

論文

Single Lap 전단시험을 적용한 자가치료제의 접착성능 평가

윤성호*, 박희원**, 허광수**

Evaluation of Bond Performance of Self-Healing Agents
Using Single Lap Shear Test

Sung Ho Yoon*, Hee Won Park**, Kwang Su Heo**

ABSTRACT

A single lap shear test was used to investigate the effects of the ratio of a catalyst to a self-healing agent and curing temperature on the bond performance of autonomic polymer composites. DCPD (dicyclopentadiene), ENB (5-ethylidene-2-norbornene), and their mixture were used as self-healing agents and bis(trichlohexylphosphine) benzyllidene ruthenium (IV) dichloride Grubbs' catalyst was used as a catalyst. During the experiments, the catalyst ratios of 1.0wt% and 0.5wt% were applied to DCPD, the catalyst ratio of 0.1wt% was applied to ENB, and the catalyst ratio of 0.5wt% was applied to the mixtures of DCPD and ENB. In addition, the curing temperatures of 25°C, 60°C, and 80°C were considered. According to the results, the higher catalyst ratio and the longer curing time were required to obtain more stabilized bond shear strength of DCPD. ENB with a lower catalyst ratio was cured faster than DCPD. Unlike DCPD, ENB stabilized after a steady fall from its peak as the curing time increased. Moreover, the mixtures of DCPD and ENB revealed similar curing behavior to ENB, but the increase in mixture ratio of ENB to DCPD caused curing process to be faster. Also the increase in curing temperature caused the bond shear strength to be higher and the curing time to be quicker.

초 록

본 연구에서는 single lap 전단시험을 통해 자가치료제와 촉매의 혼합비율 및 경화온도가 자가치료용 폴리머 복합체에 적용되는 자가치료제의 접착성능에 미치는 영향을 조사하였다. 자가치료제로는 DCPD (dicyclopentadiene), ENB (5-ethylidene-2-norbornene), DCPD와 ENB가 혼합된 경우를 고려하였으며 촉매로는 bis(trichlohexylphosphine) benzyllidene ruthenium (IV) dichloride Grubbs' catalyst를 사용하였다. 이때 DCPD에 대한 촉매의 혼합비율은 1.0wt%와 0.5wt%, ENB에 대한 촉매의 혼합비율은 0.1wt%, DCPD와 ENB의 혼합액에 대한 촉매의 혼합비율은 0.5wt%를 적용하였으며 경화온도는 25°C, 60°C, 80°C를 고려하였다. 연구결과에 따르면 DCPD의 경우 안정화된 접착강도를 얻기 위해서는 많은 양의 촉매와 긴 경화시간이 요구되었다. ENB의 경우는 DCPD의 경우에 비해 촉매의 혼합비율이 낮아도 빠른 경화반응을 얻을 수 있었지만 경화시간이 증가함에 따라 접착전단강도는 DCPD와는 달리 최대값에 도달하였다가 점차 감소하면서 안정화되는 양상을 나타내었다. DCPD와 ENB의 혼합액 경우도 ENB와 유사한 경화거동을 나타내며 DCPD에 대한 ENB의 혼합비율이 높을수록 경화반응이 빨라지는 양상을 얻을 수 있었다. 아울러 경화온도가 높을수록 접착전단강도는 증가되며 안정화된 평탄부에 도달하는 경화시간은 짧아짐을 알 수 있었다.

Key Words: Single lap 전단시험(single lap shear test), 자가치료제(self-healing agent), 촉매(catalyst), 경화온도(curing temperature), 접착성능(bond performance), 접착전단강도(bond shear strength)

* 금오공과대학교 기계공학부, 교신저자(E-mail:shyoon@kumoh.ac.kr)

