70 μ m 크기의 Ni 분말이 첨가된 시편에선 2.8kgf/cm의 수치로 Ni 분말의 크기가 증가할수록 박리 강도는 감소하는 경향을 나타내었다. 시편의 파단 모형을 박리 강도가 가장 높은 70nm Ni 시편에서 접착제 파단이 일어났으며, 이후 강도가 감소하면서 접착제/피착재 계면 파단이 일어났다. TPU 필름에 첨가된 Ni 분말의 크기가 증가하면서 접착제의 응집력과 접착제/피착재 간의 계면 접착력을 저하시킨 것으로 판단된다. Ni 분말의 크기 변화에 따른 박리 강도 및 파단 유형은 Fig. 10과 Table. 10에 나타냈다.

4.3.3. Ni 분말의 함량 및 접착제 두께 변화에 따른 영향

Ni 분말의 함량 증가에 따른 TPU 접착제 필름의 박리 강도를 측정하였다. 함량이 가장 적은 5phr가 첨가된 시편에서 약 3.7kgf/cm의 값이 측정되었으며, 이후 함량이 증가함에 따라 박리 강도 값도 증가하는 경향을 나타내었다. Ni 분말이 50phr가 첨가된 시편에서 5.4kgf/cm로 가장 높은 값을 나타내었으며, 함량이 더 높은 60phr에선 3.4kgf/cm로 박리 강도 값이 감소하며 측정된 시편 중 가장 낮은 값을 나타내었다. Ni 분말의 함량이 증가함에 따라 박리 강도가 증가하는 경향을 나타내었으며, 50phr 보다 더 많은 양의 분말이 첨가될 경우, 박리 강도 감소하는 것을 관찰하였다. Ni 분말의 함량 증가에 따라 시편의 파단 모형은 접착제/피착재 계면 파단에서 접착제 파단으로 변했다. 이러한 결과를 토대로, TPU 필름에 첨가된 Ni 분말의 함량 증가는 접착제/피착재 간의 계면 접착력과 접착제의 응집력을 증가시키는 보강제 역할을 하였지만, 50phr 이후 너무 많은 함량의 분말이 오히려 접착제의 응집력을 저해시켰다고 판단할 수 있다. Ni 분말의 함량 변화에 따른 TPU 필름의 박리 강도와 파단 유형 변화는 Fig. 11과 Table. 11에 나타냈다.

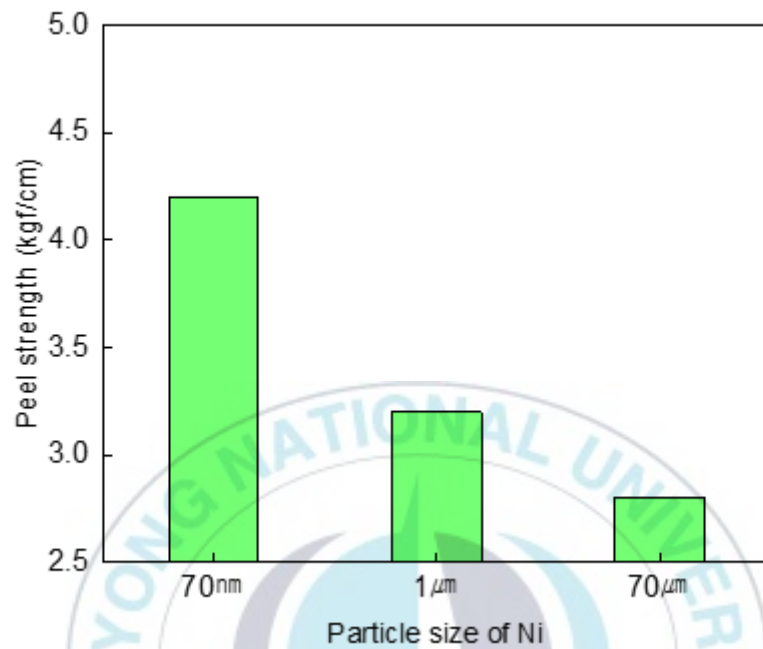


Fig 10. Result of peel test of TPU film in terms of Ni particle size.

Table 10. Result of peel strength and failure mode of TPU film with regard to the Ni size.

Particle size	70nm	1μm	70μm
Peel strength (kgf/cm)	4.2**	3.2*	2.8*

* : Adhesive failure

** : Cohesive failure

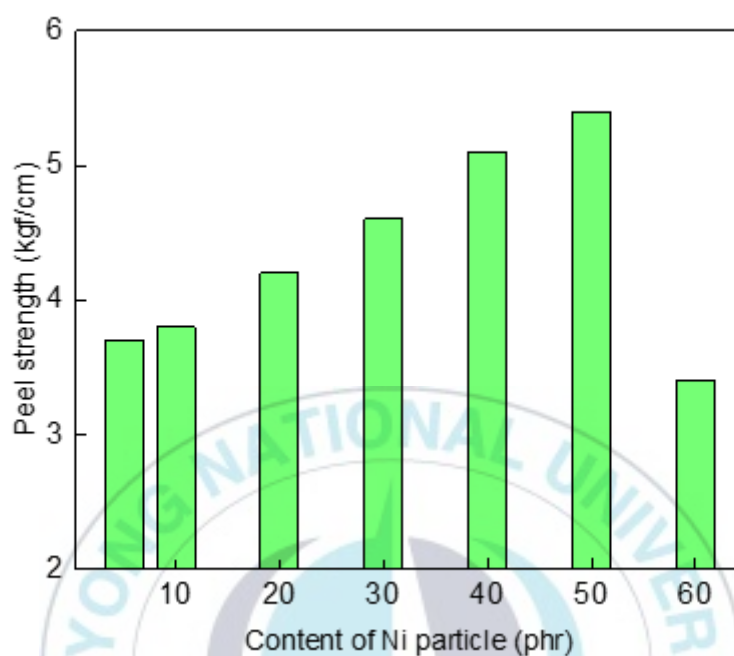


Fig 11. Peel strength of TPU film about Ni particle content.

