

AE 계측에 의한 고온용 흑연재료의 결함측정에 관한 연구

최 만 응*

Defect Measurement of Graphites for High Temperature Application by AE Technique

M. Y. Choi*

ABSTRACT

In this study, we investigated defects of graphite by three NDT methods which are ultrasonic testing at 5 MHz and 15 MHz, micro-focused X-ray testing and AE testing. As the detection of AE signals generated from graphite tensile specimens, we calculated location of AE sources and compared them with UT and X-ray test results in detecting defects of several specimens.

Acoustic emission testing could be applied to some graphites which have fine grains of a few tens of micrometer, but it was difficult to those in larger grain of few of millimeter. Also, we could understand what kind of defects has affected on tensile fracture of graphite.

1. 서 론

고온가스로의 노심부나 노상부의 대부분은 다결정흑연 재료로서¹⁾⁹⁾ 제작되어 있어 흑연재료의 기계적성질 및 파괴거동을 명확히 하는 것은 구조용 재료로서 사용할 경우 매우 중요한 일이다. 또한 등압소결한 흑연재료의 경우 기공률이 10~20%로 세라믹재료나 철강재료보다도 훨씬 큰 기공률을 갖고 있다. 그리고 흔히 품질검사차원의 시험·검사를 할 경우 재료의 건전부나 결함등을 구분하는 것은 쉬운일이 아니다. 이미 몇몇 연구자들에²⁾³⁾⁴⁾⁵⁾ 의하여 비파괴적인 시험을 통하여 결함측정 기술을 확립하고자 하여 왔으나 아직도 담보상태에 있다.

Kobayashi씨 등¹⁾⁷⁾은 초음파를 사용하여 파괴인성 시험편(CT 시험편)에서 균열 진전길이 등을 측정하여 흑연재료의 파괴 역학적 특성평가를 확립하는 연구를 수행하였고, Oku⁸⁾ 등은 흑연강도의 통계적 성질을 발표하였다. 그러나 결함의 위치나 분포등에 의한 강도변

화 등, 결함이 흑연강도에 미치는 영향등은 고려하지 못하였다. 한편 초음파시험²⁾³⁾¹⁰⁾, 와전류시험¹³⁾, 방사선시험¹⁴⁾에 의한 흑연재료의 결함측정 연구결과는 서로 상당한 차이가 있는 것으로 보고된바 있으며 아직 까지 흑연재료에 대한 정확한 결함측정과 강도평가방법은 아직 확립되어 있지 않다.

그러므로 본 연구에서는 비교적 고감도 측정방법으로 알려진 AE (Acoustic Emission) 법¹¹⁾¹²⁾을 중점으로 사용하여 흑연재료의 결함위치를 측정하고 초음파와 방사선시험을 통하여 결함크기를 구하여 흑연재료의 결함 측정기술을 확립하는데 목적이 있다.

2. 실 험

2. 1 시험편 및 인장시험

시험편은 등방성 고순도 흑연재료를 사용하였고 기계적성질 및 시험편 크기는 그림 1과 표1과 같다. 시험편

* 한국표준과학연구원 (정회원)

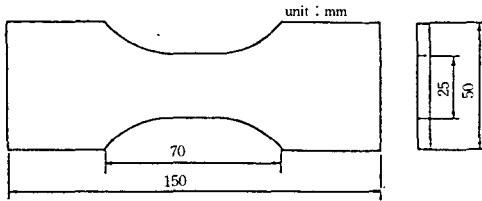
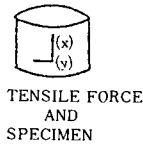


Fig. 1 Shape of specimen

Table 1. Physical properties of specimens

Graphite	ATT		IG-110	PH3JHA
	X(II)	Y(I)		
Tensile Strength, MPa	23.0	30.1	26.5	8.7
Young's Modulus, GPa	8.8	12.4	9.8	8.2
Mean Grain Size, mm	10 μ J	10 μ J	20 μ J	>1



표면 및 노치부는 인장시험에 영향을 미치지 않도록 정밀가공하였고 시험편의 채취방향을 그림 1과 같이하여 채취방향에 따른 강도변화도 고찰하였다. 흑연재료는 입자크기가 100 μ m (ATJ), 20 μ m (IG-110)인 2 종류의 시험편과 1mm 이상(PH 3 JHA)의 시험편을 선택하였다. 한편 시험편의 중앙에는 변형율을 측정하기 위해 스트레인게이지를 접착하였다. 흑연재료는 취성재료로서 인장시험시 Jig나 척의 영향이 큰 것으로 본 시험에서는 시험편의 접촉면에 6개의 보울트를 사용하여 일정한 압력으로 물릴 수 있도록 하고 척의 상하면에서 9개의 보울트를 사용하여 시험편에 균일한 인장하중이 작용하도록 특별히 제작하고 인장시험에서 슬립이나 비틀림 등을 방지할 수 있도록 하였다. 인장시험 속도는 0.1mm/min로 일정하게 유지하였고 인장하중값 및 시험편 중앙에서의 스트레인값은 X-Y 기록계에 표시하였다.

