

論文

Dielectric Analysis(DEA) 방법을 이용한 복합재료의 열경화반응 분석

안규종* · 정기모* · 엄용성* · 김홍경** · 차국현**

**Characterization of Composite Cure Behaviors
Using The Dielectric Analysis (DEA) Technique**

K.J. Ahn*, K.M. Chung*, Y.S. Eom*, H. Kim**, K. Cha**

ABSTRACT

Cure behaviors of the glass fiber/epoxy(GF/Ep) prepreg were characterized using the dielectric analysis(DEA) under both isothermal and dynamic cure conditions, and their results were compared with those measured by conventional thermal and rheological analysis techniques. In isothermal DEA experiments, the loss tangent($\tan \delta$) exhibited a peak at specific times which increased with decreasing frequencies. Comparing with the Differential Scanning Calorimetry (DSC) results, this phenomenon was likely to be attributed to vitrification of the resin matrix. On the other hand, the dynamic DEA thermograms exhibited three peaks in $\tan \delta$ at low frequencies corresponding to minimum viscosity, gelation/vitrification, and glass transition of the cured matrix, respectively. Quantitatively, the DEA loss factor(ϵ'') was also found to be inversely proportional to the viscosity of the uncured resin matrix. In addition, the slight changes in mechanical and physicochemical properties occurring in the entire cycle of the curing process, which might be difficult to detect with conventional thermal and rheological analysis techniques, could be measured using the dielectric analysis method.

초 록

DEA(Dielectric Analyzer)를 사용하여 유리섬유/에폭시수지 복합재료의 경화반응을 등온 및 승온 조건 하에서 시험하였으며 기존의 열분석 및 유동특성 시험결과와 비교검토하였다. DEA의 등온시험 결과 일정한 시간대에서 Loss Tangent($\tan \delta$)의 Peak를 관찰할 수 있었으며 이 현상은 수지의 Vitrification에 기인하는 것으로 판단된다. DEA의 승온시험에서는 저주파수 영역에서 3개의 $\tan \delta$ 의 Peak가 나타났으며 점도측정 결과와 비교하면 각각의 Peak는 최저점도, 급격한 점도증가, 유리전이 지점과 일치한다는 것을 알 수 있었다. 정량적으로는 반응이 일어나기 이전의 수지점도를 DEA의 Loss Factor(ϵ'')로부터 측정할 수 있었다. 또한 후경화반응에서 나타나는 미세한 반응변화, 초기 경화반응에 따른 기계적 물성 변화, 높은 점도에서의 기계적 물성 변화 등 기존의 열분석 및 유동특성 분석장비로 측정이 제한되어 있는 현상들을 DEA를 이용하여 정성적으로 분석할 수 있었다.

* (주)대한항공 한국항공기술연구원

** 서울대학교 화학공학과

1. 서 론

현재 거의 모든 항공기용 복합재료 구조물은 그동안 경험에 의하여 충분한 소재 및 공정 데이터베이스를 확보하고 있는 프리프레그/오토클레이브 공정에 의하여 제작되고 있다. 오토클레이브를 이용한 복합재료 구조물 공정에 있어서 실제로 공정 평가를 위하여 요구되는 공정계수는 외부압력 및 내부 진공압력, 온도, 가열/냉각 속도에 제한되어 있다[1]. 따라서 이와 같이 제한된 공정계수에 의 존하여 공정 전반에 대한 평가를 내리는 현재의 인증절차는 형식적일 수 밖에 없는 실정이다. 이와 관련하여 공정과정을 실제로 평가할 수 있는 *In-Situ* 측정방법에 대한 많은 연구가 지속적으로 수행되어 왔다[2~7].

