

초음파 현미경 및 AE에 의한 결함 측정

최 만 용* 박 익 근** 한 응 교***

Measurement of Defects with Scanning Acoustic Microscope and Acoustic Emission

Man Yong Choi*, Ik Gun Park**, Eung Kyo, Han***

Abstract

Acoustic microscopy has attracted much interest recently as potential nondestructive evaluation technique for detecting and sizing defects of surface and sub-surface. Also acoustic emission testing method has been developed for detecting microcracks which is more than 30 μm in length quantitatively on ceramics.

In the present paper, acoustic emission during the four point bending test in hot-pressed sintered Si_3N_4 specimen which was stressed by thermal shock, has been measured by high sensitive sensing system. The surface and sub-surface cracks were detected by scanning acoustic microscope of 800 MHz and conventional ultrasonic testing in C-scope image. The purpose was to investigate the location and size of cracks by SAM and AE technique, whose experimental data demonstrate good for detecting microcracks.

1. 서 론

초음파 현미경은 GHz 이상의 높은 주파수의 음파를 시료에 조사시켜 물질의 미소영역에 있어서 역학적 성질변화를 검출하여 화상으로 표시하는 장치로서 광학적으로나 전자선으로 검출 불가능한 표면 바로 밑의 결함을 측정하거나 조직관찰이 가능하다.¹⁾²⁾ 최근에는 초음파 탐상장치나 표면거칠기와 더불어 비파괴검사장치로서도 활용 가능성이 높아지고 있다.³⁾ 또 재료표면을 전파하는 표면탄성파의 전파속도를 측정할 수 있어 신소재의 탄성과 전파속도 측정 및 재료

표면의 평가연구⁴⁾⁵⁾ 응용되고 있다.

1980년도 말기에 이르러 세라믹과 금속접합에서의 결함검출, 반도체디바이스의 내부결함측정, 결정립 내의 스트레인영역 관찰등은 초음파 현미경의 유용성을 입증하고 있다.⁴⁾

최근 내열성재료로서 Si_3N_4 계의 세라믹재료가 기계구조용 부품으로 많이 사용되고 있다. 그런데 아직까지 내열특성, 즉 열충격 파괴의 과정을 규명하려는 노력은 많지 않다. T. Kishi²⁾ 등은 여러종류의 세라믹 시험편을 사용하여 각 재료별로 열충격에 의한 파괴의 임계온도 등을 실험적으로 구하여 보고한바 있

* 한국표준과학연구원 계측시스템실

** 천안공업전문대학

*** 한양대학교 정밀기계공학과

으나 임계온도 주변에서의 균열생성 및 그것이 파괴에 미치는 영향은 고려하지 못하였다.

본 연구에서는 열충격시에 Si₃N₄의 시험편에서 발생하는 표면밀의 균열과 내부결함을 초음파 현미경에 의하여 검출하는 실험을 하였으며 검출후의 시험편에 대하여는 4점굽힘시험을 통하여 강도평가를 하였다. 이때 시험편에서 발생하는 AE를 검출하여 내부결함 위치를 결정하였고 초음파의 C-스코프 측정에 의해서 AE발생 위치결정의 결과와 비교검토 하였다.

2. 실험

2.1 초음파 현미경의 측정원리

그림 1에서와 같이 0.05 ~ 2 GHz 까지의 고주파 전기신호가 초음파로 발생, 압전변환자에 의하여 평면초음파로 변환한다. 평면초음파는 음향렌즈에 입사해서 구면파로 변환되고 한점에서 집중되어 시료의 탄성적 영향을 반사한다. 반사된 초음파 신호는 압전 변환자로 돌아오고 전기신호로 변환되어 이것은 A/D 처리되어 영상화된다.