2. 2 AE (Acoustic Emission) 계측

그림 2는 AE 측정시스템을 나타낸다. 500 kHz의

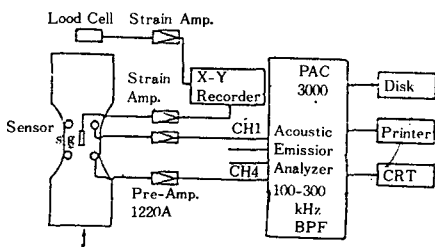


Fig. 2 Block diagram of AE measuring system

공진주파수와 직경 5mm인 고감도 AE 센서가 그림 2에서와 같이 25mm 떨어진 장방형으로 설치되어 있다. AE 센서에 의해 검출된 신호는 전치증폭기에서 40 dB 증폭되고, 주증폭기에서 30 dB 증폭되어 AE 해석장치 (PAC사 3104/3000)에 입력된다.

AE 발생위치의 교정을 위해서 시험편의 각각 다른 위치에서 연필의 압력에 의해 AE 발생원을 임의로 일정하게 주었다. 즉 AE 발행위치를 인장시험전에 파악해 놓고 이것을 기준으로하여 인장시험시 결함으로 부터 발생하는 AE를 검출하여 그 결함의 위치를 결정하였다. 그림 3은 25mm의 정방형내에 5개 점을 택하여 연필압력에 의한 AE 발생원 표시를 나타내고 있다. 이때 사용된 연필은 2H, 지름 0.3mm이다.

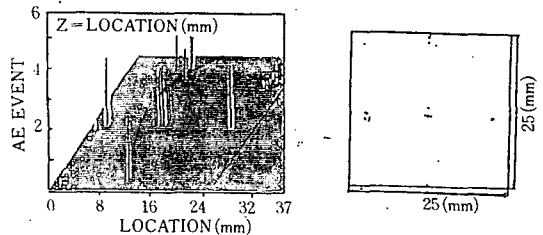


Fig. 3 AE source location by pencil lead breaking

2. 3 초음파시험 및 X-ray 시험

5mm 두께의 흑연재료 시험편에서 5MHz의 초음파 센서를 사용하여 표2와 같은 시험조건으로 시험하고 결과

Table 2. Ultrasonic Testing

Specimen Thickness, mm	5
Seanning Range, mm	23-25
Index Pitch, mm	1
Stroke Velocity, mm/s	50
Sensor Frequency, MHz	5
Ultrasonic Velocity, m/s	2490

Table 3. Micro-focused X-ray testing

Speciman	
Tube voltage	45kV
Tube current	0.12mA
Focus	0.5L
Magnification	36X

는 C-scan의 화상으로 처리하여 결함의 크기나 분포등을 구하고 AE 예측결과와 비교 검토 하였다. 또한 인장시험편을 X-ray를 사용하여 표3의 시험조건으로 결함의 크기 및 위치를 구하였다.

3. 시험결과 및 고찰

3. 1 흑연재료 시험편에서의 AE 발생

흑연시험편에서 그림 4와 같이 인장하중이 증가함에 따라 AE 발생은 최대 파단하중의 30% 부근에서 시작되고 점차 증가하는 것을 알 수 있다. 반면에 AE 에너지는 파단하중의 90% 전후에서 급증한다. Ae 진폭은 거의 모든 시험편에서 60 dB 이상으로 나타난다. ATJ

시험편의 경우 하중 증가에 따른 에너지의 증가가 2단계로 급증하는 것을 알 수 있다. 이것은 재료내부에서서서히 소수의 균열들이 주변결합들과 급속한 합체를 이루어진 것으로 생각된다.

