

공진법을 이용한 구조용 세라믹의 탄성계수 측정

안봉영 · 김영길 · 이승석

한국표준과학연구원 소재특성평가센터

Measurement of Elastic Modulus of Structural Ceramics by Acoustic Resonance Method

B. Y. Ahn, Kim Younggil, and S. S. Lee

Korea Research Institute of Standards and Science, Center for Materials Evaluation

초 록 세라믹재료의 동탄성계수 측정을 위한 공진주파수 측정장치를 구성하였다. 구조용 세라믹 재료로 이용되는 Al_2O_3 , SiC, Si_3N_4 의 온도를 1200°C까지 50°C의 온도간격으로 올리면서 torsional resonant frequency와 flexural resonant frequency를 측정하고, 측정된 공진주파수로부터 각 재료의 탄성계수를 구하였다. SiC의 경우는 1200°C의 온도까지 탄성계수가 선형적으로 감소하였으나, Al_2O_3 와 Si_3N_4 의 경우에는 각각 1000°C와 800°C까지는 선형적으로 감소하나, 그 이상의 온도에서는 탄성계수의 감소폭이 증가하는 현상을 보였다. 이러한 현상은 다결정재료에서의 grain boundary sliding에 의한 것으로 알려져 있다. 상온에서 공진법으로 측정된 동탄성계수의 측정결과는 초음파법으로 측정된 결과와 비교하였는데, 4% 내에서 서로 일치하는 결과를 보였다.

Abstract A system for evaluating the elastic constants dynamically was set-up. Using this system the elastic moduli of structural ceramic materials, Al_2O_3 , SiC, and Si_3N_4 , were evaluated from the measuring results of torsional and flexural resonant frequencies at the elevated temperatures to 1200°C. The elastic constant of SiC decreased linearly with the increased temperature up to 1200°C. But in case of Al_2O_3 and Si_3N_4 , the elastic constants decreased rapidly at the temperatures above 1000°C and 800°C, respectively. The rapid decrease results from the grain boundary sliding phenomena. The results obtained by the acoustic resonance method at room temperature were compared with those by ultrasonic method. The difference between the acoustic resonance method and the ultrasonic method in the values of elastic constants was less than 4%.

1. 서 론

금세기들어 새로운 소재들이 계속 개발되고 있고, 또 목적에 맞는 새로운 신소재에 대한 요구도 늘어남에 따라서 소재특성에 대한 정보가 필수적으로 요구되므로, 소재특성 평가 방법에 대한 관심도 높아지고 있다. 소재의 기계적 성질의 하나인 탄성계수도 중요한 소재특성 중의 하나이다. 소재의 탄성계수를 측정하는 방법으로는 stress-strain곡선을 이용하는 정적인 방법과 재료내에서의 초음파의 전파속도나 재료 자체의 공진주파수의 측정으로부터 탄성계수를 측정하는 동적인 방법등이 있다.¹⁾ 정적인 방법으로 재료의 탄성계수를 측정하는 방법은 매우 직접적이고 정확한 방법이지만 시편의 제작이 까다롭고, 온도변화

에 따른 탄성계수의 변화등을 측정하기 위해서는 많은 시편이 필요하고, 또 측정시간도 오래 걸린다. 반면에 동적인 측정방법중에서 초음파의 전파속도로부터 탄성계수를 측정하는 방법은 측정의 정확도가 뛰어나고, 초음파가 진행하는 방향의 두께만을 알면 탄성계수를 직접 계산할 수 있다. 그러나 탐촉자와 재료 사이의 초음파 전달을 위한 접촉매질의 온도 한계 때문에 세라믹 재료등과 같은 높은 용융점을 갖는 재료의 탄성특성을 평가하기에는 한계를 갖는다. 한편 재료의 공진주파수를 측정하여 탄성계수를 얻는 음향공진법의 경우는 각 재료의 형상에 따르는 형상계수를 알고 있어야만 탄성계수를 계산할 수 있기 때문에 현재에는 특별한 형상 즉 사각봉이나 원형봉의 경우에만 이미 계산되어 있는 형상계수를

이용할 수 있다는 한계가 있으나, 재료의 형상계수와 치수를 정확하게 안다면 임의의 재료에 대하여 특별한 가공없이 탄성계수를 얻을 수 있을 뿐 아니라, 재료의 온도를 올리면서 탄성계수의 온도 의존성을 측정하는데 매우 유용하고 측정에 소요되는 시간이 짧은 편이다.

