

감마선을 이용한 복합재료의 섬유체적분을 측정

장지훈, * 조정식, * 장홍근, * 박지홍, * 이종오**

* 한국기계연구원 비파괴시험그룹

** 한국기계연구원 원자력공인검사사업단

요 약 본 연구에서는 방사성동위원소 ^{241}Am 의 감마선 감쇠를 이용하여 유리섬유 및 탄소섬유 복합적층판의 섬유체적분율을 비파괴적으로 측정하였다. NaI(Tl) detector에 의해 섬유와 기지의 방사선 감쇠계수를 측정하고, 시험체의 두께를 2~20mm로 변화시키면서 섬유체적분율을 측정하였으며, 적층판과 에폭시판을 겹쳐서 섬유체적분율을 변화시키면서 섬유체적분율을 측정하였다. 연구 결과 단면을 현미경으로 관찰하여 구해진 값과 비교할 때 오차 $\pm 1\sim 2.5\%$ 범위 이내로 측정이 가능하였으며, 방사선원의 energy, activity의 선택에 따라서 대부분의 복합재료에 적용이 가능할 것으로 판단된다.

1. 서론

다가오는 시대는 신소재의 시대라고 해도 과언이 아닐 정도로 현재 신소재에 대한 연구가 활발하다. 어떤 분야이든간에 기술 개발은 재료의 향상에 의해 좌우되며, 기술의 진보에 대한 최종적인 제한은 재료에 의존하기 때문이다. 이러한 관점에서 복합재료는 재료의 발달 과정에 있는 하나의 큰 단계라 할 수 있다. 특히, 오늘날 항공 및 우주산업을 비롯하여 화학, 전기, 자동차 및 스포츠산업 등 다양한 분야에서 다양한 형태의 복합재료를 대규모적으로 사용함에 따라 복합재료에 관한 연구에 대한 필요성이 더욱 더 강조되고 있다.

한편, 섬유체적분율은 인장강도, 압축강도, 피로강도, 탄성계수, 열적특성 및 파괴특성 등 복합재료의 특성에 직접적인 영향을 미치는 인자이다.¹⁾ 지금까지 복합재료의 섬유체적분율을 측정하는 방법으로는 단면을 현미경으로 관찰하여 섬유가 차지하는 단면적을 구하여 계산하는 방법, 탄소섬유복합재료

의 경우 질산에 수지를 녹인 후 질량차에 의해 구하는 방법, 유리섬유복합재료의 경우는 600°C 정도의 노에서 수지를 태워서 질량차에 의하여 구하는 방법 등이 있다.²⁾ 그러나 이러한 방법들은 측정시 인력과 시간이 많이 소요되며, 측정 대상물을 자르거나 녹이거나 또는 태워야 하므로 측정 대상이 완성품인 경우에는 적용할 수 없는 치명적인 단점이 있다. 따라서 이에 대한 비파괴적인 방법에 관한 연구가 절실히 요구된다.

본 연구에서는 감마선 감쇠를 이용하여 비파괴적으로 복합적층판의 섬유체적분율을 측정하는 방법을 개발하였다.

2. 이론적 배경

감마선이 물질을 통과할 때 물질과의 상호작용에 의하여 감마선의 세기는 감쇠법칙을 따르는데,^{3~5)} 흡수체의 단위 두께당 감마선 세기의 감쇠비는

$$-\frac{dI}{I_0} = \mu dX \dots\dots\dots (1)$$

와 같으며, 위 식을 적분형으로 고치면 다음과 같다.

$$I = I_0 \exp(-\mu X) \dots\dots\dots (2)$$

이때 I_0 와 I 는 각각 입사전, 투과후의 감마선의 강도를 나타내며 μ 는 물질의 방사선 감쇠계수로 에너지와 물질에만 의존하는 물질상수, X 는 흡수물질의 두께를 나타낸다.

