

# 플라즈머용사에 의한 세라믹 코팅 강재의 음향방출 특성

## Acoustic Emission Characteristics of Ceramic Coated Steel by Plasma Spraying

김 귀 식

G. S. Kim

**Key Words** : Ceramic Coating(세라믹코팅), Plasma Spray(플라즈머용사), Hardness(경도) Heat Treatment(열처리), Adhesiveness(밀착성), Acoustic Emission(음향방출)

**Abstract** : This paper is investigated of hardness and adhesiveness of plasma sprayed coating steels by AE(Acoustic Emission) testing when loading a tensile. AE Parameters used are Event, Count, Energy and Amplitude. Test specimens are carbon steel(S45C) with sprayed coating layers of Ni-4.5wt.%Al(bond coating) and TiO<sub>2</sub>(top coating), and carry out heat treatment at 800°C and 1000°C, respectively. The micro-hardness of the heat treatment specimen have been improved more than that of non-heat treatment. On the tensile test, the process and occurrence of the exfoliation of the sprayed coating layer can be estimated by AE. Characteristics of AE parameters, such as event, count, amplitude and energy, on the layer exfoliation are shown the similar aspects. The exfoliation of bond coating occur at about 20% of strain and top coating is about 5% of strain.

### 1. 서 론

표면개질기술의 한 종류로서 플라즈머용사 코팅은 금속, 세라믹, 플라스틱 등 거의 모든 재료에 대하여 가능하고, 이중에서도 세라믹은 뛰어난 열적, 기계적 특성으로 인해 내열성, 내마모성 및 내식성 등의 기능이 필요한 기계구조물용 재료의 코팅재로서 사용되고 있다<sup>1)</sup>.

세라믹용사에 있어서 기재와 용사피막간의 밀착성이 가장 큰 문제점으로 지적되고 있는데<sup>2)</sup> 용사피막의 밀착성 평가는 주로 파괴시험으로 해왔으나 운전중에 용사부재를 연속적으로 검사하는 것은 불가능 하기 때문에 비파괴방법에 의한 평가기술 개발에 대한 요구가 절실하다<sup>3)</sup>.

따라서 본 연구에서는 세라믹용사 코팅재의 밀착 특성을 음향방출법으로 평가하기 위하여, 탄소강(S45C)을 기재로 하여 본드코팅재로서 금속계 분말인 Ni-4.5wt.%Al과 산화물계의 세라믹인 TiO<sub>2</sub>를 플라즈머 용사법에 의해 코팅하여 용사피막의 파손시 발생하는 음향방출특성을 파괴거동과 비교하여 검토하였다.

접수일 : 1998년 12월 8일  
김귀식 : 제주대학교 기계공학과

### 2. 재료 및 방법

#### 2.1 시험편

시험편의 기재로는 S45C를 사용하였으며, 그 화학성분을 Table 1에 시험편 형상 및 치수를 Fig. 1에 나타내었다. 코팅은 기재의 표면을 블라스팅한 후, 플라즈머 용사장치를 이용하여 Table 2의 조건으로 실시하였다. 코팅재료는 탑코팅으로 TiO<sub>2</sub>를, 본드코팅으로 Ni-4.5wt.%Al 합금 분말을 사용하였으며, 코팅층의 두께는 본드코팅은 약 100µm, 탑코팅은 약 150µm로 하였다.

시험편의 종류는 용사피막의 밀착성을 개선하기 위하여 아래에 나타낸 5종류의 시험편을 제작하였다.  
SUB : 기재 S45C를 블라스팅 처리한 시험편  
AL : SUB재를 본드(Ni-4.5wt.%Al)코팅한 시험편  
AT : AL재위에 세라믹(TiO<sub>2</sub>)코팅한 시험편  
AT800 : AT재를 800°C에서 열처리한 시험편  
AT1000 : AT재를 1000°C에서 열처리한 시험편

Table 1 Chemical composition of S45C(wt.%)