이상적인 복합재료 공정 평가방법은 우선 얻어진 데이터가 신뢰성 및 반복성이 있어야 하고, 시험이 실제 공정이 일어나는 환경 하에서 수행되어야 하며, 더 나아가 시험에 사용된 센서가 제작코자 하는 실제 구조물에 부착되어 최종 구조물의 기계적 물성에 전혀 영향을 미치지 않는 방법이라고 말할 수 있다. Differential Scanning Calorimetry(DSC) 및 Dynamic Mechanical Analyzer(DMA)는 가장 널리 사용되어 온 전형적인 열분석 방법으로서 데이터의 신뢰성 및 반복성이 우수한 반면 시험은 공정과 별도로 수행되므로 실제 공정하에서 특수하게 발생하는 물리화학적 변화를 관찰하기 어렵다[2,3]. 초음파 및 Dielectric Analysis(DEA) 방법은 제작 공정에 직접 적용이 가능한 *In-Situ* 측정 방법이지만 현재까지는 개발된 센서가 제작된 구조물의 일부로서 작용하기 어려운 단점을 갖고 있다[4~6]. 반면에 광섬유 센서는 *In-Situ* 측정이 가능하며 구조물과 일체가 되어 전체 구조물의 기계적 물성에 영향을 미치지 않는 이상적인 방법이나 현재까지 데이터의 신뢰성 및 분석방법이 확립되지 않은 상태이다[7,8]. 현재 항공기용 복합재료 구조물 제작시에는 일반적으로 동일한 치공구 상에서 구조물과 별도로 시편을 제작하여 최종제품의 기계적 물성을 시편시험을 통하여 간접적으로 평가하고 있다. 이와 같은 현실적 상황에서 DEA 방법은 비록

구조물과 일체가 되지는 않지만 동일한 Batch내의 시편에 부착하여 공정도중에 발생하는 물리화학적 현상을 외부에서 *In-Situ* 측정이 가능한 방법으로서 연구가 활발하게 수행되고 있다.

본 연구에서는 현재 대형항공기의 복합재료 구조물 제작에 널리 사용되고 있는 유리섬유/에폭시 수지 프리프레그의 경화공정을 DEA를 이용하여 분석하였으며 이에 대한 결과를 기존의 열분석 및 유동특성 시험결과와 비교하였다.

2. 이론적 배경

DEA는 공정도중 수지내에 존재하는 이온이나 쌍극자 움직임의 변화를 전기적인 신호로 해석하는 방법이다. DEA에서는 수지의 전기적 용량(C) 및 저항(R)을 측정된 후 각각 다음과 같은 식에 의하여 Permittivity(ϵ') 및 Loss Factor(ϵ'')로 표시한다[6].

$$\epsilon'(\text{Permittivity}) = \frac{Cd}{\epsilon_0 A} \dots\dots\dots (1)$$

$$\epsilon''(\text{Loss Factor}) = \frac{d}{RA\omega\epsilon_0} \dots\dots\dots (2)$$

$$\text{Tan}\delta(\text{Loss Tangent}) = \frac{\epsilon''}{\epsilon'} \dots\dots\dots (3)$$

A : 평판 콘덴서의 면적 (m²)

d : 평판 콘덴서의 간격 (m)

ϵ_0 : 진공상태에서의 유전율(8.85×10⁻¹²F/m)

ω : 교류전압의 각속도(1/sec)

물리적으로 ϵ' 는 전장에 대해 배열되는 쌍극자의 갯수, ϵ'' 는 쌍극자가 배열하는데 필요한 에너지를 나타낸다. 또한 ϵ' 는 영구쌍극자 및 유도 쌍극자에 의하여 영향을 받고 ϵ'' 는 영구쌍극자 및 이온의 전도도에 의하여 영향을 받으며 다음과 같이 Debye에 의하여 제시된 식에 의하여 표시될 수 있다[6].

$$\epsilon' = \epsilon_u + \frac{(\epsilon_r - \epsilon_u)\omega\tau}{1 + (\omega\tau)^2} \dots\dots\dots (4)$$

$$\epsilon'' = \frac{(\epsilon_r - \epsilon_u)}{1 + (\omega\tau)^2} + \frac{\sigma}{\omega\epsilon_0} \dots\dots\dots (5)$$

ϵ_u : Unrelaxed Permittivity (Permittivity at $\omega = \infty$)

ϵ_r : Relaxed Permittivity (Permittivity at $\omega = 0$)

τ : Relaxation Time (sec)

σ : Ionic Conductivity (1/ohm·m)

식(4)에서 첫번째 항은 전기적 변화에 대하여 분자 내부에서 발생된 유도쌍극자(Induced Dipole)에 의한 영향을 나타내며, 두번째 항은 분자 내부에 존재하는 영구쌍극자(Permanent Dipole)에 의한 영향을 나타낸다. 또한 식(5)에서 첫번째 항은 영구쌍극자, 두번째 항은 이온 전도도에 따른 영향을 나타낸다. 위 식으로부터 외부의 전기적 변화에 따른 영구쌍극자의 응답은 변화주기 및 사용된 소재의 Relaxation 시간에 의하여 영향을 받으나 유도쌍극자나 이온 전도도는 변화주기에 무관하다는 것을 알 수 있다.