결정입자가 큰 IG 시험편은 ATJ 시험편에서 보다 훨씬 적은 AE가 발생하였으나 발생한 AE 진폭크기는 ATJ의 AE 진폭보다도 큰것으로 나타났다. 이것은 SEM (Scanning Electron Microscope)에 의한 파면사진(photo, 1)에서, ATJ 보다 IG의 파면에서 더 많은 벽개파괴면이 나타남을 알 수 있다. 그러나 결함을 기점으로하여 파괴가 시작된 흔적은 찾아볼 수는 없었다. 그것은 흑연재료가 너무 취성이 심하고 파단후 파단면의 현상유지가 어려웠다. 파단될때 분말형태의 수 많은 분말형태로 분산되기 때문이다. PH3JHA와 같이 입자크기가 큰 흑연재료에서 발생하는 AE는 너무 분포가 심하게 발생하였고 AE에 의해 결함검사는 좀더 연구되어야 할 것이다.

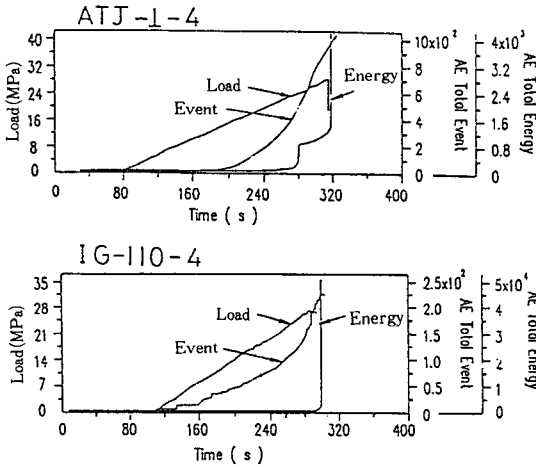


Fig. 4 Acoustic emission on graphite specimen

3. 2 AE 신호에 의한 결함위치 측정

그림 5는 시간변화에 따른 AE 진폭분포를 나타낸 것으로 그림 4의 ATJ 시험편에서 AE 에너지가 급증한 2개 단계를 구분하여 그림 5에서는 I, II 단계로 표시하였고 I, II 단계에서 발생한 AE 신호를 각 AE 센서에 도달되는 시간차에 의하여 거리를 계산하여 AE 발생위치를 결정한 것으로 그림 6에서 각각 표시하고 그림 6(a)는 시험편의 중앙부 25×25mm 중앙부분의 I, II 단계에서 발생한 AE 발생지점과 그때의 발생수를 나타낸다.