C	Si	Mn	P	S
0.464	0.246	0.770	0.0154	0.00693

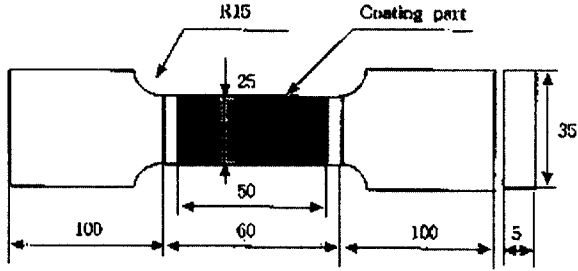


Fig. 1 The shape and dimension of test specimen

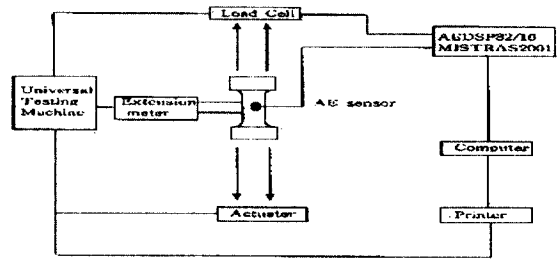


Fig. 2 Installation of AE system

Table 2 Spraying conditions

condition	Powder feed unit		Gas (psi)		DC amps	DC volts	Dis. (mm)
	Flow meter (ft <sup>3</sup> /h)	Feed rate	Ar	H <sub>2</sub>			
TiO <sub>2</sub>	37	84	80	15	500	65~70	75~100
Ni-4.5wt.% Al	37	45	80	15	500	65~70	100~150

열처리하는 진공압 10<sup>-5</sup>Torr, 800℃ 와 1000℃의 온도에서 20분 동안 유지한 후 냉각하였다.

2.2 실험장치 및 방법

플라즈마 용사에 의해 제작된 코팅시험편에 대하여 용사피막의 경도와 밀착성을 조사하였다. 경도시험은 마이크로 비커스경도시험기를 이용하여 시험하중 300gf, 하중 유지시간 30초로 하여 측정하였다.

밀착성 시험은 Fig. 2에 나타난 바와같이 인장시험과 음향방출측정을 동시에 실시하였다. 인장시험은 만능재료시험기(Zwick Co.)를 사용하여 표점거리 50mm, 크로스헤드 이송속도 1mm/min로 행하였다. 음향방출장치는 MISTRAS 2001(PA Co.)를 사용하였으며, 측정시 검출된 음향방출신호는 주파수영역 10kHz~1.2MHz의 전역에 걸쳐 40dB로 증폭하였다.

Fig. 3은 진폭(Amplitude), 사상수(Event), 계수(Count) 및 에너지(Energy)등의 음향방출 파라메타를 정의한 것이다. 사상수는 센서에 도달된 신호의 시작점과 끝점이 하한계치(Threshold)를 넘는 범위에서의 신호, 계수는 하한계치를 넘는 모든 진폭의 횟수, 에너지는 파형의 면적에 해당한다. 음향방출 센서와 고정용 지그와의 밀착은 자석으로 고정되는 홀더에 고탄성스폰지에 의해 일정한 압력으로 누르

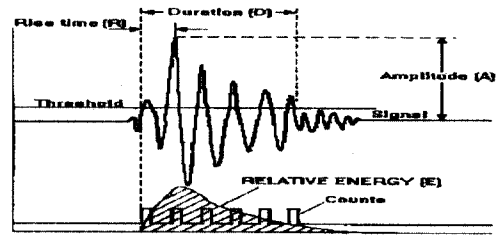


Fig. 3 Schematic AE signals corresponding to one AE event

고, 음향방출센서와 시험편과의 사이는 고진공 Silicon을 발라 밀착성을 증가 시켰다.

3. 실험결과 및 고찰

3.1 경도특성

기재 및 용사코팅재의 미소경도(Hv) 측정결과를 Table 3에 나타내었다. 표에 나타난 바와 같이 열처리재의 경도는 무열처리재 보다 높다. 이는 열처리에 의한 확산작용에 의해 기재와 본드층 사이의 계면의 밀착성이 높아지고, 또한 세라믹 피막내의 균열, 기공, 용사입자들의 경계가 화학적 혹은 물리적으로 접합되어 코팅밀도가 향상되므로 경도가 높아진 것으로 생각된다<sup>4)</sup>.