3. 시 험

본 연구에서 사용된 유리섬유/에폭시수지 프리프레그는 250°F 경화용이며 미국 Boeing사의 소재 인증에 등재된 저온용 소재(BMS 8-79, Fiberite)로서 현재 국내에서 가장 널리 사용되고 있는 소재중 하나이다[1]. 사용된 수지의 주요성분은 2관능기를 갖는 DGEBA(Diglycidyl Ether of Bisphenol A)이며 다른 성분 및 조성에 대한 자세한 사항은 프리프레그 제작사의 노하우에 관련되므로 알려지지 않고 있다.

경화반응 시험은 DSC(T.A. Instrument), DMA(T.A. Instrument) 및 DEA(Polymer Science Lab.) 장비를 사용하여 등온(80, 100, 120, 130, 140 & 150°C) 및 승온상태(2.5, 5, 10 & 20°C/min)에서 수행하였으며, DEA는 4종류의 주파수(20, 50, 250 & 100Hz)에 대하여 시험을 수행하였다. 수지의 점도측정은 우선 프리프레그를 사용한 경우 낮은 점도에서는 섬유층에 의하여 크게 영향을 받으므로 MEK를 사용하여 프리프레그 내의 수지를 추출한 후 데시케이터 및 진공오븐을 사용하여 용매를 제거하였으며, 시험은 Rheometer(RMS-800, Rheometrics)를 사용하여 승온속도를 변경하여 수행하였다.

4. 결과 및 토론

Fig.1은 DSC를 사용하여 등온에서 측정된 BMS 8-79 프리프레그의 시간에 따른 반응속도의 변화를

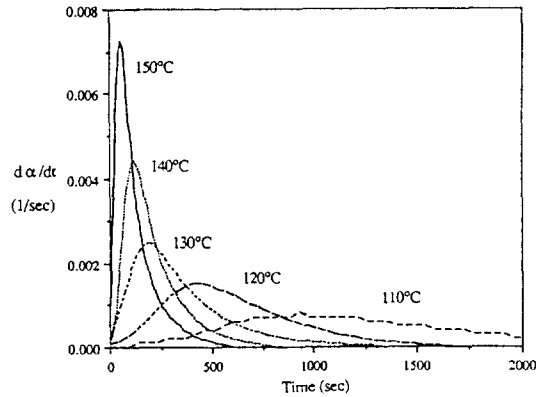


Fig.1. DSC isothermal scans of the fresh BMS 8-79 prepreg.

나타낸 그림이다[9]. 그림에서 보듯이 사용된 에폭시수지는 반응초기에는 시간이 증가함에 따라 반응속도가 증가하여 최대의 반응속도를 나타낸 후 다시 감소하는 전형적인 Autocatalytic 반응형태를 나타냈다. 이와 같은 등온 DSC 시험 결과를 토대로 간단한 모델식을 적용하여 사용된 수지의 Semi-Empirical 경화반응식 및 반응계수를 쉽게 산출할 수 있으며 이를 이용하여 원하는 경화조건 하에서의 반응변화를 예측할 수 있다. 하지만 DSC시험은 공정평가에 있어서 중요한 점도 및 기계적 물성 변화를 직접적으로 관찰할 수 없으므로 이를 위하여 다른 시험이 병행되어야 한다.