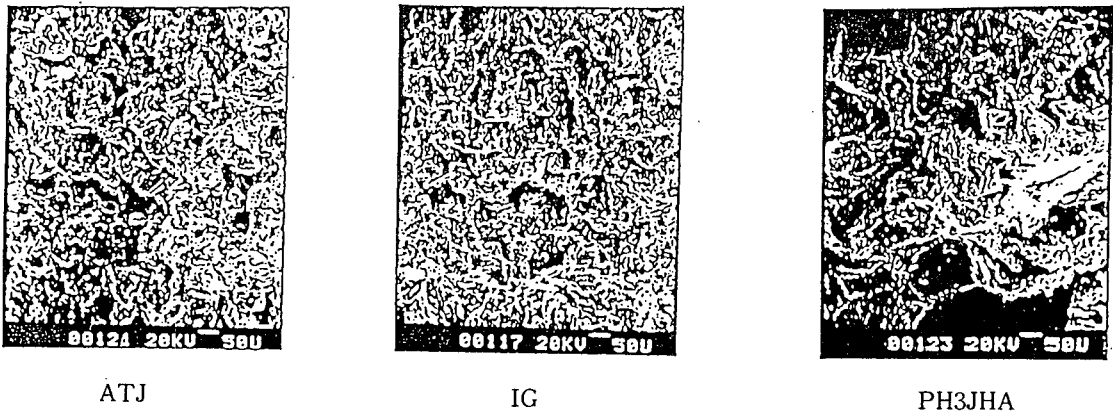


Photo. 1 Frctography of graphite

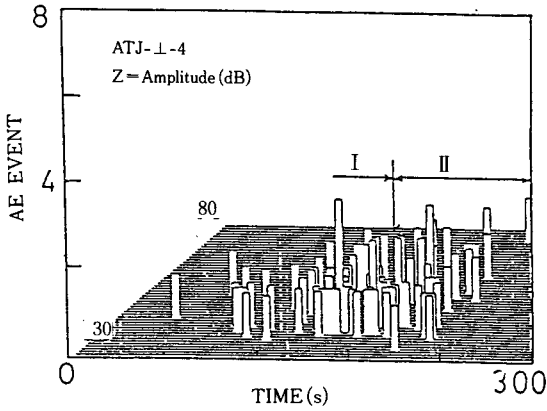


Fig. 5 Time vs. Event and amplitude distribution on specimen

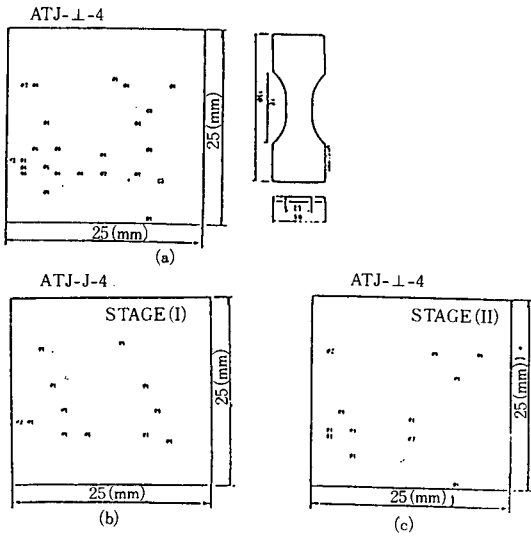


Fig. 6 AE events in plane location

그림 6(b)는 I 단계에서의 AE 발생, 그림 6(c)는 II 단계에서의 AE 발생으로서 AE 발생이 같은 위치에 반복되어 나타나기 보다는 서로다른 위치에서 단발적으로 발생한 것을 의미한다. 흔히 철강재료의 경우는 재료내부의 파괴기점이 형성되면 그점을 중심으로 AE 발생이 집중적으로 있게 되는 반면에 본 시험편 내부에서 발생한 AE는 결함부근에 응력이 집중되어 있다가 이것이 임계파괴하중에 도달되었을때 발생한 것으로 AE 발생신호는 결함위치를 측정하는데 주요 인자임을 알 수 있다.

그림 7은 25×25mm 시험편 내부에서 발생한 AE를

AE 에너지로 표시한 것으로 4~5개 부분에서 비교적 큰 AE 신호가 발생하였다. 이것은 이부분에서 응력집중요소가 있음을 의미하여 그림 7의 하부에서 발생한 AE 들은 최후 시험편의 파단부분과 정성적으로 매우 일치하고 있음이 확인되었다.

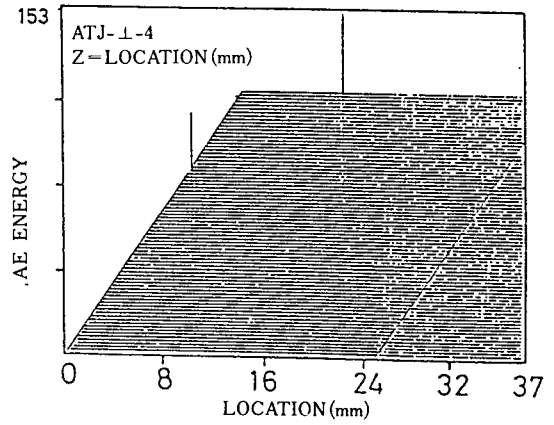


Fig. 7 Source location distributions of event

3. 3 초음파 및 X-ray 시험결과

사진 2는 초음파 시험결과를 C-scan 상으로 표시한 것이다. 인장시험전에 모든 시험편은 초음파시험 및 X-ray 시험을 한것으로 사진 2의 붉은 점등은 결함이 있는 곳에서 나타나는 상으로서 약 500μm의 크기를 가지고 있다. 이것은 AE에 의한 결함위치부분과 거의 일치하거나 AE 발생점 근방임을 알 수 있었다. 후연재