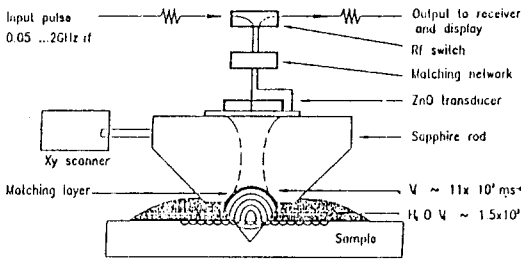


Fig. 1 Block Diagram of Scanning Acoustic Microscope (SAM)

즉 그림 2와 같은 모양으로 된 렌즈에서 렌즈배면의 초점거리에서의 음압분포를 $U(r)$, 렌즈의 동합수를 $P(r)$, 입사각 θ 의 평면파 반사율을 $R(\sin\theta)$ 로 하면 반사법으로 얻어진 수신신호전압 출력 $V(z)$ 는 집중특성과 시료의 음향특성에 의존하면서 식(1)과 같이 표시할 수 있다¹⁾.

$$V(z) = \frac{u(r)^2 P(r)^2 R(\sin\theta) \exp(2jkz(1-(r/f)^2)^{1/2})}{2rdr} \dots\dots\dots (1)$$

여기서 $R = (Z_{in} - \rho_0 v_0) / (Z_{in} + \rho_0 v_0)$

f : 초점거리

Z_{in} : 반무한 탄성체에 입사각 θ 로 입사하는 평면파 입력 임피던스

ρ_0 : 접촉매질 밀도

v_0 : 접촉매질 음속

ρ : 시험체 밀도

j : 복소수

r : 원주좌표의 반지름

k : 평면주파수/접촉매질음속 (v_0)

이식으로부터 명확하듯이 수신신호전압 $V(z)$ 는 음향렌즈와 시료와의 거리 Z 에 의하여 변한다는 것을 쉽게 알 수 있다. 따라서 시료를 고정시켜놓고 음향렌즈를 Z 방향으로 움직이면서 수신전압을 기록하면 주기성을 갖는 곡선이 얻어지며 이것을 $V(z)$ 곡선이라고 한다.

이 $V(z)$ 곡선에서 주기적 성질이 나타나는 것은 시료에 대하여 수직으로 입사한 초음파의 반사파와 임계각근방으로 부터 입사한 초음파에 의해서 여기된 누설표면탄성파가 전파과정에서 재방출한 초음파와 간섭에 의한것으로 알려졌다. $V(z)$ 곡선의 주기를 ΔZ , 표면탄성파 파장을 λ_k , 임계각을 θ_k 이라하면

$$\Delta Z = \frac{\lambda_k}{\sin \theta_k} \dots\dots\dots (2)$$

로 나타나고 매질(물)의 음속을 V_* 이라하면 $\sin\theta_k = V_*/V_k$ 이 되므로

$$\Delta Z = \frac{V_k}{f_0 V_*} \dots\dots\dots (3)$$

가 얻어진다.

식(3)으로 부터 초음파의 주파수 $f_0 v_*$, 매질의 음속 v_* , 주기 ΔZ 을 구할 수 있으면 표면탄성파의 속

도가 구해진다.

본 연구에 있어서는 초음파 현미경의 영상화를 이용한 내부결합 측정과 열충격조건이 각기 다른 시험편 및 whisker의 함량이 다른 세라믹 시험편에서 표면탄성과 속도를 $V(z)$ 곡선으로부터 구하였다. 사용된 음향렌즈는 200 MHz, 400MHz, 600MHz, 800MHz, 1 GHz 등을 동일 시험편에서 사용하였으며 매질로서는 증류수를 사용하였다.

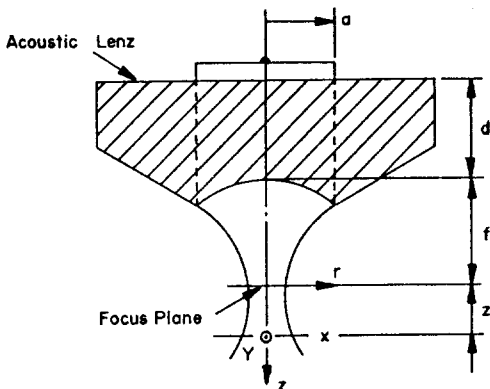


Fig. 2 Shape of Lens Used for SAM

2.2 세라믹재료에서의 Acoustic Emission 측정

Acoustic Emission (AE)는 재료에서 에너지가 해방되어 매체를 통하여 전파되는 고주파 성질의 탄성과의 일부로서 재료의 미시파괴의 발생시 또는 상태변화, 소성변형등 에서도 잘 검출되는 것으로 알려졌다. 그러나 대부분의 경우 발생하는 AE가 큰 에너지를 갖으므로 검출하기 쉬우나 세라믹재료와 같이 취성파괴의 성질을 갖고, 발생 AE진폭이 작은 경우는 검출하기에 상당히 어렵다.

