

## 감마선을 이용한 소결 전 Fe/Ni 분말야금 판재의 밀도측정에 관한 연구

조경식·이종오·이상율·이주석

Studies on Density Measurement of Green Fe/Ni P/M Sheet Using  $\gamma$ -ray

K. S. Cho, J. O. Lee, S. Y. Lee and J. S. Lee.

**Abstract** Accurate measurement of green density of compacted part in the powder metallurgy industry is rather fundamental but extremely important process that decide the quality of the sintered part. In case of green sheet P/M product, the green density as well as the distribution of the density must be examined for the same reasons. Currently in most cases, density measuring process is being performed applying conventional Archimedes principles. However this method is not only time-consuming but also often inaccurate because of the inherent nature of the process, such as part sectioning, closing of surface porosity with wax and weighing in air and in water. Therefore, it is necessary to develop a faster and more accurate method to measure the density of green sheet P/M product.

In this work, a nondestructive density measurement device using gamma-ray absorption principles was constructed and the optimum condition for measuring green density of P/M sheet and its distribution was sought. The results showed that this method was very effective in terms of measuring time and accuracy.

### 1. 서 론

분말야금 제품의 생산에 있어 제품의 기계적 성질이나 전기전도도, 자기특성과 같은 물리적인 성질에 큰 영향을 미치는 밀도의 관리는 매우 중요한 의미를 갖는다. 그러나

제품의 국부적인 밀도측정이나 밀도의 분포를 측정할 때 재래적(아르키메데스 방법)인 방법을 이용할 경우, 원하는 부분을 따로 떼어내야 하는 번거로움이 있고 그 크기 또한 제한이 있다<sup>(1)</sup>. 특히 분말야금 제품이나 세라믹 제품의 경우 소결전 상태에서 밀도를 측

정하는 데는 수분흡수의 영향으로 인한 제품의 손상 가능성 때문에 아르키메데스법의 적용은 주의를 요하기 때문에, 이러한 제품의 품질관리를 위해 새로운 밀도측정법이 시도되고 있다<sup>(2,4)</sup>.

본 연구에서는 방사선이 물질을 투과할 때 물질과의 상호작용에 의한 감쇠의 크기를 측정하여 두께범위가 2-5mm인 Fe/Ni 분말판재 (Green 상태)의 밀도를 측정하고 기하학적 부피와 질량에 의한 계산값과 비교 검토하여 측정값의 정밀도를 조사하며 Plate 상태의 Green Sheet의 밀도분포를 측정하여 분말야금 제품의 밀도분포를 조사하였다.

## 2. 이론적 배경

### 2. 1 밀도측정

γ-선이 물질을 투과할 때 물질과의 상호작용으로 인하여 감쇠가 일어나며 이때 γ-선의 강도는 식 (1)과 같이 표현된다.

$$I = I_0 \exp(-\mu \rho X) \dots\dots\dots (1)$$

여기서  $I_0$ 와  $I$ 는 각각 입사하는 γ-선과 투과후 γ-선의 강도를 나타내며  $\rho$ 는 물질의 밀도,  $X$ 는 투과거리를 나타내고  $\mu$ 는 물질의 질량흡수계수를 나타내는 것으로 γ-선의 에너지와 물질에만 의존하는 물질상수이다.

입사 γ-선과 투과후 γ-선의 강도 및 물질의 질량흡수계수와 투과거리를 안다면(1)식에 의해 밀도  $\rho$ 는 식(2)에서와 같이 구할 수 있다.

$$\rho = \frac{-1}{\mu X} \ln\left(\frac{I}{I_0}\right) \dots\dots\dots (2)$$

실험에서는  $I$ 와  $I_0$ 는 방사선 검출기의 계수로 측정할 수 있고 질량흡수계수  $\mu$ 는 밀도를 알고 있는 표준시편에서 구할 수 있으며 Hand Book이나 Text에서도 찾아 볼 수 있다<sup>(5,7)</sup>. 한편 화합물이나 혼합물인 경우에는 Mixture Law에 의해서 결정 할 수 있으며, A, B 두 원소의 질량흡수계수를 각각  $\mu_a$ 와  $\mu_b$ 라 하면 질량비율  $M_a$ 와  $M_b$ 인 혼합물 또는 화합물의 질량흡수계수  $\mu$ 는

$$\mu = \mu_a M_a + \mu_b M_b \dots\dots\dots (3)$$

식 (3)으로 정해진다. 그러므로 k개의 원소로 이루어진 물질의 밀도  $\rho$ 는

$$\rho = \frac{-1}{\left(\sum_{i=1}^k \mu_i M_i\right) X} \ln \frac{I}{I_0} \dots\dots\dots (4)$$

에 의해 구할 수 있다.

