

초음파 C-Scan을 이용한 구조용 세라믹스의 기계적 특성평가

장 영 권*

Evaluation of Mechanical Properties of Structural Ceramics (Al_2O_3) Using the High Frequency Ultrasonic C - Scan

Y. K. Chang

Abstract Computer-aided high frequency ultrasonic is applied to aluminum oxide(85w%, 94w%, 96w% and 99w%) MOR(modulus of rupture) samples to evaluate mechanical properties such as density variation, pore content, elastic modulus, shear modulus, and poisson's ratio. Ultrasonic wave velocity and attenuation measurement techniques were used as an evaluator of such properties. Pulse-echo C-Scan images with different gate setting method using 50MHz center frequency 1 inch focal length transducer allows evaluation of density variation and pore content. Elastic modulus calculated with the relation of density and ultrasonic velocity. It shows good reliability as compared with resonance method. Sintered density variation of $0.025g/cm^3$, that is 0.6% of theoretical density in Al_2O_3 samples can be observed by ultrasonic velocity measurement. Attenuation measurement method qualitatively agree with 4-point fracture testing result concerning of porosity content.

1. 서 론

구조재료의 평가방법중 재료를 파괴하지 않고 그 재료의 특성을 분석 평가하는 방법을 비파괴시험 이라고 한다. 비파괴시험 방법중 초음파를 이용하여 재료내에 존재하는 결함유무 및 그 크기 측정 뿐만 아니라 재료내에서의 초음파 전달속도와 감쇄(Attenuation) 도를 측정 하므로써 그 재료의 미세구조, 밀도변화,

기공함유 정도를 정량 또는 정성적으로 평가할 수 있어 구조재료의 특성평가 및 품질관리에 유용하게 사용할 수 있다.

오늘날 연구개발 및 실용화되고 있는 엔지니어링 세라믹스에서 기공의 함유정도 및 밀도변화 등은 구조재료의 기계적 특성 특히 강도와 직결되어 대단히 중요하다. 결함을 전혀 포함하지 않는 고체의 이상적인 강도는 원자나 이온의 결합강도 및 그 배열에 의해서

* 한국세라믹스연구소 실험분석실

접수 : 1989년 9월 18일

지배된다. E. Orowan⁽¹⁾은 원자 또는 이온사이의 결합이 파괴될 때 소비되는 에너지가 새로운 표면을 생성하기 위한 에너지로 전환된다고 생각하여 고체의 이론강도를 다음식으로 구하였다.

$$\sigma_{th} = \sqrt{rE/a_0} \dots\dots\dots (1)$$

즉, 표면에너지(r)와 영율(E)이 크고 원자간의 거리(a₀)가 작을수록 이상강도가 크다는 것을 알 수 있다. 실제로 비파괴방법에 의하여 고체가 파괴될 때의 표면에너지와 원자간거리를 측정한다는 것은 현실적으로 불가능하며, 영율(Elastic Modulus), 횡탄성율(Shear Modulus), 포아손의 비(Poisson's Ratio) 등을 소결밀도에 따른 초음파 속도측정에 의하여 구하고 그에 따른 격임강도를 비교하기로 한다. 또한 Pulse-echo법⁽²⁾으로 세라믹스재료 내부의 기공함유 정도 및 밀도변화를 시험편의 표면과 저면사이 그리고 저면 반사신호에 각각 Gate를 설정하고 신호진폭에 따른 변화를 디지털 신호로 컴퓨터에 받아 RGB(RED, GREEN, BLUE) Monitor에 영상처리 한다. 이와같은 C-Scan 방법의 장점은 시험편내의 물리적 특성을 한눈에 볼 수 있어 이런 특성들의 변화가 재료의 기계적 강도에 미치는 영향을 실험적으로 알아볼 수 있다.