그러므로 본 실험에서든 고감도 AE sensor를 사용하였고 주변 잡음에 잘건디는 증폭기를 아울러 개발하였다. 발생한 AE는 54dB의 고감도 pre-amp. 에 입력되고 PAC-3004 AE analyzer에서 해석하였다.

그림 3은 AE 측정파라미터와 그림 4는 굽힘시험시의 AE측정시스템을 설명한다. 표 1은 개발된 AE sensor의 성능표시이다.

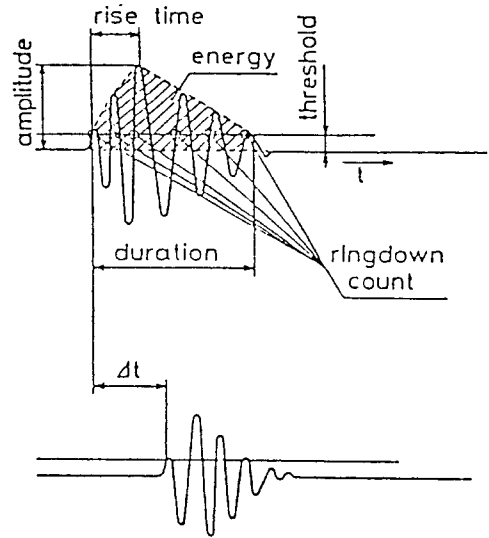


Fig. 3 Parameters of Acoustic Emission

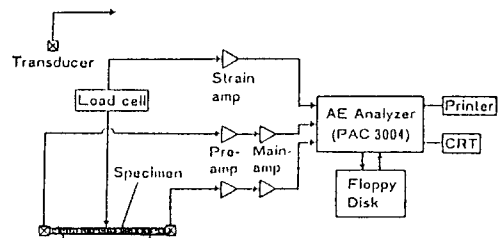


Fig. 4 Acoustic Measuring System on Ceramic

Table. 1 Specification of integrated AE sensor

Function		Specification
Resonance Frequency (kHz)		180
Gain (dB)	Measurement	55.7
	Calibration	10.7
Frequency Response		10 kHz - 4 kHz
Noise Level	100KHz-1, 2MHz	14
	100KHz-20MHz	24
Power Voltage (V)		18
Size (mm)	Sensor Part	5 × 10
	Amplifier Part	(cable length 30cm) 90 × 150 × 35

2.3 시험편 및 열충격시험

시험편은 내열특성이 좋은 Si_3N_4 세라믹 재료에 SiC whisker 함량을 조절한 것을 사용하였으며 조성 비율과 제조분위기는 표2와 같다. 시험편의 크기는

Table. 2 Chemical Composition of Specimens (wt%)

	Si ₃ N ₄			Processing
	Y ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	SiCw	
SN 1	10	5	0	2053° K, 24.5 MPa
SN 2	10	5	10	1973° K, 24.5 MPa

JIS 규격에 따라서 40×4×3mm로 하였으며 표면은 파괴에 영향을 미치지 않도록 정밀연삭하였다. 이와 같은 시험편에 열충격에 의한 내부균열생장을 목적으로 Si_3N_4 세의 임계과괴온도 부근에서 열충격 시험을 하였다. 그림 5와 같이 적외선 램프로 가열되는 전기로에 시험편을 그림 6과 같은 스텝으로 온도변화를 시키었다. 그리고 그림 9와 같은 온도차를 갖도록 그림6의 유지온도 (T₀)를 30분간 유지후 수중에 급냉시

