

[논문] - 비파괴검사학회지
*Journal of the Korean Society
 for Nondestructive Testing*
 Vol. 23, No. 5 (2003. 10)

열경화성 수지 복합재료의 유전 경화 모니터링

Dielectric Cure Monitoring of Thermosetting Matrix Composites

김형근^{*†}, 이대길^{**}

Hyoung Geun Kim^{*†} and Dai Gil Lee^{**}

초 록 열경화성 수지 복합재료의 제조과정에서 제품의 품질과 생산성 향상에 필수적인 경화 모니터링 기술을 개발하였다. 경화도를 분석하기 위해, 동일한 경화조건에서 유전기법에 의한 소산계수 측정결과와 시차 주사 열분석 방법에 의한 발열량 계측 결과를 비교하였으며, 계측 감도의 향상을 위해 센서부분과 계측선의 영향을 적절히 분리하는 방법을 사용하였다. 유리섬유/폴리에스터 복합재료와 유리섬유/에폭시 복합재료에 대하여 경화과정에서의 경화도 분석을 위한 새로운 경화 모니터링 방법으로 소산계수와 온도를 동시에 고려하였다. 이 때, 소산계수의 변화 경향은 수지 점도의 변화 양상과 비교하여 분석하였다. 개발된 경화 모니터링 방법은 다양한 종류의 열경화성 복합재료 경화 모니터링에 사용될 수 있다.

주요용어: 경화 모니터링, 유전, 경화도, 소산계수

Abstract Cure monitoring can be used to improve the quality and productivity of thermosetting resin matrix composite products during their manufacturing process. In this work, the sensitivity of dielectrometry was improved by adequate separation the effects of sensor and externals on the measured signal. A new algorithm to obtain the degree of cure during dielectric cure monitoring of glass/polyester and glass/epoxy composites was developed by employing a function of both temperature and dissipation factor, in which five cure monitoring parameters were used to calculate the degree of cure. The decreasing pattern of dissipation factor was compared with the relationships between the degree of cure and the resin viscosity. The developed algorithm might be employed for the in situ cure monitoring of thermosetting resin composites.

Keywords: in situ cure monitoring, dielectrometry, degree of cure, dissipation factor

1. 개 요

열경화성 수지 복합재료가 지니는 높은 비강도 및 비강성의 특징 때문에 운송 및 군사적 용도의 적용분야가 한층 넓어지고 있다[1]. 복합재 구조물의 품질과 생산성은 제작공정과 밀접한 관련이 있는데, 성형공정 중에 발생하는 급속한 경화반응과

관련된 충간분리 등의 결함, 또는 충분히 경화되지 않은 상태에서의 국부적인 물성 감소는 복합재료 구조물의 성능을 심각하게 저하시키는 원인이 된다. 따라서, 경화 과정의 모니터링은 공정의 제어를 위해 필수적인 기술이며, 제작중인 복합재료의 온도와 압력은 경화 모니터링으로부터 얻은 정보로부터 제어될 수 있다. 그러나, 열경화성 수지의 성형 중

(접수일: 2003. 8. 16, 심사완료일: 2003. 9. 8) * 국방과학연구소 기술-44, ** 한국과학기술원 기계공학과,

† Corresponding author: Key Technology Research Center, Agency for Defense Development, Daejeon 305-600
 (E-mail: sylver88@hanmail.net)

에는 다양한 화학적, 물리적, 열적 변화를 수반하므로 이의 경화상태를 정확히 파악하는 것은 매우 어려운 방법이다[2].

현재까지 여러 연구진들에 의해서 유전 성질을 이용한 열경화성 수지 복합재료의 경화 모니터링이 진행되어 왔다. Yilmaz[3] 등에 의해 유전성질, 압전성질, 그리고 전기광학적 성질을 이용한 수지의 가교과정이 연구되었으며, Dwyer[4] 등은 유전 센서와 광학센서를 이용하여 탄소섬유/에폭시 복합재료의 전기전도성과 내부 변형을 측정하였다. Bauer-Gogonea[5] 등은 극화된 비선형 광학 고분자의 쌍극자 완화 공정을 보고하였고, Day[6] 등은 에폭시 수지의 경화종료점 결정에 이온점도를 이용하였다. 또한, Mijovic[7] 등은 유전완화시간의 분포에 대한 여러가지 표현 방법을 구사하였으며, Day[8] 등은 접착제의 유전 경화 데이터를 분석하는 과정에서 경계층 정전용량을 보고하기도 하였다.

고분자 수지의 유전 성질은 점도와 밀접한 관련을 가지고 있으므로, 경화중 점도의 측정이 용이한 에폭시 수지에 대하여 많은 연구가 진행되어 왔다 [9-14]. 그러나, 대부분의 연구 내용들은 이온점도와 이온전도도를 이용한 간접적인 방법을 통하여 유전 성질을 이용한 수지 경화진행 정도의 분석을 시도하였다. 김[15,16] 등에 의하여 소산계수의 변화로부터 경화도를 분석하는 방법이 시도되었다. 그는 탄소섬유/에폭시 복합재료의 소산계수를 측정하고, 유전센서에 대한 유한요소 해석결과로부터 정전용량을 평가하였다. 방[17] 등은 유리섬유/에폭시 복합재료의 등온경화 과정에서의 소산계수 변화를 측정하였다. 그러나, 열경화성 수지의 소산계수는 수

지 점도와 밀접한 관련이 있으며, 이는 다시 온도와 경화도의 함수로서 표현된다. 따라서, 소산계수도 마찬가지로 수지의 경화도와 온도에 의한 함수로 표현되어야 하며, 일반적으로 경화과정중의 수지 온도는 일정하지 않은 값을 가진다. 그러므로, 복합재료의 경화 모니터링에서 경화도를 판단하기 위해서는 소산계수와 온도 변화의 영향을 동시에 반영하는 것이 필요하다.

