

유전기법을 이용한 복합재료의 경화 모니터링

권재욱*, 김진국*, 김학성*, 이대길*, 최진경**

Cure Monitoring of Composite Materials Using Dielectrometry

Jae Wook Kwon, Jin Kook Kim, Hak Sung Kim, Dai Gil Lee

KEY WORDS : Dielectrometry (유전기법), Degree of cure (경화도), Composite materials (복합재료)

ABSTRACT

The properties of thermosetting resins are dependent on the degree of cure and consolidation quality. Since the consolidation process of thermosetting resin matrix fiber composites is much dependent on the viscosity of resin in the composites, in this study, the dissipation factor which is a function of viscosity was measured by the newly developed Lacomtech dielectrometry apparatus and sensors. Using the measured dissipation factors, the relationship between the dissipation factor and degree of cure with respect to environmental temperature was investigated.

1. 서론

일반적으로 열경화성 고분자 재료를 모재로 사용하는 복합재료의 경화 과정은 재료의 성질이 시간에 따라서 변화하며 다상 (Multiphase) 내에서의 화학적 반응 및 열, 밀도, 운동량 변화를 수반한다 [1-3]. 고분자 재료의 화학적 반응은 단량체 간의 가교결합에 따른 발열 반응 때문에 복잡한 경향을 나타낸다. 또한 고분자 재료의 열전도계수는 금속 재료에 비해 상대적으로 낮기 때문에 성형된 제품의 경우 내부의 큰 온도 차이가 발생하게 된다. 따라서 열경화성 고분자 재료의 품질은 경화 과정에 따라 좌우되고 경화과정에 대한 정확한 이해와 측정은 매우 중요하다. 따라서 복합재료의 품질 관리 (Quality control)를 위해 경화에 대한 모니터링을 해야 할 필요성이 있으며, 온라인 경화모니터링 (On-line cure monitoring)을 통해 신뢰성 있는

제품의 생산이 가능하다.

본 연구에서는 짧은 시간 내에 신뢰성 있는 복합재료 제품을 생산하기 위하여, 유전 기법 (Dielectrometry)을 이용한 새로운 경화 모니터링 기법과 센서를 개발하고 경화 시에 재료의 유전율과 온도 등 경화 과정 변수를 온라인으로 관찰하였다. 또한, 측정 방법을 개선하여 기존의 방법과 비교하였다.

2. 본론

유전 기법은 복합재료를 성형하기 전 수지 (Resin) 내부에 2 개의 전극을 삽입한다. 2 개의 전극에 교류 전기장을 가하면 수지는 유전 (Dielectric) 재료이므로 전극과 수지의 배열은 축전기를 형성하고, 수지 내의 쌍극자 (Dipole)들과 이온 (Ion)들은 교류 전기장에 응답하여 Fig. 1 처럼 운동하기 시작한다. 이러한 쌍극자들의 회전정도와 이온들의 이동정도는 수지의 점도와 경화도에 관련이 있다. 수지가 경화하기 전에는 쌍극자

* 한국과학기술원 기계공학과

** ㈜ 라컴텍

Cure state	Behavior of Dipoles & Ions	+ Dipoles		+ Ions	
		-	-	-	-
Uncured	Fully oriented				
Curing	Partially oriented				
Fully cured	Random				

Fig. 1 Behavior of dipoles and ions w.r.t. the cure state of composite materials.

들과 이온들이 교류 전기장에 따라 정렬하여 운동하는 것이 용이하지만, 경화가 진행됨에 따라 전기장에 정렬하기 어려워지고 운동이 작아진다 [1, 2].

여기서, 쌍극자들에 인가된 에너지에 대한 쌍극자들의 운동 시 소비되는 에너지의 비를 소산계수 (Dissipation factor)라 하고, 수지에 삽입된 2 개의 전극으로 이루어진 유전 센서를 Fig. 2 와 같이 저항 R_m 과 축전기 C_m 가 병렬로 연결된 등가 회로로 모델링하여, 쌍극자들의 운동을 표현하고 경화 정도를 나타낼 수 있다. 작용하는 전압 V_m 이 R_m 과 C_m 에 대하여 일정하므로, 소산계수를 교류 인가 전압의 주파수 ω 와 R_m 과 C_m 으로 표현하면 식 (1)와 같이 표현된다 [3, 4].

$$D = \frac{I_R V_m}{I_C V_m} = \frac{I_R}{I_C} = \frac{Z_C}{Z_R} = \frac{1}{\omega R_m C_m} \quad (1)$$

따라서, 유전 센서의 등가 저항 및 등가 콘덴서와 회로에 인가되는 교류 전압의 주파수를 측정하여야 한다. 유전 센서의 신호를 받기 위하여 Fig. 3 와 같이 휘트스톤 브릿지 (Wheatstone bridge) 형태의 회로를 사용하였다.