Table 11. Result of peel strength and failure mode of TPU film according to the Ni content.

Particle content (phr)	5	10	20	30	40	50	60
Peel strength (kgf/cm)	3.7*	3.8*	4.2**	4.6**	5.1**	5.4**	3.4**

* : Adhesive failure

** : Cohesive failure

TPU 접착제 필름의 두께 변화에 따른 박리 강도 및 파단 모형 측정 결과를 Fig. 12와 Table. 12에 나타내었다. 필름의 두께가 200 μm 인 시편에서 약 4.6kgf/cm를 나타냈고, 300 μm 시편에서 약 3.5kgf/cm의 접착 강도를 나타냈다. 그다음으로 필름의 두께가 400 μm , 500 μm 로 증가함에 따라, 박리 강도는 각각 3.4kgf/cm와 2.8kgf/cm를 나타냈다. 시편의 파단 모형은 200 μm 접착제에서 접착제 파단이 관찰되었고, 나머지 시편에서 접착제/피착제 파단이 관찰되었다. 접착제의 두께 증가함으로써 접착제/피착제의 계면 접착력을 저하시키는데 영향을 끼쳤다고 판단할 수 있다. 강도 측정결과, TPU 필름의 두께가 200 μm 에서 500 μm 증가함에 따라 접착 강도는 감소하는 것을 알 수 있다.



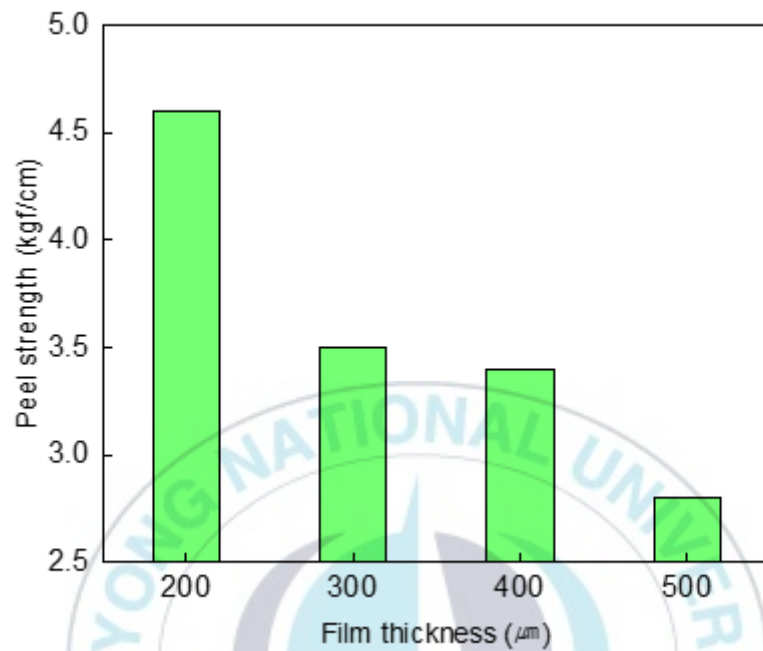


Fig 12. Result of peel test of TPU film with respect to thickness.

Table 12. Peel strength value and failure mod of TPU film in terms of film thickness.

Film thickness (μm)	200	300	400	500
Peel strength (kgf/cm)	4.6**	3.5*	3.4*	2.8*

* : Adhesive failure

** : Cohesive failure

4.4. 다중 층 TPU 필름의 발열 층 밀도 변화에 따른 유도 가열 거동

TPU 필름의 발열 층 밀도 변화에 따른 140℃ 도달 시간 및 250초 동안 가열 시 도달한 온도를 측정하였다. 80phr의 함량이 첨가된 발열층을 가진 시편은 250초 가열 시 약 254℃에 도달 및 140℃ 도달 시간이 약 51초로 가장 높은 발열 거동을 나타냈으며, 발열층의 두께가 증가하면서 Ni 분말의 함량이 감소함에 따라, 250초 동안의 유도 가열 후 최대 도달 온도가 감소하였고, 140℃에 도달하는데 더 오랜 시간이 걸렸다. 측정된 TPU 필름의 승온 거동은 Fig. 13에 나타났다.

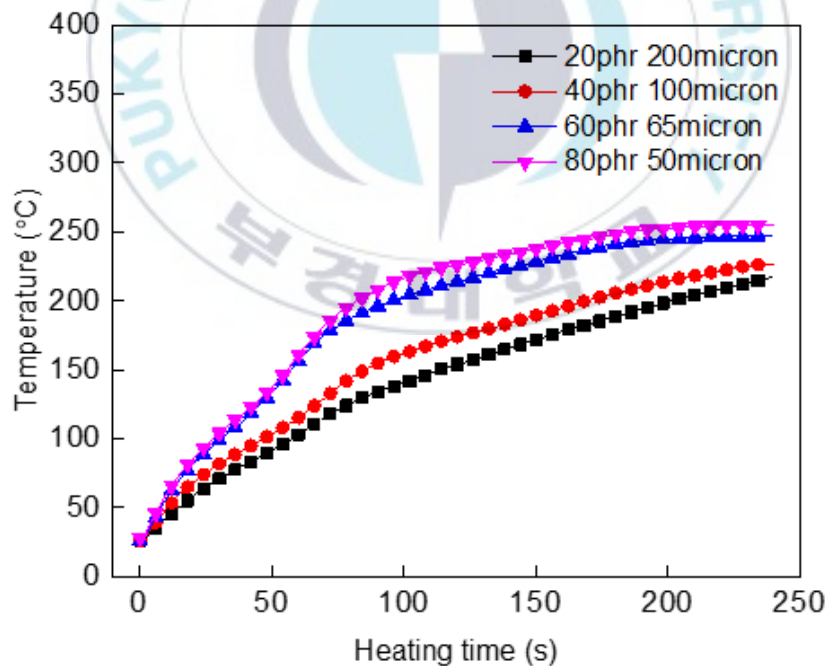


Fig 13. Heating behavior of mono and multi layer TPU films.