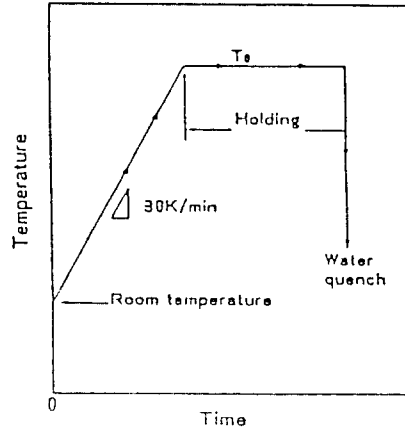


Fig. 6 The Rate of Elevated Temp. and Holding Time

켜 열충격을 주는 것으로 열충격 온도변화에 따른 강도변화와 이때의 세라믹재료 내부의 조직변화나 결합성장등에 대하여 측정하였다.

2.4 굽힘시험 및 AE측정

그림7에서와 같은 4점 굽힘시험을 각각의 시험편에서 굽힘 이송속도 0.01mm/min로 하중을 서서히 가하였고 그림4와 같은 계측시스템을 통하여 굽힘강도 및 AE를 측정하였다. 이때에 표면 및 내부에서 발생하는 AE를 검출하기 위해서 시험편의 양끝에 각각 1개의 AE sensor를 접촉시켰으며 검출과형으로부터 AE 발생 위치를 결정, 하중제거후 초음파 C-스코프 영상에 의한것과 비교하였다. 사진1은 4점 굽힘 시험과 AE측정을 설명하고 있다.

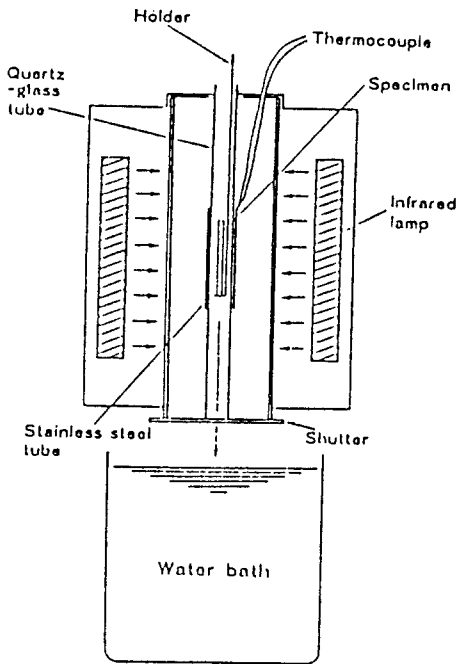


Fig. 5 Thermal Shock Testing for Ceramic Specimen

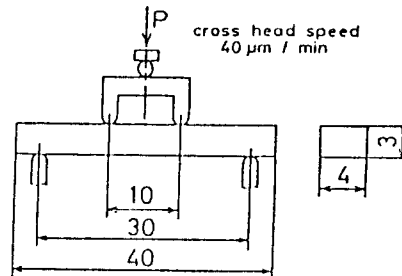


Fig. 7 Four Point Bending Test and Specimen Size

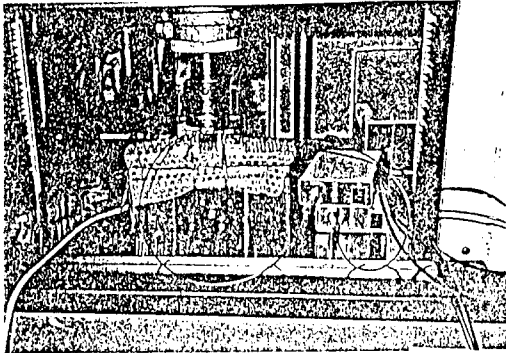


Photo. 1 Bending Test and AE Measurement

3. 실험결과 및 고찰

3.1 초음파 현미경에 의한 표면결함의 검출

SiC whisker 0%, 10%로 구성된 Si_3N_4 시험편에 열충격의 온도차 ΔT 를 380°C, 580°C, 780°C, 980°C 가하므로서 세라믹재료 표면에 균열생성 여부를 초음파 현미경으로 관찰하였다. 광학 현미경이나 SEM과는 달리 표면주사에 있어서 표면의 부식이나 도전성 재료를 사용해야 하는 전처리가 필요없는 것으로 SiCw 0%, 10%의 경우 온도차 ΔT 가 모든 400°C 부근에서는 변하지 않았으나 800°C, 1000°C에서는 파괴의 기점이 될만한 많은 크랙들이 발견 되었다.