고체내에서의 초음파 전달속도(V)는 그 재료의 밀도(ρ)와 음향 임피던스(Z)와 다음과 같은 관계가 있다.⁽³⁾

$$Z = \rho V(\text{kg/m}^2 \cdot \text{sec}) \dots\dots\dots (2)$$

또한 두께를 알고 있는 재료에 초음파를 진행시킬 때 파의 전달속도는 아래와 같이 구할 수 있으며

$$V = 2L/T \dots\dots\dots (3)$$

여기서 V = 초음파 전달속도(m/sec)

L = 시험편의 두께(m)

T = 재료내에서 초음파의 진행시간(sec)이다.

초음파의 진행속도는 재료의 밀도변화에 기인된 기계적 성질 즉 영율(E), 횡탄성율(G), 그리고 포아손의 비(μ) 등과 밀접한 상관관계를 가지고 있어 재료의 초음파 전달속도를 측정하여 이와같은 값의 역산은

가능하다. 초음파의 속도(종파 : V_L, 횡파 : V_S) 재료의 밀도(ρ), 영율(E), 횡탄성율(G) 그리고 포아손의 비(μ)와의 상관관계는 다음과 같이 나타낸다.

$$\mu = \frac{1-2(V_s/V_L)^2}{2[1-(V_s/V_L)^2]} \dots\dots\dots (4)$$

$$E = \rho V_L^2 \left\{ \frac{(1+\mu)(1-2\mu)}{1-\mu} \right\} \approx \rho V_L^2 \dots\dots\dots (5)$$

$$G = \rho V_s^2 \left\{ \frac{(1+\mu)(1-2\mu)}{1-\mu} \right\} \approx \rho V_s^2 \dots\dots\dots (6)$$

2. 시험편의 준비

본 실험을 위하여 85w%, 94w%, 96w% 및 99w% 알루미늄 분말을 성형밀도 2.0-2.35g/cm³ 되게 성형하고 85w%는 1420℃에서 94w%, 96w%와 96w%는 1650℃에서 각각 2시간의 유지시간으로 소결 하였다. 소결된 시험편은 최종의 파괴시험을 위해 MOR(Modulus of rupture)과 공진법에 의한 영율 측정을 위해 각각 3 × 4 × 40mm, 10 × 10 × 40mm로 가공하였다. 가공기준은 JIS R 1601-1981의 "파인세라믹스 격임강도 시험법"⁽⁴⁾ 및 ASTM C-848-78의 세라믹스의 공진법에 의한 영율측정⁽⁵⁾에 따랐다.

초음파 탐상시 시험편 표면에서 초음파의 산란을 최소화 하고 격임강도시험시 시표면거칠기에 의한 오차를 줄이기 위해 다이아몬드 스톨차로 표면거칠기를 1 μm 이내로 가공하였다. 준비된 MOR 시험편 각각의 밀도를 Auto-Pycnometer(Micrometric : U. S. A)로 연속 3회 동일한 값이 나올때까지 측정하여 각 순도별 소결밀도별로 분류하였다.

3. 시 험

3-1. 초음파 전달속도 측정

본 실험을 위해 이용한 C-Scan 초음파 탐상장치(Hyscan : Panametrics, U. S. A)의 개략도를 Fig. 2에 나타내었다. Pulsar/Receiver의 Pulse rise time이 3 ns이내이며 Receiver는 150MHz의 Band Width를 가진다. Pulse Time과 Amplitude를 Digital로 읽을 수 있는 350MHz Tektronics Oscilloscope를 사용하였다.

초음파 속도측정을 위해 지름 0.25인치 크기의 30

MHz 상용주파수 탐촉자를 사용하여 시험편의 저면으로 부터 다중반사신호를 얻고 첫번째(B_1)와 두번째(B_2) 신호사이의 진행시간을 Oscilloscope의 Digital Counter로 시험편의 중앙, 좌, 우에서 측정하여 평균 하고 마이크로메타로 0.001mm 까지 측정한 시험편의 두께와 함께 식(3)에 의하여 종파의 속도를 측정하였다. 횡파속도측정을 위하여 Fig.3과 같은 Angle Beam Fixture를 사용하여 Snell's Law⁽⁶⁾에 따라 세라믹스 시험편 내에서 45°의 횡파가 발생하도록 입사각을 기울여 시험편의 모서리에서 반사신호를 얻어 종파 측정과 동일한 방법으로 횡파의 속도를 측정하였다.