본 연구에서는, 일정한 승온 속도에서의 유리섬유/폴리에스터 및 유리섬유/에폭시 복합재료의 경화 과정 모니터링에 대하여 연구하였다. 먼저, 시차 주사 열분석 방법 (differential scanning calorimetry, DSC)에 의해 복합재료의 온도와 경화도 변화를 측정하고, 동일한 조건의 유전경화 모니터링 실험에서 온도와 소산계수의 변화를 측정하였다. 양쪽 실험에서 얻은 결과를 비교하여 소산계수를 온도와 경화도의 함수로서 나타내었다. 이 과정에서 유전 성질과 관련된 몇 가지 매개변수들의 개념을 도입하였고, 폴리에스터와 에폭시 수지의 측정 결과로부터 유전 성질의 변화 양상을 비교 검토하였다.

2. 경화중인 복합재료의 유전 성질 계측

S-유리섬유/폴리에스터(강남정공, 진영) 및 유리섬유/에폭시 프리프레그 GEP (SK케미칼, 수원)에 대한 경화 모니터링을 DSC와 유전 성질 계측의 두 가지 방법에 의해서 실시하였다. Table 1에는 이 두 재료의 기본 물성을 나타내었다. DSC 실험은 DSC 2910 (TA Instrument, 미국) 시차 주사 열분석기를, 그리고 유전 성질의 계측에는 Lacomcure 유전율

Table 1 Mechanical properties of two prepgs used at the experiments

| Property | Glass/polyester | Glass/epoxy |
|-----------------------------------------------------------|-----------------|-------------|
| Elastic modulus in longitudinal direction E_1 (GPa) | 21 | 35.5 |
| Elastic modulus in transverse direction E_2 (GPa) | 21 | 17.2 |
| Shear modulus G_{12} (GPa) | 3.1 | 3.7 |
| Poisson's ratio ν_{12} | 0.15 | 0.22 |
| Tensile strength in longitudinal direction X_T (MPa) | 430 | 600 |
| Tensile strength in transverse direction Y_T (MPa) | 430 | 100 |
| Shear strength S (MPa) | 25 | 60 |

측정장치 (라컴텍, 대전)를 사용하였다. 계측에는 Fig. 1에 나타낸 형상 및 크기의 유전센서와 K형 열전대를 사용하였다.

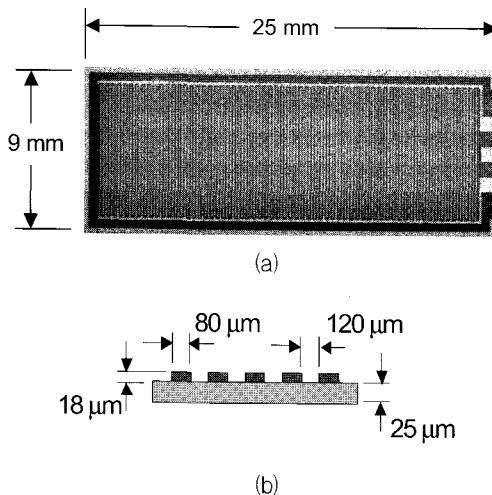


Fig. 1 Configuration of the interdigital type dielectric sensor: (a) photograph of a commercial dielectric sensor, (b) schematic drawing of the dielectric sensor shape

프리프레그를 완전경화 상태까지 도달시키기 위하여, 두 실험 모두 $1.0^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 의 일정한 온도 상승율의 조건으로 20°C 에서 180°C 까지 경화를 진행하였다. DSC 실험에서는 1회당 10-15 mg의 재료를 사용하였으며, 유전율 측정실험에서는 먼저 유리판 위에 $40 \times 40 \text{ mm}$ 크기로 재료를 2장 채단하여 놓고 그 사이에 유전센서와 열전대를 삽입한 채로 전체를 Figure 2와 같이 진공백으로 둘러싸도록 하여 실험을 진행하였다. 양쪽 실험 모두에서 분당 10개씩의 측정 결과를 컴퓨터로 받아서 저장하였다.

