

폴리에틸렌기지 복합재료의 음향감쇠 측정방법 비교

김경섭*, 정현규**, 이진형*, 홍순형*

*한국과학기술원 재료공학과
**한국원자력연구소

Comparison of Acoustic Attenuation Measurement Technique of Polyethylene Matrix Composite Materials

Kyongsu Kim*, Hyun K. Jung**, Jin-Hyoung Lee* and Soon H. Hong*

* Korea Advanced Institute of Science and Technology

** Korea Atomic Energy Research Institute

e-mail: keimi@kaist.ac.kr, hkjung@nanum.kaeri.re.kr, zhlee@kaist.ac.kr, shhong@kaist.ac.kr

요약

감쇠가 큰 고분자 복합재료에서 초음파 다중반사파를 이용한 Pulse Echo법, 공진주파수에서 내부마찰계수 측정법과 Rheometer를 이용한 동적탄성계수 측정법을 사용하여 음향감쇠계수를 측정하고 각각의 측정자료를 비교하는 연구를 수행하였다. Pulse Echo법을 이용하여 0.5, 1.0, 2.25MHz에서 음향감쇠계수를 측정하였고, 이때 폴리에틸렌기지 복합재료의 음향감쇠계수는 강화재의 부피분율에 따라 3-15dB/cm 정도로 큰 값을 나타내었다. 폴리에틸렌기지 복합재료를 600kHz 근처에서 공진주파수를 가지도록 시편을 만든 후에 내부마찰계수를 측정한 결과로 계산된 음향감쇠계수는 Pulse Echo 실험에서 구한 값과 잘 일치하는 결과를 얻을 수 있었다. Rheometer를 이용한 동적탄성계수 측정법은 0.1-100Hz의 주파수에서 측정한 자료를 TTSP 이론을 이용하여 1MHz의 결과와 비교하였는데, 단일 고분자 재료에서는 다른 측정방법과 음향감쇠계수가 일치하였지만 복합재료에서는 음향감쇠계수값이 일치하지 않는 결과를 나타내었다.

1. 서론

저잡음특성 수중음향탐지기를 개발하기 위해서는 구조설계의 개선[1]과 사용되는 재료의 개발이 필요하다. 잡음은 트랜스듀서로 여러 경로를 통해 전달되는데, 이 전달경로를 차단하려면 낮은 음향임피던스와 높은 음향감쇠특성을 가지는 재료가 필요하다. 재료의 음향 임피던스가 낮은 재료는 금속소재와의 계면에서 음파를

대부분 반사시켜서 전달을 막는 역할을 한다. 낮은 음향임피던스를 만들기 위해서는 밀도가 낮아야 하고, 탄성계수도 작아야 한다. 일반적으로 고분자 재료가 밀도와 탄성계수가 낮으므로 이에 적합하다. 또한, 음향감쇠특성이 높은 경우 재료 내부에서 많은 양의 잡음을 다른 에너지로 전환할 수 있게된다. 높은 음향 감쇠특성을 얻기 위해서는 원하는 주파수 영역에서 재료가 진동 에너지를 다른 에너지로 변환시키도록 만들어 주면 된다. 감쇠기구로 우선 고려할 수 있는 것은 고분자내부에서 진동을 열로 변환시키는 점탄성특성[2]과, 강화재에 의한 음파의 산란기구[3]를 이용할 수 있다. 복합재료는 일반적으로 단일재료보다 높은 음향감쇠능력이 크다고 알려져 있지만, 강화재가 음향감쇠능력에 어떠한 영향을 끼치는지 정량적으로 연구한 결과는 그렇게 많지 않다[4]. 본 연구에서는 강화재의 크기와 부피분율을 변화시키면서 복합재료에서 강화재가 음향감쇠계수에 어떠한 영향을 끼치는지 연구하고자 한다.

2. 실험 방법

2.1 SiC/LDPE 복합재료의 제조

실험에 사용된 복합재료는 8~48 μ m SiC 강화재와 저밀도폴리에틸렌 분말을 SPEX mill을 사용하여 혼합한 후, 170 $^{\circ}$ C로 온도를 올려 용융된 폴리에틸렌 혼합물을 압력을 주어 평판으로 제조하였다. 이때 강화재의 부피분율 및 크기를 변화시키며, 0~40 vol%의 복합재료를 제조하였다. 50%이상의 분말강화복합재료는 제조할 수 있었으나 100% 상대밀도의 시편을 얻지 못했다. 이때 성형압력은 복합재료 내부에 기공이 생기지

않는 압력 이상으로 조절하였다. 공기분위기에서 온도를 너무 올리면 LDPE의 표면이 산화되므로 제조시에는 용융된 직후 10분이내에 가압을 하여 제조하였다.