** 금오공과대학교 기계공학부 대학원

1. 서론

고성능 섬유강화 복합재는 기존의 금속재에 비해 비강성과 비강도가 높고 내부식성과 피로특성이 우수하지만 저에너지 및 저속 충격 등의 외부하중으로 인해 수지, 강화섬유와 수지와와의 경계면, 층간면 등에 육안으로 식별하기 어려운 손상이 유발될 수 있다. 이러한 손상이 복합재 구조재에 유발되면 설계요구조건에 부합되는 외부하중을 받더라도 기계적 특성의 저하로 인해 복합재 구조재로서의 역할을 다하지 못하게 된다. 고성능 섬유강화 복합재를 일차 구조재에 효율적으로 적용하기 위해서는 외부하중에 의한 손상을 탐지하고 보수하기 위한 기법이 필수적이다. 최근에는 외부하중으로 인해 손상된 복합재 구조재를 자가치료제가 저장된 마이크로캡슐을 이용하여 보수하려는 자가치료기법에 대한 연구가 진행되고 있다[1-5]. 이는 복합재 구조재를 제작할 때 자가치료제가 저장된 마이크로캡슐과 촉매를 미리 분산시켜 두고, 외부하중으로 인해 복합재 구조재가 손상되면 자가치료제가 저장된 마이크로캡슐이 손상을 인지하여 내부에 저장된 자가치료제를 방출하고 주위에 분산되어 있는 촉매와 반응케 함으로써 손상을 스스로 치료하게 하는 개념이다. 이와 같은 자가치료기법은 기존의 손상보수방법에 비해 손상탐지 및 손상보수의 양면성을 동시에 얻을 수 있다는 장점을 가지고 있다. 그러나 자가치료기법을 통해 복합재 구조재의 손상을 효율적으로 보수하기 위해서는 자가치료제는 (1) 점도가 낮아 복합재의 손상 부위에 쉽게 침투되어야 하고 (2) 복합재 구조재의 운용조건에 무관하게 액상을 유지하여야 하고 (3) 분산된 촉매와 접촉되는 경우 빠른 중합반응이 발생되어야 하며 (4) 소량의 촉매로 충분한 중합반응을 얻을 수 있어야 하는 등의 요구조건을 만족하여야 한다.

기존의 자가치료기법 연구에서는 자가치료제로 DCPD (dicyclopentadiene)가 적용되고 있으며 촉매로 bis(triclohexylphosphine) benzylidene rethenium (IV) dichloride Grubbs' catalyst가 적용되어 왔다. 이때 DCPD는 촉매인 bis(triclohexylphosphine) benzylidene rethenium (IV) dichloride Grubbs' catalyst와 접촉하면 안정적인 중합반응을 얻을 수 있지만 경화속도가 비교적 늦고 충분한 중합반응을 얻기 위해서는 비교적 많은 양의 촉매가 요구된다는 단점이 있다. 특히 촉매의 가격이 자가치료제에 비해 매우 고가임을 고려할 때 자가치료기법의 실용화를 위해서는 소량의 촉매와도 빠른 경화반응을 얻을 수 있는 자가치료제가 필수적이다.

본 연구에서는 기존의 자가치료제인 DCPD를 대체할 수 있는 새로운 자가치료제를 제시하고 기 적용되어 온 bis(triclohexylphosphine) benzylidene rethenium (IV) dichloride Grubbs' catalyst와의 반응성을 조사하였다. 이를 위해 ENB (5-ethylidene-2-norbornene)를 새로운 자가치료제로 고려하였으며 기존의 DCPD, ENB, 그리고 DCPD와 ENB와의 혼합액에 대한 상대적인 접착성능을 평가하여 기존의 DCPD를 대체할 수 있는지의 여부를 조사하였다. 특히 촉매와의 혼합비율, 경

화시간, 경화온도 등에 따른 자가치료제의 상대적인 접착성능을 평가하기 위해 ASTM D5868[6]에 근거한 single lap 전단시험을 수행하였다.

2. 시편 제작

Fig. 1에는 single lap 전단시편의 형상과 제원이 나타나 있다. 이때 접착부재 (adherand)는 길이가 105mm, 폭이 25mm, 두께가 3mm인 평판으로 (주)한국화이바에서 생산되는 직조된 유리섬유/페놀릭 (#650/AP300) 복합재로 제작하였다. 이때 ASTM D5868에서 제시한 single lap 전단시편에 하중이 작용되면 시편중앙부의 접착 부위에는 편심 효과로 인해 굽힘모멘트가 유발되어 접착전단강도를 정량적으로 평가하기 어렵다. 이러한 문제점을 해결하기 위해 접착부재와 동일한 두께를 갖는 25mm×25mm의 직조된 유리섬유/페놀릭 복합재 블록을 시험치구에 장착되는 상부 접착부재와 하부 접착부재에 각각 부착하여 하중작용시 시편중앙부의 접착 부위에 굽힘모멘트가 유발되는 현상을 최소화하였다.