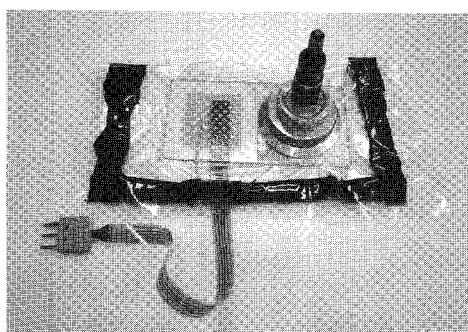


Fig. 2 Thermocouple and dielectric sensor inserted in the prepreg inside of the vacuum bag

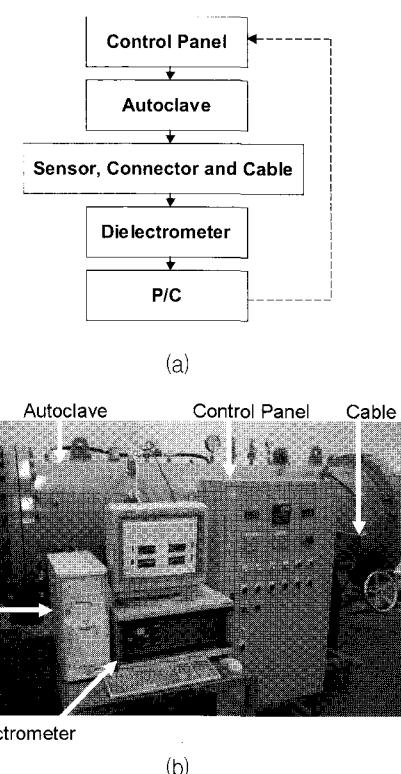


Fig. 3 Dielectric cure monitoring system for autoclave vacuum bag molding: (a) circuit diagram, (b) photograph

경화 모니터링 시스템은 Figure 3과 같이 오토클레이브, 제어판, 유전율 측정장비, 컴퓨터, 센서와 케이블 등으로 구성되어 있다. 유전율 측정장비를 이용하여 유전센서에 1 kHz 의 교류 전압을 인가하여 측정된 전류의 크기와 위상차로부터 전기적 저항 R 과 정전용량 C 를 측정하고 식 (1) [16]로부터 소산계수 D 를 계산하였다:

$$D = \frac{1}{\omega RC} = \frac{1}{2\pi f RC} \quad (1)$$

이 때, ω 와 f 는 인가된 교류전압의 각속도 (rad/s)와 주파수 (Hz)를 의미한다.

실험의 진행과정에서, 센서 케이블은 측정의 감도를 저하시키는 영향을 초래한다. 실제로 케이블의 길이가 길어지면 측정저항의 감소와 정전용량의 증가를 확인할 수 있다. 따라서, 케이블에 의한 효과를 측정 데이터로부터 분리하기 위하여 Figure 4(a), 4(b)와 같이 센서부분과 케이블 부분의 R , C 값을 별별로 분리시킨 모델을 이용하였다. 측정된

전기저항 R^* 과 전전용량 C^* 는 다음과 같은 식 (2), (3)으로 그 요인을 나눌 수 있다:

$$\frac{1}{R^*} = \frac{1}{R_m} + \frac{1}{R_{ext}} \quad (2)$$

$$C^* = C_m + C_{ext} \quad (3)$$

이 때, R_{ext} 와 C_{ext} 는 센서가 연결되지 않은 상태에서 계측된 전기저항과 전전용량을 의미하는 것으로 실제 측정결과를 Table 2에 나타내었으며, R_m 과 C_m 은 센서부위만의 해당값을 의미한다.

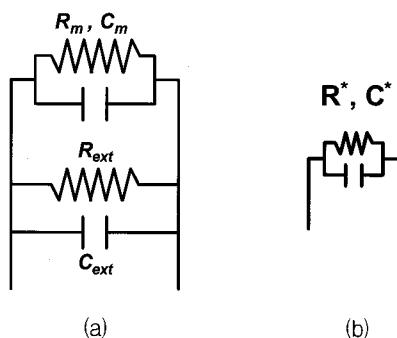


Fig. 4 Equivalent circuit of the dielectric sensing unit containing the effect of external resistance and capacitance: (a) resistance and capacitance from the sensor (R_m , C_m) and those from external cable (R_{ext} , C_{ext}), (b) equivalent resistance and capacitance from measured value (R^* , C^*)

Table 2 External resistance and capacitance from the cable without connecting dielectric sensor

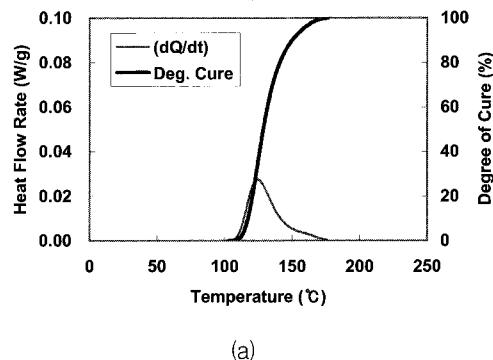
| Test Time | R_{ext} (MW) | C_{ext} (pF) |
|-----------------|----------------|----------------|
| 1 st | 15.29 | 187.6 |
| 2 nd | 15.97 | 187.6 |
| 3 rd | 18.33 | 190.3 |
| 4 th | 16.44 | 188.5 |

식 (2), (3) 을 식 (1)에 대입하면, 다음과 같은 소산계수 표현식을 유도할 수 있다:

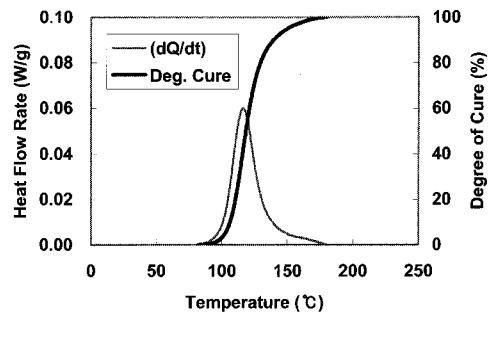
$$D = \frac{1}{\omega R_m C_m} = \frac{R_{ext} - R^*}{\omega R_{ext} R^* (C^* - C_{ext})} \quad (4)$$