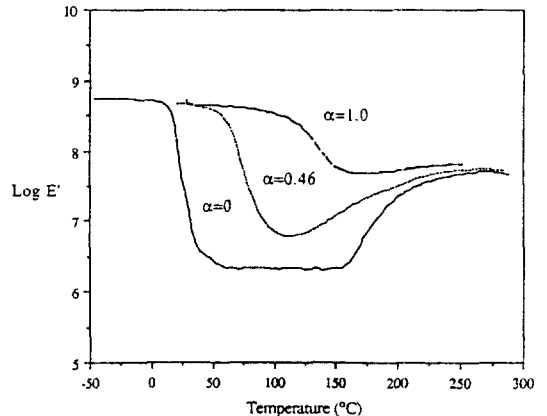


Fig.2. DMA dynamic scans of the fresh, partially and fully cure BMS 8-79 prepreps at a heat rate of 10°C/min.

Fig. 2는 초기 경화도를 변화시킨 프리프레그 시편들을 사용하여 수행한 DMA의 시험 결과이다. 부분 경화된 시편들은 일정한 온도(120°C)로 유지된 오븐에서 원하는 경화도에 도달하는데 소요되는 예상시간 동안 반응시켜 제작하였으며 정확한 경화도는 DSC시험에 의하여 측정된 잔류반응열(Residual Heat of Reaction)로부터 계산하였다. 그림에서 보듯이 DMA 시험에서는 시편의 유리전이온도 및 경화반응에 따른 Flexural Modulus(E')변화를 쉽게 관찰할 수 있다. 하지만 DMA는 어느 정도 경화가 진행된 프리프레그의 경우에는 경화반응도중의 기계적 물성 변화를 정량적으로 관찰할 수 있으나, 경화가 덜 된 경우에는 반응초기의 수지의 기계적 물성 변화를 관찰하기 어렵다. 이는 반응 초기에는 수지의 기계적 물성이 너무 낮아 측정되는 값이 거의 고체 섬유의 물성에 의하여 영향을 받기 때문이다.

프리프레그의 경화도에 따른 유리전이온도(T_g) 변화가 Fig. 3에 나타나 있다. 유리전이온도는 DMA 시험에서 Flexural Modulus(E') 그래프의 접선을 연결하여 교차하는 지점에서의 Onset 온도로서 측정된 값이며, 경화도는 앞서 언급한 바와 같이 120°C에서 경화시간을 변화시켜 제작한 시편들에 대하여 DSC시험에서 잔류반응열을 측정하여 산출하였다. 그림에서 보듯이 에폭시수지의 유리전

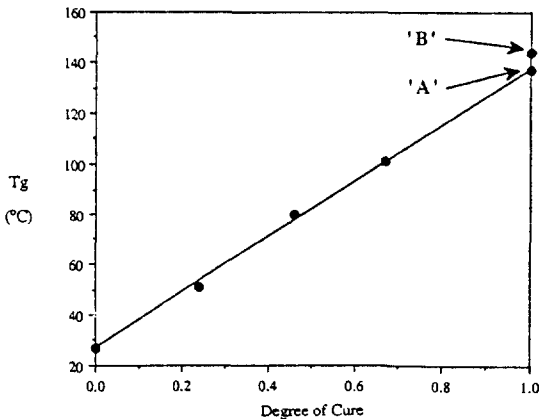


Fig. 3. Glass transition temperature (T_g) as a function of degree of cure for the BMS 8-79 prepreg.

이온도는 경화시간에 따른 경화도의 증가와 함께 거의 비례적으로 증가한다는 것을 알 수 있다. 또한 DSC 시험은 120°C에서 40분 이상 경화된 시편에 대하여 거의 잔류반응열을 관찰할 수 없었으나, DMA 시험에서는 Fig. 3에서 보듯이 40분이 경과한 시점(A'지점)에서도 반응이 완료되지 않아 그 이후에도 반응이 계속되어 120분이 경과한 시점(B'지점)에서는 유리전이온도가 거의 10°C 정도 증가한 것을 관찰할 수 있었다. 열경화성수지의 경화반응에 있어서 최종제품의 기계적 물성에 가장 커다란 영향을 미치는 것은 경화가 거의 완료되는 시점에서의 미세한 반응으로서 이때 수지의 분자량 및 유리전이온도가 급격히 증가하게 된다. 따라서 실제 열경화성 복합재료의 제작공정에서는 후경화(Post-cure) 공정이 뒤따르며 이에 대한 측정방법이 필요하나 기존의 DSC와 같은 열분석 방법으로는 이 부분에 대한 정밀한 분석을 수행하기 어렵다.