각 순도별 소결밀도와 시험편에서 얻은 종파 및 횡파의 전달속도를 식 (4), (5), (6)에 대입하여 포아손의 비, 영률 그리고 횡탄성율을 계산으로 얻었다.

3-2. 시험편의 저면반사 신호진폭과 기공함유도, Mapping

Pulse-echo 초음파탐상방법에서 시험편의 저면반사 신호진폭은 그 시험편 내부의 기계적 특성을 평가 하는데 매우 중요한 정보이다. 왜냐하면 저면반사 신호진폭은 시험편 내부의 결함유무, 미세조직, 밀도변화 등에 따라 직접 영향을 받기 때문이다.⁽⁷⁾

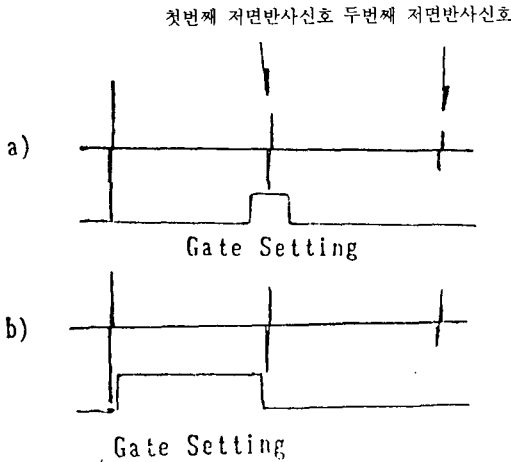


Fig. 1 Gate Setting Method.

- (a) Gate set on back reflection echo
- (b) Gate set between front and back reflection echo

시험편의 저면반사 신호진폭을 Monitor에 Image화 하기 위해 지름 0.25인치, 상용주파수 50MHz, 초점거리 1.0인치 탐촉자를 사용하여 Focal Spot가 시험편의 중앙에 오도록(저면으로 부터 1.5mm)하여 첫번째 저면 반사신호에 Fig. 1의 (a)와 같이 Gate를 설정하였다. (a)와 같은 Gate 설정방법은 시험편 전 두께에 존재 하는 결함 뿐아니라 조직 및 밀도 변화 등이 저면반사 신호에 직접된 영향을 미치기 때문에 집적된 정보를 얻을 수 있다.

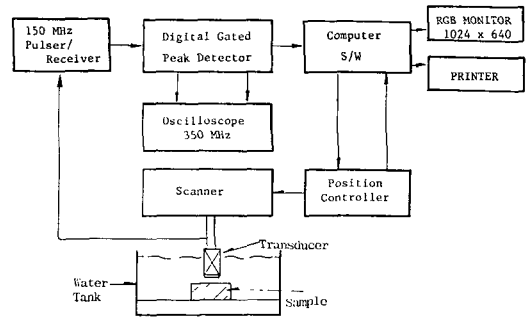


Fig. 2 Schematic diagram of high frequency ultrasonic c-scan system.

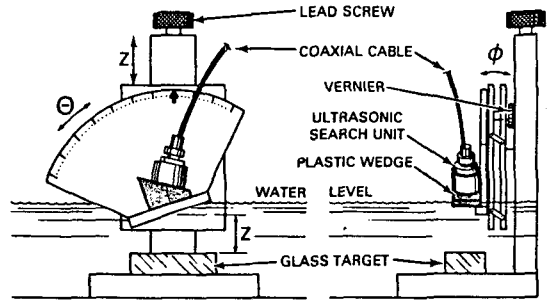


Fig. 3 Angle-beam fixture.