4.5. 다중 층 TPU 필름의 발열 층 밀도에 따른 접착 강도 분석

단일 층 및 다중 층 TPU 필름의 접착 강도를 측정하여 Fig. 14에 그래프로 표현하였다. 단일 층의 TPU 필름은 약 10.08kgf/cm의 접착 강도를 나타냈으며, 40phr의 Ni 분말이 첨가된 발열 층을 갖는 시편은 10.73kgf/cm, 60phr의 Ni 분말이 첨가된 발열 층을 갖는 시편은 약 10.7kgf/cm의 접착 강도를 나타냈고, 발열층의 밀도가 가장 높은 80phr의 Ni 분말을 갖는 발열 층을 가진 시편은 11.62kgf/cm의 접착 강도를 나타내었다. 즉, 발열 층의 감소하면서 그 안에 첨가되어있는 Ni 분말의 함량이 증가함에 따라 TPU 필름의 접착 강도 또한 증가하는 경향을 나타내었다. Fig. 15에 접착 강도를 측정한 NBR 시편의 파단면을 나타냈다. 육안으로 관찰했을 때, 단일 층의 TPU 필름이 접착된 시편에선 접착제에서 파단이 발생하는 cohesive failure mode가 관찰되었으나, 다중 층의 TPU 필름이 접착된 시편은 발열 층의 두께와 관계없이 모두 기재에서 파단이 일어나는 substrate failure mode가 관찰되었다. 자세한 분석을 위해 Fig. 16와 같이 시험이 끝난 시편의 파단면의 SEM 촬영을 진행한 결과, 표면에 여러 균일이 나타나 있었으며, 상당수의 기공이 관찰되었다. 또한, Fig. 17와 같이 촬영된 파단면의 IR 분석 결과, 이는 NBR 고무의 peak와 일치하였고, 이러한 결과들을 바탕으로 다중 층의 TPU 필름이 접착된 시편은 NBR에서 파단이 발생한 substrate failure mode인 것을 다시 한번 확인하였다. 따라서, 단 층의 필름보다 다중 층으로 필름을 제작하고, 발열층의 밀도를 증가시키는 것이 접착제의 응집력을 증가시킨다고 판단할 수 있다.

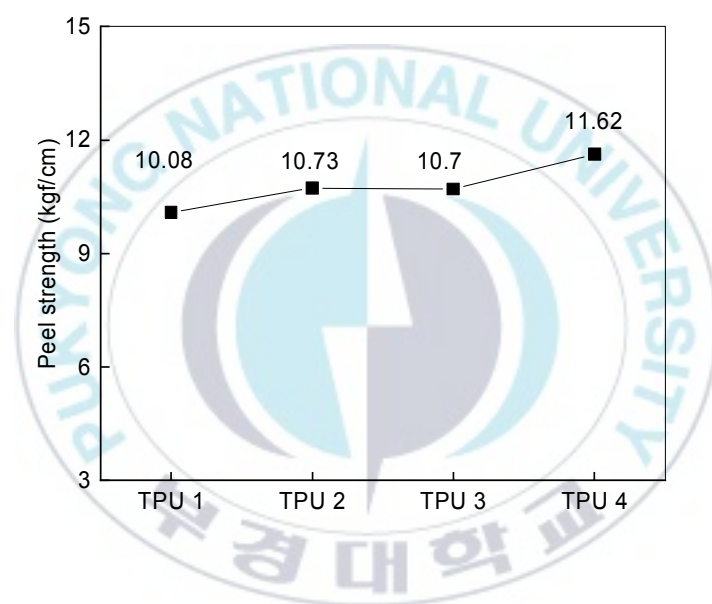


Fig 14. Peel strength of mono and multi layered TPU film.

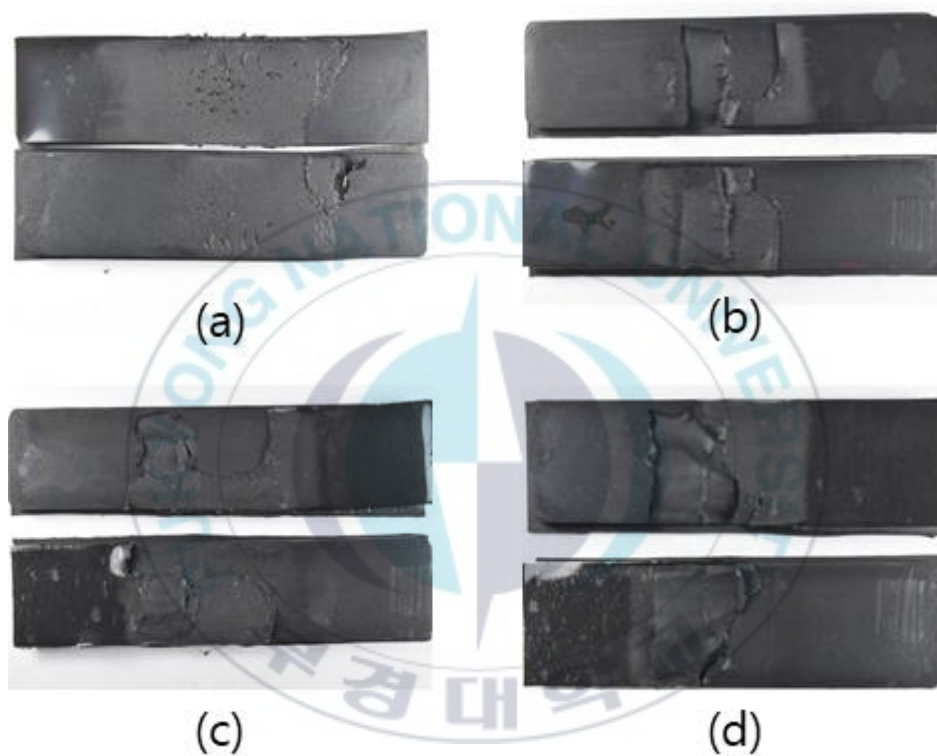


Fig 15. Images of fracture plane of mono and multi layer TPU film after peel test : (a) mono layer film, 20phr (b) 100 μ m core layer, 40phr (c) 65 μ m core layer, 60phr (d) 50 μ m core layer, 80phr.