경화반응이 진행되지 않은 프리프레그를 사용하여 등온(120°C) 상태에서 4종류의 주파수에 대하여 측정된 DEA 결과가 Fig. 4에 나타나 있다. 등온시험의 경우 시험 초기에 나타나는 ϵ' 및 ϵ'' 의 일시적인 증가는 일반적인 열분석 등온시험에서도 나타나는 불안정 현상으로서 시험 초기에 시편 및 장치의 온도차이, 시편의 온도가 증가하면서 프리프레그 내부 수지의 연성화 및 흐름, 프리프레그 적층판의 두께나 기공의 양이 변화함에 따른 복합적인 현상으로 판단된다. 일정한 시간이 경과하여 시편의 온도가 안정된 후에는 시간이 증가함에 따라 경화반응에 의하여 쌍극자의 숫자가 감소하므로 ϵ' 는 감소하며, 또한 점도증가와 함께 쌍극자의 움직임이 어렵게 되므로 ϵ'' 역시 감소하게 된다. $\text{Tan}\delta$ 는 Fig. 4(C)에서 보듯이 저주파수 영역에서 2개의 Peak가 나타났으며 주파수가 증가함에 따라 1개로 합치하는 현상을 나타냈다. 이때 첫번째 Peak는 앞서 언급한 바와 같이 시험 초기의 불안정 상태에 기인한 것으로 판단된다. 두번째 Peak는 반응과 관련된 현상으로서 이때까지의 시간은 주파수가 증가할수록 감소하는 경향을 나타내며, 250Hz 이상의 주파수에서는 첫번째 Peak와 중복되어 시간의 변화는 없으나 $\text{Tan}\delta$ 의 절대값이 감소하는 것을 알

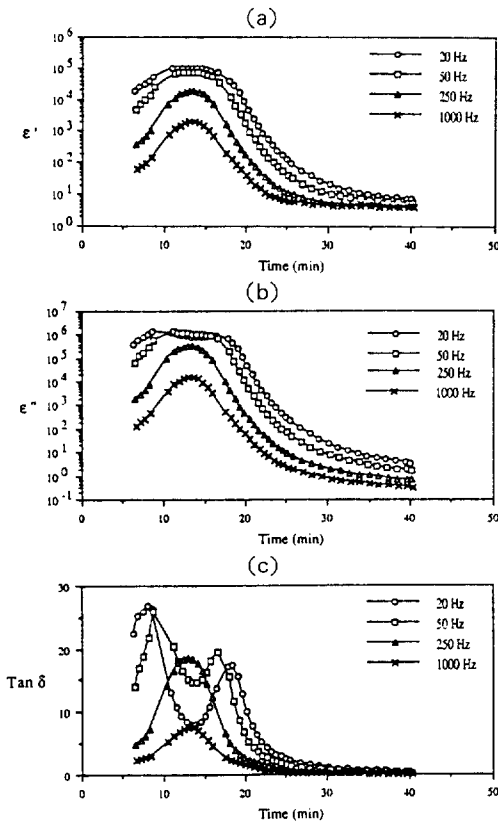


Fig. 4. DEA isothermal scans of the fresh BMS 8-79 prepreg at different frequencies (Temperature=120°C).

수 있었다. 이때의 시간을 DSC 시험결과와 비교하여 보면 두번째 Peak들이 서로 다른 경화도 값에서 나타난다는 것을 알 수 있었으며 이와 같은 사실로부터 두번째 Peak는 Gelation 현상보다는 Vitrification에 의한 현상에 기인하는 것으로 추측된다 [10]. 한편 앞에서 언급한 바와 같이 DSC 시험에서는 120°C에서 40분 정도가 경과하면 실험적으로 거의 여분의 반응을 관찰하기 어려우나 DEA 시험의 경우에는 미세하지만 여전히 반응이 계속되고 있다는 것을 ϵ'' 의 지속적인 감소추세로부터 알 수 있었다. 따라서 DEA 시험을 통하여 후경화반응을 세밀하게 관찰할 수 있으며 더 나아가 ϵ' 및 ϵ'' 의 완만한 감소 경향으로부터 등온조건에서 경화도와 ϵ' 혹은 ϵ'' 사이의 정량적인 접근 가능성을 살펴볼 수 있었다.