일본 화학도업에서 구입한 동일한 두께를 가지는 100% Al_2O_3 (소결밀도 $3.93g/cm^3$) 시험편에서 얻은 저면 반사신호가 신호진폭 Level의 최대에 오도록하여 탐상 감도를 정하고 다른 시험편들과 동시에 탐상하여 영상화 하였다. 동일 탐촉자를 사용하여 시험편의 첫번째와 두번째의 저면반사신호간의 초음파 감쇄도도 측정하였다.

시험편의 내부에 존재하는 기공함유도를 Mapping 하기 위해 동일 탐촉자로 Focal Spot가 시험편의 저면으로부터 0.1mm에 오도록 조정하였다. 이유는 격임강도 시험 시 시험편 중앙부의 기공보다 저면에 가까운 기공이 파괴강도에 크게 영향을 미치기 때문이다. Fig. 1의 (b)와 같이 Gate를 설정하고 Scanning Step이 0.025mm되게 탐상하였다. 이와같은 Gate의 설정방법은 시험편내의 물리적 특성의 평가보다는 결함(Reflector) 탐상에 쓰인다.

4. 시험결과 및 고찰

시험편의 각 순도별, 소결 밀도별 초음파 전달속도(종파 및 횡파)를 측정하여 얻은 포아손의 비(μ), 횡탄성율(G), 그리고 영율(E)을 Table 1에 나타내었다. Table 1과 Fig. 4에서 보는 바와 같이 초음파 전달속도는 구조용 세라믹스(Al_2O_3)의 밀도와 직접 비례하여 초음파속도 측정방법이 소결밀도의 상대적 비교측정에 유용하였으며 속도 측정에 의한 영율을 확인하기 위해 공진주파수 측정에 의한 영율측정(E-meter JAMS. INS. U. S. A) 결과와 비교할 때 서로의 편차는 $\pm 1.17\%$ 이내이었다.(Table 1, Fig. 5)

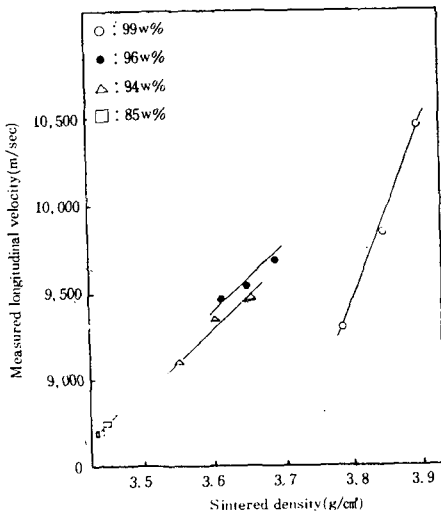


Fig. 4 Relationship between sintered density and longitudinal velocity.

Table 1. The data from density and ultrasonic velocity of the sample

Sam. No	Purity	Dens. g/cm ³	Long. Velo. m/s	Shear. Velo. m/s	Poisson's Ratio	G-modul. Gpa	E-modul. Gpa	Measured E
A-2		3.91	10453	6260	0.22	150.0	366.4	365.3
A-6	99W%	3.86	9853	5903	0.22	131.9	322.3	326.3
A-7		3.78	9275	5550	0.21	115.7	280.0	284.6
B-1		3.68	9778	5868	0.21	124.3	303.4	300.0
B-6	96W%	3.64	9669	5799	0.21	120.3	293.0	298.2
B-9		3.62	9518	5712	0.21	116.5	282.6	283.0
C-2		3.65	9493	5697	0.21	116.4	282.2	284.0
C-4	94W%	3.60	9400	5645	0.22	112.8	273.7	270.5
C-7		3.55	9197	5520	0.21	107.4	260.9	259.9
D-3		3.42	8808	5320	0.22	92.6	226.6	226.0
D-6	85W%	3.41	8745	5239	0.22	91.3	223.7	222.7
D-7		3.40	8730	5225	0.22	90.5	221.0	222.0