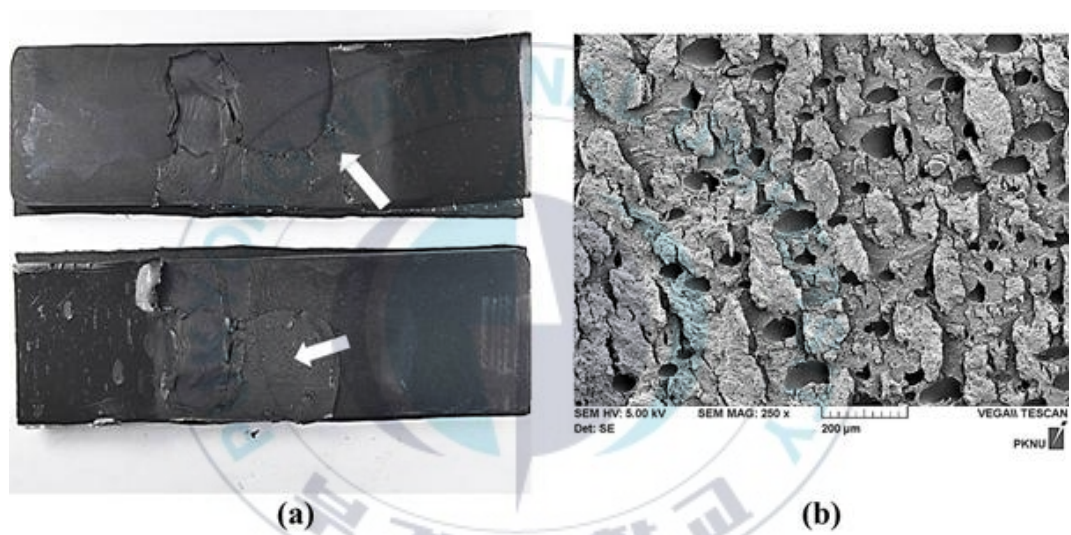


Fig 16. Analysis of NBR surface (a, white arrow) after peel test and enlarged SEM image (b).

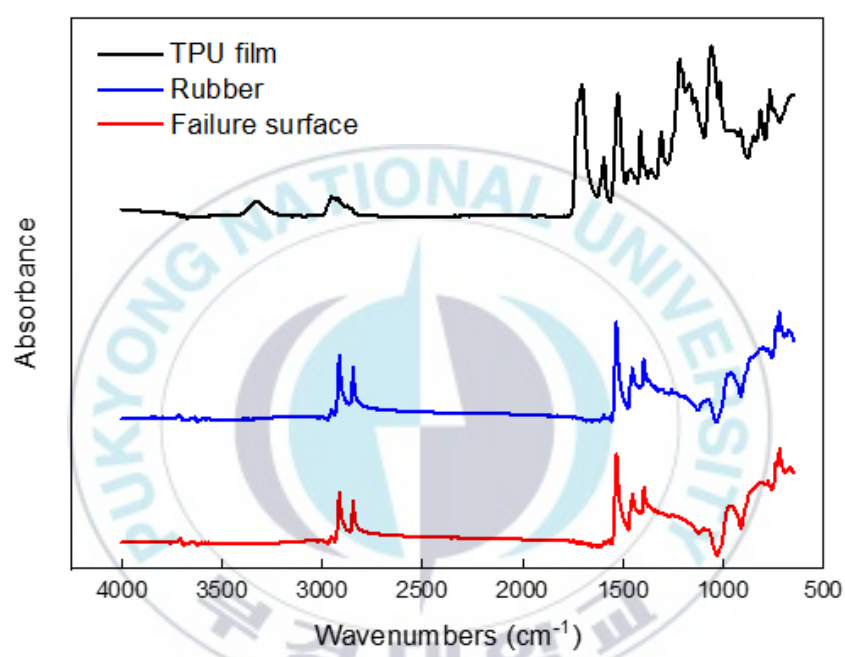


Fig 17. Result of IR analysis of raw TPU film, Rubber and failure surface.

4.6. Ni 분말이 첨가된 일액형 에폭시 접착제의 유도가열 거동 분석

4.6.1. Ni 분말의 함량 변화에 따른 일액형 접착제의 유도가열 특성

70nm Ni 분말이 함침된 열 경화형의 일액형 에폭시 접착제의 180℃ 도달 및 7분간의 유지 거동 측정이 진행되었다. 가장 낮은 함량인 1.0vol.%의 Ni 분말이 함침된 시편의 경우 약 10분 간의 가열에도 목표 온도인 180℃에 도달하지 못 하였으며, 1.5vol.%의 Ni 분말이 함침된 시편의 경우, 목표 온도에 도달하기까지 약 4분 15초가 소요되었고, 2.0vol.%의 분말이 첨가된 시편은 약 2분 23초가 소요되었다. 또한, 2.5vol.%의 분말이 함침된 시편의 경우, 목표 온도에 도달하기 까지 약 1분 27초가 소요되었으며, 가장 높은 함량인 3.0vol.%의 분말이 함침된 시편의 경우 약 1분 3초가 소요되었다. 함침된 Ni 분말의 함량이 증가함에 따라 목표 온도 도달 시간은 약 4분 15초에서 1분 3초로 감소하는 경향을 나타내었다. Fig. 18와 Table 9에 일액형 에폭시 접착제의 Ni 분말 함량에 따른 유도가열 특성을 나타내었다.