Table 3 Variation of microhardness by heat treatment

	Microvickers hardness (Hv)		
	Non-treatment	800(℃)	1000(℃)
SUB	260	290	280
AL	261	363	327
AT	768	999	912

### 3.2 인장시험시 하중-변형곡선과 음향방출 발생 거동

#### 3.2.1 무열처리재의 음향방출발생거동

SUB시험편, AL시험편 및 AT시험편에 대한 음향방출 사상수와 응력-변형율곡선과의 관계를 Fig. 4에 나타내었다. 여기서 진폭치는 하한계치(Threshold)를 45dB로 설정 하였으므로 한계치 이상의 신호만이 나타나 있다. Fig. 4에서 세종류의 시험편 모두 응력-변형율 곡선은 거의 동일하여 용사열에 의한 기재의 변형이 없음을 나타낸다. 음향방출은 용사피막의 유무에 관계없이 전 영역에서 발생하고 있으며, 총 사상수는 SUB 1152, AL 3017, AT 8031로 코팅재가 SUB시험편에 비해 사상수가 많다.

한편, AL시험편의 사상수는 인장시험 초기에는 SUB 시험편과 비슷한 특성을 보이다가 변형율이 20%를 지나 파단점에 근접하면서 사상수가 증가한다. AT시험편의 경우, 변형율 5%의 부근에서 사상수가 급격히 증가하다가 변형율의 증가와 함께 사상수가 감소하면서 SUB 시험편과 비슷한 양상의 사상수가 발생하고 있다. 따라서 코팅재의 경우 사상수가 급증하는 구간에서 용사피막의 박리의 발생, 성장 및 탈락이 일어나고 있다고 판단되며, AT시험편은 인장시험 초기에, AL시험편은 파단 부근에서 큰 규모의 박리가 일어난다.

SUB시험편, AL시험편 및 AT시험편에 대한 계수와 에너지의 누적량과 응력-변형율곡선을 Fig. 5에 나타냈다. Fig. 5에서 계수 및 에너지의 발생은 전술한 사상수 특성과 비슷하게 용사피막의 박리가 발생하는 위치에서 증가하며, 총 계수 및 에너지는 SUB시험편, AL시험편 및 AT시험편의 순으로 높게 나타난다.

#### 3.2.2 무열처리 용사코팅재의 파괴기구

음향방출 진폭과 응력-변형율과의 관계를 Fig. 6에 나타낸다. Fig. 6에서 SUB시험편의 진폭 최대치는 약 75dB 이며, 65dB 이하의 진폭치가 전구간에 걸쳐 고르게 분포하고 있다. 또한 AL시험편의 진폭의 최대치는 SUB시험편 보다 조금 높은 80dB이고, 변형율 20%이상 파단부근까지의 구간에서 기재와 용사피막 사이의 박리로 추정되는 음향방출이 활발하게 일어나고 있다. 이 구간에서 SUB 시험편보다 높은 진폭을 갖는 음향방출은 기재와 본드코팅층 사이의 층간박리에 의한 것이다.

한편 AT시험편의 진폭 최대치는 AL시험편 보다 높은 97dB이고, 전술한 바와 같이 변형율 5%의 부근에서 박리가 발생하고 있음을 알 수 있다. 이때 AL시험편의 진폭치보다 높은 약 80dB이상의 음향