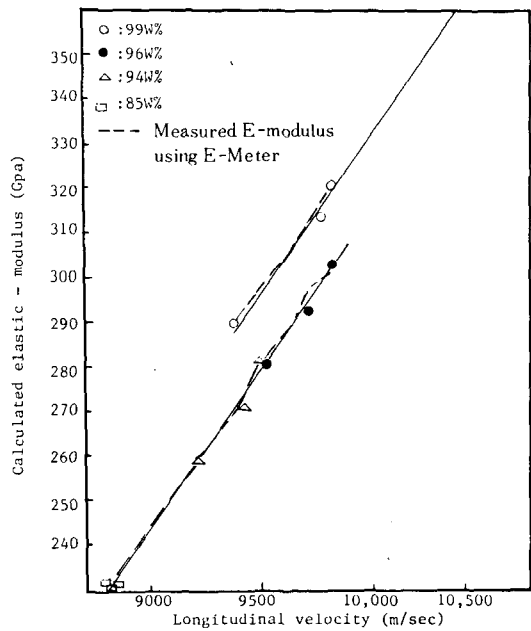


Fig. 5 Relationship between longitudinal velocity and calculated elastic-modulus.

Fig. 6은 시험편에 대한 초음파 저면반사신호 진폭에 따른 C-Scan Image이다. 상단의 시험편(S)는 동시 탐상에, 사용된 100% 알루미늄(일본 화학도업)를 대비 시험편으로 동시에 Monitoring한 것이다. 오른쪽의 대비 신호의 백색(Monitor에서는 적색)은 저면반사신호의 최대를 나타내며 저면반사신호가 낮아질수록 검정색으로 나타낸다. 시험편의 순도에 따라 성형압을 조절하여 밀도가 낮아지며 상대적으로 기공함량이 증가할 것으로 예상하였던 바 Fig. 6과 Fig. 7에서 알루미늄의 순도 및 소결밀도가 낮을수록 저면반사신호

진폭은 낮아지고 기공함유량이 증가함을 볼 수 있는데 이는 Acoustic Scattering 이론⁽⁶⁾의 Pore의 크기가 파장의 1/100 이하일 경우 Scattering에 의한 감쇄가 거의 없으나 Pore의 크기가 파장이 1/10까지 크면 Scattering에 의한 감쇄효과가 증가함을 보여준다고 할 수 있다.

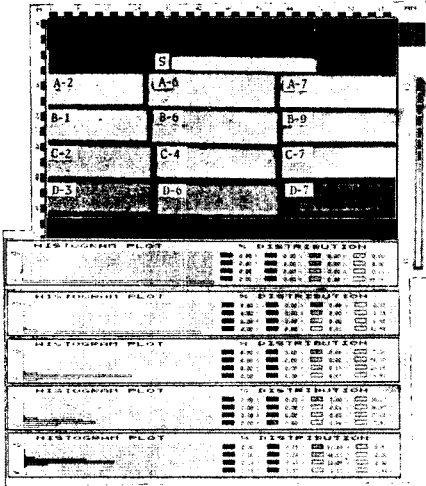


Fig. 6 Ultrasonic c-scan image and histogram (gate setting on back surface echo).

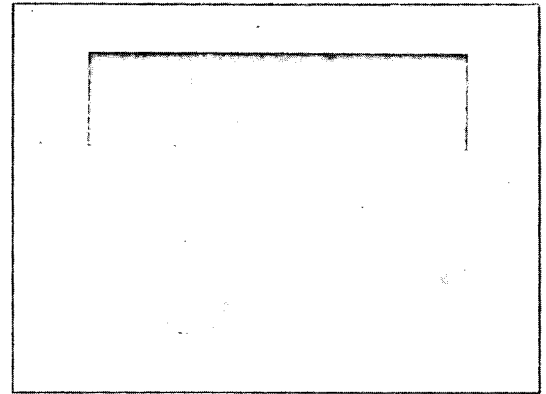
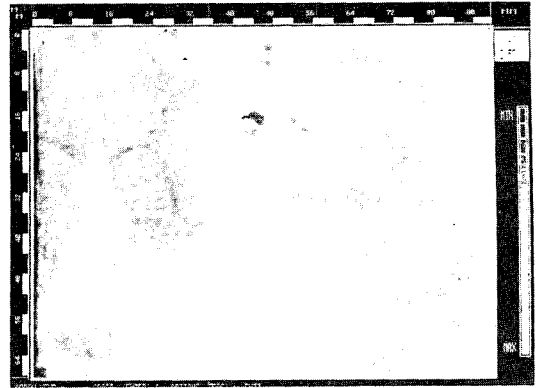