2.2 음향감쇠 측정

2.2.1 동적탄성계수의 측정

동적탄성계수의 측정에는 Rheometric Scientific사의 ARES 55011을 사용하였다. 측정시편의 크기는 45mmx12.7mm에 2.7mm의 두께를 가지는 평판시편을 이용하였고, 측정방법은 torsional mode를 사용하여 shear modulus(G^*)를 측정하였다. 측정온도는 -30°C , -20°C , -10°C 이었으며, 측정주파수는 0.1Hz에서 200Hz까지 측정을 하였다.

2.2.2 Pulse Echo방법의 측정

음향감쇠계수의 측정은 pulse echo방법을 사용하였다. pulse echo방법은 시편의 표면의 상태와는 상관없이 내부의 음향감쇠계수를 측정할 수 있다는 장점이 있지만, 시편의 음향감쇠계수가 너무 큰 경우 반사파를 관찰하지 못할 수도 있다는 단점이 있다. 음향감쇠계수 측정에는 0.5, 1.0, 2.25MHz의 broadband transducer를 사용하였다. 온도는 18°C 의 상온에서 측정을 하였고, 시편은 지름 70mm, 두께 10~20mm의 관형시편을 이용하였다.

2.2.3 Resonance 방법의 측정

음향 특성 측정에는 Quatrosonic사에서 제조된 Ruspec 2000을 사용하였다. 이 장비는 시편에 자율 공진 주파수를 측정하는 장비이고, 공진 주파수에서 재료의 내부마찰계수도 측정할 수 있다. 이때 시편에서 발생하는 자율 공진 주파수는 시편의 모양과 크기 및 탄성계수에 따른 것으로 시편마다 다른 주파수에서 공진이 발생한다. 이 공진 주파수는 Resonance Ultrasound Spectroscopy라는 방법을 이용하여 탄성계수 값을 계산해 내는데 사용된다. 공진주파수를 계산하는 방법은 여러 가지 방법으로 구할 수 있다. 이 공진 주파수에서 공진은 주파수에 대하여 Lorentzian 형태를 가지게 된다. 이때 공진주파수에서 반가폭을 이용하면 재료의 내부마찰계수를 구할 수 있다.

재료가 특정한 주파수에서 공진을 일으킬 때, 주파수에 따른 공진특성으로부터 재료의 내부마찰계수를 구할 수 있다. 측정장치의 관성 모멘트가 아주 크다면 공진파형은 Lorentzian 형태를 띄게 된다. 이 Lorentzian의 커브의 식은 다음과 같다.

$$y = y_0 + \frac{2 \cdot A}{\pi} \cdot \frac{w}{4(f - f_0)^2 + w^2} \quad [1]$$

$$Q^{-1} = \frac{(f_2 - f_1)}{f_0} \quad [2]$$

여기서 y 는 측정되는 진폭의 에너지 혹은 전압이고,

y_0 는 baseline차이 이고, A 는 커브 속의 면적, f_0 는 중심 주파수, w 는 커브의 반가폭이다. 여기서 중심주파수를 f_0 라고 하고, w 를 반가폭 $f_2 - f_1$ 라고 할 때, 내부마찰계수(Internal Friction)는 다음과 같이 나타난다. 이때 측정되는 공진파형은 측정장치의 관성모멘트가 무한대가 아니므로 약간 찌그러진 모양으로 나타난다. 내부마찰계수는 다음 식 [3]을 이용해서 $\tan \delta$ 와 비교할 수 있다.

$$Q^{-1} = \delta/\pi \approx \tan \delta/\pi \quad [3]$$

2.2.4 Time Temperature Superposition

Principle

동적탄성계수의 측정결과는 보통 0.1~1kHz 사이의 값에서 측정된다. 하지만 J. D. Ferry에 의해 정리된 TTSP(Time Temperature Superposition Principle)을 이용하면, 저온의 측정결과를 이용하여 고주파수의 측정값을 예측할 수 있다. TTSP의 식은 아래 식 [4]와 같다.

$$\ln\left(\frac{f}{f_0}\right) = \frac{C_1 \times C_2(T - T_0)}{C_2(C_2 + T - T_g)(T - T_g)} \quad [4]$$

이 식에 사용된 상수인 C_1 과 C_2 는 3개이상의 온도에서 주파수를 달리하여 동적탄성계수를 측정한 결과로부터 얻을 수 있다. 이 방법은 일반적으로 amorphous 고분자에 이용되며 LDPE의 경우는 amorphous 고분자이므로 이 방법을 사용하여 주파수가 다른 측정값과 비교할 수 있다. pulse echo법에 의해 측정된 음향감쇠계수와 동적탄성계수는 주파수가 크게 차이나므로 측정결과를 비교하려면 이 방법을 사용하여야만 한다.