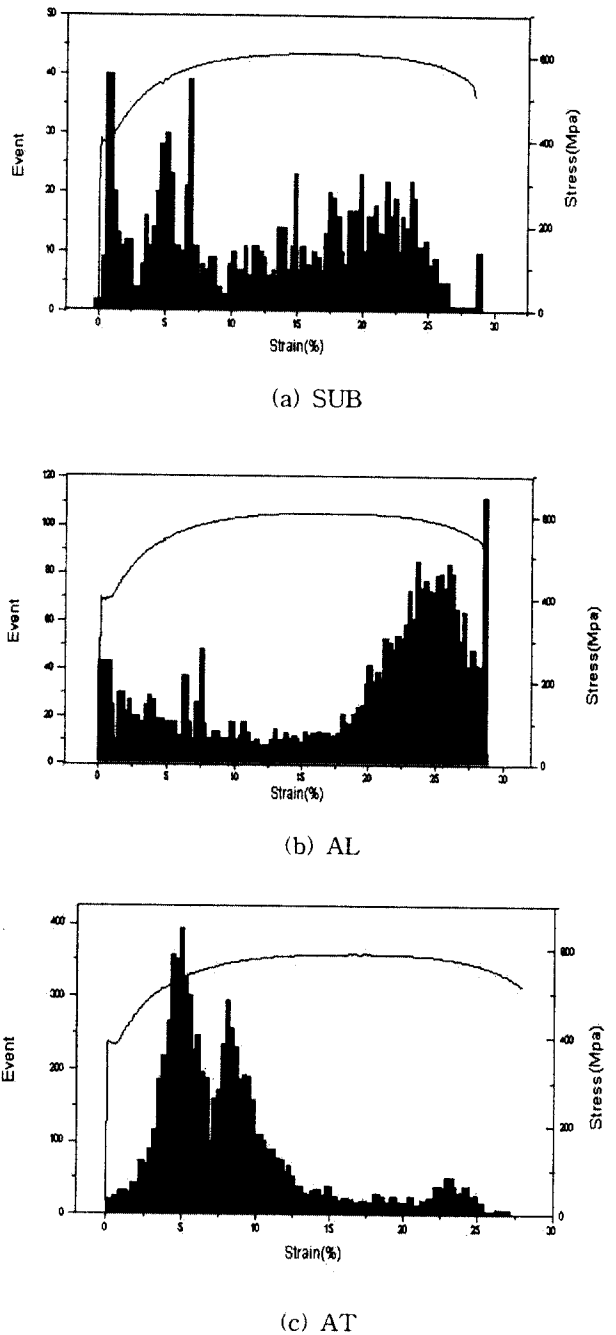
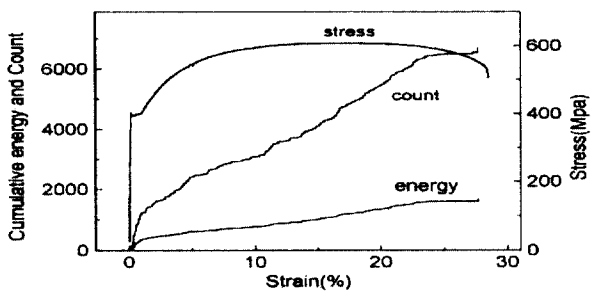


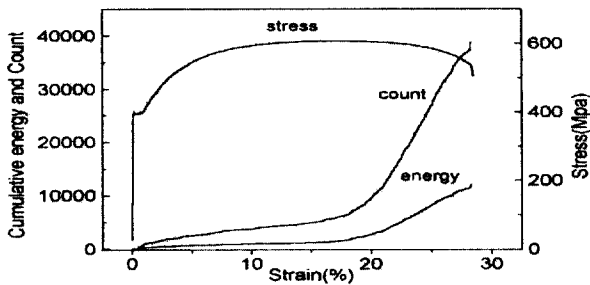
Fig. 4 Stress and event vs. strain

방출은 탑코팅(TiO<sub>2</sub>)층의 박리로 추정된다.