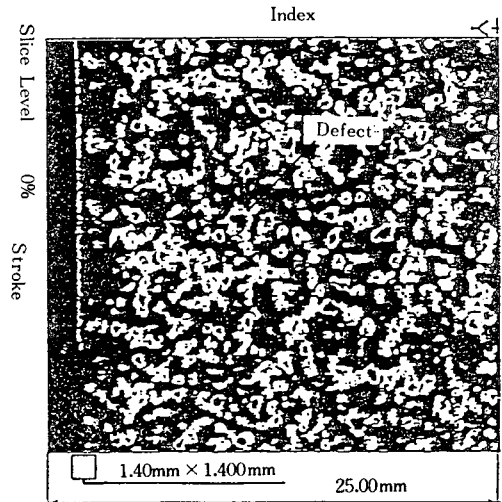


Photo. 2 Ultrasonic test result

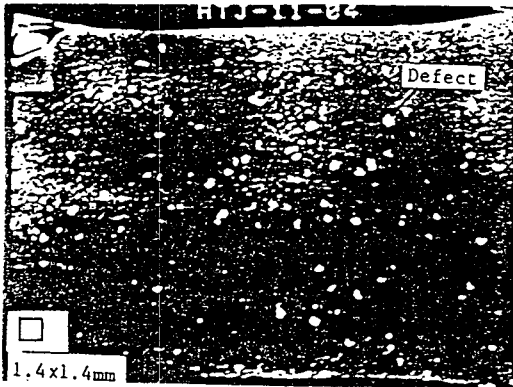


Photo. 3 X-ray testing result

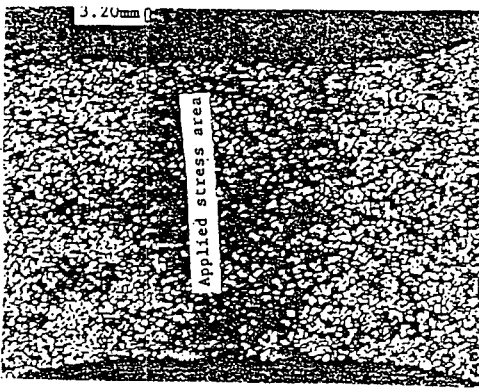


Photo. 4 C-scan ultrasonic image on graphite by load 70% of maximum fracture load

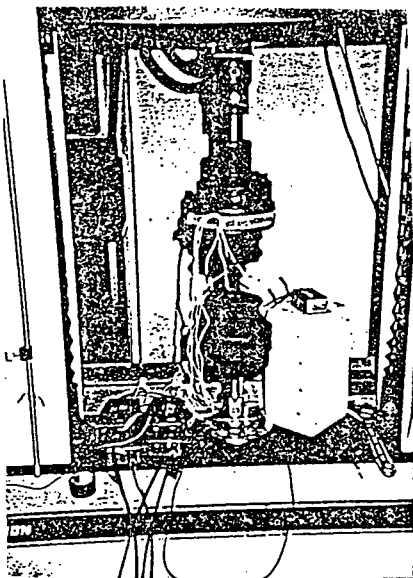


Photo. 5 Experimental apparatus for tensile testing

료의 결함측정에서는 초음파 시험보다도 X-ray 시험이 보다 정밀하게 측정할 수 있었으며 AE 측정결과와 일치한 것으로 나타난다.

3. 4 흑연재료의 인장강도와 결함분포

인장시험전의 흑연재료의 결함이 인장시험 후 어떻게 변화하는 것을 관찰하고 AE법에 의한 결함측정 정밀·정확도와 AE 발생 특성과의 관계를 면밀히 검토하기 위하여 시험편에 최대인장하중의 70%에서 하중을 제거하고 그 시험편을 다시 초음파 시험을 하여 무하중시의 시험편의 초음파상을 비교 하였다. 사진 4는 하중제거 직후의 초음파 C-scan 상으로서 시험편의 중앙부분이 넓게 응력변형을 받은 것으로 나타나고 있다. 이와같이 초음파는 응력변형량을 측정할 수 있어 최근에는 보울트의 축응력, 잔류응력 측정등에 응용되고 있다. 그림 8은 파단전의 흑연재료의 스트레인량과 AE 특성관계를 표시할 것으로 그림 4와 같이 초기 인장부터 AE가 서서히 발생하는 것을 알 수 있다.

그림 8의 인장하중 스트레인 곡선에서 볼 수 있듯이 철강재료나 취성재료의 대표적인 세라믹재료와 같이 파단부분까지 직선성을 갖는다던가 비례한도까지는 직선성이 있는 일반재료의 특성과는 달리 인장하중 증가의 초기시에 비직선성이 큰것을 알 수 있으며 이때부터 AE 발생이 시작된다는 것이 주목할 만한 것으로, AE법을 활용하여 흑연재료의 변형특성을 연구하는데 큰 도움이 될 것으로 생각된다. 즉 고감도 AE 계측시스템을 활용하면 취성재료의 소성변화영역을 규명할 수 있을 것으로 기대된다.