3. 소산계수, 경화도와 온도의 상관 관계

상기한 두가지 프리프레그에 대하여 DSC 실험에서 측정된 발열량과 경화도 분포를 Fig. 5(a), 5(b)에 나타내었으며, 대부분의 경화진행은 100-150°C 사이에서 일어남을 알 수 있었다. Fig. 6(a), 6(b)에는 온도에 따른 소산계수의 변화를 기록하였다. 여기에서 두 개의 지시점 ($\alpha = 0\%$, and $\alpha = 100\%$)은 DSC 실험에서 관찰된 경화 시작점과 경화 종료점을 의미한다. 경화시작점 이전에는 소산계수가 온도에 대하여 단조증가하는 양상을 띠고 있으며, 경화종료점 이후에도 같은 양상을 띠고 있다. 따라서 이 두 구간에서는 경화반응이 진행되지 않으며, 소산계수는 온도만의 함수가 된다. 이러한 증가 경향은 Fig. 7(a), 7(b)와 같이 로그 눈금에서 관찰할 때, 선형으로 나타나게 된다. 그리고 그 사이의 구간에서는 경화의 진행에 따라 소산계수가 감소하는 경향을 보인다.



(a)



(b)

Fig. 5 Heat flow rate and the degree of cure from the DSC experiments: (a) glass/polyester composites, (b) glass/epoxy composites

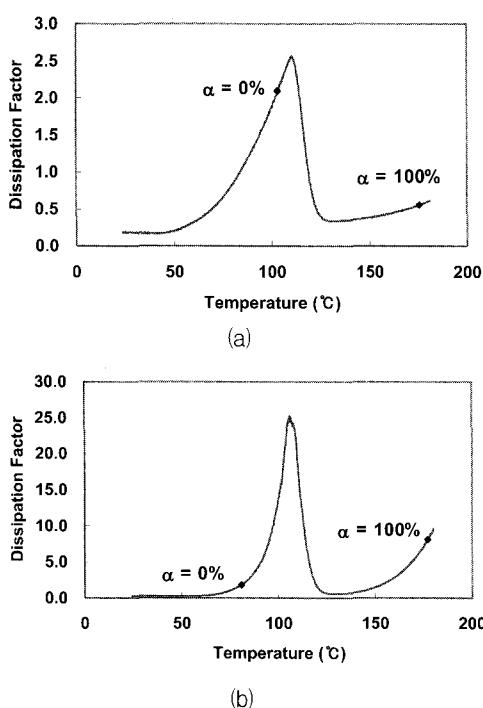


Fig. 6 Measured dissipation factors from the dielectrometry: (a) glass/polyester composites, (b) glass/epoxy composites

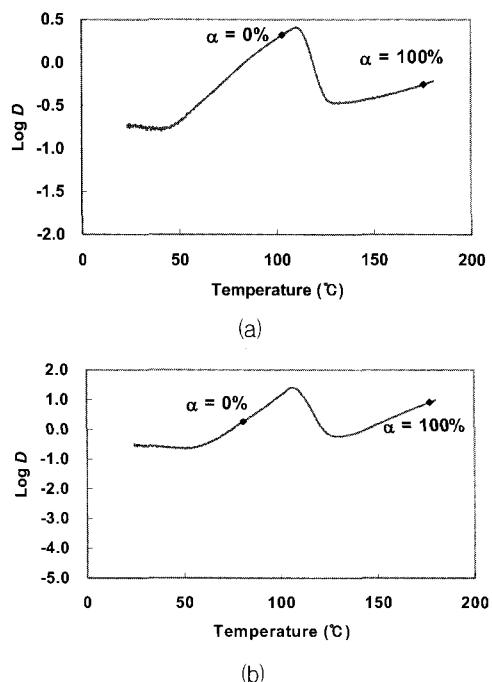


Fig. 7 Calculated log dissipation factor from the dielectrometry: (a) glass/polyester composites, (b) glass/epoxy composites

경화시작점 이전과 경화종료점 이후 구간에서 온도와 소산계수간의 관계는 각 구간에서 그은 접선으로부터 구할 수 있다. Fig. 8(a), 8(b)에는 이 두 접선의 교차점을 나타내었으며, 이는 경화진행의 정도에 관계없이 항상 일정한 소산계수 값을 지니는 이상적인 온도와 그때의 소산계수값을 의미한다.