3. 실험 결과 및 토의

3.1 SiC/LDPE의 Resonance 측정결과

복합재료의 감쇠에 관한 강화제의 효과를 관찰하기 위하여 5~30 vol%의 SiC 분말강화 폴리에틸렌 복합 재료를 제조하여 감쇠특성을 나타내는 재료의 내부마찰계수를 측정하였다. 이 측정은 공진에 의한 방법을 사용하였고, 660kHz에서 공진이 일어나도록 시편을 제조하여 측정하였다. 공진 주파수는 시편의 크기와 진동의 전달속도에 관련된 값이므로 진동이 빨리 전달되면 시편이 작아져야 한다. 660kHz에서 측정한 내부마찰계수의 값은 그림 1에 나타나있는데, 0.03~0.08 사이의 값을 가졌고, 역시 강화제의 부피분율이 증가함에 따라 내부마찰계수가 증가하는 것을 관찰하였다. 이 실험에서 재료의 내부마찰계수가 증가할수록 공진 peak파 노이즈의 구별이 불명확해지는 것을 알 수 있었다. 즉 감쇠가 큰 재료의 경우 공진의 크기가 작아져서 공진이

일어나는 주파수에서도 마치 공진이 일어나지 않는 것처럼 보이게 되는 것이다. 본 실험에서는 Q^{-1} 가 0.15 이상 되는 경우에는 실제로 측정이 거의 불가능하다는 것을 알 수 있었다.

3.2 SiCp/LDPE의 Pulse Echo 측정결과

그림 2 에서 강화재의 부피분율의 변화에 따라 음향감쇠계수가 변하는 것을 볼 수 있었다. 이때 약 30vol%의 강화재를 첨가한 경우 음향감쇠계수가 가장 커진 것을 알 수 있었는데, 이것은 Nguyen이 epoxy에 rubber filler를 첨가하여 음향감쇠계수를 측정한 결과와 일치하는 것이었다.

그림 3 에서는 강화재의 부피분율의 변화에 따라 음속의 변화를 볼 수 있었다. 음속의 경우 처음에는 강화재가 조금 들어간 경우 느려졌다가 강화재가 더 들어간 경우 다시 빨라지는 것을 볼 수 있었다. 그리고 음향감쇠계수가 최대값을 가지는 30vol%의 강화재를 첨가할 때까지는 LDPE의 음속보다 낮거나 비슷하다가, 음향감쇠계수가 떨어지는 40vol%의 강화재를 첨가하는 경우에는 음속이 증가하기 시작하는 것을 볼 수 있었다. 이것은 탄성계수에 관한 Reuss model에 의해서 예측한 결과와 비슷한 경향을 보이다가, 부피분율이 증가하자 LDPE의 음속과 비슷해지는 값을 가지는 것으로 볼 수 있다.

3.3 SiC/LDPE의 Rheometer 측정결과

LDPE의 동적탄성계수는 -10, -20, -30℃에서 측정되었다. 이 측정자료는 서로 다른 3가지 온도의 측정자료로 TTSP를 사용하여 원하는 주파수의 자료로 바꿀 수 있었다. LDPE의 18℃의 주파수로 바꾼 결과는 그림 4 와 같다. 이 측정자료를 이용하여 동적탄성계수로부터 LDPE의 phase angle을 측정한 결과는 그림 4 같이 나타났다. 이 측정결과로부터 LDPE의 phase angle은 주파수의 로그함수에 1차함수로 비례하는 것을 알 수 있다. 이때 함수는 아래와 같았다.

$$\tan \delta_G = 0.1394 - 0.0104 \log f \quad [5]$$

이 phase angle 측정값으로부터 예측된 음향감쇠계수는 그림 5 의 B. Hartmann 으로부터 알려진 음향감쇠계수 값과 잘 일치하였다. 이것으로 보아 LDPE에서 동적탄성계수를 이용한 음향감쇠계수의 예측이 가능함을 알 수 있었다.[6]