한편, 두가지 이상의 물질로 이루어진 혼합체의 경우는

$$I = I_0 \exp(-\mu_1 X_1 - \mu_2 X_2 \dots) \dots\dots\dots (3)$$

$$X = X_1 + X_2 \dots \dots\dots (4)$$

이므로 각각의 방사선 감쇠계수 μ_1 과 μ_2 를 알고 있는 두 물질의 혼합체에 대하여 I 와 I_0 를 측정하면 식 (3)과 식 (4)를 연립하여 $X_1 : X_2$ 즉, 체적비를 구할 수 있다.

3. 실험 재료 및 방법

3.1. 실험 재료 및 시험편

본 연구에 사용된 실험 재료는 국내 H사 제품인 carbon fiber(CF3327) 및 glass fiber(HFG618)이며, carbon fiber와 glass fiber를 적층하여 성형시키기 위한 epoxy는 epoxy resin 2447 및 hardner 2347을 사용하였으며, 복합적층판의 제작은 glass fiber 및 carbon fiber의 생단에 epoxy를 함침시켜 두께가 1mm이상 이 되도록 hand lay-up법으로 적층하여, 진공펌프로 void를 제거하면서 140°C에서 약 3시간 동안 경화시켜 제작하였다.

한편, glass fiber, carbon fiber 및 epoxy의 방사선 감쇠계수 μ 를 구하기 위한 시험편은 각각 두께 5mm의 E-glass plate, graphite plate, 적층판과 같은 조건으로 경화시킨 epoxy plate를 사용하였다.

3.2. 실험 장치

본 연구에서 복합 적층판의 체적분율 측정에 사용된 장치는 감마선 조사장치, NaI(Tl) detector, multi-channel analyzer 및 computer이며 Fig. 1은 장치의 개략도이다.

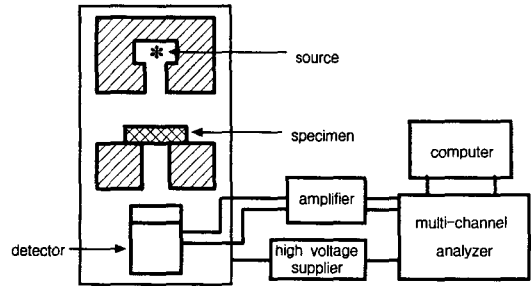


Fig. 1. Schematic diagram of measuring equipment for fiber volume fraction

3.3. 실험 방법

섬유체적분율의 측정을 위해 먼저 E-glass, carbon 및 epoxy의 방사선 감쇠계수를 측정하고, 이를 이용하여 GFRP 및 CFRP의 감마선투과시험을 통해 섬유체적분율을 계산하였으며, 10회씩 측정하여 구한 측정값의 통계적 오차는 다음 식에 나타난 표준오차(standard error)를 사용하여 비교하였다. 여기서, σ 는 표준편차이며 N 은 측정 횟수이다.

$$\text{표준오차}(\sigma_m) = \frac{\sigma}{\sqrt{N}} \dots\dots\dots (5)$$

또한, GFRP 및 CFRP 단면의 각각 3부위 이상에서 Fig. 2와 같은 현미경 사진에 나타난 단면에서 섬유체적분율을 산출하고, 이를 감마선에 의한 측정치와 비교하였다.

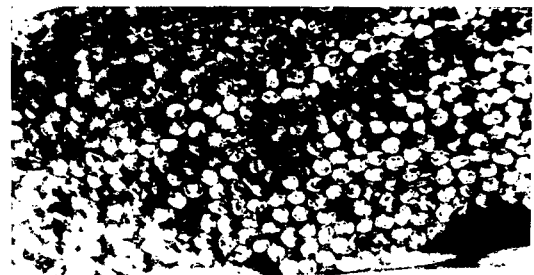


Fig. 2. Optical micrograph of the cross-section of CFRP (x500)

4. 결과 및 고찰

4.1. 방사성동위원소의 선정

본 연구에서 감마선을 발생시키는 선원으로는

26.3keV와 59.6keV의 감마선 에너지와 약 5600년의 반감기를 갖고 있는 ^{241}Am 을 사용하였다. Fig. 3은 ^{241}Am 의 γ 스펙트럼을 보여주고 있다.