4.6.2. 피착제의 두께 변화에 따른 유도가열 특성

피착제의 두께 변화에 대한 유도가열의 특성을 분석하기 위해 접착제 경화 공정에서 일반적으로 사용되는 오븐가열 방법 이용 시, 피착제의 두께 변화에 따른 목표 온도 (180℃) 도달 시간을 Fig. 19와 같이 나타내었다. 오븐 가열의 경우 피착제의 두께가 3t에서 6t, 9t까지 증가함에 따라 도달 시간은 10분 30초, 22분 6초, 30분 42초로 증가하며, 그 시간 차이가 약 8분에서 12분으로 나타났다. 반면에 유도가열의 경우, Fig. 20에 나타난 것

과 같이 피착재의 두께가 증가함에 따라, 목표 온도 도달 시간이 2분 23초, 3분 35초, 4분 1초로 약 30초에서 70초 정도의 차이를 나타내었다. 결과적으로, 유도가열 방법은 오븐가열 방법과 비교했을 시 피착재의 두께 변화에 크게 영향을 받지 않는다고 판단할 수 있다. 피착재의 두께 변화에 대하여 측정된 목표 온도 도달 시간을 비교하여 Fig. 21와 Table. 10에 나타내었다.

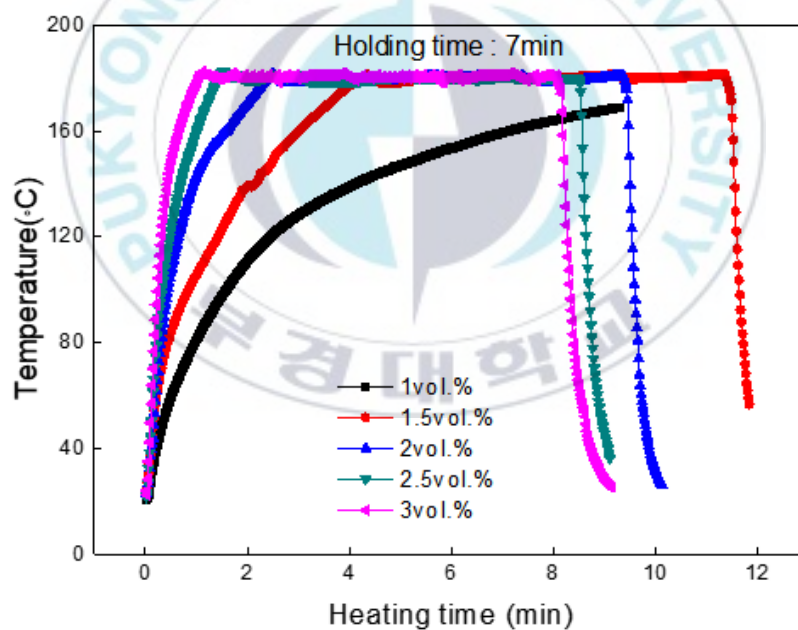


Fig 18. Temperature plot of epoxy adhesive with Ni particle heated by induction heating.

Table 13. Reaching time to 180°C on contents of Ni particle of epoxy adhesive.

Specimens	1.0vol.%	1.5vol.%	2.0vol.%	2.5vol.%	3.0vol.%
Reaching time to 180°C	X	4min 15s	2min 23	1min 27s	1min 3s

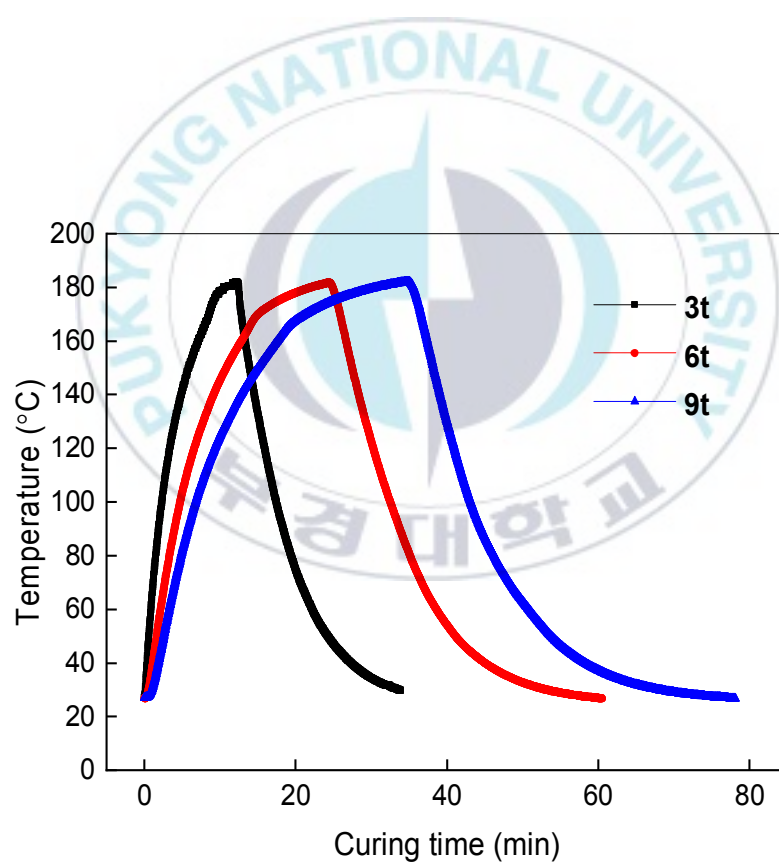


Fig 19. Temperature plot of raw epoxy adhesive in terms of thickness of substrate heated by convection oven.