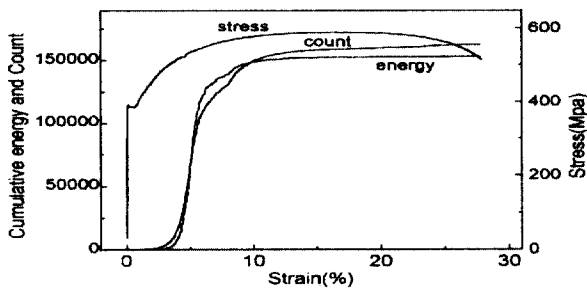
AL과 AT시험편의 파단후 박리에 대한 SEM사진을 Fig. 7에 나타낸다. Fig. 7(a)에 나타낸 AL시험편의 피막 박리는 네킹부 근처에서 집중되어 발생하고, Fig. 7(b)의 AT시험편의 경우, 탑 코팅층이 인장 시험초기에 탈락되어 본드 코팅층만의 박리 모습을 보이고 있지만 박리의 양상은 AL시험편에 비해 크지않다. 이는 탑코팅층에 의해 본드코팅층 표면에 생성된 압축 잔류응력과 탑코팅에 의한 표면 소성변형 구속효과<sup>5)</sup>때문인 것으로 생각된다.



(a) SUB



(b) AL



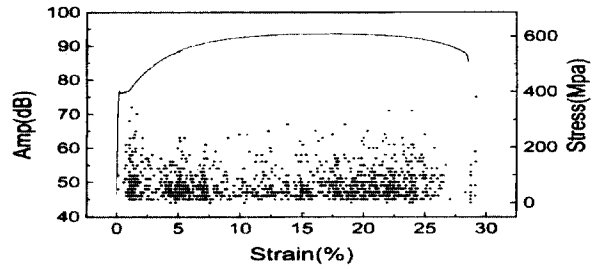
(c) AT

Fig. 5 Cumulative count and energy vs. strain

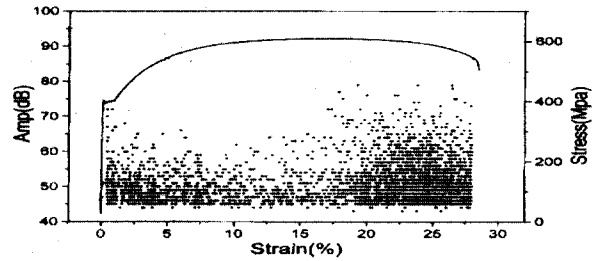
### 3.2.3 열처리재의 음향방출특성

AT시험편과 800℃ 와 1000℃에서 각각 열처리한 AT800시험편 및 AT1000시험편의 사상수와 응력-변형률곡선을 Fig. 8에 나타내었다. Fig. 8에서 AT시험편은 전술한 바와 같이 변형률 2-5%의 구간에서, AT800 시험편은 변형률 5-13%의 부근에서 음향방출이 급격히 증가했다가 감소하고, AT1000 시험편의 경우는 6%구간에서 음향방출이 급격히 증가하고 있다. 따라서 이 구간에서 용사피막 박리가 일어나는 것으로 추정된다. 특히, AL800 및 AT1000 시험편이 AT시험편에 비해 박리구간이 짧게 나타나고, 총 사상수가 적으므로 열처리에 의한 밀착성이 개선됨을 나타내고 있다.