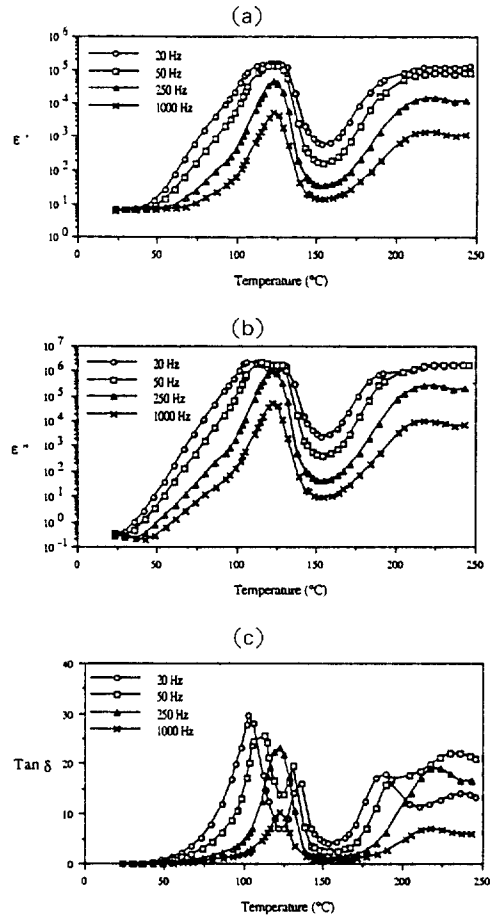


Fig. 5. DEA dynamic scans of the fresh BMS 8-79 prepreg at different frequencies (Heat Rate =2.5°C/min).

Fig.5는 동일한 프리프레그를 사용하여 2.5°C/min로 가열하여 측정된 DEA 시험결과를 나타낸다. 그림에서 보듯이 수지의 경화반응이 진행되지 않는 시험초기의 저온에서 ϵ' 및 ϵ'' 는 온도증가와 함께 증가하여 최대점을 나타낸후 반응이 진행됨에 따라 감소하게 되며, 반응이 어느 정도 진행됨에 따라 다시 증가하여 고온에서는 안정된 값을 나타낸다. Tanδ의 변화는 이와 같은 현상을 물리화학적측면에서 해석하는데 상당한 도움을 준다. Fig.5(C)에서 보듯이 Tanδ는 승온시험의 경우 저주파수 영역에서 3개의 뚜렷한 Peak를 나타냈다. 이들 Peak를 자세히 관찰해 보면 일반적으로 첫번째 및 세번째

Peak는 주파수가 증가할수록 고온에서 나타나며 두번째 Peak는 주파수가 증가할수록 저온에서 나타난다는 것을 알 수 있었다. 한편 주파수가 증가함에 따라 첫번째 Peak는 고온방향으로, 두번째 Peak는 저온방향으로 이동하여 결국 250Hz 이상의 고주파수 영역에서는 두개의 Peak가 중복되어 하나의 Peak를 나타냈다. 이와 같은 $\text{Tan}\delta$ 의 Peak는 영구쌍극자의 영향이 이온이나 유도쌍극자에 비하여 우세한 경우에는 $\omega\tau$ 가 일정한 지점에서 나타나게 된다[5, 11]. 따라서 첫번째 Peak는 온도증가에 따른 수지의 연성화, 두번째 Peak는 경화반응, 세번째 Peak는 완전 경화된 수지의 유리전이 현상에 기인한다는 것을 알 수 있었다.

이와 같은 DEA 신호 해석결과와 비교점도를 위하여 경화공정 도중 DEA의 $\text{Tan}\delta$ 와 Rheometer로 측정된 점도 변화를 비교한 결과가 Fig. 6에 나타나

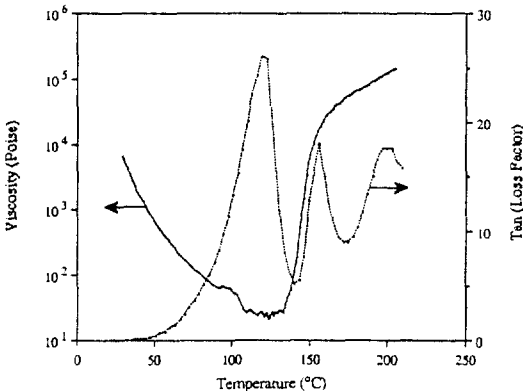


Fig. 6. Comparison of viscosity and DEA loss tangent in the dynamic experiments at a heat rate of 5°C/min.