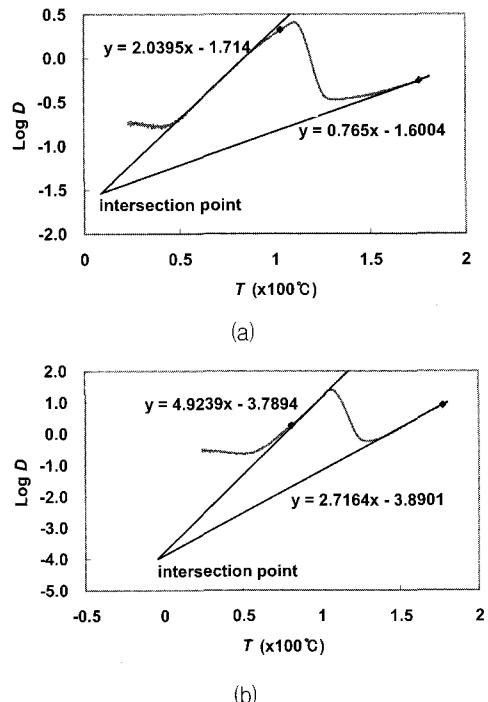


Fig. 8 Two tangential lines and their intersection point from the log dissipation factor curve: (a) glass/polyester composites, (b) glass/epoxy composites

동적주사 방식에 의한 유전율 계측실험에서 복합재료의 경화도는 상온에서부터 경화 종료점까지 계측된다. 그러나, 소산계수는 온도의 영향뿐만 아니라 경화도의 영향까지 받게 되며, 동적주사 방식에서는 이 두 변수가 동시에 변화한다. 따라서 소산계수를 식 (5)와 같은 함수로 표현한다.

$$f(D) = g(\alpha, T) \quad (5)$$

이 경우, 경화도가 소산계수에 미치는 독립적인 영향을 판단하기 위해서는 온도에 의한 영향을 분리할 필요가 있다. 경화 진행이 없는 구간에서 식 (6)과 같이 그 영향을 분리한 함수 표현을 사용할 수 있다.

$$f(D) = g_1(\alpha)g_2(T) \quad (6)$$

여기에서, $g_1(\alpha)$ 과 $g_2(T)$ 는 소산계수에 미치는 경화도의 영향과 온도의 영향을 각각 의미한다.

Table 3에는 주어진 조건 ($1.0^{\circ}\text{C}/\text{min}$)의 DSC 실험으로부터 얻어진 각각의 경화도에 해당하는 온도를 나타내었다. 이 온도를 이용하여 Fig. 9와 같이 소산계수 측정곡선에서 해당하는 온도를 표시하였으며, 각각의 데이터로부터 Fig. 8의 교차점에 이르는 직선을 나타내었다.

Fig. 9에서 경화가 진행됨에 따라 직선들의 기울기가 감소함을 볼 수 있으며, 경화의 진행에 따라 이 기울기 m 의 변화 양상을 관찰하면 온도의 효과가 배제된 결과를 얻을 수 있다. 따라서 식 (6)은 다음과 같이 정리할 수 있다

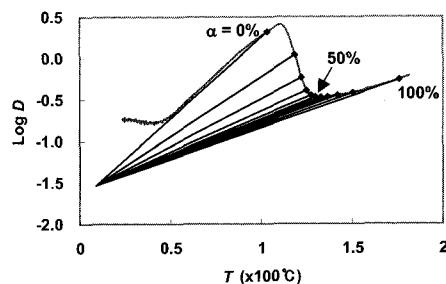
$$\log D - \log D_o = m(T - T_o) \quad (7)$$

여기에서, T_o 와 D_o 는 상기한 교차점에서의 온도와 소산계수를 의미한다.

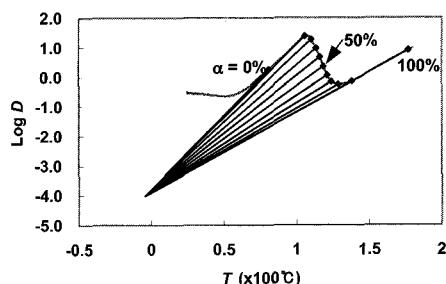
Fig. 10(a), 10(b)에는 교차점으로부터의 기울기 m 을 경화도의 함수로 나타내었다. 유리섬유/폴리에스터 복합재료의 경우는 경화 초기에 현저히 기울기가 낮아지며, 유리섬유/에폭시 복합재료는 경화 전반에 걸쳐 비교적 고르게 감소하는 것을 관찰할 수 있다.

Table 3 Corresponding temperature with respect to the degree of cure during the dynamic cure at $1.0^{\circ}\text{C}/\text{min}$ heating rate

| Degree of cure (%) | Corresponding temperature for glass/polyester (°C) | Corresponding temperature for glass/epoxy (°C) |
|--------------------|----------------------------------------------------|------------------------------------------------|
| 0 | ~103.2 | ~81.0 |
| 10 | 118.3 | 105.8 |
| 20 | 121.9 | 110.1 |
| 30 | 124.7 | 113.5 |
| 40 | 127.3 | 116.1 |
| 50 | 129.8 | 118.7 |
| 60 | 132.7 | 121.3 |
| 70 | 136.3 | 124.1 |
| 80 | 141.8 | 128.7 |
| 90 | 150.3 | 138.2 |
| 100 | 175.7~ | 177.2~ |

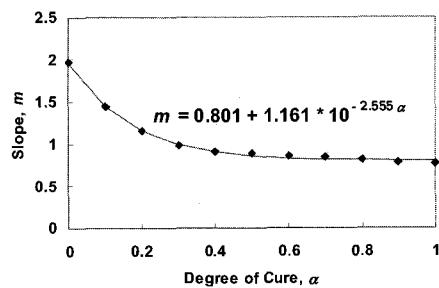


(a)