측정에 사용한 ^{241}Am 의 에너지인 59.6keV는 30mm 이하의 체적분율 측정에 알맞으며, 반감기가 길어서 측정시 절대계수율이 변하지 않는 이점을 갖고 있다.

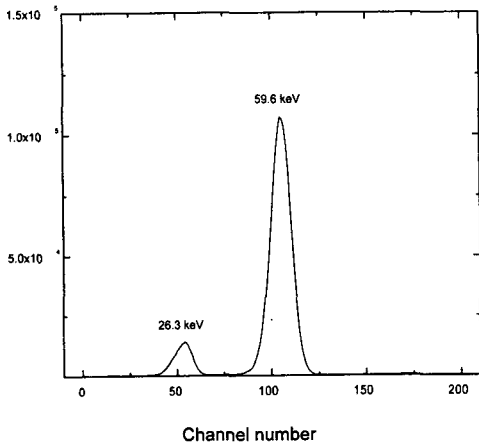


Fig. 3. γ -spectrum of isotope ^{241}Am

4.2. 방사선 감쇠계수의 측정 결과

Glass fiber, carbon fiber 및 epoxy의 방사선 감쇠계수 μ_G , μ_C 및 μ_E 의 측정은 각각 두께 5mm의 E-glass plate, graphite plate 및 epoxy plate에 대하여 I 및 I_0 를 측정하여 식 (2)에 의해 그 값을 결정하고, 결과를 Table 1에 표시하였다.

Table 1. Measurement of gamma-ray attenuation coefficients

	I_0 (10회평균)	I (10회평균)	X (mm)	μ (1/mm)
E-glass	835239	598056	5.05	0.066
carbon		717981	5.05	0.030
epoxy		744624	4.99	0.023

※ 측정시간 : 120초

4.3. γ 선 감쇠에 의한 체적분율의 측정 결과

1) 1mm 두께의 GFRP시편 2~20개를 겹쳐서 감마선의 투과두께를 2mm에서 20mm까지 2mm 간격으로 변화시키면서 1분간 감마선 강도를 측정하여 체적분율을 구하였다. 그 결과, Fig.

4와 같이 현미경을 이용한 방법과 비교할 때 오차가 두께 4mm의 경우에 최대 2.4%였으며, 통계적 표준오차는 두께 2mm의 경우(0.332%)를 제외하고는 모두 0.1% 미만으로 나타났다.

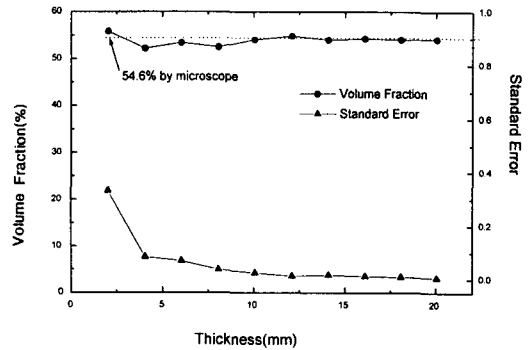


Fig. 4. Fiber volume fraction of GFRP with thickness

2) 1mm 두께의 GFRP 시편과 경화된 epoxy plate를 각각 1개-4개, 2개-3개, 3개-2개, 4개-1개 및 5개-0개로 조합하여 균일한 두께 5mm에 대해서 체적분율을 5단계로 변화시키면서 1분간 감마선 강도를 측정하여 체적분율을 구하였다. 그 결과는 Fig. 5와 같으며, 현미경을 이용한 방법과 비교할 때 오차가 최대 1.2%였으며, 통계적 표준오차는 모두 0.1% 미만으로 나타났다.