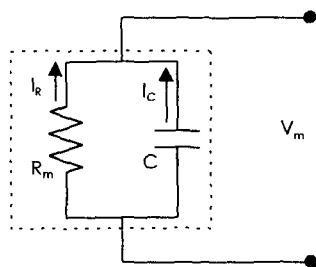


Fig. 2 Equivalent circuit of composite materials.

휘트스톤 브릿지는 출력 신호가 0 에 가까울 경우, 신호의 증폭과 정밀한 측정이 가능한 장점을 가지고 있다. 따라서 휘트스톤 브릿지를 사용하면 기존의 회로보다 정밀한 경화 모니터링 센서 및 회로를 구성할 수 있다. ω 는 인가한 교류 전압으로부터 측정하였다. 교류 인가 전압 V_i 과 출력 전압 V_o 의 관계는 다음과 같다.

$$\frac{V_o}{V_i} = \frac{Z_m}{Z_m + Z_1} - \frac{1}{2} \quad (2)$$

식 (2)를 Z_m 에 관하여 정리하면 식 (3)과 같다.

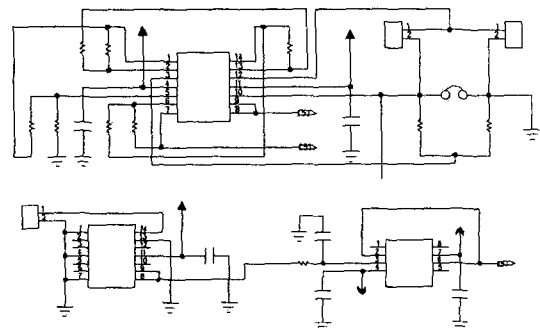
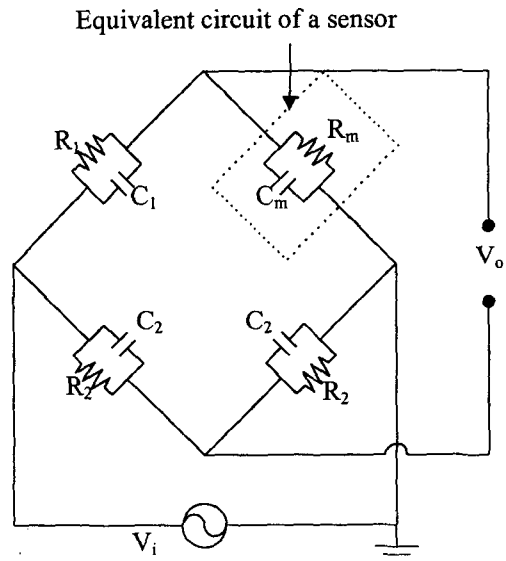


Fig. 3 Electric circuit using resistance and capacitance Wheatstone bridge type for measuring the dissipation factor of composite materials.

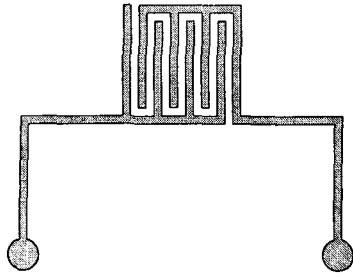


Fig. 4 Shape of the dielectrometric sensor.

$$Z_m = \frac{-Z_1 \left(2 \frac{V_o}{V_i} + 1 \right)}{2 \frac{V_o}{V_i} - 1} \quad (3)$$

여기서 R_m , C_m 과 Z_m 의 관계는 식 (4)와 같다.

$$R_m = \frac{|Z_m|^2}{\text{Re}[Z_m]} \quad (4)$$

$$C_m = -\frac{\text{Im}[Z_m]}{\omega |Z_m|^2}$$

따라서, 식 (3)에서 구한 Z_m 을 식 (4)에 대입하여 R_m 과 C_m 을 얻을 수 있고, 또한 식 (1)에 대입하여 소산계수를 구할 수 있다. 경화도에 따라 등가 저항과 등가 콘덴서가 변하기 때문에 휘트스톤