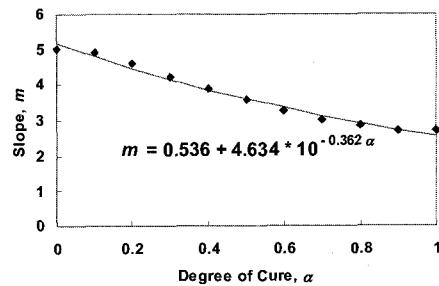


(b)

Fig. 9 Lines from the intersection point to the points on the temperatures corresponding to the various degrees of cure proceeded: (a) glass/polyester composites, (b) glass/epoxy composites



(a)



(b)

Fig. 10 Slopes of tangent lines drawn from the intersection point with respect to degree of cure: (a) glass/polyester composites, (b) glass/epoxy composites

이 변화 경향을 수식으로 나타내기 위해 지수감소함수의 형태로 나타내었다.

$$m = p + q \cdot 10^{-s\alpha} \quad (8)$$

윗 식에서 매개변수 p , q , 그리고 s 가 근사식에 사용되었는데 이중 s 값이 두 재료에서 현저히 다른 양상을 나타내고 있다. 폴리에스터 복합재료는 $s = 2.555$ 로서 에폭시 복합재료의 0.364와 비교하여 큰 차이를 보이는데 이는 소산계수 감소 경향의 차이를 대표하고 있다.

식 (8)을 식 (7)에 대입하면 다음과 같은 형태로 정리할 수 있다:

$$\log D - \log D_o = (p + q \cdot 10^{-s\alpha})(T - T_o) \quad (9)$$

경화도를 기준으로 윗 식을 다시 나타내면 식 (10)과 같이 표현된다.

$$\alpha = -\frac{1}{s} \log \left[\left(\frac{\log D - \log D_o}{q(T - T_o)} \right) - \frac{p}{q} \right] \quad (10)$$

따라서 경화도 α 는 소산계수 D 와 온도 T 의 측정치로부터 구할 수 있으며, 이 때 D_o , T_o , p , q 그리고 s 의 매개변수가 사용된다.

사용되는 매개변수 중 D_o , T_o , s 는 자체적으로 물리적 의미를 가지고 있으나 p , q 는 특별한 의미를 가지고 있지 않다. 그러므로, 이를 물리적 의미가 있는 형태로 고쳐서 표현하는 것이 바람직하다. 경화시작점 이전 ($\alpha = 0$), 의 기울기 m_o 는 식 (8)로부터 다음과 같이 유도된다.

$$m_o = p + q \quad (11)$$

같은 방법으로, 경화종료점 이후 ($\alpha = 1$)의 기울기 m_f 도 다음과 같이 유도할 수 있다.

$$m_f = rm_o = p + q \cdot 10^{-s} \quad (12)$$

이 때, r 은 경화시작점에 대한 경화종료점의 기울기 비를 의미한다. 이렇게 하여 매개변수 p , q 를 m_o , r 그리고 s 의 함수로 표현이 가능하다:

$$p = \frac{m_o}{(1 - 10^{-s})} \cdot (r - 10^{-s}) \quad (13)$$

$$q = \frac{m_o}{(1 - 10^{-s})} \cdot (1 - r) \quad (14)$$

최종적으로, 소산계수와 경화도, 온도간의 관계는 다음과 같이 표현된다.

$$\log D - \log D_o = \frac{m_o}{(1 - 10^{-s})} [(r - 10^{-s}) + (1 - r) \cdot 10^{-s\alpha}] (T - T_o) \quad (15)$$

식 (15)에 사용된 5개의 매개변수에 대한 의미를 Fig. 11(a), 11(b)의 도표에 도시하였다. T_o 와 D_o 는 경화시작 전과 경화완료 후에 그은 접선의 교차점 온도와 소산계수를 나타내고, m_o 는 경화시작점의 기울기, r 은 그 비를 의미하며, 마지막 매개변수인 s 는 경화도에 따라 소산계수가 감소하는 경향을 대표하는 값이 된다.

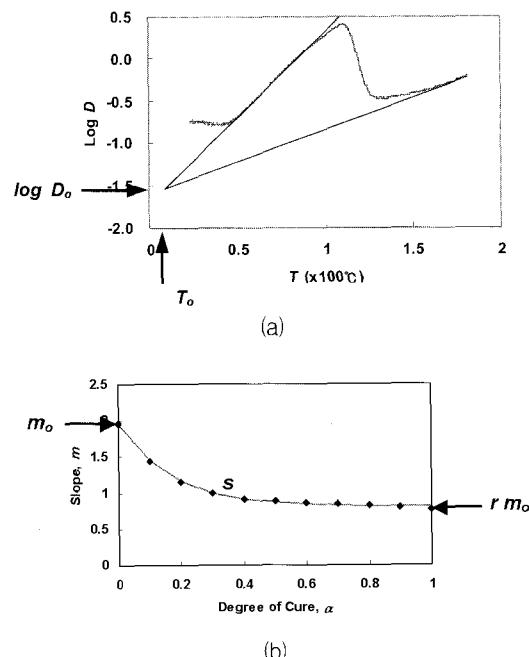


Fig. 11 Graphical representation of the five cure monitoring parameters during the cure monitoring: (a) D_o and T_o , (b) m_o , r and s