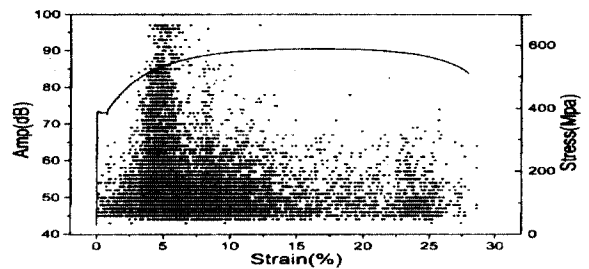
음향방출 계수 및 에너지의 누적량과 응력-변형률



(a) SUB

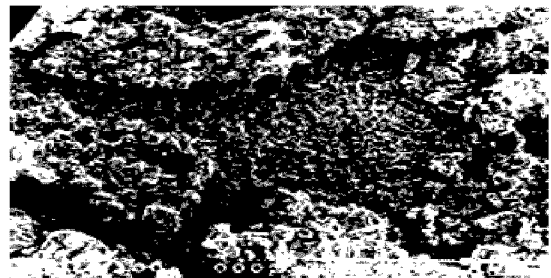


(b) AL

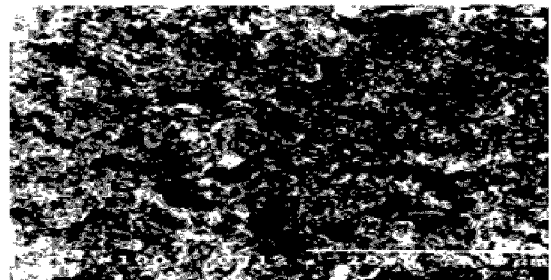


(c) AT

Fig. 6 Amplitude vs. strain

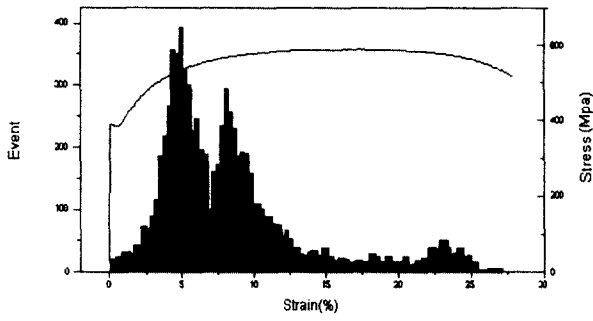


(a) AL

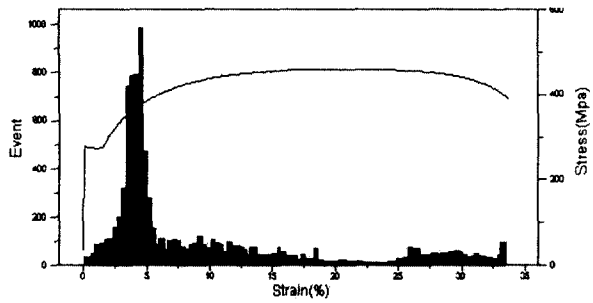


(b) AT

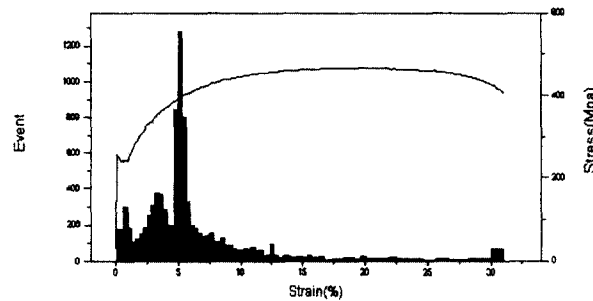
Fig. 7 SEM fractographies of tensile specimen (×100)