SiCp/LDPE의 동적탄성계수는 -10, -20, -30℃ 에서 LDPE와 같은 방법으로 측정되었다. 이 측정결과는 그림 6 에 나타나있다. 여기서 음파의 속도를 예측하는데 사용되는 동적탄성계수의 실수값인 storage modulus G' 은 SiCp/LDPE의 pulse echo방법을 이용한 음파속도 측정결과와 잘 일치함을 알 수 있었다. Pulse echo법을

이용한 음파속도의 측정결과 그림 4 에 나타나 있다. 이 두 결과는 서로 비슷한 경향을 보이고 있음을 알 수 있었다. 다만 동적탄성계수의 허수값인 loss modulus G'' 은 pulse echo법을 사용하여 측정한 결과에서는 SiC 강화재의 부피분율 증가에 따라 음향감쇠계수도 지속적으로 증가하였지만, 동적탄성계수 측정결과에서 G'' 은 SiC 강화재를 혼합한 경우, LDPE 자체의 G'' 값보다 떨어지는 것을 알 수 있었다. 이 결과로부터 강화재가 혼합된 고분자 복합재료인 SiCp/LDPE의 경우 저주파수에서 측정한 동적탄성계수 결과는 TTSP 를 이용하여 고주파수로 변환시킬 수 없음을 알 수 있었다.

4. 결론

음파의 속도 및 감쇠를 측정하는 것은 측정장비와 측정되는 시편의 크기 및 경계조건에 따라서 큰 차이를 보인다. 본 연구에서는 3가지 상이한 방법을 사용하여 음파의 감쇠를 측정 또는 계산하는 방법을 비교하였다. 저주파수에서의 음향감쇠계수를 알려면 음파의 파장이 길기때문에 크기가 큰 시편이 필요하다. 하지만 재료의 개발에 있어서 크기가 큰 시편을 다량 제조하는 것은 무리가 있으므로 진동방법인 Rheometer방법과 공진방법을 사용하면 음파를 직접 이용한 방법을 사용하는 것보다 작은 크기의 시편으로 측정결과를 얻을 수 있다는 장점이 있다.

본 연구 결과에서 음파를 직접 사용하는 Pulse Echo 을 기준으로 했을 때 LDPE 단일 고분자 재료에서는 음향감쇠계수가 3방법 모두 비슷한 값을 보였다. 하지만 진동방법을 이용한 것은 TTSP라는 고분자의 이론을 사용한 것으로 앞으로 여기에 관한 검증이 필요하다. SiC/LDPE 고분자 복합재료에서는 공진방법과 Pulse Echo방법은 비슷한 값을 보였으나, 진동방법은 경향성이 달랐다. 이것은 복합재료에서는 실제 필요한 주파수의 음파로 측정을 시행하여야 한다는 것으로 생각된다.

참고문헌

- 1) P.R.Anderson, US. Patent: 5,243,566
- 2) B.Hartmann, J. Acou. Soc. Am. vol. 95 (1994) pp.226-233
- 3) N.T.Nguyen, M.Lethiecq, B.Karlsson and F.Patat, Ultrasonics vol.34 (1996) pp.669-675
- 4) M.G.Grewe, T.R.Gururaja, T.R.Shrouf and R.E. Newnham, IEEE. Tra. Sound. Ultra. vol.37 (1990) pp.506-514
- 5) N.T.Nguyen, M.Lethiecq, B.Karlsson and F.Patat, Ultrasonics vol.34 (1996) pp.669-675
- 6) B.Hartmann, G.F.Lee, J.D.Lee and J.J.Fedderly, J. Acou. Soc. Am. vol.101 (1997) pp.2008-2011