있다. 그림에서 보듯이 승온반응의 경우 $\text{Tan}\delta$ 의 Peak는 120°C, 160°C 및 200°C 부근에서 각각 나타났다. 첫번째 Peak는 점도변화에서 보듯이 최저점도 지점, 두번째 Peak는 약간의 차이는 있으나 점도가 급격히 증가하는 지점, 세번째 Peak는 반응이 거의 종결된 상태로 더 이상의 반응에 대하여 점도는 서서히 증가하는 지점에서 나타났다. 일반적으로 프리프레그/오토클레이브를 사용한 실제 열경화성 복합재료 공정에서는 수지가 최저점도를 나타내는

지점에서 압력을 가하게 되며, 또한 점도가 어느 정도 증가하여 수지의 유동이 제한되는 지점, 즉 Gelation 혹은 Vitrification 부근에서 온도를 증가시키게 된다. 따라서 이와 같은 등온 및 승온 DEA 시험결과는 공정조건을 설정하는데 있어서 중요한 정보를 제공한다는 것을 알 수 있었다.

승온조건하에서 일정한 주파수를 사용하여 측정 한 DEA의 Loss Factor(ϵ'') 및 Rheometer를 사용하여 측정된 점도를 함께 도시한 그림이 Fig. 7에

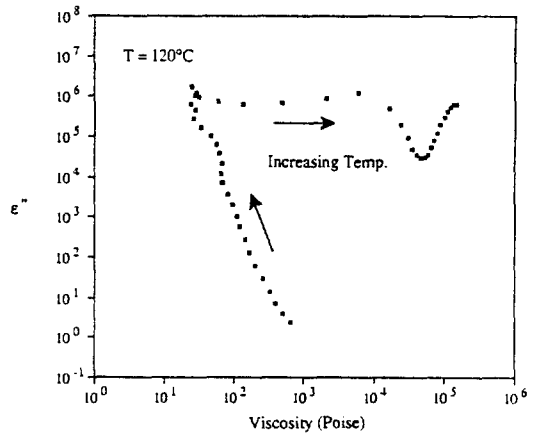


Fig. 7. Changes of viscosity and DEA loss factor in the dynamic experiments at a heat rate of 5°C/min.

나타나 있다. 그림에서 보듯이 일반적으로 저온에서는 ϵ'' 과 점도의 반비례적인 관계가 잘 관찰되나 온도증가와 함께 반응이 진행됨에 따라 점도는 증가하나 ϵ'' 은 거의 일정한 값을 갖게 된다. 이와 같이 저온에서 두 변수 사이의 반비례적인 상호관계는 반응이 진행되기 전까지는 영구쌍극자의 영향이 이온의 영향에 비하여 상대적으로 무시되므로 측정되는 ϵ'' 값은 수지의 점도와 직접적인 관계가 있는 이온의 전기전도도에 의하여 결정된다[12].

결론적으로 고분자 복합재료의 경화반응에서 DEA 신호를 통하여 최저점도(혹은 반응시작점), Gelation/Vitrification 및 유리전이 현상에 대한 정성적인 분석이 가능하며 이와 같은 결과를 바탕으로 실제 성형공정에서 가압 및 가열 시험과 같은 공정조건을 선택하는데 필요한 데이터베이스를 얻을 수 있었다. 또한 DEA에 의한 정량적 해석은

현재까지는 점도측정에 제한되어 있으나 본 시험 결과 등은 조건 하에서 경화도와 직접적인 관계도 예상되며 기존의 DSC가 관찰하기 힘든 후경화 공정에서의 반응까지 측정할 수 있다는 가능성을 제시하였으며 이에 대한 심도있는 연구가 요구된다.