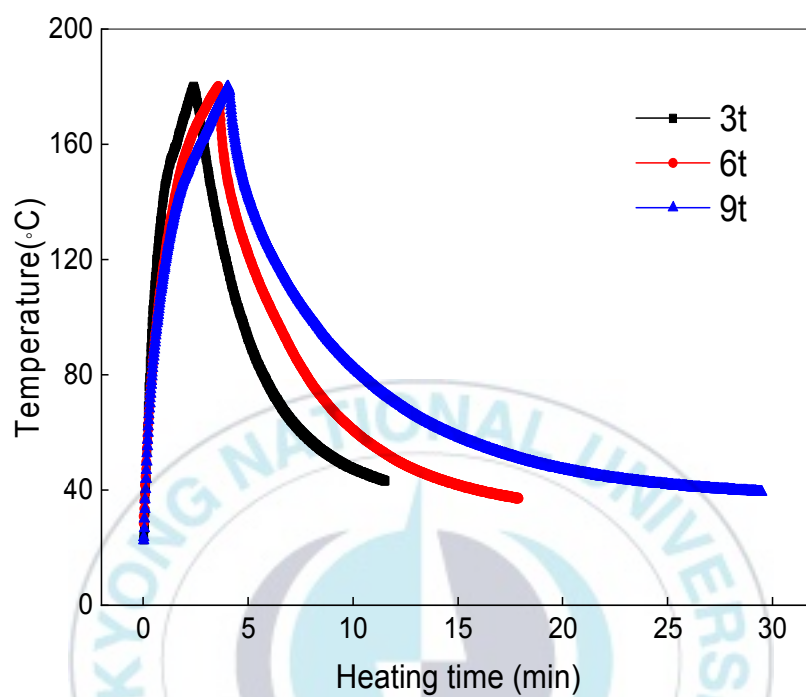


Fig 20. Temperature plot of epoxy adhesive with respect to thickness of substrate heated by induction heating.

Table 14. Reaching time to 180°C of epoxy adhesive on thickness of substrate.

thickness of substrate	3t	6t	9t
Oven heating	10min 30s	22min 6s	30min 42s
Induction heating	2min 23s	3min 35s	4min 01s

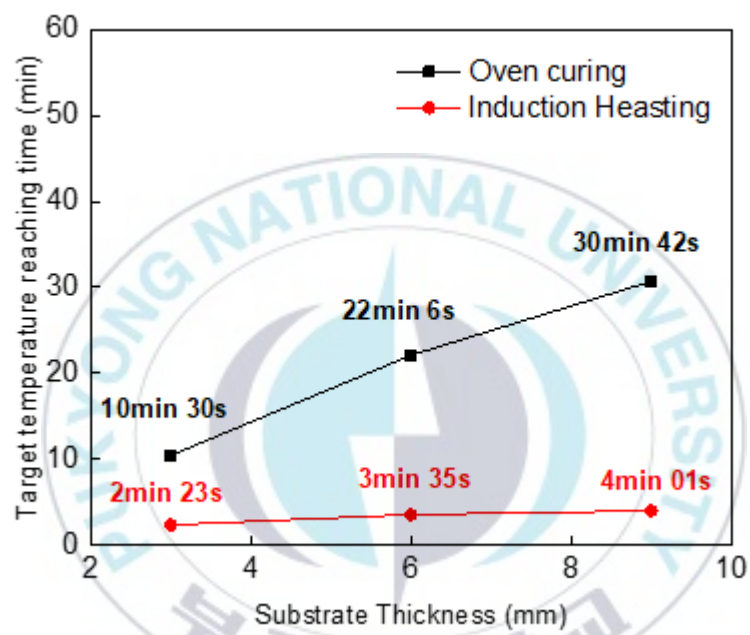


Fig 21. Comparison of reaching time to 180°C of Oven curing and Induction heating on thickness.

4.7. Ni 분말이 첨가된 에폭시 접착제의 가열 방법에 따른 접착 특성

오븐가열 방법과 유도가열 방법을 이용하여 접착한 시편의 접착 강도를 측정하였다. (Fig. 22, 23) 오븐 가열 시편의 접착 강도 측정 결과, Ni 분말을 첨가하지 않은 raw adhesive 시편은 약 147.5kgf/cm^2 의 접착 강도를 나타냈으며, 1.5vol.%의 Ni 분말이 첨가된 접착제는 약 146.2kgf/cm^2 의 접착 강도를 나타냈다. 그리고, 오븐 가열 시편에서 Ni 함량이 가장 많은 2vol.% 시편의 경우 약 136.7kgf/cm^2 의 접착 강도를 나타냈으며, 결과적으로 오븐 가열 시편의 경우 접착제 내의 Ni 분말의 함량이 증가할수록 접착 강도는 감소하는 경향을 나타내었다. 유도가열 방법을 이용해 경화된 1.5vol.% ~ 3.0vol.%의 Ni 분말이 첨가된 에폭시 접착제의 접착 강도 측정 결과, 분말의 함량이 가장 낮은 1.5vol.% 시편에서 약 120.1kgf/cm^2 의 접착 강도가 측정되었으며, 2.0vol.%의 분말이 첨가된 시편의 경우 134.9kgf/cm^2 의 접착 강도를 나타냈다. 2.5vol.%와 3vol.%의 Ni 분말이 첨가된 시편의 경우 각각 120.1kgf/cm^2 와 106.1kgf/cm^2 의 접착 강도를 나타내었다. 오븐가열 및 유도가열 시편의 접착 강도 측정 결과, 오븐 가열의 경우 분말의 함량이 증가할수록 접착 강도는 감소하는 경향을 나타내었으며, 유도가열 시편의 경우 분말의 함량이 2vol.%인 지점에서 가장 높은 강도를 나타내며 이후 분말의 함량이 증가할수록 접착 강도는 감소하였다. Raw adhesive 오븐가열 시편과 2vol.%의 Ni 분말이 첨가된 유도가열 시편의 접착 강도를 비교하여 Fig. 24와 같이 나타냈다. 피착재의 두께가 3t 이상으로 증가할 경우, 오븐 가열에 비하여 월등히 짧은 경화 시간으로 상당한 수준의 접착 강도를 나타낼 것으로 판단된다.