Fig. 8 Ultrasonic C-scan image from back echo amplitude mapping.

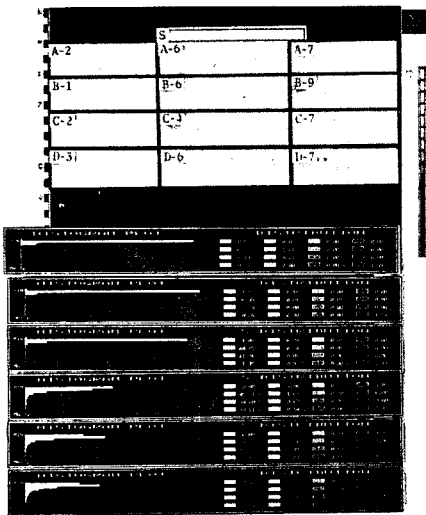


Fig. 7 Ultrasonic c-scan image and histogram (gate setting between front and back surface echo).

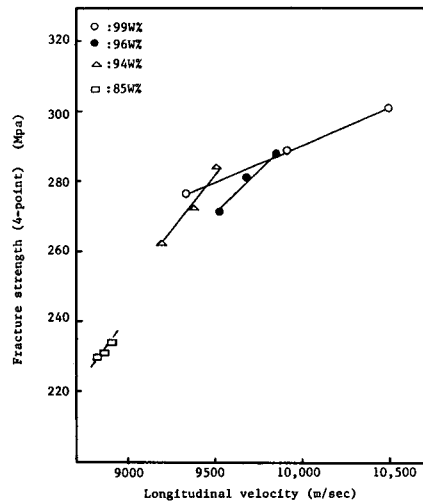


Fig. 9 Relationship between longitudinal velocity and fracture strength.

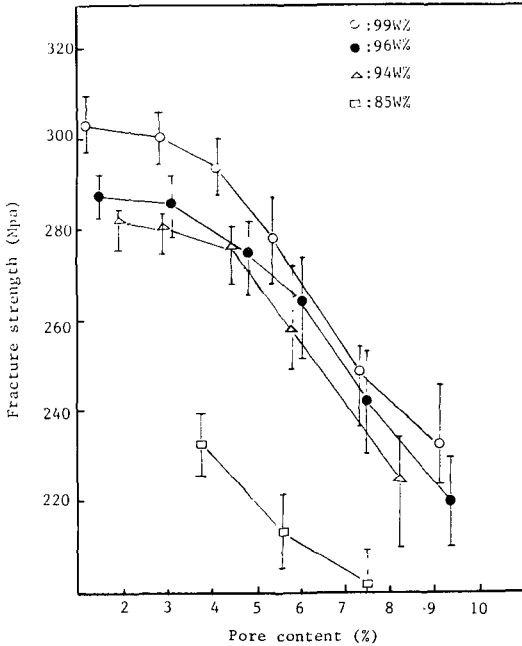


Fig. 10 Relationship between pore content(%) and fracture strength.