### 2. 2 측정과 통계오차<sup>(8)</sup>

방사선의 계수시 계수율이 약간씩 변하는데 계수의 확률분포는 Poission분포를 보이며 만약 총 계수값  $N$ 을 얻었다면 표준편차는  $\sqrt{N}$ , 상대표준편차는  $1/\sqrt{N}$ 을 가진다. 그리고 질량흡수계수와 투과거리 측정 또한 이론식에 의한 통계적 오차를 고려하여, 밀도측정시 총 오차는 식(5)로 표현된다.

$$\frac{\Delta \rho}{\rho} = \frac{\Delta X}{X} + \frac{\Delta \mu}{\mu} + \frac{1}{\ln \frac{n_0}{n}} \left( \frac{1}{\sqrt{n_0 t_0}} + \frac{1}{\sqrt{n t}} \right) \dots (5)$$

여기서  $\Delta$ 는 변수의 오차를 표시하며  $n_0$ 와  $n$ 는 각각 밀도측정을 위한 흡수물질이 없을 때와 있을 때의 단위시간당 계수량을 나타내는 것이며,  $(\Delta X/X)$ 는 두께 측정시의 오차이며, 식(5)의 마지막 항에서 밀도 측정시 계수에 의한 오차를 최소로 하는 최적 두께를 계산하면  $X_0 = (2/\rho\mu)$ 를 구할 수 있다. 한편  $(\Delta \mu/\mu)$ 는 표준시편에 의한 질량흡수계수 계산시의 오차로 표준시편의 두께를 최적 두께로 했을 때

$$\frac{\Delta \mu}{\mu} = \frac{1}{\ln \frac{n_0}{n}} \left( \frac{1}{\sqrt{n_0 t_0}} + \frac{e}{\sqrt{n_0 t}} \right) \dots\dots (6)$$

의 오차를 가진다. 그리고 실제 밀도 측정시 계수에 의한 오차는 식(5)의 마지막 항에서  $\frac{X_0}{2X} \left[ \frac{1}{\sqrt{n_0 t_0}} + \frac{1}{\sqrt{n_0 t}} \exp(X/X_0) \right] \dots (7)$ 의 오차를 가지며 총 오차는 두께측정의 오차와 흡수계수 측정시의 오차 그리고 실제 시편의 밀도측정시의 계수에 의한 오차를 합한 값으로 주어진다.

### 3. 실험장치 및 실험방법

실험장치는 크게 방사선 조사장치와 측정 장치로 되어 있으며, 측정장치는 NaI Detector, Amplifier, Multi-Channel Analyzer, Computer로 구성하였고 개략도는 Fig.1과 같다. 실험에 사용된 방사선원은 Am-241으로 주 에너지 59.5 keV의  $\gamma$ -선이었으며, Diaphragm의 Orifice는  $\phi 5\text{mm}$ 로 제작하였다. 투과된 방사선에 의해 NaI Detector에서 발생된 펄스는 Amplifier에서 증폭된 후 Multi-Channel Analyzer에서 설정된 에너지 레벨에서의 펄스를 계수하게 되며 이 값을 Computer로 전송하여 밀도를 계산토록 하였다. 한편 L는 3분간 10회 측정치의 평균값으로 하였고 순도 99.9%의 Fe와 Ni분말로 표준시편을 제작하여 질량흡수계수를 측정하였으며 가로 13 mm, 세로 32mm, 두께가 1.8mm-5mm Fe와 Ni의 혼합비가 각각 2:8, 4:6, 6:4, 8:2인 시편의 밀도와 크기가 175mm  $\times$  250mm인 Plate상태의 시편에서 밀도분포를 측정하였다.

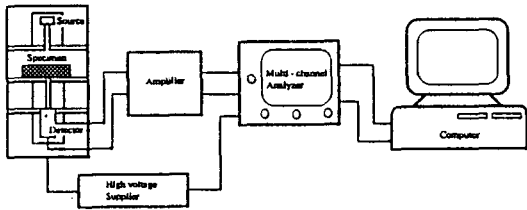


Fig.1 Schematic diagram of density measuring system

### 4. 결과 및 고찰

Table 1은 동일부위에 대해 3분간 10회 밀도를 측정된 결과로서 평균밀도는  $9.79\text{g/cm}^3$ 이고 표준편차의 추정치는 0.01로서 질량을 부피로 나누어 계산한 계산치의 결과와 비교하면 최대 0.15%의 상대오차를 가지는 결과를 얻었다.