미국에서는 1986년 조직된 ASTM Committee G-28, Advanced Ceramics에서 1991년에 C-1198-91 Code로 세라믹의 Young's modulus, Shear modulus, Poisson's ratio에 관한 표준을 공표하였는데,²⁾ 이 표준 측정법에서는 음향공진법을 이용하도록 되어 있다. 일본의 경우에도 JIS규격으로 1986년도에 정적 탄성률 측정 방법과 동적 탄성률 측정방법(음향공진법, 초음파 pulse법)이 R1602로, 1989년도에 고온에서의 탄성계수 측정 방법이 R1605로 규격화되었는데, R1605는 정적인 방법은 적용할 수 없고 오직 음향공진법과 초음파법만을 적용할 수 있다.³⁾

본 연구에서는 음향공진법을 이용하여 금속 또는 세라믹 재료의 탄성계수를 측정하고자 하였다. 상온에서의 측정뿐 아니라 고온까지의 측정을 위하여 우선 재료의 온도를 높은 온도까지 조절해 가면서 공진주파수를 측정하기 위한 장비를 구성하였고, 제작된 장치로부터 측정된 탄성계수의 정확성을 비교하기 위하여 상온에서의 측정결과를 초음파법으로 측정한 결과와 참고문헌에 제시되어 있는 값들과 함께 비교하였다. 그리고 일반적으로 구조용 세라믹으로 많이 사용되는 Al_2O_3 , SiC, Si_3N_4 의 탄성계수를 온도의 함수로 측정하고 탄성계수의 변화가 일어나는 원인을 분석하고자 하였다.

2. 이 론

음향공진법으로 재료의 탄성계수, 즉 Young's modulus, shear modulus, 및 Poisson ratio등을 측정하기 위해서는 각 재료의 비틀림 공진주파수(torsional resonant frequency)와 휨 공진주파수(flexural resonant frequency)를 함께 측정하여야 한다.

비틀림 공진주파수와 shear modulus사이의 관계는 아래 식 (1)과 같다.⁴⁾

$$G = \frac{4\rho R^2 f_t}{n} \quad (1)$$

식에서 1은 재료의 길이이고, ρ 는 밀도이

며, R은 형상계수이다. 그리고 n은 진동의 차수에 따라 변하는 상수이다. 형상계수 R은 재료의 형상에 따라 변하는 상수이므로 각 재료 형상에 알맞는 식을 이용하여 계산하여야 한다. 재료의 길이가 l이고 단면의 길이가 각각 a, b인 막대형 재료의 형상계수는 아래 식 (2)로 계산할 수 있다.

$$R = \left[\frac{1 + (b/a)^2}{4 - 2.521(a/b) \{1 - 1.991/(e^{\pi b/a} + 1)\}} \right] \cdot \left(1 + \frac{0.0085n^2 b^2}{f} \right) - 0.060 \left(\frac{nb}{l} \right)^{\frac{3}{2}} \left(\frac{b}{a} - 1 \right)^2 \quad (2)$$

한편 Young's modulus와 휨공진주파수 f_t 사이의 관계는 아래 식 (3)과 같다.

$$E = \left(\frac{2\pi^2 f_t}{K m^2} \right) \rho T \quad (3)$$

식에서 K는 진동면에 수직인 축에 대한 단면의 회전반성이고, m은 진동의 차수에 따라 변하는 상수이며, T는 형상계수이다.