촉매가 혼합된 자가치료제가 적용되는 시편중앙부의 접착 부위는 ASTM D2093[7]에 근거하여 #1000의 사포로 다듬질하고 에탄올로 표면을 처리하였으며 마이크로 피펫을 이용하여 접착 부위에 촉매가 혼합된 자가치료제를 규정된 양만큼 적용하였다. 또한 접착부재에 블록을 접착하는 경우에도 자가치료제가 적용하는 시편중앙부의 접착 부위에서와 동일한 방법으로 접착부재와 블록의 접착 부위를 표면처리하였으며 이들은 AW106 수지와 HV953K 경화제 (CIBA-GEIGY, switzerland)가 1:1로 배합된 접착제를 적용하여 접착하였다.

3. 실험 방법

Table 1에는 촉매와 혼합된 자가치료제의 접착특성을 평가하기 위해 자가치료제로 적용한 DCPD (Acros, USA)와 ENB (Aldrich, USA), 그리고 촉매로 적용한 bis(triclohexylphosphine) benzylidene rethenium (IV) dichloride Grubbs' catalyst (Strem Chemicals, USA)에 대한 화학적 조성 및 물리량이 나타나 있다.

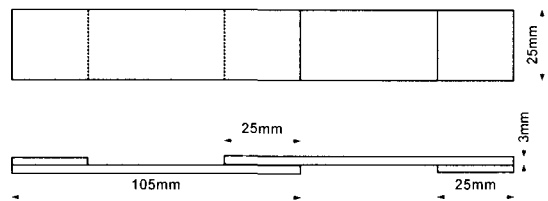
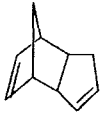
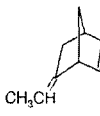
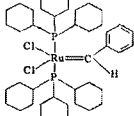


Fig. 1 Configuration of adhesive shear test specimen.

Table 1 Specifications of healing agents and catalyst

	DCPD	ENB	Grubbs' catalyst
Chemical structure			
Molecular formular	C ₁₀ H ₁₂	C ₉ H ₁₂	C ₄₃ H ₇₂ Cl ₂ P ₂ Ru
Molecular weight	132.2	120.2	823.0
Density(g/cm ³)	0.982	0.893	-
Boiling point	170℃	146℃	-
Melting point	-1℃	-	-

이때 DCPD와 ENB는 다이엔 단량체 (diene monomer)로서 DCPD의 경우 비중이 0.982, 끓는점이 170℃, 녹는점이 -1℃이며 ENB의 경우 비중이 0.893, 끓는점이 146℃이지만 녹는점은 DCPD에 비해 매우 낮은 것으로 알려져 있다.

자가치료제에 대한 촉매의 혼합비율이 접착전단강도에 미치는 영향을 조사하기 위해 (1) DCPD에 대한 촉매의 혼합비율이 1.0wt%인 경우 (D1E0_1.0wt%) (2) DCPD에 대한 촉매의 혼합비율이 0.5wt%인 경우 (D1E0_0.5wt%) (3) ENB에 대한 촉매의 혼합비율이 0.1wt%인 경우 (D0E1_0.1wt%) (4) DCPD와 ENB가 3:1로 혼합된 용액에 대한 촉매의 혼합비율이 0.5wt%인 경우 (D3E1_0.5wt%) (5) DCPD와 ENB가 1:1로 혼합된 용액에 대한 촉매의 혼합비율이 0.5wt%인 경우 (D1E1_0.5wt%) 등의 다섯 가지를 고려하였다. 이때 경화시간은 15분, 30분, 1시간, 2시간, 6시간, 12시간, 24시간 등의 일곱 단계를 고려하였으며 경화온도는 25℃, 60℃, 80℃ 등의 세 가지를 고려하였다.