(a) AT

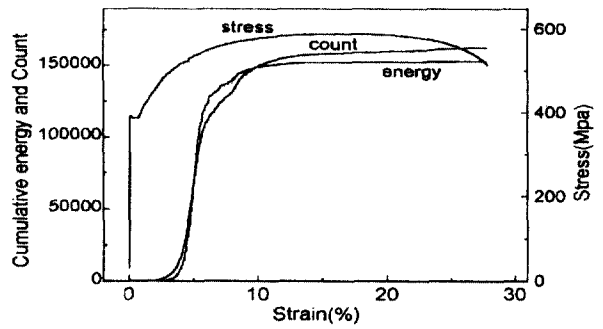


(b) AT800

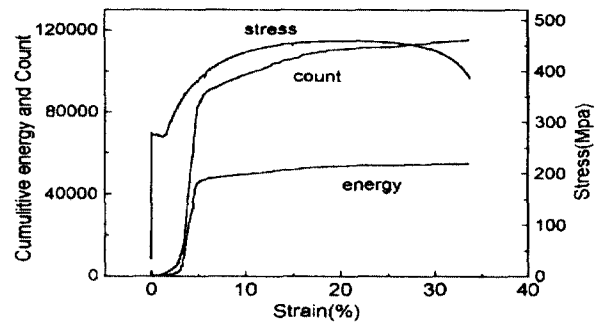


(c) AT1000

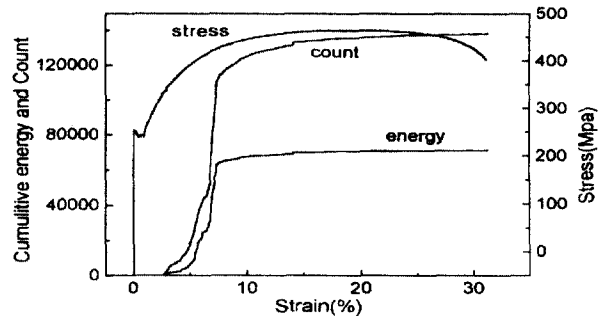
Fig. 8 Stress and events vs. strain



(a) AT



(b) AT800



(c) AT1000

Fig. 9 Cumulative count and energy vs. strain

곡선을 Fig. 9에 나타내었다. 그림에 나타난 바와 같이 AT, AT800 및 AT1000 시험편의 음향방출 계수 및 에너지 특성은 전술한 음향방출 사상수와 비슷하게 용사피막의 박리가 추정되는 구간에서 증가하고, 총 음향방출 계수 및 에너지는 AT, AT1000 및 AT800 시험편의 순으로 높게 나타났다. 또한 음향방출 계수 및 에너지가 급격히 증가하는 이 구간에서 AT 시험편이 AT1000과 AT800 시험편 보다 많은 에너지가 축적되어 비교적 규모가 큰 박리가 일어나고 있다고 판단되며, 이는 전술한 AT 시험편의 박리 특성이 본드코팅과 탑코팅사이 기재와 탑코팅사이에서 박리가 일어나는 것과는 달리 AT800 및 AT1000 시험편은 비교적 작은 규모의 박리가 본드코팅층과 탑코팅층 사이에서 일어나

기 때문으로 판단된다.

### 3.2.4 열처리재의 박리면 관찰

음향방출 진폭과 응력-변형을 관계를 Fig. 10에 나타냈다. 여기에서 진폭 특성은 박리가 발생하는 구간에서 진폭 값이 높고 음향방출이 활발하게 일어나고 있으며, 전술한 바와 같이 항복점 부근의 진폭 값을 관찰해 보면 AT800과 AT1000이 AT보다 적게 나타나고 있다. 이는 열처리에 의한 밀착성의 개선 효과를 나타낸 것으로 보인다. 이러한 결과는 Fig. 11의 파단된 시험편의 SEM 사진에도 잘 나타나 있다. 사진에는 탑코팅층은 대부분 탈락되어 나타나지 않았으며, 본드코팅층만이 남아있다.

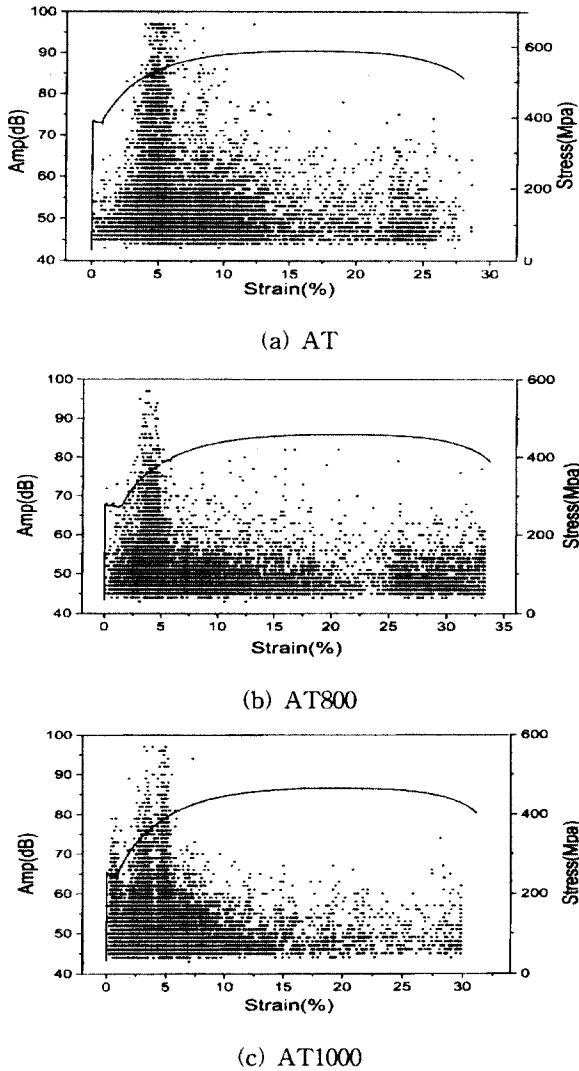
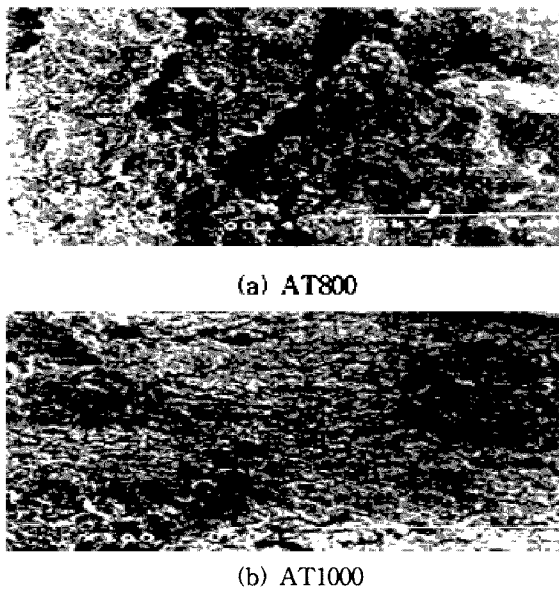