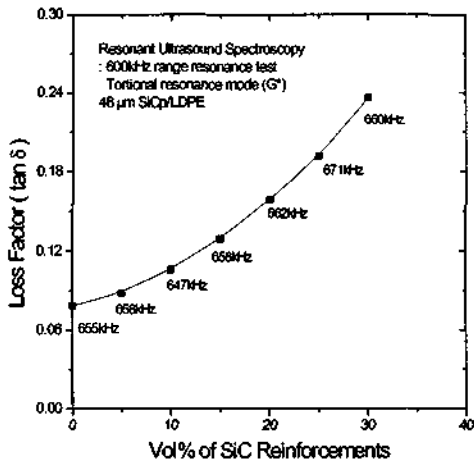


그림 1 SiC/LDPE의 공진법 측정결과

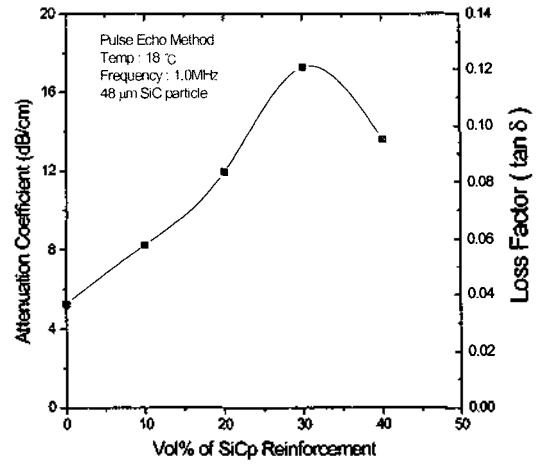


그림 2 부피분율에 따른 SiCp/LDPE의 음향감쇠계수

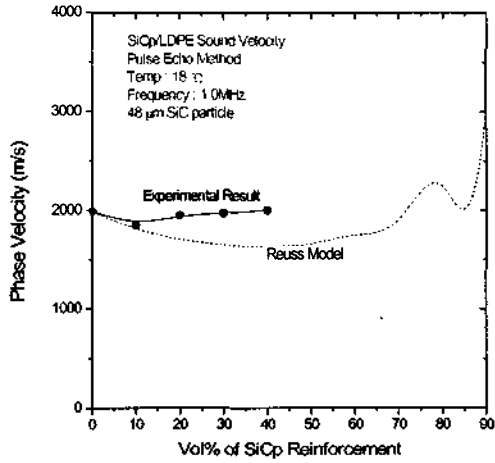


그림 3 SiCp/LDPE의 부피분율에 따른 음파속도

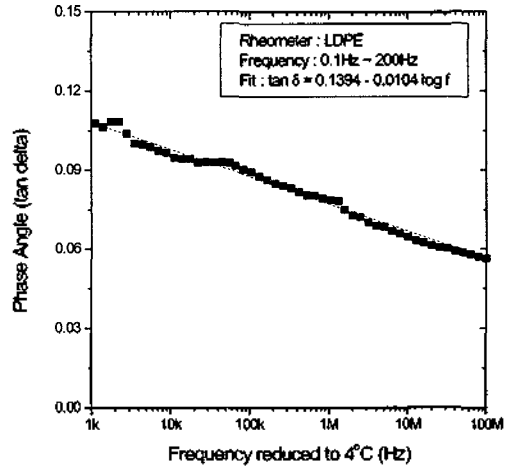


그림 4 LDPE의 Rheometer를 이용한 phase angle

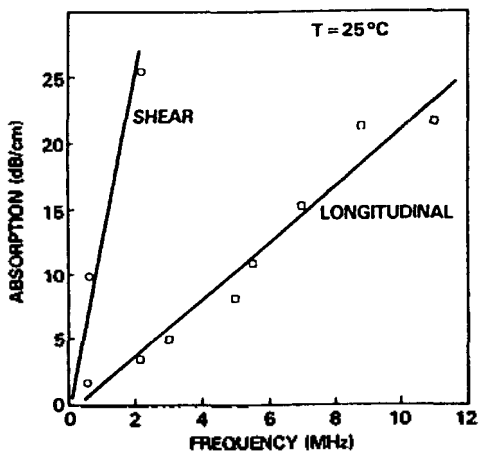


그림 5 LDPE의 음향감쇠계수 (Hartmann)[6]

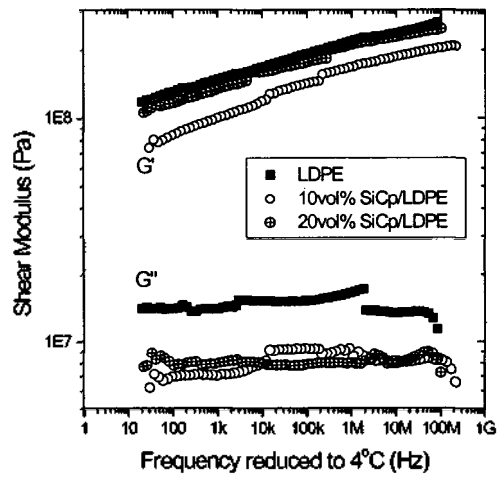


그림 6 SiCp/LDPE의 Rheometer 측정결과