사진 2는 800 MHz의 음향렌즈를 사용하여 측정한 결과로서 (a)의 사진은 표면 0 μ m에서의 것이며 표면으

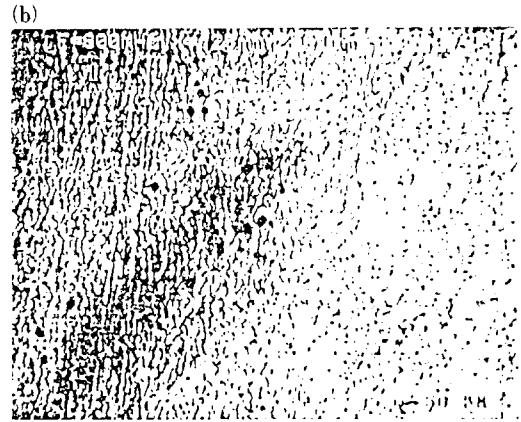
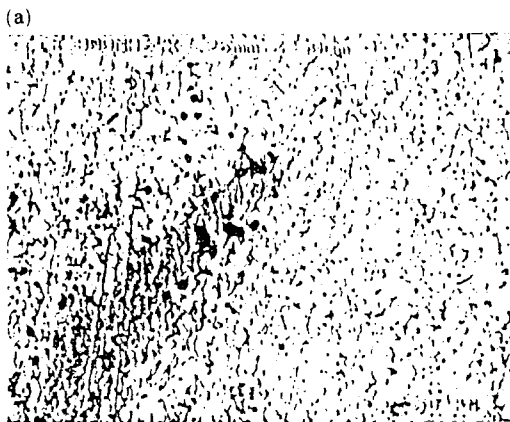


Photo. 2 Acoustic Image form 800 MHz Lens

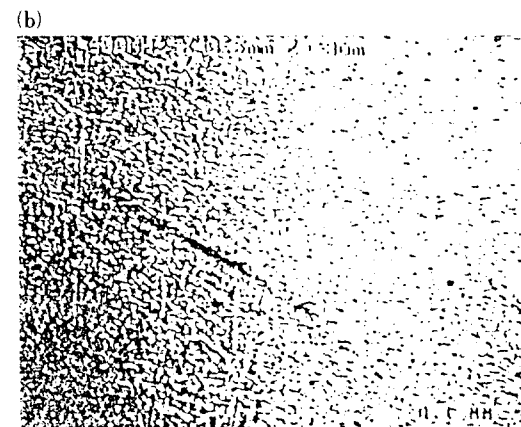
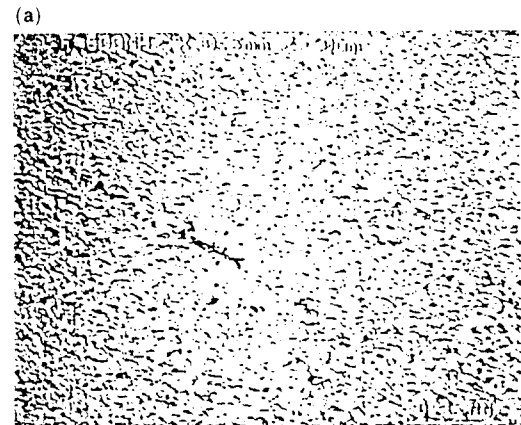


Photo. 3 Acoustic Image from 600 MHz Lens

로 부터 -2 μ m 이상 들어가면 표면 결함형태(사진 (b))를 거의 구분할 수 없게 됨을 알 수 있다. 그리고

사진 3은 600 MHz의 음향렌즈를 사용한 결과로서 (a)의 사진은 표면에서의 것이며 $Z=3\mu\text{m}$ 에서도 그 결합 형상(사진(b))이 잘 나타나고 있다. 그러므로 초음파 현미경을 사용할 때는 무엇보다도 음향렌즈를 잘 선택하는 것이 중요하다.