식 (3)을 길이가 l이고 진동방향과 평행한 단면의 길이가 d인 사각막대의 경우에 적용하여 정리하면 식 (4)로 표시할 수 있다.

$$E = 0.94642 \left(\frac{f_t}{d} \right)^2 \rho T \quad (4)$$

위의 식에서 형상계수 T는 아래 식 (5)를 이용하여 계산할 수 있는데, 식에는 Poisson ratio가 포함되어 있으므로 Young's modulus만을 계산하고자 할 경우에도 비틀림 진동과 휨 진동에 의한 공진주파수를 함께 측정하여야 한다.

$$T = 1 + 6.585(1 + 0.0752\sigma + 0.8109\sigma^2) \left(\frac{t}{l} \right)^2 + 0.868 \left(\frac{t}{l} \right)^4 \frac{8.34(1 + 0.2023\sigma + 2.173\sigma^2) \left(\frac{t}{l} \right)^4}{1 + 6.338(1 + 0.14081\sigma + 1.536\sigma^2) \left(\frac{t}{l} \right)^2} \quad (5)$$

탄성계수의 온도에 따른 상대적인 변화 F_G^T 는 식 (6)과 같다.

$$F_G^T = \frac{G^T}{G^{RT}} = \left(\frac{f_G^T}{f_G^{RT}} \right)^2 \frac{l^{RT}}{l^T} \quad (6)$$

영률의 경우는 재료의 flexural진동과 영률에 관계되는 식이 재료의 형상 뿐 아니라 그 재료의 Poisson's ratio에 따라서도 달라지는 형상계수 T를 포함하고 있으므로 온도에 따

른 영률의 변화는 아래 식 (7)로 표현된다.

$$F_E^T = \frac{E^T}{E^{RT}} = \left(\frac{f_{L_e}^T}{f_{L_e}^{RT}} \right)^2 \left(\frac{l^{RT}}{l^T} \right) \left(\frac{l^T}{l^{RT}} \right) \quad (7)$$

Poisson's ratio가 온도의 변화에 대하여 변하지 않는 특별한 경우에는 위의 식에서 $(f_{L_e}^T/f_{L_e}^{RT}) = (f_G^T/f_G^{RT})$ 의 관계를 가지므로 위의 식에서 마지막 항은 생략될 수 있다. 실제적인 경우에도 형상계수의 변화 T^l/T^{RT} 는 Poisson's ratio의 변화가 큰 재료를 제외하고는 무시될 수 있다.

3. 측정장치 구성

상온에서 고온까지 온도를 변화시키면서 공진주파수를 측정하기 위해서는 상온에서의 공진주파수 측정장치와는 측정 환경이 달라져야 한다. 상온에서는 재료의 지지를 위하여 면실을 사용하면 되지만, 고온에서의 측정을 위해서는 면실 대신에 백금선, 몰리브덴선, 텅스텐선 또는 탄소섬유를 사용하여야 한다. 이 중에서 metal선들은 자체의 공진을 가지고 있어서 측정의 혼란을 가져올 수 있기 때문에⁴⁾ 본 실험에서는 탄소섬유를 이용하였다. 그리고 탄소섬유의 산화를 막기 위해서는 진공분위기에서의 측정이 필수적이므로 이를 위하여 진공장치가 제작되었다. 본 연구에서 제작된 전체 시스템의 구성은 그림 1과 같다.

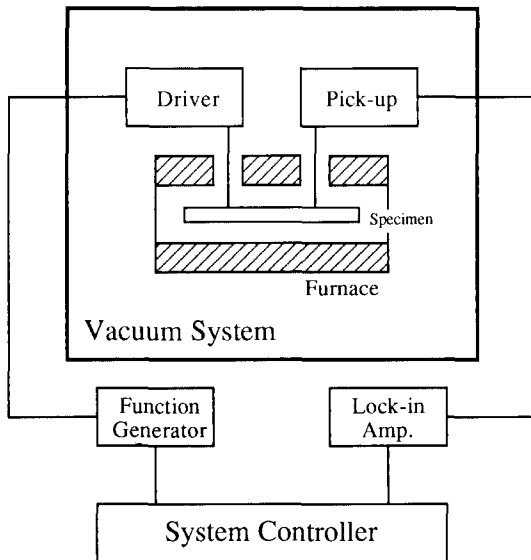


Fig. 1. Schematic diagram of the system for the acoustic resonance method.