4. 점도 측정에 의한 소산계수 감소 형태의 분석

Fig. 10(a)과 10(b)에서의 감소 경향이 재료에 따라 상이하게 나타나므로, 이 원인을 분석하기 위하여 프리프레그에 사용된 수지의 점도를 측정하였다. 실험에 이용된 수지는 프리프레그로부터 아세톤을 이용하여 추출하였으며, 다시 아세톤에 용해되어 있는 수지를 얻기 위하여 65°C의 온도에서 처리하였다. 이 온도는 아세톤의 비등점인 56.3°C보다 높고 프리프레그의 경화 시작온도보다는 훨씬 낮은 온도이므로, 수지의 추출 중에 경화가 진행되지 않

는다는 것을 알 수 있다. 열어진 수지는 상온으로 냉각되어 $1.0^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 의 일정한 승온속도 조건으로 가열하며 점도를 측정하였다. 시험에는 디스크 형태의 점도계용 치구가 사용되었으며 수지 두께는 1.8mm, 비틀림 속도는 10 rad/sec, 그리고 최대 전단 변형율은 50%로 하였다.

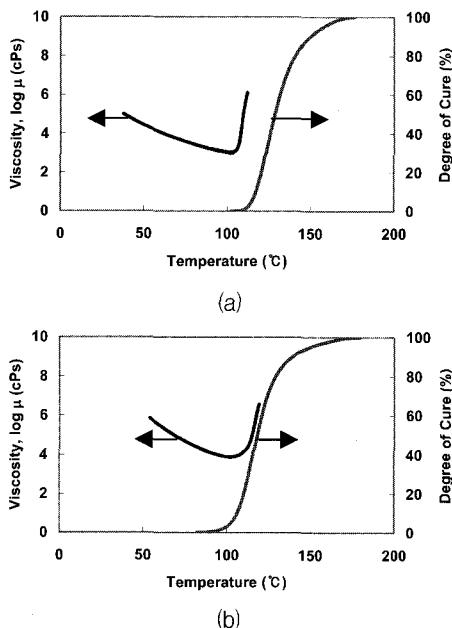


Fig. 12 Measured log viscosities and the degree of cures from the dynamic scanning calorimetries at $1.0^{\circ}\text{C}/\text{min}$ heating rate: (a) polyester resin, (b) epoxy resin

열경화성 수지의 경우, 점도의 급속한 증가는 3차원 망상구조의 생성을 의미한다. Fig. 12(a)와 같이 온도의 증가에 따라 폴리에스터 수지의 점도가 감소하다가 약 2% 정도의 낮은 경화도에서 급격한 점도의 증가를 보였다. 상대적으로 에폭시 수지는 Fig. 12(b)와 같이 약 20%의 경화도까지 비교적 낮은 상승세를 유지하였다. 따라서, 이러한 관찰 결과는 식 (15)에서의 s 값의 크기와 관련성을 수 있다. 이 값이 상대적으로 큰 폴리에스터 수지는 낮은 경화도에서부터 3차원 망상구조가 생성되어 점도가 급격히 상승하며 소산계수가 빠른 속도로 감소하는 경향을 보인다고 관찰된다. 실제로 본 실험에 사용된 폴리에스터 수지의 주성분은 diallyl phthalate (DAP)이며 이의 화학적 구조는 Fig. 13(a)에 나타내었다. 이 수지는 프리프레그 제조공정에서 100°C 로 열처리 될 때, 먼저 Fig. 13(b)와 같은 선형 고분

자로 변화되며, 그 이상의 온도에서 경화가 일어날 때는 Fig. 13(c)와 같이 3차원 망상구조를 생성하게 된다. 이러한 고분자 구조의 변화는 본 실험에서의 소산계수 변화경향과 잘 일치하고 있다.

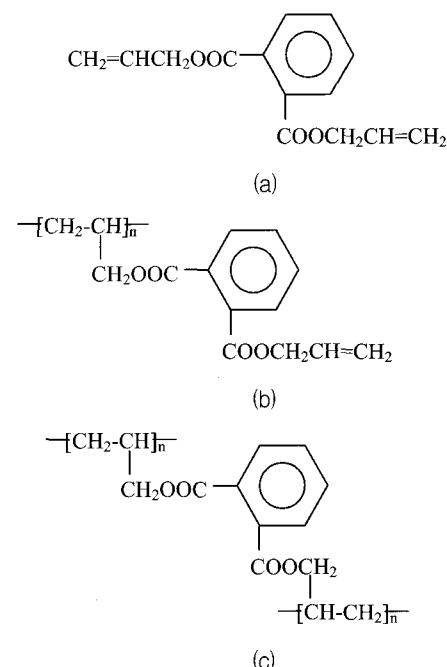


Fig. 13 Molecular structure and cross-linking reaction of diallyl phthalate by heating: (a) monomer state, (b) prepolymerized state at about 100°C , (c) cross-linked state by further heating

본 연구에서 개발된 경화 모니터링 방법은 소산계수에 미치는 온도의 효과를 분리하였기 때문에, 실제 제작공정인 비등온 경화과정에 적용이 용이한 장점을 가지고 있다. 경화 종료점 부근에서의 소산계수의 변화는 경화 초기보다 민감하지는 않지만, 이 모니터링 방법은, 다양한 종류의 열경화성 수지 복합재료의 경화 과정에 적용이 가능하다.