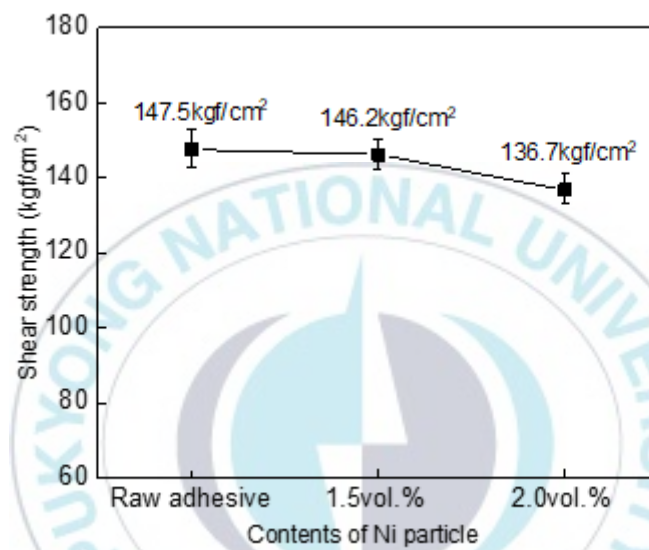


Fig 22. Result on single lap shear test of adhesive with Ni particle and raw adhesive heated by convection oven.

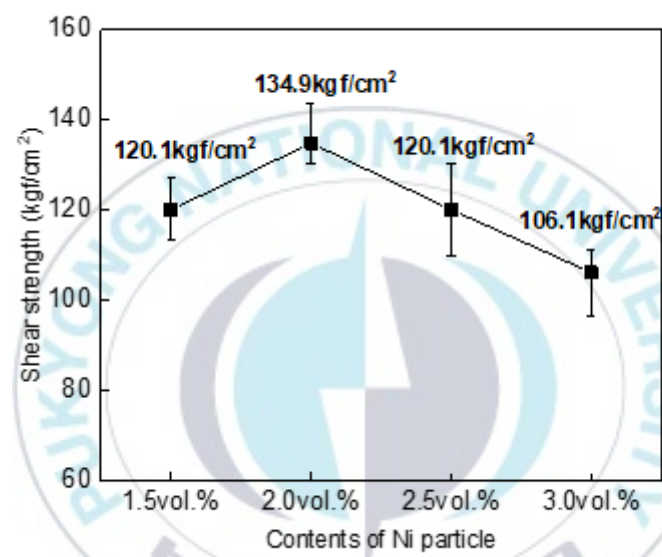


Fig 23. Result on single lap shear test of adhesive with Ni particle heated by Induction heating.

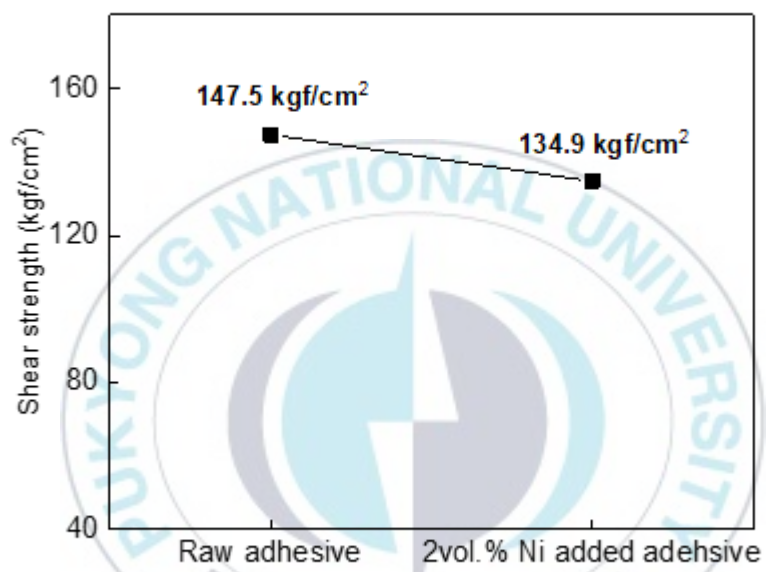


Fig 24. Comparison of shear strength of Raw adhesive (oven curing) and 2vol.% of Ni added adhesive (induction curing).

V. 결론

신발, 자동차 및 항공 산업 분야에서 기존의 convection oven 가열 방식을 대체하기 위하여 유도가열 방법을 도입하고 이를 적용하기 위한 연구를 진행하였다. TPU 및 일액형 에폭시 접착제에 유도가열에 감응하여 열을 발생시키는 자성체 중 하나로 Ni 분말을 첨가하고 분말의 형상, 함량, 두께 및 접착제 필름의 두께와 발열 층의 밀도 등에 따른 유도가열 승온 거동 및 접착 특성을 연구하였다.

◇ TPU 필름에 첨가된 Ni 분말의 형상, 크기, 함량 및 필름의 두께 변화에 대한 유도가열 승온 거동과 접착 특성을 연구하였다. 구형, 판형, 불규칙형의 분말 중에서 판형 분말이 첨가된 TPU 필름이 가장 빠른 승온 거동을 보였으며, 크기가 가장 작은 70nm의 Ni 분말이 첨가된 시편에서 가장 빠른 승온 거동을 나타냈다. 또한, 분말의 함량과 두께가 증가함에 따라 필름의 승온 속도 또한 증가하였다. 접착 강도의 경우, 분말의 형상에 의한 강도 차이는 미미하였으며, 크기가 가장 작은 70nm의 Ni 분말이 첨가된 시편에서 가장 높은 접착 강도가 측정되었다. 접착제 함량이 증가할수록 접착 강도도 증가하였으나, 50phr 이후 접착 강도가 급격히 감소하였다. 접착제의 두께가 증가함에 따라 필름의 접착 강도는 감소하는 경향을 나타내었다.