5. 결 론

유리섬유/에폭시수지 복합재료의 경화반응을 DEA를 사용하여 등온 및 승온 조건하에서 시험하였으며 기존의 열분석 및 유동특성 시험결과와 비교 검토하였다. DEA의 등온시험 결과 일정한 시간내에서 Loss Tangent($Tan\delta$)의 Peak를 관찰할 수 있었으며 분석 결과 이 Peak는 수지의 Gelation과는 약간의 차이가 있었으며 Vitrification에 기인하는 것으로 판단된다. DEA의 승온시험에서는 저주파수 영역에서 3개의 $Tan\delta$ Peak가 나타났으며 점도 측정결과와 비교하면 각각의 Peak는 반응이 본격적으로 진행되기 이전의 최저점도, 빠른 경화반응에 따른 급격한 점도증가, 완전 경화된 수지의 유리전이 지점과 일치한다는 것을 알 수 있었다. 또한 본격적인 반응이 일어나기 이전의 수지점도는 DEA의 Loss Factor(ϵ'')와 반비례적인 관계가 있으며 정량적으로 DEA 시험으로부터 측정할 수 있었다.

열경화성수지의 경화반응 분석에 있어서 DEA는 후경화반응에서 나타나는 미세한 반응 변화, 낮은 점도하에서 진행되는 초기 열경화반응에 따른 기계적 물성 변화, 높은 점도에서의 기계적 물성 변화 등 기존의 DSC, DMA와 같은 열분석장비 및 Rheometer와 같은 유동특성 분석장비로 측정이 제한되어 있는 현상들을 정성적으로 분석할 수 있었다. 또한 DEA는 열경화성 복합재료 공정에 있어서 여전히 정량적인 측정에서는 응용이 제한적이지만 현장에서 *In-Situ* 측정이 가능하며 또한 현상학적인 해석이 가능하다는 장점과 함께 향후 복합재료 공정평가에 유용하게 응용될 수 있는 장치적인 가능성을 갖고 있으므로 이에 대한 심도있는 연구가 요구된다.

감사의 글

본 연구를 수행하는데 있어서 분석 및 자문을 아끼지 않으신 KIST, ADD, 한국화이버 및 제일모직 관계자분께 깊이 감사드리며 또한 시편제작에 도움을 주신 (주)대한항공 김해사업본부 기술개발부 및 부품생산부에 계신 분들께 감사드립니다.

참 고 문 헌

1. Boeing Material Specification, BMS 8-79, "Glass Fabric Impregnated Epoxy Resin: Low Temperature Curing," Boeing Airplane Company (1992)
2. S. Zeng, K.J. Ahn, J.C. Seferis, J.M. Kenny, and L. Nicolais, *Polym. Comp.*, **13**, (3), 191 (1992)
3. E. Turi, "Thermal Characterization of Polymeric Materials," Academic Press, New York (1981)
4. R.T. Harrold, and Z.N. Sanjana, *Polym. Eng. Sci.*, **26**, (5), 367 (1986)
5. D. Kranbuehl, S. Delos, E. Yi, J. Mayer, T. Jarvie, W. Winfree, and T. Hou, *Polym. Eng. Sci.*, **26**, (5), 338 (1986)
6. D.R. Day, "Dielectric Properties of Polymeric Materials," Micromet Instrument, Inc. (1989)
7. N.H. Sung, W. Dang, H.J. Paik, and C. S.P. Sung, *Int'l SAMPE Symp.*, **36**, (2), 1461 (1991)
8. 서광석, 이형재, 박종현, 문탁진, 박진우, 안규종, *Polymer(Korea)*, **18**, (4), 568 (1994)
9. 정기모, 정정화, 안상규, 윤길원, 안규종, "두꺼운 복합재료 적층판 제작시 층간온도분포에 관한 연구," 한국복합재료학회 춘계학술회의, pp. 32, May (1993)
10. S.D. Senturia, and N.F. Sheppard, "Dielectric Analysis of Thermoset Cure," *Advances in Polymer Science*, Vol.80, pp.1 (1986)
11. K.A. Nass, and J.C. Seferis, *Polym. Eng. Sci.*, **29**, 315 (1989)
12. Y.A. Tajima, *Polym. Comp.*, **3**, (3), 162 (1982)