저면반사신호 진폭과 Pulse-echo 방법으로 얻은 C-Scan Image(Fig. 6 및 Fig. 7)에서 각 시험편의 밀도분포와 기공함유도를 정성 또는 정량적으로 평가할 수 있었고 C-Scan Image 평가과정중 밀도가 급변하는 부분을 볼 수 있었는데 4점 꺾임강도 시험을 통하여 파괴의 초기원인이 됨을 알 수 있었다.(Fig. 8)

초음파 전달속도, 저면반사신호 진폭 및 Pulse-echo 방법에 의한 기공함유 정도에 따라 분류된 각 순도별 MOR 시험편을 JISR-1601-1981의 파인세라믹스의 꺾임강도 시험법⁽⁴⁾에 따라 4점 꺾임강도 시험한 결과를 Fig. 9와 Fig. 10에 나타내었다.

99w% 알루미늄이나 초음파 속도가 11% 낮아질 때, 96w%와 94w% 알루미늄이나 초음파속도가 6% 낮아질 때 모두 9% 정도의 강도저하를 보였다. 고순도 알루미늄(99w%) 세라믹스에서 밀도변화에 의한 초음파 전달속도 변화는 저순도(96w% 및 94w%)알루미늄 세라믹스보다 민감하나 강도저하는 크지 않았다. 이는 본 실험에 사용된 99w% 알루미늄의 경우, 3.78~3.91 g/cm³의 밀도영역에서 밀도차에 의한 강도변화가 적

으며 저순도일수록 Al₂O₃와 Si 외에 포함된 불순물들이 기계적 강도에 영향을 미치는 것으로 생각된다.

Fig. 10은 Pulse-echo 방법에 의해 평가된 기공함유도와 꺾임강도와와의 비교이다. 초음파 탐상에 의해 평가된 기공함유율이 4% 이상에서 꺾임강도는 크게 저하되었으며 기공함유율이 증가할 수록 꺾임강도값의 분포는 컸는데 이는 구조용 세라믹스의 강도 평가에 영향을 미치는 인자가 많음을 알 수 있다. 즉 기공함유도 외에 기공의 크기, 형상 및 모양 그리고 시험편의 가공 정도 등이다.⁽⁹⁾

Fig. 11은 기공함량에 따른 초음파 감쇄와의 관계이다. 초음파 탐상에 의해 평가된 기공함유율이 4% 이상일 때 초음파 감쇄도는 급격히 증가하였는데 이는 Fig. 10의 기공함량에 따른 꺾임강도의 비교와 정성적으로 일치하는 결과이다.

Fig. 12는 본 실험에 사용된 A-2와 D-7 시험편의 주사전자현미경 사진이다. 좌측의 A-2 시험편은 조직이 균일하며 기공율이 현저히 낮았고, D-7 시험편은 조직이 불균일할 뿐 아니라 기공을 또한 컸다. 이 주사전자현미경 사진을 통해 초음파 속도측정, 초음파 저면반사신호 진폭 및 Pulse-echo 방법에 의한 구조용 세라믹스의 밀도변화, 기공함유율 뿐 아니라 미세구조의 변화를 정성, 정량적으로 평가할 수 있음을 확인할 수 있었다.

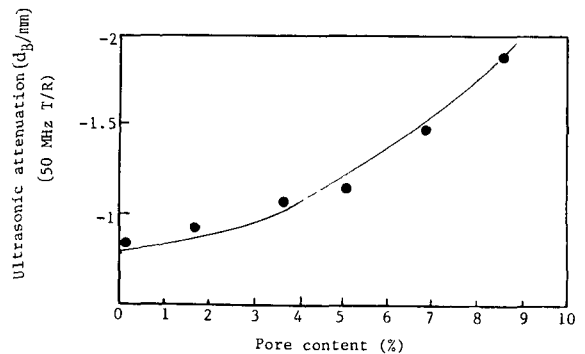


Fig. 11 Relationship between pore content(%) and ultrasonic attenuation.