◇ 단일 층으로 이루어진 TPU 필름과 다중 층으로 이루어진 TPU 필름의 발열 층의 밀도 변화에 따른 유도가열 승온 거동 및 접착 특성을 연구하였다. 단일 층의 TPU 필름에 비해 다중 층의 TPU 필름의 승온 속도가 더 빨랐으며, 발열 층의 밀도가 가장 높은 80phr를 가진 시편에서

가장 높은 승온 속도를 나타냈으며, 측정된 접착 강도 값 또한 가장 높게 측정되었다. SEM, IR 분석 결과, 다중 층의 TPU 필름으로 접착된 시편들은 substrate failure를 나타내는 것이 확인되었다. 따라서, TPU 필름을 다중 층으로 제작하고 발열층의 밀도를 높이는 것이 가열 속도 및 접착 강도 측면에서 단 층으로 제작했을 때보다 더 유리하다고 판단할 수 있다.

- ◇ GFRP를 피착재로 사용하여 일액형 에폭시 접착제에 첨가된 Ni 분말의 유도가열 및 접착 특성을 연구하였다. 피착재의 두께가 증가함에 따라 목표 온도 도달 시간이 큰 편차로 증가한 오븐 가열과는 다르게 유도가열의 경우, 두께 변화에 대한 영향이 크지 않았다. 유도가열로 경화를 진행한 시편의 접착 강도 측정결과, Raw 접착제와 비슷한 수준의 강도를 나타내었다. 따라서, 두께가 3t 이상인 피착재에 적용할 경우 오븐 가열에 비해 월등히 짧은 가열 시간을 가지면서 상당한 수준의 접착 강도를 나타낼 수 있을 것으로 판단된다.

참고문헌

- [1] O. Schieler, U. Beier. "Induction Welding of Hybrid Thermoplastic thermoset Composite Parts." KMUTNB Int J Appl Sci Technol 9 (2016): 27-36.
- [2] E.L. Verde, G. T. Landi, M. S. Carrião, A. L. Drummond, J. A. Gomes, E. D. Vieira, M. H. Sousa, A. F. Bakuzis. Field dependent transition to the non-linear regime in magnetic hyperthermia experiments : Comparison between maghemite, copper, zinc, nickel and cobalt ferrite nanoparticles of similar sizes. n.p.: AIP Advances, 2012.
- [3] A. JORDAN, P. WUST, H. FÄHLING, W. JOHN, A. HINZ, R. FELIX. "Inductive heating of ferrimagnetic particles and magnetic fluids: Physical evaluation of their potential for hyperthermia." Int J. Hyperthermia 25 (2009): 499-511.
- [4] S. Ruta, R. Chantrell, O. Hovorka. Unified model of hyperthermia via hysteresis heating in systems of interacting magnetic nanoparticles. n.p.: SCIENTIFIC REPORTS, 2015.
- [5] S. Bae, S. Lee, A. Hirukawa, Y.i Takemura, Y. Jo, S. Lee. "AC Magnetic- Field-Induced Heating and Physical Properties of Ferrite Nanoparticles for a Hyperthermia Agent in Medicine." IEEE TRANSACTION ON NANOTECHNOLOGY 8 (n.d.): 86-94.
- [6] D. Bae, P. Shin, S. Kwak, M. Moon, M. Shon, S. Oh, G. Kim. "Heating behavior of ferromagnetic Fe particle-embedded thermoplastic polyurethane adhesive film by induction heating." Journal of Industrial and Engineering chemistry 30 (2015): 92-97.
- [7] W. Suwanwatana, S. Yarlagadda, J. W. Gillerspie Jr. "Influence of

particle size on hysteresis heating behavior of nickel particulate polymer films." *Composites Science and Technology* 66 (2006): 2825–2836.

[8] D. Bae, M. Shon, S. Oh, G. Kim. "Study on the Heating Behavior of Fe₃O₄-Embedded Thermoplastic Polyurethane Adhesive Film via Induction heating." *BULLETIN of The KOREAN CHEMICAL SOCIETY* 37 (2016): 1211–1218.

[9] D. Bae, M. Moon, M. Shon, S. Oh, G. Kim, D. Yun. Study on the Heating Behavior of Ni-Embedded Thermoplastic Polyurethane Adhesive Film via Induction heating. n.p.: *The Journal of Adhesion*, 2016.

[10] K. J. Miller, K. N. Cllier, H. B. Soll-Morris, Raja Swaminathan, M. E. Mchenry. Induction heating of FeCo nanoparticles for rapid rf curing of epoxy composites. n.p.: *Journal of Applied Physics*, 2009.

[11] A. Younes, N. Dilmi, M. Khorchef, A. Bouamer, N-E. Bacha, M. Zergoug. Structural and magnetic properties of FeCuNi nanostructured produced by mechanical alloying. n.p.: *Applied Surface Science*, 2017.

[12] M. Chen, X. Song, Q. Lv, Z. Gan, S. Liu. "Bonding of carbon nanotubes onto microelectrodes by localized induction heating." *Sensors and Actuators A: Physical* 170 (2011): 202–206.

[13] C. Wu, W. Chen, C. P. Veeramalai, P. C. Ooi, T. Guo. Electromagnetic induction heating for single crystal graphene growth: morphology control by rapid heating and quenching. n.p.: *SCIENTIFIC REPORTS*, 2015.

[14] M. E. Cano, A. Barrera, J. C. Estrada, A. Hernandez, T. Cordova. An induction heater device for studies of magnetic hyperthermia and specific absorption ratio measurements. n.p.: *American Institute of*

Physics, 2011.

[15] A. Hervault, N. T. K. Thanh. "Magnetic nanoparticle-based therapeutic agents for thermo-chemotherapy treatment of cancer."

ROYAL SOCIETY OF CHEMISTRY 6 (2014): 11553-11573.