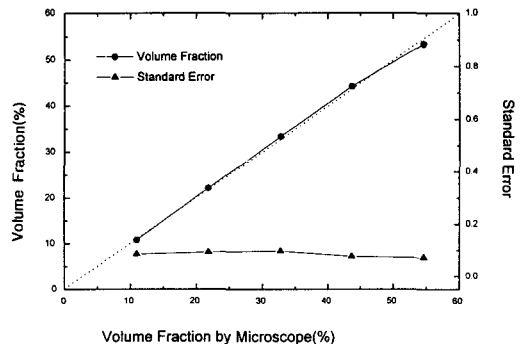


Fig. 5. Fiber volume fraction of GFRP with volume fraction

3) CFRP의 체적분율 측정에 있어서 알맞은 측정 시간을 결정하기 위하여 균일한 두께 5mm에 대하여 5분, 10분, 15분 및 20분으로 측정시간을 변화시켜 가면서 감마선 강도를 측정하고, 체적분율을 계산하였다. 그 결과, Fig. 6과 같

이 표준오차는 시간의 증가에 반비례하게 감소하여 20분 측정의 경우 0.193%로 나타났다. 이 결과에 따라서 CFRP의 체적분율을 구하기 위한 측정 시간을 20분으로 결정하였다.

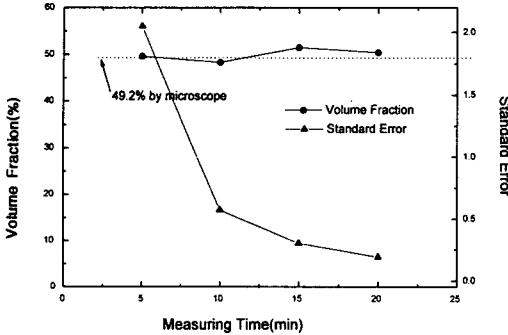


Fig. 6. Fiber volume fraction of CFRP with measuring time

4) 1mm 두께의 CFRP시편 2~20개를 겹쳐서 감마선의 투과 두께를 2mm에서 20mm까지 2mm 간격으로 변화시키면서 20분간 감마선 강도를 측정하고, 체적분율을 계산한 결과는 Fig. 7과 같으며, 현미경을 이용한 방법과 비교할 때 오차가 두께 14mm의 경우에 최대 1.7%였으며, 통계적 표준오차는 두께 6mm 이상의 경우에 0.12% 미만으로, 두께 10mm 이상의 경우에는 0.1% 미만으로 나타났다.

CFRP의 경우에 감마선에 의한 측정치가 현미경을 이용한 측정치에 비해 다소 높게 나타나는 원인으로서는, 시편 제작시 void가 완전히 제거되지 않았거나, carbon의 방사선 감쇠계수 측정시 오차가 발생하였거나, 현미경으로 단면을 관찰할 때 오차가 발생한 경우 등으로 사료된다.

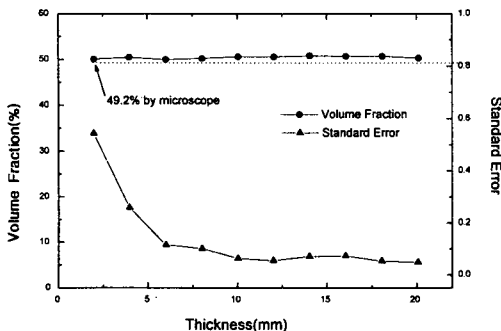


Fig. 7. Fiber volume fraction of CFRP with thickness

5) 1mm 두께의 CFRP 시편과 경화된 epoxy plate를 각각 1개-4개, 2개-3개, 3개-2개, 4개-1개 및 5개-0개로 조합하여 균일한 두께 5mm에 대해서 체적분율을 5단계로 변화시키면서 20분간 감마선 강도를 측정하여 체적분율을 구한 결과는 Fig. 8과 같으며, 현미경을 이용한 방법과 비교할 때 오차가 최대 1.6%였으며, 통계적 표준오차는 모두 0.2% 미만으로 나타났다.