Table 1.  $\gamma$ -ray를 이용한 밀도측정 결과 (0.4Ni-0.6Fe, 두께 2mm)

		단위 : $\text{g/cm}^3$									
측정회수		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
계산 밀도값		6.79									
$\gamma$ -ray에 의한 측정 밀도값		6.78	6.79	6.80	6.78	6.78	6.79	6.79	6.79	6.79	6.79
		$6.79 \pm 0.01$ (max. err. 0.15%)									

Table 2는 측정시간에 따른 밀도측정 오차에 관한 실험결과로서  $\gamma$ -ray를 이용한 밀도 측정값과 계산에 의한 밀도간의 오차는 최대 0.58%로 나타났다.

그리고 각 측정에서 표준편차의 추정치 ( $\sigma-1$ )로 밀도를 표현했을때 그 상대오차를 Fig.2에 표시하였는데 측정시간이 길어질수록 상대오차가 작아지는 경향을 보였으며 측정시간이 3분 이상이면 상대오차가 0.1% 정도로 일정한 값을 가졌다.

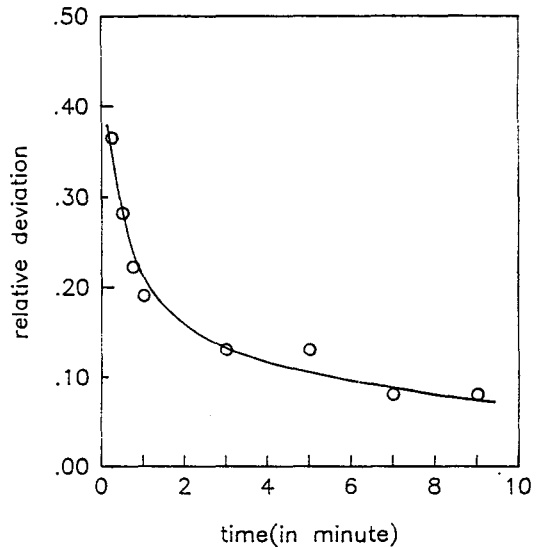


Fig.2 The relative deviation as a function of time

이것으로 부터 밀도측정 시간을 3분 이상으로 한다면 1회 측정에서 측정밀도가 상대오차 0.1% 이내에 있을 확률이 68%, 0.2% 이내에 있을 확률이 95%로 정확한 측정이 가능하였다. 여기서 측정시간을 1분 정도로

하더라도 오차 범위 1% 이내로 측정이 가능함을 알 수 있다.

Table 2. 측정시간에 따른 밀도측정 결과

단위 : g/cm<sup>3</sup>

측정 시간	평균밀도	σn-1	밀도	계산 밀도	상대오차
15 sec	6.80	0.0248	6.80 ±0.02	6.79	0.15(0.45)%
30 sec	6.80	0.0192	6.80 ±0.02		0.15(0.45)%
45 sec	6.81	0.0152	6.81 ±0.02		0.29(0.58)%
1 min	6.80	0.013	6.80 ±0.01		0.15(0.3)%
3 min	6.79	0.0089	6.79 ±0.01		0 (0.15)%
5 min	6.79	0.0089	6.79 ±0.01		0 (0.15)%
7 min	6.79	0.0055	6.79 ±0.01		0 (0.15)%
9 min	6.79	0.0055	6.79 ±0.01		0 (0.15)%

( )안은 최대 상대오차

Table 3. 시편두께에 따른 밀도측정 결과

단위 : g/cm<sup>3</sup>

두께	평균 밀도	σn-1	밀도	계산 밀도	상대오차
1.8 mm	6.89	0.0055	6.89 ±0.01	6.89	0 (0.15)%
2.0 mm	6.89	0.0047	6.89 ±0.005	6.89	0 (0.07)%
2.2 mm	6.79	0.0089	6.79 ±0.01	6.79	0 (0.15)%
2.2 mm	6.81	0.0084	6.81 ±0.01	6.79	0.29(0.44)%
2.4 mm	6.80	0.0071	6.80 ±0.01	6.82	0.28(0.44)%
3.0 mm	6.77	0.0109	6.77 ±0.01	6.77	0 (0.15)%
4.2 mm	6.67	0.0045	6.67 ±0.005	6.70	0.45(0.52)%
5.0 mm	6.58	0.0134	6.58 ±0.01	6.63	0.75(0.90)%

( )안은 최대 상대오차

γ-ray를 이용한 밀도측정은 오차를 최소화 하는 최적 측정두께가 존재하는 것으로 알려져 있다<sup>(2)</sup>. Table 3은 두께별로 계산에 의한 방법과 γ-ray 측정에 의한 밀도값 및 오차의 한계를 나타낸 것으로 결과에 의하면 두께가 커지면 오차가 상대적으로 커지는 경향을 보였으며 5mm까지 측정된 결과를 비교할 때 최대 상대오차가 0.9% 정도로 나타났다.