Fig. 10 Stress and amplitude vs. strain



(b) AT1000

Fig. 11 SEM fractographies of tensile specimen (×100)

#### 4. 결 론

세라믹용사 코팅재의 피막밀착 특성을 음향방출 법에 의해 평가하기 위하여 Ni-4.5wt.%Al과 TiO<sub>2</sub>의 용사코팅을 실시하고 800℃와 1000℃의 진공열처리를 행한 시험편에 대해 인장시험시 음향방출특성을 검토한 결과는 다음과 같다.

- 1) 용사코팅재의 열처리에 따른 경도는 본드코팅과 탑코팅재 모두 무열처리재의 경도보다 높아서 열처리에 의한 경도 증가 효과가 보였다.
- 2) 용사코팅재의 박리 시기는 음향방출에 의해 측정 되어졌으며, 사상수, 계수, 진폭, 에너지 등의 음향방출 파라메타는 비슷한 특성을 나타내었다.
- 3) 본드코팅재의 박리는 변형률은 20%에서, 탑코팅재는 변형률 5%를 전후하여 발생하며, 이때 음향방출 파라메타는 탑코팅재가 본드코팅재보다 현저히 증가한다.
- 4) 열처리재의 밀착성은 무열처리재보다 우수하였으며, 800℃와 1000℃의 열처리 온도에서의 밀착성은 거의 같다.

#### 참고문헌

1. D. J. Varacalle, Jr., J. R. Knibroe, V. L. Smith-Wackele, J. A. Walter, G. Irons, "Coatings applied with the plasma-spray process using nickel-aluminum powders", ICLASS-91, pp. 113~120, 1991
2. 岸武勝彦, 惠良秀則, 大坪文隆, 園田友紀, "セラミック基材へ溶射したセラミック溶射皮膜熱理による密着強さの改善", 溶射, Vol. 34, No. 3, pp. 120~126, 1998
3. 窪堀後文, 生田稔郎, 尹藤征郎, "AE(Acoustic Emission)法及び超音波検査法による溶射皮膜の密着性の評價", 溶射, Vol. 33, No. 4, pp. 32~39, 1996
4. 김영식, "티타니아 세라믹 용사피막의 기계적 특성에 관한 연구", 한국해양대학교 박사학위논문, 1992
5. 오맹중, 오창배, 김귀식, "세라믹 용사된 S45C 강재의 기계적 특성 및 피로강도", 한국해양공학회지, 제12권, 제1호, pp. 32~38, 1998