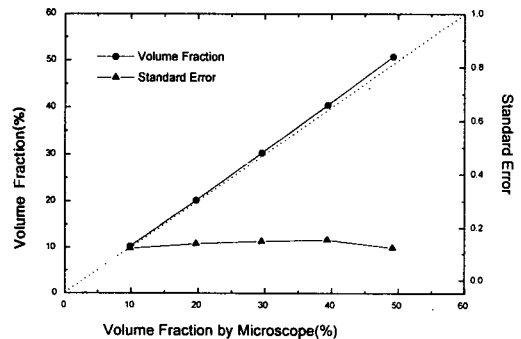


Fig. 8. Fiber volume fraction of CFRP with volume fraction

5. 결론

- 1) 복합적층판의 섬유체적분율을 구하기 위한 방사성동위원소로서는 59.6 keV의 에너지를 갖고 반감기가 길어 측정의 절대계수율이 변하지 않는 ²⁴¹Am이 매우 적절하였다.
- 2) 감마선을 이용한 CFRP의 섬유체적분율 측정법은 두께 2mm에서는 표준오차 0.3% 미만, 두께 4mm 이상에서 표준오차 0.1% 미만으로 측정이 가능하였으며, 현미경에 의한 측정치와 비교할 때 오차 2.4% 미만으로 측정이 가능하였다.
- 3) 감마선을 이용한 CFRP의 섬유체적분율 측정법의 최적 측정 시간을 20분으로 선정하였고, 섬유체적분율의 측정결과 두께 5mm 미만에서는 표준오차 0.6% 미만, 두께 6mm 이상에서 표준오차 0.2% 미만으로 측정이 가능하였고, 현미경에 의한 측정치와 비교할 때 오차 1.7% 미만으로 측정이 가능하였다.
- 4) 본 측정법은 방사선원의 energy 및 activity를 적절히 선택한다면 대부분의 섬유강화 복합재료에 대한 실제 적용이 가능하다고 판단된다.

참고 문헌

- 1) K. K. Chawla, "Composite Materials", Springer-Verlag, New York(1987), pp. 229-258
- 2) Leif A. Carlsson, "Experimental Characterization of Advanced Composite Materials", Prentice-Hall, New Jersey(1987), pp. 43-52
- 3) L. E. Bryant, Ed., "NDT Handbook, 2nd Edition, Vol. 3, Radiography and Radiation Testing", ASNT, Columbus, OH(1985), pp. 836-878
- 4) Nicholas Tsoufanidis, "Measurement and Detection of Radiation", John Wiley & Sons (1976), pp. 141-153
- 5) Glenn F. Knoll, "Radiation Detection and Measurement", Hemisphere(1989), pp. 50-57
- 6) R. Halmshaw, "Radiographic Absorption", British J. of NDT Vol. 34, No. 12(1992), pp. 601-602
- 7) G. S. Bhandal, Ishtiaq Ahmed and K. Singh, "Determination of Effective Atomic Number and Electron Density of Some Fatty Acids by Gamma-ray Attenuation, Appl. Radiat. Isot. Vol. 43, No. 10(1992), pp. 1185-1188
- 8) 조경식, 이종오, 이상울, 이주석, "감마선을 이용한 소결 전 Fe/Ni 분말야금 판재의 밀도측정에 관한 연구", 한국비파괴검사학회지 Vol. 12, No. 3 (1992), pp. 7-11

Fiber Volume Fraction Measurement of Fiber Reinforced Plastics by Using Gamma-Ray

J. H. Jang,* K. S. Cho,* H. K. Chang,* J. H. Park* and J. O. Lee**

* NDE Group, Korea Institute of Machinery & Materials, Changwon 641-010

** ANI Center, Korea Institute of Machinery & Materials, Changwon 641-010

Abstract In this research, nondestructive test using a radioisotope, ^{241}Am gamma-ray, was accomplished in order to evaluate the fiber volume fraction of the accumulated composite layers such as glass fiber/epoxy and carbon fiber/epoxy. Attenuation coefficients of the fiber and resin were measured respectively by NaI(Tl) detector. The fibers volume fraction was measured for various thickness of composite layers between 2 and 20mm. Fiber volume fraction of the composite layers were also measured for various amount of fibers. The experimental errors from nondestructive test using gamma-ray were in the range of $\pm 1 \sim 2.5\%$ in comparison with those from observation by optical microscopy. By selecting the optimum energy and activity of radioisotope, this method can provide a new means for the evaluation of the fiber volume fraction.