초음파 현미경의 시료표면에 있어서 분해능 α 는 매질중의 초음파 파장 λ 와 음향렌즈 형상 파라미터 (f/D , f : 초점거리, D : 렌즈의 지름)에 의하여 결정되는 것으로 분해능은 $\alpha = 1.00 \lambda f/D$ 로 나타낼 수 있다. 고분해능화를 의도하고 설계한 렌즈에서는 통상 $f/D \approx 0.7$ 로서 하고 있다. 즉 이때 분해능은 주파수 400 MHz에서 $2.5\mu\text{m}$, 1.5 GHz에서 $0.7\mu\text{m}$ 로 된다.

본 실험에서 사용된 시험편과 같은 세라믹 재료에서는 400 MHz 정도의 음향렌즈 사용이 적절한 것으로 나타났으며 이것으로 표면으로부터 $5\mu\text{m}$ 정도 떨어져 숨겨져 있는 결함들을 검출할 수 있었고 향후 표면공학 연구등에 폭넓게 이용될 수 있다.

또한 표면탄성과 전파속도의차이에 의하여 재료조

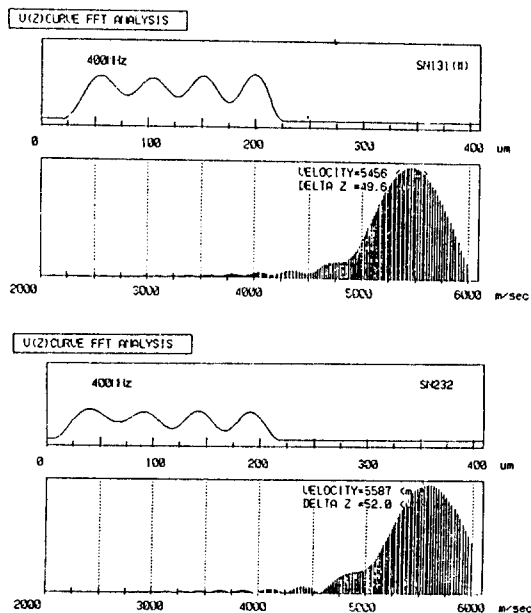


Fig. 8 V(z) Curve and Velocity Measurement for Si_3N_4 Specimen

성이나 물성을 규명할 수 있음을 식(1), (2), (3)을 통하여 알 수 있다. 그림8은 초음파 현미경에 의한 $V(Z)$ 곡선 및 $V(Z)$ 곡선을 주파수 해석 (FFT) 하여 시험편에서의 표면과 전파속도를 구한것으로서 SiCw 가 0%, 10%일 경우 표면과 전파속도가 5456m/s 및 5587m/s로 큰 차이를 나타냄을 알 수 있다. 여기서 횡축은 전파속도를, 종축은 스펙트럼 크기를 나타낸다.

3.2 굽힘 강도시험과 AE 측정결과

열충격후의 잔류 굽힘 강도는 온도차 ΔT 에 따라서 변하였으며 600°C 근처에서 임계온도가 나타났다. 그림 9의 강도와 ΔT 의 관계에서 보는 것과 같이 SiCw 가 10% 포함된 것이 열충격 후 잔류강도가 감소한 듯 하지만 앞으로 SiCw 의 함량을 크게하여 이에대한 평가는 별도로 이용되어야 되다고 생각한다.