Ni와 Fe의 혼합비율 변화에 따른 밀도 측정 결과를 Table 4에 나타냈는데 계산치와 측정치와의 상대오차는 최대 0.93%로서 통상 밀도측정시 요구되는 1%이내에 포함되는 결과를 보이고 있다.

Table 4. 성분비율에 따른 밀도측정 결과

단위 : g/cm<sup>3</sup>

Ni : Fe	두께	평균 밀도	σn-1	밀도	계산 밀도	상대오차
2 : 8	2.0 mm	7.04	0.0045	7.04 ±0.005	6.99	0.72(0.93)%
4 : 6	2.0 mm	6.89	0.0047	6.89 ±0.005	6.89	0 (0.07)%
6 : 4	2.1 mm	6.60	0.0071	6.60 ±0.01	6.57	0.46(0.61)%
8 : 2	2.0 mm	6.36	0.0071	6.36 ±0.01	6.33	0.47(0.63)%

( )안은 최대 상대오차

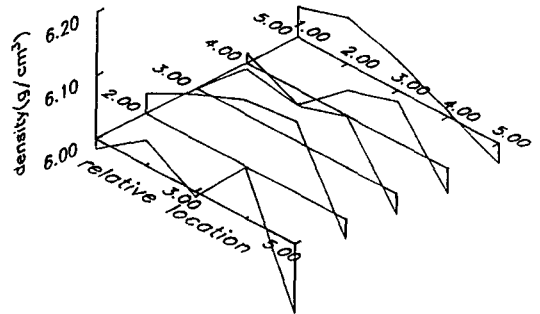


Fig.3 Density distribution within a P/M green sheet as a function of relative location

Table 5는 Green Sheet의 밀도분포를 나타내며, Fig.3에서 그 분포도를 보여주고 있다. 대체적으로 시편의 중앙에서 높은 밀도값을 보이고 있으며 최대값과 최소값의 사이에는 약 5%정도의 밀도차를 보이고 있다. 이와 같은 현상은 소결후 뒤틀림이나 취약 부위 발생의 원인이 되는 것으로, 제품의 품질향상을 위해 Roller나 분말의 투입 등 생산 System의 보완이 필요하다고 생각된다. 이와같이 본 실험에서 시편의 측정 Size가 0.04cm<sup>2</sup>인 작은 부위의 밀도를 정확히 측정하여 밀도를 구하였는데, 만약 Collimator의 Size를 조절한다면 더 작은 Size의 밀도도

Table 5. 밀도 분포

단위 : g/cm<sup>3</sup>

5.98	6.04	6.00	6.02	6.06
6.05	6.09	6.09	5.97	6.09
5.99	6.13	6.07	6.05	6.06
6.10	6.14	6.10	6.08	6.01
5.86	5.96	5.96	5.95	5.96

측정 가능한 것을 생각하면 아르키메데스법이 요구하는 0.5cm<sup>3</sup> 이상의 Size<sup>(1)</sup> 비교할 때,  $\gamma$ -ray를 이용한 밀도측정법이 밀도분포를 측정하는 좋은 도구가 된다는 것을 보여준다.

## 5. 결 론

$\gamma$ -ray를 이용하여 분말야금 시편의 소결전 밀도측정을 한 결과 측정오차가 1%이내에 드는 양호한 결과를 얻었고, Plate상태의 Green Sheet의 밀도분포를 측정한 결과 중앙부의 밀도가 높고 시편 양단에서 상대적으로 낮은 밀도값을 보이는 것으로 나타났으며, 본 방법이 분말야금 판재 등의 밀도분포 측정에 매우 유용한 방법으로 판단된다.

## References

1. International Standard, ISO 3369-1975(E)
2. G. Schlieper, K. Hummert, V. Arnhold, H. Dirkes, A New Instrument for Quality Assurance in the Production of Ceramics.
3. Rapid Density Determination of PM and Ceramic Parts with the Gamma-densomat
4. A.V. Stepanenko, L.S. Bognskii, I.I. Girutskii, L.F. Pavlovskaya, Determination of the Density of Porous Materials by Gamma Radiography
5. Nondestructive Testing Handbook Vol.1, ASNT
6. 방사선취급기술, 형제사
7. 放射線の工業利用, 小林昌敏 著
8. 실험학 개론, 최중락 저