촉매가 혼합된 자가치료제의 접착전단강도를 평가하기 위해 규정된 양의 자가치료제와 촉매를 고정밀 전자저울 (Mettler AE240, USA)로 정확하게 계량하여 바이알 병에 넣고 충분히 혼합시킨 다음 촉매가 혼합된 자가치료제를 마이크로 피펫 (Volac R680/A, USA)을 이용하여 접착부재의 접착 부위에 40μl 정도 투입하여 접착 부위에 골고루 분포시킨다. 그 후 다른 접착부재를 자가치료제가 투입된 접착부재에 덮고 접착부재의 길이방향을 하중작용선과 잘 일치하도록 정렬한 다음 클램프로 고정하여 규정된 시간 동안 경화시킨다. 이때 시편중앙부의 접착 부위에서 흘러 나온 과잉의 혼합액은 촉매가 혼합된 자가치료제의 접착전단강도에 영향을 미칠 수 있기 때문에 면도날로 조심스럽게 경화된 과잉의 혼합액을 제거한다. 이러한 시편의 준비



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

과정을 통해 얻어지는 접착 부위에서의 접착층 두께는 20~30μm 정도임을 확인하였다.

Fig. 2에는 자가치료제의 접착전단강도를 평가하기 위한 실험장치가 나타나 있다. 준비된 single lap 전단시편은 재료시험기 (Zwick/Z100, Germany)에 장착한 다음 0.5mm/min의 변위제어상태로 하중을 작용하였으며 접착전단강도는 접착 부위에서의 임계하중과 접착 부위의 면적을 이용하면 식(1)에 의해 평가하였다.

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

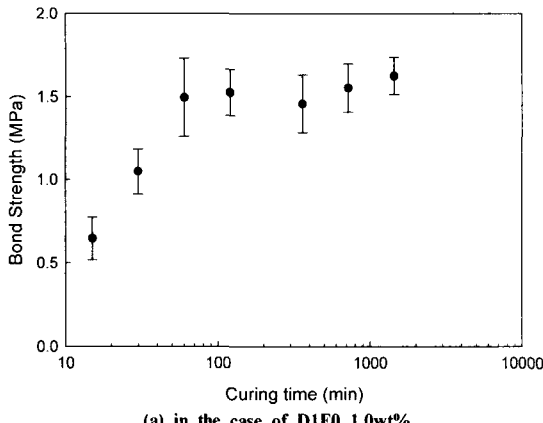
이때 P_c 와 A 는 각각 접착 부위에서의 임계하중과 면적을 나타낸다.

4. 결과 및 고찰

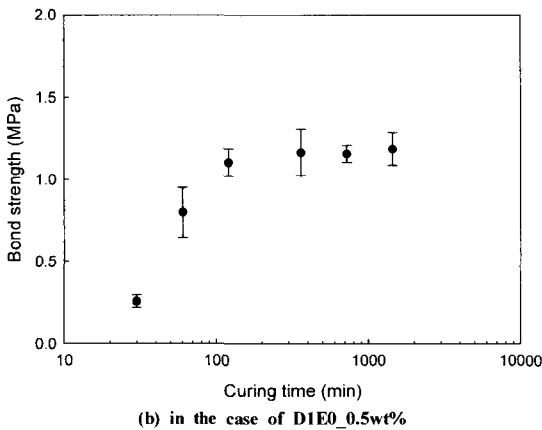
4.1 접착제와 촉매의 혼합비율에 따른 영향

4.1.1 DCPD의 경우

Fig. 3에는 DCPD에 대한 촉매의 혼합비율이 1.0wt%인 D1E0_1.0wt%와 0.5wt%인 D1E0_0.5wt%에 대한 경화시간에 따른 접착전단강도가 나타나 있다. 시편은 각 경화시간에 대해 5개씩을 실험하였으며 분산이 심한 경우에는 최대 20개까지를 실험하였다. 여기에서 보면 촉매의 혼합비율이 1.0wt%인 경우 접착전단강도는 경화시간이 경과함에 따라 서서히 증가하다가 경화시간이 60분 이상 경과되면 경화시간에 무관하게 안정화된 평탄부를 나타낸다. 이때 안정화된 평탄부에서의 접착전단강도는 1.53MPa이다. 촉매의 혼합비율이 0.5wt%인 경우는 경화시간이 15분 이상 경과하지 않으면 중합반응이 충분히 일어나지 않는다. 그러나 경화시간이 15분 이상 경과되면 촉매의 혼합비율이 1.0wt%의 경우와 마찬가지로 접착전단강도는 경화시간이 경과함에 따라 서서히 증가하며 경화시간이 120분 이상 경과되면 경화시간에 무관하게 안정화된 평탄부를 나타낸다. 이때 안정화된



(a) in the case of D1E0_1.0wt%



(b) in the case of D1E0_0.5wt%

Fig. 3 Variation of bond strength by varying curing time for DCPD only.