측정장치에서 가장 중요한 부분은 driver와 pick-up이다. Driver로는 record cutting head, tweeter-type speaker, high-power piezoelectric transducer 등이 이용될 수 있는데, 본 실험에서는 tweeter-type speaker가 이용되었고 driver의 구동을 위해서 function generator를 이용하였다. Pick-up으로는 진축바늘용 cartridge를 이용하였으며 cartridge로 수신된 신호를 lock-in amplifier로 측정하였다.

재료를 지지하는 방법으로는 재료의 nodal points 아래에 knife edge나 foam rubber를 놓는 방법과 실로 재료를 매다는 방법이 있다. Knife edge나 foam rubber를 사용하는 방법은 재료를 지지하기가 쉽고, nodal point의 좌우에서 측정하여 Lissajous pattern 등을 보기가 용이한 장점이 있으나, 재료의 온도를 올리기면서 탄성계수의 변화를 측정하기에는 부적당하므로 본 실험에서는 재료를 탄소섬유로 매달아 둔 상태에서 측정하는 방법을 택하였다.

4. 결 과

측정재료로 선택된 Al_2O_3 , SiC, Si_3N_4 는 국내의 업체에서 각각 대기, 아르곤, 및 질소 분위기에서 소결하여 제작한 재료이다. 상온에서 측정된 공진주파수 측정결과는 그림 2 및 그림 3과 같다.

Flexural vibration은 공진피크의 폭이 좁으므로 주파수를 0.1Hz씩 변화시키면서 측정한 결과이고, torsional vibration은 이에 비해 공

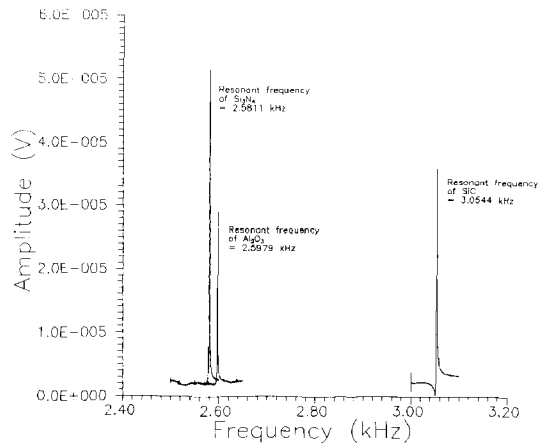


Fig. 2. The flexural resonant frequencies in Al_2O_3 , SiC, Si_3N_4 measured at room temperature.

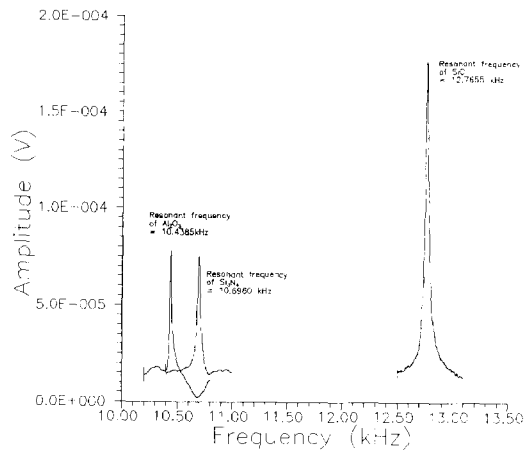


Fig. 3. The torsional resonant frequencies in Al_2O_3 , SiC, Si_3N_4 measured at room temperature.

진피크의 폭이 비교적 넓으므로 0.5Hz의 간격으로 주파수를 변화시키면서 측정한 결과가

운 결과이다.

재료의 온도 변화에 따른 각 온도에서의 탄성계수값을 얻기 위해서는 각 온도에서의 flexural공진주파수, torsional 공진주파수와 함께 각 재료의 열팽창계수를 알아야 한다. 특히 영률을 계산하고자 할 경우에는 형상계수의 값도 온도에 따라 달라지기 때문에 각 온도에서의 Poisson's ratio를 구한 후 형상계수를 달리 계산하여야 한다. 그러나 본 실험에 사용한 재료는 온도에 따라 Poisson's ratio의 변화가 크지 않은 재료로 알려져 있으므로 형상계수의 온도에 따른 변화는 고려하지 않았다. 한편 계산에 사용된 열팽창계수는 'Ceramic Source 91-92'의 table값을 사용하였다.