5. 결 론

DSC와 유전기법을 이용하여 유리섬유/폴리에스터 및 유리섬유/에폭시 복합재료에 대한 경화 모니터링을 진행하였다. 일정한 승온속도의 조건에서 온도에 따른 경화도의 변화와 소산계수의 변화를 측정하였으며, 이들간의 관계로부터 열경화성 수지 복합재료에 대한 새로운 경화 모니터링 방법을 개발

하였다. 이 모니터링 방법은 소산계수에 미치는 온도에 의한 효과를 적절히 분리하였기 때문에, 경화도의 분석에 매우 유용하게 사용될 수 있다. 그리고, 수지의 화학적 구조에 따른 점도 변화 양상과 소산계수의 감소 경향을 비교 분석하였다. 본 연구에서 개발된 경화 모니터링 방법은 열경화성 수지의 비등온 경화과정에 유용하게 적용될 수 있다.

참고문헌

- [1] C. T. Herakovich, Mechanics of fibrous composites, New York, John Wiley & Sons, (1998)
- [2] C. Y. M. Tung, and P. J. Dynes, "Relationship between viscoelastic properties and gelation in thermosetting systems", *J. Appl. Polym. Sci.*, Vol. 27, pp. 569-574, (1982)
- [3] S. Yilmaz, W. Wirges, S. Bauer-Gogonea, S. Bauer, R. Gerhard-Multhaup, F. Michelotti, E. Toussaint, R. Levenson, J. Liang, and J. Zyss, "Dielectric, piezoelectric, and electro-optic monitoring of the cross-linking process and photoinduced poling of red acid magly", *Appl. Phys. Lett.*, Vol. 70, pp. 568-570, (1997)
- [4] M. J. O. Dwyer, G. M. Maistros, S. W. James, R. P. Tatam, and I. K. Partridge, "Relating the state of cure to the real-time internal strain development in a curing composite using in-fibre bragg gratings and dielectric sensors", *Meas. Sci. Technol.*, Vol. 9, pp. 1153-1158, (1998)
- [5] S. Bauer-Gogonea, W. Wirges, S. Bauer, R. Gerhard-Multhaup, J. Liang, and J. Zyss, "Electrical determination of the degree of cross-linking in a poled non-linear optical polymer", *Chem. Phys. Lett.*, Vol. 262, pp. 663-667, (1996)
- [6] D. R. Day, D. D. Shepard, and K. J. Craven, "In-process end point determination of epoxy resin cure", *Proc. 22nd Int. SAMPE Tech. Conf.*, 724-732, (1990)
- [7] J. Mijovic, J. M. Kenny, A. Maffezzoli, A. Trivisano, F. Bellucci, and L. Nicolais, "The principles of dielectric measurements for in situ monitoring of composite processing", *Compos. Sci. Technol.*, Vol. 49, pp. 277-290, (1993)
- [8] D. R. Day, T. J. Lewis, H. L. Lee, and S. D. Senturia, "The role of boundary layer capacitance at blocking electrodes in the interpretation of dielectric cure data in adhesives", *J. Adhesion*, Vol. 18, pp. 73-90, (1985)
- [9] J. Mijovic, and C. F. W. Yee, "Use of complex impedance to monitor the progress of reactions in epoxy/amine model systems", *Macromolecules*, Vol. 27, pp. 7287-7293, (1994)
- [10] G. M. Maistros, and I. K. Partridge, "Dielectric monitoring of cure in a commercial carbon-fibre composite", *Compos. Sci. Technol.*, Vol. 53, pp. 355-359, (1995)
- [11] R. Casalini, S. Corezzi, A. Livi, G. Levita, and P. A. Rolla, "Dielectric parameters to monitor the crosslink of epoxy resins", *J. Appl. Polym. Sci.*, Vol. 65, pp. 17-25, (1997)
- [12] K. Nixdorf, and G. Busse, "The dielectric properties of glass-fiber-reinforced epoxy resin during polymerisation", *Compos. Sci. Technol.*, Vol. 61, pp. 889-894, (2001)
- [13] G. M. Maistros, and I. K. Partridge, "Monitoring autoclave cure in commercial carbon fibre/epoxy composites", *Compos. Part B*, Vol. 29B, pp. 245-250, (1998)
- [14] Y. S. Gal, W. C. Lee, O. H. Kwon, N. G. Yoon, K. S. Lhim, J. K. Ahn, and K. J. Park, "A study on the curing properties of Kevlar/epoxy prepreg", *J. Korean Society for the Composite Materials*, Vol. 14, pp. 1-7, (2001)
- [15] J. S. Kim, and D. G. Lee, "On-line cure monitoring and viscosity measurement of carbon fiber epoxy composite materials", *J. Mater. Process. Tech.*, Vol. 37, pp. 405-416, (1993)
- [16] J. S. Kim, and D. G. Lee, "Analysis of dielectric sensors for the cure monitoring of resin matrix composite materials", *Sensor. Actuat. B-Chem.*, Vol. 30, pp. 159-164, (1996)
- [17] K. G. Bang, J. W. Kwon, D. G. Lee, and J. W. Lee, "Measurement of the degree of cure of glass fiber - epoxy composites using dielectrometry", *J. Mater. Process. Tech.*, Vol. 113, pp. 209-214, (2001)