평탄부에서의 접착전단강도는 1.16MPa로서 촉매의 혼합비율이 1.0wt%인 경우에 비해 약 25.6% 정도 낮게 나타난다. 이로 미루어 볼 때 DCPD의 경우는 경화시간이 길어질수록 접착전단강도가 증가하고 촉매의 혼합비율이 높을수록 안정화된 평탄부에서의 접착전단강도는 높아지며 촉매와의 중합반응도 상대적으로 빨라진다. 그러나 안정화된 접착전단강도를 얻기 위해서는 비교적 많은 양의 촉매와 긴 경화시간이 요구됨을 알 수 있다.

4.1.2 ENB의 경우

Fig. 4에는 ENB에 대한 촉매의 혼합비율이 0.1wt%인 D0E1_0.1wt%에 대한 경화시간에 따른 접착전단강도가 나타나 있다. ENB의 경우는 DCPD의 경우와 같이 촉매의 혼합비율을 0.5wt%로 적용하면 경화반응이 매우 빨리 진행되어 single lap 전단시험의 제작이 어려워 촉매의 혼합비율을

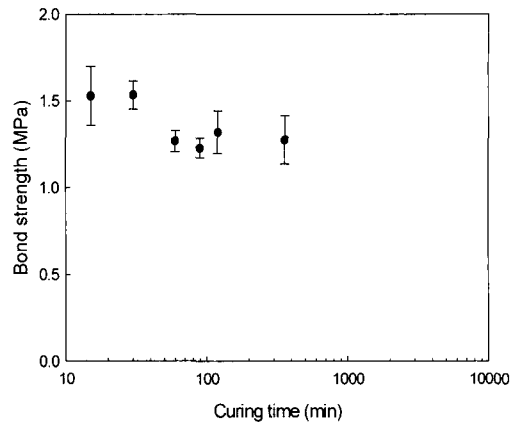


Fig. 4 Variation of bond strength by varying curing time in case of 0.1wt% catalyst ratio to ENB.

0.1wt%로 적용하였다. ENB에 대한 촉매의 혼합비율이 0.1wt%인 경우는 매우 짧은 시간에 경화반응이 진행되며 경화시간이 15분 정도 경과되면 접착전단강도는 1.53MPa를 나타낸다. 그러나 DCPD에서와는 달리 일정한 경화시간이 지나면 접착전단강도는 감소하기 시작하고 60분 정도 지나면 안정화된 평탄부를 나타낸다. 이때 안정화된 평탄부에서의 접착전단강도는 1.27MPa이다. 촉매가 혼합된 DCPD의 경화거동과 촉매가 혼합된 ENB의 경화거동이 다른 이유에 대해서는 현재로서는 명확하게 단정하기는 어렵지만 촉매와 혼합된 DCPD의 경우에는 반응열이 거의 없는데 반해 ENB의 경우에는 촉매와 혼합되면 큰 반응열이 초기에 발생하고 이로 인해 초기의 경화거동이 촉진되어 반응속도가 증가되는 것으로 판단된다. 촉매와의 반응하는 ENB의 경우에는 경화시간이 15분 정도 경과되면 다른 경화시간에 비해 접착전단강도가 비교적 큰 분산을 나타내는데 이는 ENB의 경화반응이 매우 빨라 설정된 경화시간에 따른 시험이 어려웠기 때문이다. ENB에 대한 촉매의 혼합비율이 0.1wt%인 경우의 접착전단강도는 DCPD의 경우에 비해 상대적으로 낮은 것처럼 보이지만 동일한 양의 촉매를 적용하게 되면 안정화된 평탄부의 접착전단강도는 DCPD에 비해 낮지 않을 것으로 추정된다. 이와 같이 ENB는 촉매와의 반응성이 우수하고 초기의 반응열로 인해 경화반응이 촉진된다는 장점을 갖지만 경화시간이 경과됨에 따라 접착전단강도는 점차 감소하는 양상을 나타낸다. 따라서 촉매와 혼합된 ENB의 경화거동은 보다 체계적인 연구의 수행을 통해 검증되어야 할 것으로 판단된다.