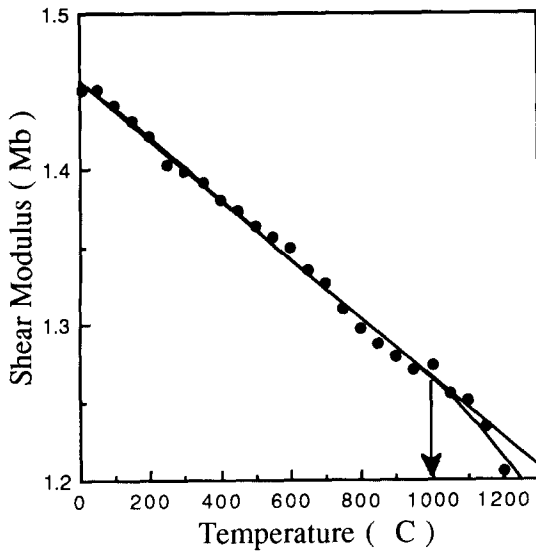
그림 4는 Al_2O_3 의 영률과 전단계수를 1200°C까지 측정한 결과이다. 그림에서 점들은 각 측정온도에서의 측정값을 나타내고 있으며,

Table 1. Elastic constants measured by the acoustic resonance method and the ultrasonic pulse-echo method.

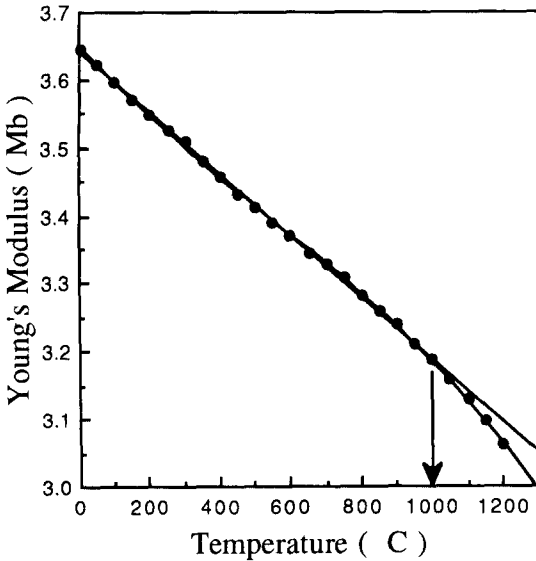
		Al_2O_3	SiC	Si_3N_4
Young's Modulus (Mb)	초음파법	3.483	4.040	3.097
	공진법	3.629	4.125	3.154
	table값	2.76-3.86	3.91-4.51	3.10-3.20
Shear Modulus (Mb)	초음파법	1.412	1.728	1.217
	공진법	1.452	1.755	1.234
	table값	1.10-1.54	1.67-1.92	1.21-1.27
Poisson's ratio	초음파법	0.233	0.169	0.271
	공진법	0.231	0.158	0.261

다. 그림 2와 그림 3의 측정결과로부터 전단계수 G, 영률 E, Poisson ratio σ 를 계산하였으며 동일한 재료에 대하여 초음파 시험법중 PEO(pulse-echo overlap method)로 측정한 결과를 Table 1에 나타내었다. 한편 Table 1에 함께 표시되어 있는 Table값은 'Ceramic Source 1992-1993 Vol.8'⁵⁾에 수록되어 있는 탄성계수 값들을 참고로 비교한 것이다. 공진법으로 측정된 탄성계수는 Table 값의 범위에 모두 포함되고 있으며, 초음파법의 결과와 비교하면 최대 4%내에서 일치하는 결과이다. 세라믹의 탄성계수 측정방법 중 현재까지는 초음파법과 음향공진법이 가장 정확한 방법으로 인식되고 있는 만큼 두 방법에서의 측정값이 4%내에서 일치하는 결과는 매우 만족스러