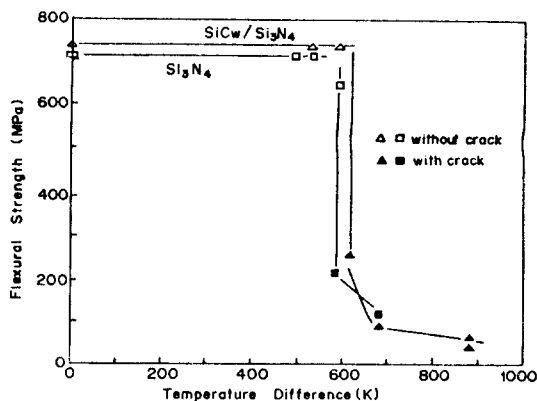


Fig. 9 Strength Variation According to Thermal Shock Temp. Difference

그림 10은 상온과 $\Delta T=380^\circ\text{C}$, 580°C 에서 열충격을 실시한 후 4점 굽힘 시험시 발생하는 AE를 측정하는 것으로 하중을 가함에 따라서 AE 발생수가 증가함을 보여주고 있고 파단에 이를때는 AE 발생수가 급격히 상승하였음을 알 수 있다. 또한 검출된 AE 신호를 해석하여 AE 발생위치를 결정하였다.

그림 11은 $\Delta T=580^\circ\text{C}$ 로 열충격을 가한 시험편에 하중을 가하면서 이때 발생한 AE 신호의 발생위치

및 방생수를 나타낸 것으로 X축은 시험편의 길이방향과 같은 크기로 하였다. 그리고 열충격에 의한 균열생성이나 결합성장을 검출하기 위해 시험편 굽힘파단하중의 80% 부근에서 부하를 제거하고 각 시험편에 30 MHz의 초음파 시험을 하여 나타난 결과는 그림 12와 같다. 그림 12에서 변형부분은 시험편의 양단으

로부터 1/4 지점인 곳에 나타나고 있다. 즉 이부분은 응력변형이 있어 초음파 전파속도가 변한 곳이다. 이때에 검출된 AE 신호에 의한 AE 발생위치를 나타내는 그림 11과 초음파시험에 의해서 변형된 부분과는 잘 일치하고 있으며 열충격에 의해 재료내부에도 변화가 있음을 암시해 주고 있다. 또한 이부분은 초음파 현미경에 의해 표면결합이 검출되었다.