4.1.3 DCPD와 ENB가 혼합된 경우

촉매와 혼합된 DCPD는 경화시간이 길어질수록 접착전단강도는 점차적으로 증가하다가 안정화된 값을 가지며 촉매의

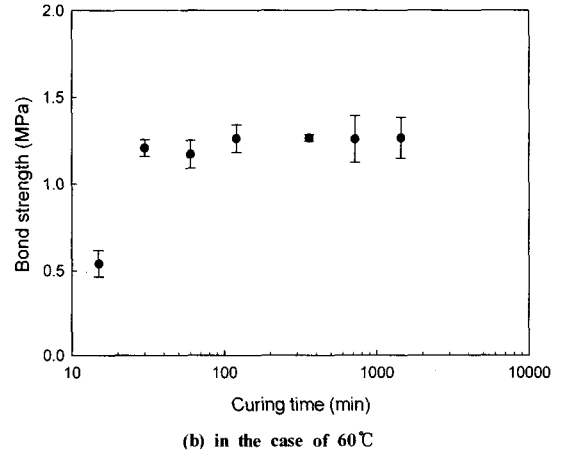
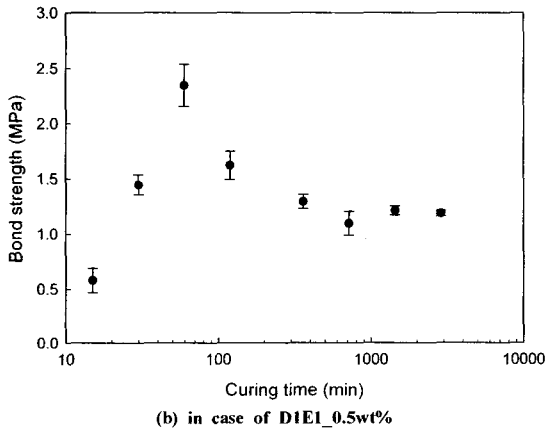
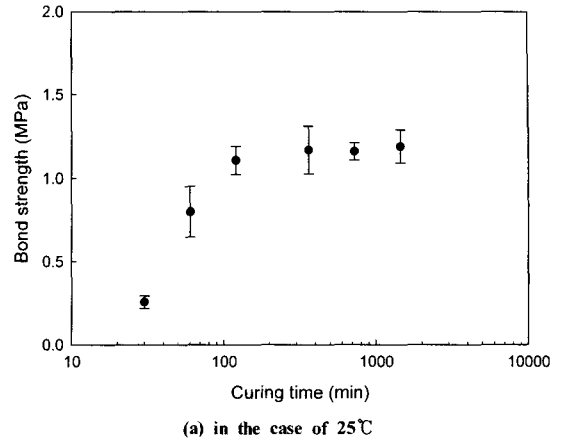
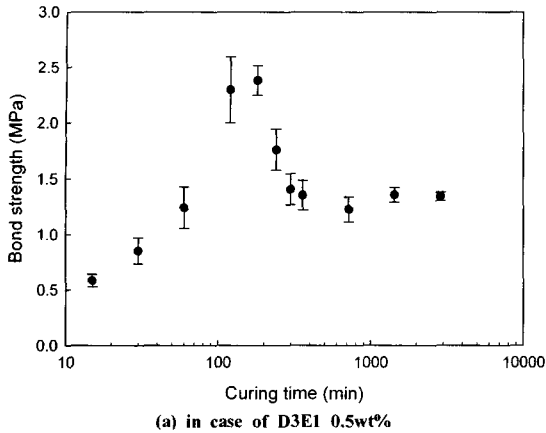


Fig. 5 Variation of bond strength by varying curing time for D3E1 and D1E1.