측정값들을 curve fitting하여 연결하였다. 또 하나의 직선은 측정결과의 해석을 위하여 임의로 그려 놓은 1차 감소직선이다. 약 1000°C의 온도까지는 영률과 전단계수가 거의 일정하게 감소하여 두 선이 겹쳐 있는 반면 그 이상의 온도에서는 기울기를 달리하여 영률과 전단계수의 감소폭이 약간 커지고 있다. 이러한 현상은 일반적으로 잘 알려져 있는 결과로 다결정 재료에서의 grain boundary sliding현상으로 설명된다.⁷⁾ 한편 전단계수의 측정결과는 영률의 측정결과보다 오차가 크게 측정되어 있음을 볼 수 있는데 이는 측정시 각 모드들의 신호의 크기는 동일한 크기의 송신 신호를 사용하였을 경우에 flexural모우드가 torsional모우드보다 10배이상 크기 때문이다. 그 이유



(a) Shear modulus

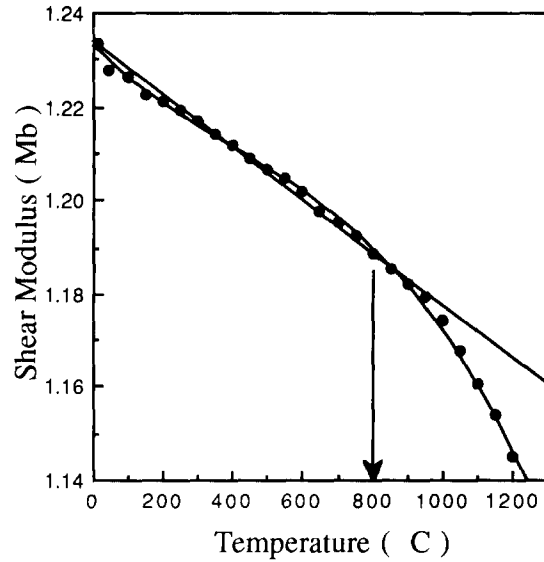


(b) Young's modulus

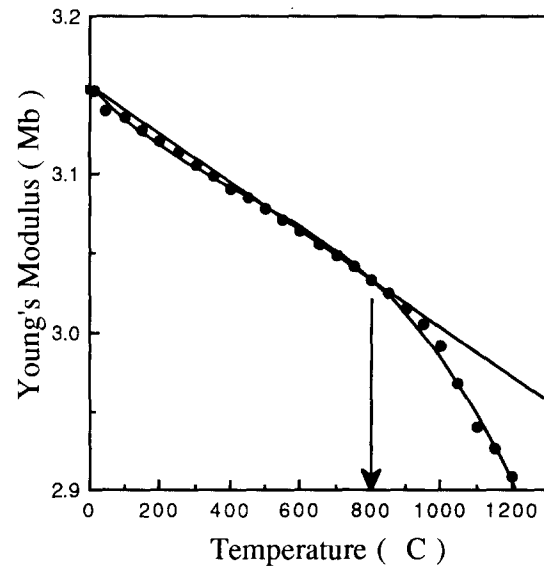
Fig. 4. Temperature dependent elastic constants in Al_2O_3 (a) Shear modulus (b) Young's modulus.

로는 재료에 flexural진동을 발생시키기 보다 torsional진동을 발생시키기가 어렵기 때문에 효율이 낮아지는 것이다.

그림 5는 Si_3N_4 에 대한 탄성계수 측정 결과이다. 이 재료의 경우는 Al_2O_3 와 비교하여 더 낮은 온도인 약 $800^{\circ}C$ 근처에서부터 탄성계수가 작아지기 시작하며, 감소 폭도 크다. 그