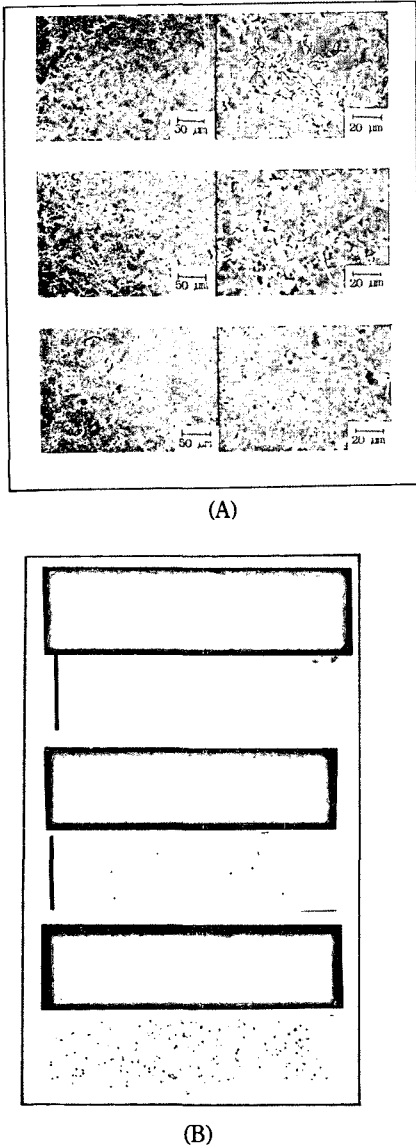


Fig. 12 Image comparison with same sample
 (A) SEM 200X, 500X
 (B) Ultrasonic C-scan image.

5. 결 론

초음파 전달속도 및 감쇄도 측정방법에 의하여 구조용 세라믹스(Al_2O_3)의 기계적 성질인 포아손의 비(μ), 영율(E), 횡탄성율(G) 그리고 소결밀도변화 및

기공함유도의 측정은 특성평가 분석 뿐아니라 품질관리 차원에서도 매우 유용한 방법이며 위와 같은 실험을 통하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

구조용 세라믹스재료의 초음파 전달속도는 소결밀도와 직접 비례하였으며 종파속도 측정에 의하여 얻은 영율(E)은 공진법에 의하여 영율을 측정하는 방법과 비교할 때 $\pm 1.17\%$ 의 편차를 가져 높은 신뢰도를 나타내었다.

알루미나 세라믹스의 경우 순도 및 소결밀도에 따라 8,700~11,000m/sec의 종파속도 영역을 가지며 소결밀도 $0.025g/cm^3$ 의 변화, 즉 0.6%(이론밀도 $3.95g/cm^3$)의 변화에 따라 약 100~150m/sec의 종파 전달속도차가 생긴다.

초음파 탐상에 의해 평가된 기공함유율이 4% 이상일 때 초음파 감쇄도는 급격히 증가하였으며, 기공함량에 따른 4점 꺾임강도 결과와 정성적으로 일치하였다.

구조용 세라믹스의 감쇄도 및 Pulse-echo 방법에 의한 컴퓨터를 이용한 C-Scan 영상을 이용하여 밀도변화 및 기공함유율을 적량적으로 평가할 수 있으며, 이에 따른 기계적 강도를 비교평가 할 수 있었다.

References

1. E. Orowan-Rep. Prog. Phys. 12. 1949, pp 185.
2. E. P. Papadakis and B. W. Petersen-Materials Evaluation, 76-80, April 1979.
3. G. E. Lockyer and E. A. Proudfoot-Ceramic Bulletin, Vol 46 No. 5, 521-526, 1967.
4. JIS R-1601-1981, 파인세라믹스의 꺾임강도 시험법.
5. ASTM C-848-78-1983, Young modulus, and poisson's ratio for ceramic whitewares by Resonance.
6. Ultrasonic Testing of Materials, Second Ed.-Springer-verleg Heidelberg. New York, 1977.
7. Stanley J. Klima-Materials evaluation, 44 April, 571-576, 1986.
8. S. Aoki-Processing and evaluating of fine ceramic 1st Korea Japan Seminar on new ceramics, May 31-June 1. 1984.