혼합비율이 높아질수록 안정화된 평탄부에서의 접착전단강도는 증가하지만 안정화된 접착전단강도를 얻기 위해서는 비교적 많은 양의 촉매와 긴 경화시간이 필요하다. 반면에 ENB는 촉매와 혼합되면 반응열이 발생하여 초기의 경화반응이 촉진되지만 경화시간이 경과됨에 따라 접착전단강도는 점차 감소하다가 안정화된 값을 갖게 된다. 이와 같이 안정화된 높은 접착전단강도를 얻을 수 있는 DCPD의 경화거동과 반응열로 인해 초기의 경화반응이 촉진되는 ENB의 경화거동을 고려하여 촉매와 효율적으로 반응하는 자가치료를 얻고자 하였다. 이를 위해 우선 DCPD와 ENB를 적절한 비율로 혼합된 경우에 대한 경화시간에 따른 접착전단강도를 평가하였다. 이때 ENB에 대한 DCPD의 혼합비율을 3:1로 한 경우를 D3E1으로, ENB에 대한 DCPD의 혼합비율을 1:1로 한 경우를 D1E1으로 칭하였다.

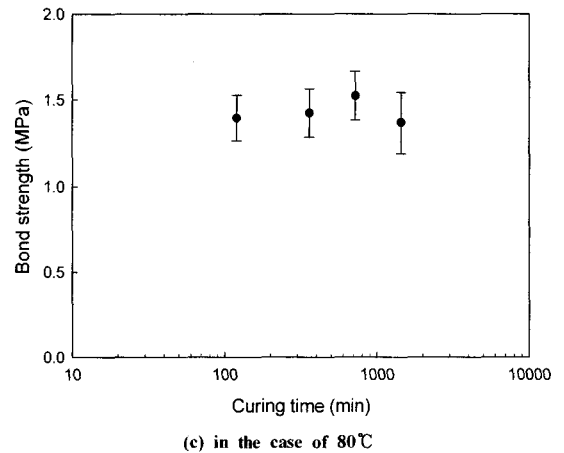


Fig. 6 Variation of bond strength by varying curing time in case of 0.5wt% catalyst ratio to DCPD.

Fig. 5에는 촉매와의 혼합비율이 0.5wt%인 D3E1_0.5wt%와 D1E1_0.5wt%에 대한 경화시간에 따른 접착전단강도가 나타나 있다. 여기에서 보면 D3E1_0.5wt%의 경우 경화시간이 180분 될 때까지는 경화시간에 따라 접착전단강도는 증가하지만 일정한 경화시간이 지나면 접착전단강도는 점차 감소하다가 안정화된 평탄부를 나타낸다. 이때 안정화된 평탄부에서의 접착전단강도는 1.32MPa이다. D1E1_0.5wt%의 경우도 마찬가지로 경화시간이 60분 정도 될 때까지는 경화시간이 경과함에 따라 접착전단강도는 증가하지만 일정한 경화시간이 지나면 점차 감소하다가 안정화된 평탄부를 나타낸다. 그러나 D1E1의 경우가 D3E1의 경우에 비해 접착전단강도의 최대값에 도달하는 경화시간은 짧아지지만 안정화된 평탄부의 접착전단강도는 1.20MPa로 낮게 나타난다. 이로 미루어 보면 DCPD에 대한 ENB의 혼합비율이 높을수록 접착전단강도가 최대값을 갖기 위한 경화시간은 짧아지지만 안정화된 평탄부에서의 접착전단강도는 낮아짐을 알 수 있다. 또한 DCPD와 ENB가 혼합된 경우 촉매와 혼합되면 DCPD에 대한 ENB의 혼합비율이 높을수록 ENB의 반응열로 인해 초기의 경화반응은 빨라지지만 ENB에 대한 DCPD의 혼합비율이 높을수록 DCPD의 경화거동으로 인해 안정화된 평탄부에서의 접착전단강도는 높아진다.