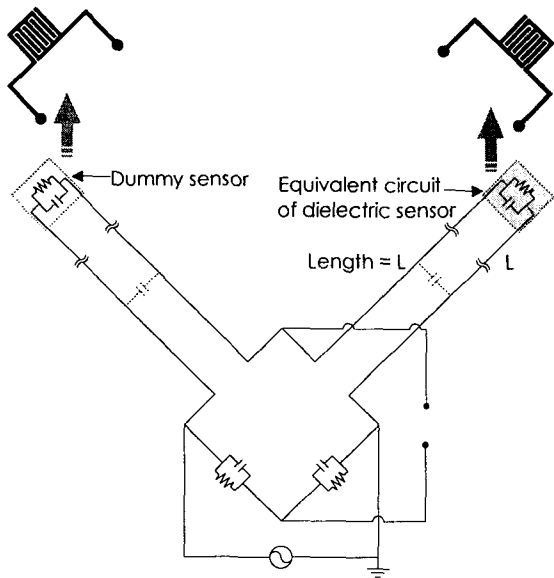


Fig. 5 Install of the dummy sensor.

브릿지의 출력 신호가 0을 유지하여 우수한 측정 감도를 갖도록 R_1 과 C_1 에 가변 저항과 가변 콘덴서를 설치하였다.

사용된 유전 센서의 형상은 Fig. 4와 같이 한 평면 내에 2개의 극성이 반대인 전극판들이 서로

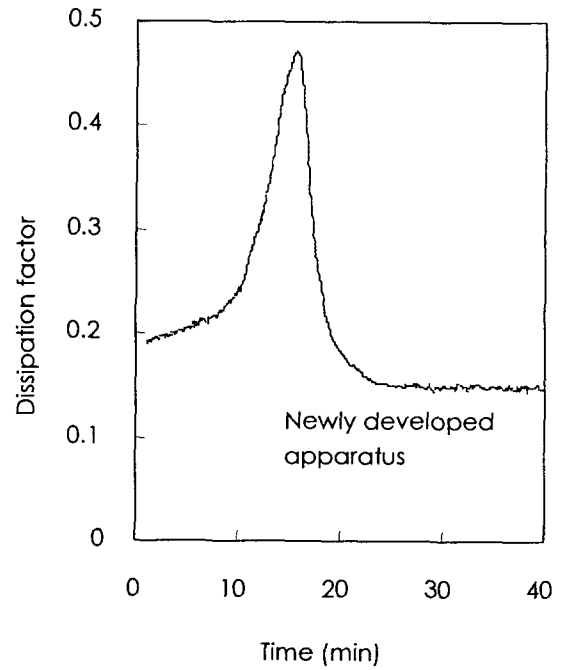
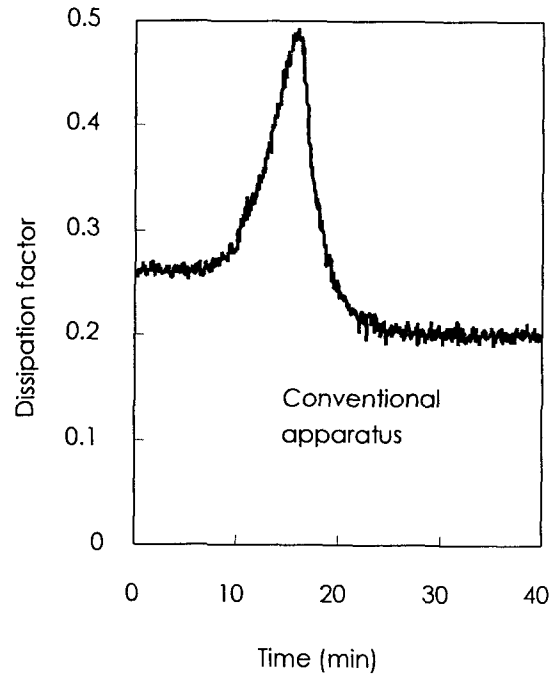


Fig. 6 Dissipation factor of glass fiber epoxy composites

엇갈려 배열되어 있는 형상이다. 이러한 센서 형상은 평행판 축적지에 비해 단위 면적 내에 전극 간의 인접 면적을 크게 하여 재료 내의 정전 용량을 증가시키기 때문에 유전 특성을 측정하기 용이하다고 알려져 있다 [5-7]. 센서 면적은 $3 \times 3 \text{ mm}$, 전극의 폭이 0.2 mm , 전극 사이의 간격이 0.2 mm 이고, 구리를 에칭하여 제작하였다. 센서와 회로 사이의 연결선의 부유 용량 (Float capacitance)을 제거하기 위하여 Fig. 5 와 같이 더미 센서 (Dummy sensor)를 사용하였다. 더미 센서도 같은 길이를 가진 선으로 연결되어 부유 용량이 회로에 미치는 영향을 감소시켰다. 측정 시편은 두께 0.125 mm 의 유리섬유 에폭시 복합재료를 $30 \text{ mm} \times 30 \text{ mm}$ 의 크기로 8 장 적층하고, 중앙에 유전센서와 열전대 (Thermocouple)를 삽입하였다. 주변 온도는 125°C 로 설정하였다.