또한 그림 8에서의 AE 발생은 그림 4나 그림 5의 I 단계에 해당되는 것으로 하중을 더욱 증가시킬 경우

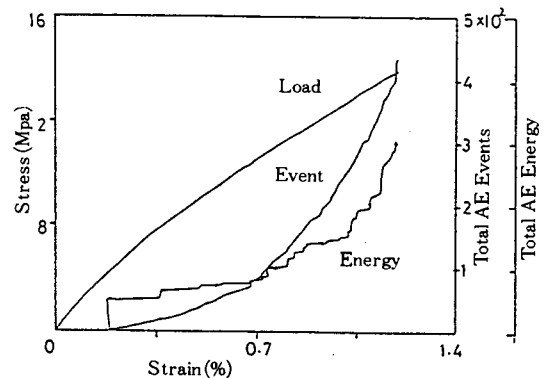


Fig. 8 Acoustic on the graphite specimen, ATJ-11-10

많은 AE 발생수와 큰 에너지를 발생하면서 파단에 이를 것으로 추정된다. 그러므로 그림 5에서는 I 단계가 II 단계에서 보다 결함에 의한 AE가 더 발생된 것으로 추정되며 II 단계의 경우는 I 단계의 파괴진전에 동반된 주변결함이 합체 등에 의한 AE 발생이라고 생각되지만, AE 발생원에 대한 주파수 해석등을 통하여 그 원인을 연구해야 될 것으로 생각된다.

흑연재료의 결함측정은 초음파 측정보다는 AE 법이나 X-ray 방법에 의한 것이 더 유효함을 본 실험을 통하여 알 수 있었으며 결함검사 방법등이 확립되면 흑연재료는 고순도 및 고강도 구조재료로서 사용 용도가 확대 될 것이다. 또한 도전성 재료로서 고온사용의 센서 재료로서도 유망한 것으로 생각하는 바이다.

4. 결 론

고온 흑연재료의 인장시 발생하는 AE (Acoustic Emission)는 흑연재료의 결함부분에서 집중적으로 나타났으며 그 발생위치는 X-ray 시험결과와 거의 일치하였다. 초음파 시험에서는 500 μ m 정도의 결함을, X-ray 에서는 100 μ m 이하의 결함검출이 가능한 것으로 나타났다. 향후 흑연재료의 결함측정시 AE법과 X-ray 시험을 동시에 적용하면 흑연재료의 강도분포나 결함분포 등을 좀더 명확하게 규명할 수 있을 것으로 생각한다.

REFERENCE

- 1) Toyo Tanso Co. ;Graphite application, 1989, Japan.
- 2) K. Ooka, T. Senda et al;The 1st Symposium on Nondestructive Evaluation for New Materials, P. 75 (1985)

- 3) T. Senda, K. Ooka et al;The 1st Symposium on Nondestructive Evaluation for New Materials, P. 82 (1985)
- 4) M. Fuji, H. Suzuki, K. Ooka et al;The 2nd Symposium on Nondestructive Evaluation for New Materials, PP. 76-87 (1985), JSNDI
- 5) G. M. Jenkins;Brit. J. Phys. Vol. 13, P. 30 (1962)
- 6) H. Kobayashi, Y. Arai, T. Arakai and T. Oku;The Society of Material Science, Japan, Vol. 39, No. 443, P. 2 (1990)
- 7) K. Kobayashi et al;J. of the Material Science, Japan, Vol. 37, No. 419, P. 58 (1987)
- 8) T. Oku et al;炭素, No 89, 948 (1977)
- 9) S. Sato, A. Kurumada, H. Iwaki and Y. Komatsu;Carbon Vol. 27, No. 4, P. 1 (1989)
- 10) P. B. J. Bragoli, D. P. Almond, B. Mcenaney;Ultrasonic Attenuation in Graphite, Carbon Vol. 26, Np. 1, P. 108 (1988)
- 11) Y. Fukuzawa et al;1987 National Conference on Acoustic Emission, P. 1 (1987), JSNDI
- 12) T. Kishi and K. Kitadate;Nondestructive Characterization of Materials, Proceedings of the third international symposium, FRG, Oct. 3-6, 1988, PP.
- 13) M. Hashimoto et al;"Eddy current testing of graphite material", 9th Int. conf. on NDE in the nuclear industry, Tokyo, Japan, Apr. 25-28, 1988, PP.
- 14) T. Oku et al;The 2nd Symposium on NDE for New Materials, P. 76 (1988)