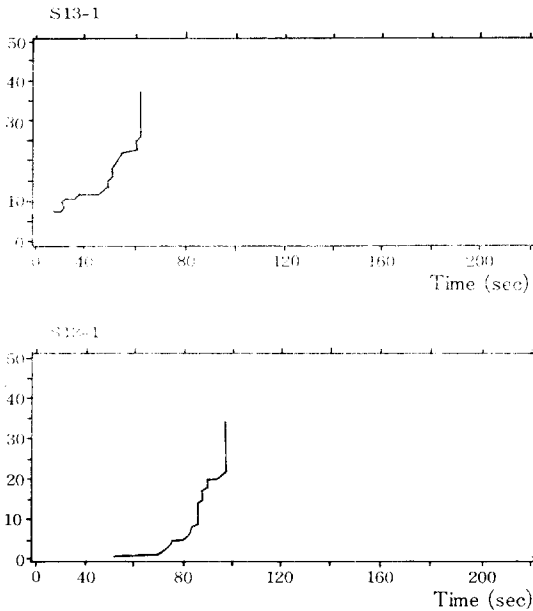


Fig. 10 AE Event from $\Delta T = 380^{\circ}\text{C}$ and 580°C

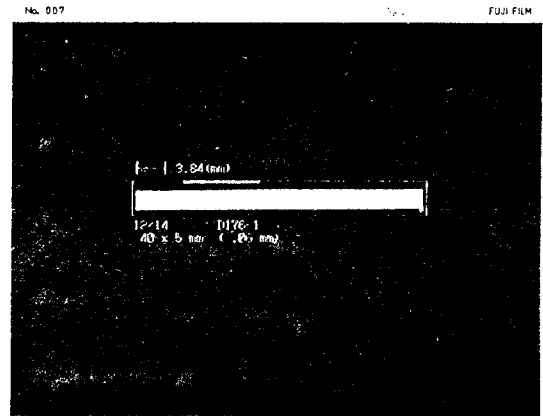


Fig. 12 Ultrasonic Image at 30 MHz

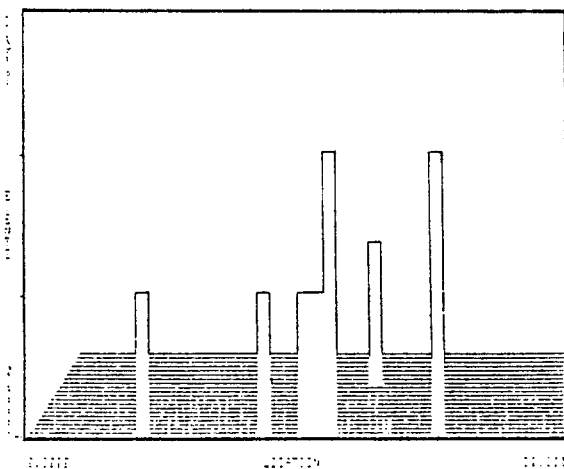


Fig. 11 Location of AE Generation

3.3 고 찰

초음파 현미경은 에너지를 재료내부나 외부에 입사시켜 그 반사정보에 의하여 측정을 수행한다. 이것을 보통 Active법이라고 한다. 반면에 Passive법인 AE 측정은 균열 진전의 속도, 크기, 면적 및 변형, 파괴 진전 등을 규명할 수 있다. 본 연구에서는 2개의 방법을 동일한 시험편에서 복합적으로 활용하므로써 표면 밑에 숨겨져 있는 결합정보를 확실히 규명할 수 있었다.

향후 표면결합을 정확히 측정하고 결합에 의한 크랙전진형태를 명확히 규명하기 위해서는 표면으로부터 반사되어 나온 반사파와 계면으로부터 반사된 파형을 잘 관찰하면 보다 정밀한 결합측정에 도움이 될 것이다. 또한 AE 측정을 정량화하는 동적 AE 측정 시스템을 개발, 결합측정의 정량화에 보다 많은 연구가 수행되어야 할 것이다.

4. 결론

Si₃N₄계의 세라믹재료의 열충격후 초음파 현미경 및 AE법에 의하여 결함을 측정된 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

- 1) 초음파 현미경에 의하여 표면으로 부터 5μm 숨겨진 결함을 검출할 수 있었으며 음향렌즈의 주파수 선택은 표면결함 측정에 큰 영향을 주었고 본 시험 편에서는 400 MHz의 음향렌즈가 적당한 것으로 나타났다.
- 2) 시험편 파단 하중 80% 근처에서 하중을 제거후 초음파주사를 하여 결함을 측정된 결과는 AE 측정에 의한 결함의 위치와 일치하였다. 향후 수 μm 단위의 결함 측정을 위해서는 초음파 현미경과 AE측정을 In-situ 로 하는 복합계측 시스템의 연구 개발이 요망된다.

Reference

1. P. S. Nicholson ; "Ultrasonic NDE of Advanced Ceramics" Nondestructive Characterization of Materials, Proceedings of the 3rd International Symposium, p46 (1988)
2. T. Kishi and K. Kitadate ; "Material Characterization of Ceramics Various Nondesructive Testing Methods", Nondestructive Characterization of Materials, Proceeding of 3rd International Symposium, p26 (1988)
3. C. W. Lawrence et al ; "Crack Detection in Silicon Nitride by Acoustic Microscopy ", NDT International Vol. 23, Nol, p3 (1990)
4. D. G. P. Fatikin, C. B. Scruby and G. A. D. Briggs ; "Review, Acoustic Microscope", NDI, Japan, Vol. 36, No. 3, p195 (1987)
5. I. Ishikawa et al; "Measurement of Damaged Surface Layer with Acoustic Microscope", NDI, Japan, Vol. 36, No. 3, p195(1987)
6. A. Atalar; J. Applied Physics, Vol. 49 p5130 (1978)

용어해설

CIM&AI을 위한

Unplanned Issue/Receipt:

재고량이 업데이트로 되어 있는 발송 또는 수령의 보고서. 단, 이 양은 데이터 베이스에 있어서 주문 또는 배분은 예정되어 있지 않은 것이다.