Fig. 6 은 기존 측정방법과 개선된 측정방법에 의한 소산계수를 비교하여 보여준다. 개선된 측정방법은 기존 측정방법보다 외란에 의한 영향이 감소하였다. 일반적으로 유전 센서는 외부 전자기장에 의해 신호의 영향을 받는다. 따라서 센서주변의 전자기장을 차폐시켜야 정확한 측정이 가능하다. 하지만 전자기장 차폐가 불가능할 경우 Fig. 5 와 같이 더미 센서를 사용하는 개선된 측정방법으로 외란을 상쇄시킬 수 있었다. 또한, 기존 측정방법과 개선된 측정방법은 소산계수가 높은 값일 때에는 서로 비슷한 값을 나타내었지만, 경화반응이 일어나기 전의 소산계수는 서로 차이를 나타내었다. 기존 측정방법은 초기에 소산계수가 0.25 이고, 개선된 측정방법은 0.2 였다. 기존 측정방법은 연결선의 부유용량에 의한 영향이 나타나지만 개선된 측정방법은 이를 최소화시켜 센서 자체 신호만을 측정하였기 때문으로 판단된다.

3. 결론

본 연구에서는 유전기법을 이용한 복합재료 경화과정 모니터링 기법에 관한 연구를 수행하고 기존 측정방법을 개선하였다.

짧은 시간동안 폴리우레탄의 경화 과정을 모니터링 하면서 기존의 소산계수 측정 회로보다 측정 정밀도를 높이기 위하여 등가 저항과 등가 콘덴서가 포함된 휘트스톤 브릿지 형태의 회로를 적

용하였다. 또한, 부유 용량을 감소시키기 위하여 더미 센서를 사용하여 측정한 결과, 기존 측정방법보다 안정적인 소산계수 측정이 가능하였다.

또한, 실제 복합재료 제품의 경화과정을 관찰하면 온도, 압력 성형 시간 등 성형 조건 변수들을 결정할 수 있을 것이다.

참고문헌

- (1) J. S. Kim and D. G. Lee, "On-Line Cure Monitoring and Viscosity Measurement of Carbon Fiber Epoxy Composite Materials," *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 37, pp. 405-416 (1993).
- (2) B. Twombly, D. D. Shepard, "Simultaneous Dynamic-Mechanical Analysis and Dielectric Analysis of Polymers (DMA-DEA)," *Instrumentation Science and Technology*, Vol. 22, No. 3, pp. 259-271 (1994).
- (3) J. Fournier, G. Williams, C. Dutch and G. A. Aldridge, "Changes in Molecular Dynamics during Bulk Polymerization of an Epoxide-Amine System As Studied by Dielectric Relaxation Spectroscopy," *Macromolecules*, Vol. 29, No. 22, (1996).
- (4) J. S. Kim and D. G. Lee, "Measurement of the Degree of Cure of Carbon Fiber Epoxy Composite Materials," *Journal of Composite Materials*, Vol. 30, No. 13, pp. 1436-1457 (1996).
- (5) J. S. Kim and D. G. Lee, "Analysis of Dielectric Sensors for the Cure Monitoring of Resin Matrix Composite Materials," *Sensors and Actuators B*, Vol. 30, pp.159-164 (1996).
- (6) I. Alig, and W. Jenninger, "Curing Kinetics of Phase Separating Epoxy Thermosets Studied by Dielectric and Calorimetric Investigations: A simple Model for the Complex Dielectric Permittivity," *Journal of Polymer Science: Part B: Polymer Physics*, Vol. 36, pp. 2461-2470 (1998)
- (7) F. Stephan, X. Duteurtre and A. Fit, "In-Process Control of Epoxy Composite by Microdielectrometric Analysis. Part II: On-Line Real-Time Dielectric Measurements During a Compression Molding Process," *Polymer Engineering and Science*, Vol. 38, No. 9, pp. 1566-1571 (1998).