4.2 경화온도에 따른 영향

Fig. 6에는 DCPD에 대한 촉매의 혼합비율이 0.5wt%인 경우 경화온도에 대한 경화시간에 따른 접착전단강도가 나타나 있다. 이때 (a)는 경화온도가 25℃인 경우 (b)는 60℃인 경우 (c)는 80℃인 경우이다. 여기에서 보면 접착전단강도가 안정화된 평탄부를 갖기 위해서는 경화온도가 60℃인 경우 경화시간은 30분, 경화온도가 25℃인 경우 경화시간은 120분 정도가 요구된다. 또한 안정화된 평탄부의 접착전단강도를 비교하면 60℃인 경우가 25℃인 경우에 비해 8.7% 높으며 80℃인 경우가 25℃인 경우에 비해 19.5% 높게 나타난다. 따라서 경화온도가 높을수록 안정화된 평탄부의 접착전단강도는 증가하고 안정화된 평탄부의 접착전단강도에 도달하기 위한 경화시간은 짧아짐으로 미루어 촉매와 혼합된 자가치료제의 접착특성은 경화온도에 민감한 영향을 받음을 알 수 있다.

5. 결 론

자가치료제와 촉매의 혼합비율, 경화시간, 경화온도에 따른 자가치료제의 접착성능을 평가하기 위한 본 연구에서는 다음의 결론을 얻을 수 있었다.

(1) DCPD의 경우는 경화시간이 길어질수록 접착전단강도가 증가하고 촉매의 혼합비율이 높을수록 안정화된 평탄부에서의 접착전단강도는 높아지며 촉매와의 중합반응도 상대적으로 빨라지지만 안정화된 접착전단강도를 얻기 위해 비교적 많은 양의 촉매와 긴 경화시간이 요구된다.

(2) ENB의 경우는 DCPD에 비해 촉매와의 반응성이 우수하고 소량의 촉매로도 초기의 반응열로 인해 경화반응이 빨라지지만 경화시간이 경과됨에 따라 접착전단강도는 점차 감소하다가 안정화된 값을 갖는다. 또한 안정화된 평탄부에서의 접착전단강도도 동일한 양의 촉매를 적용하는 경우 DCPD의 경우에 비해 낮지 않을 것으로 추정된다.

(3) DCPD와 ENB가 혼합된 자가치료제의 접착전단강도는 ENB의 경우와 마찬가지로 경화시간에 따라 증가하다가 일정한 경화시간이 경과되면 서서히 감소하며 안정화된 값으로 수렴한다. DCPD에 대한 ENB의 혼합비율이 높을수록 ENB의 반응열로 인해 접착전단강도의 최대값은 증가하고 경화시간은 짧아지지만 ENB에 대한 DCPD의 혼합비율이 높을수록 DCPD의 경화거동으로 인해 안정화된 평탄부에서의 접착전단강도는 높아진다.

(4) 자가치료제가 촉매와 혼합되면 경화온도가 높아질수록 안정화된 평탄부에서의 접착전단강도는 증가하고 안정화된 평탄부에 도달하는 경화시간은 짧아짐으로 미루어 자가치료제의 접착성능은 경화온도에 민감한 영향을 받음을 알 수 있다.

후 기

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

참고문헌

- 1) White, S. R., et al., "Autonomic Healing of Polymer Composite Materials," *Nature*, Vol. 409, 2001, pp. 794-797.
- 2) Kessler, M. R. and White, S. R., "Self-Activated Healing of Delamination Damage in Woven Composites," *Composites: Part A*, Vol. 32, 2001, pp. 683-699.
- 3) Brown, E. N., Sottos, N. R., and White, S. R., "Fracture Testing of a Self-healing Composite," *Experimental Mechanics*, Vol. 42, 2002, pp. 372-379.
- 4) Yoon, S. H., Park, H. W., Hong, S. J., Lee, J. K., Kessler, M. R., and White, S. R., "Manufacturing Process of Microcapsules for Autonomic Damage Repair of Polymeric Composites," *Journal of the Korean Society for Composite Materials*, Vol. 4, No. 15, 2002, pp. 32-39.

- 5) Yoon, S. H., "Effects of Manufacturing Process Variables on Characteristics of Microcapsules with Self-Healing Agent," *Journal of the Korean Society for Composite Materials*, Vol. 2, No. 16, 2003, pp. 54-61.
- 6) ASTM D5868-95, "Standard Test Method for Lap Shear Adhesion for Fiber Reinforced Plastic (FRP) Bonding," *Annual Book of ASTM Standards*, Vol. 15.06, 2001.
- 7) ASTM D2093-95, "Practice for Preparation of Surfaces of Plastics Prior to Adhesive Bonding," *Annual Book of ASTM Standards*, Vol. 15.06, 2001.