(a) Shear modulus

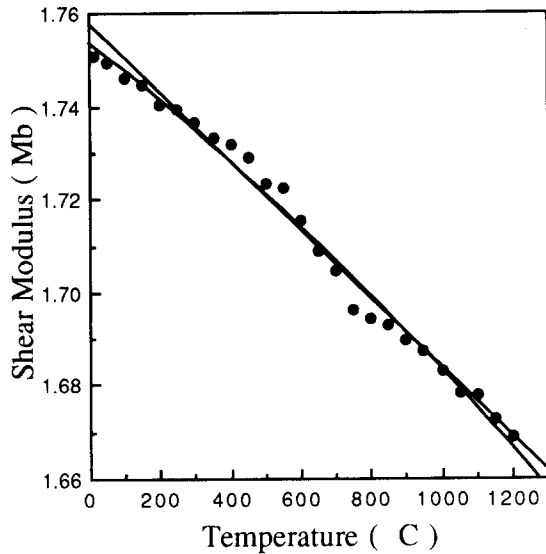


(b) Young's modulus

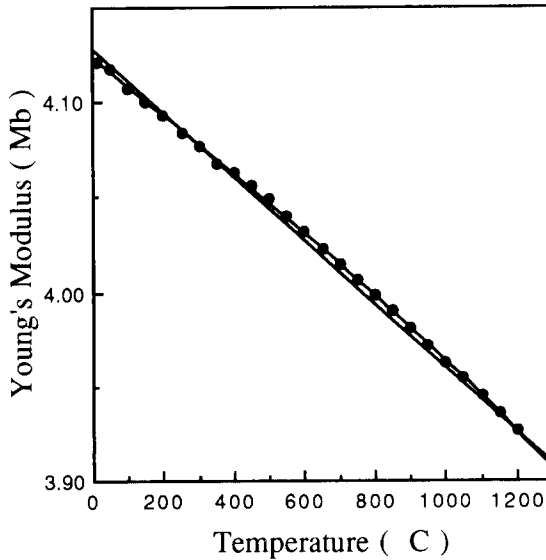
Fig. 5. Temperature dependent elastic constants in Si_3N_4 (a) Shear modulus (b) Young's modulus.

러므로 Si_3N_4 는 Al_2O_3 에 비하여 grain boundary sliding현상이 더 낮은 온도에서 시작되고 그 영향도 더 크다.

그림 6은 SiC에 대하여 측정한 결과이다. 앞의 두 재료의 경우와 비슷하게 온도가 상승함에 따라서 탄성계수의 크기는 감소한다. 그러나 SiC에서는 $1200^{\circ}C$ 의 온도 범위까지는



(a) Shear modulus



(b) Young's modulus

Fig. 6. Temperature dependent elastic constants in SiC
(a) Shear modulus (b) Young's modulus.

탄성계수 curve의 기울기 변화가 관찰되지 않았다.

한편 여기에 data를 실지는 않았으나 각 온도에서 측정된 영률과 전단계수로부터 계산한 Poisson's ratio는 세가지의 재료 모두에서 온도에 따른 일정한 경향성을 볼 수 없었다.⁶⁾ 그러므로 영률의 계산시 형상계수가 온도에

따라 크게 변하지 않을 것이라는 가정이 타당하였음을 알 수 있었다.

5. 결 론

재료의 고유진동수와 동일한 진동을 외부에서 가할 때 일어나는 공진현상을 이용하여 재료의 탄성계수를 측정하는 음향공진법으로 Al_2O_3 , SiC, 및 Si_3N_4 의 탄성계수를 상온에서 1200°C까지의 온도 영역에서 측정하였다. 재료의 온도상승에 따라 영률 및 전단계수는 거의 직선적으로 감소하는 경향을 보이며, Al_2O_3 와 Si_3N_4 는 각각 1000°C와 800°C 이상에서 영률과 전단계수가 급격히 줄어드는 현상을 보였다. 이는 다결정재료내의 grain boundary sliding현상에 기인한다고 알려져 있다. 상온에서 음향공진법으로 측정된 탄성계수는 초음파 pulse-echo overlap method로 측정된 시험결과와 비교하여 오차범위가 최대 4% 이내였으며, 위의 두 측정결과를 다시 이미 보고되어 있는 참고문헌의 탄성계수와 비교하여 잘 일치하고 있음을 확인하였다.

이상의 연구결과들로부터 음향공진법은 재료, 특히 세라믹 재료의 탄성특성 평가에 매우 효율적인 방법이며, 거의 다른 방법으로는 특성 측정이 어려운 고온 환경하에서의 탄성특성을 평가하기에 적합한 방법이라고 생각된다.

참 고 문 헌

1. Edward Schreiber, Orson L. Anderson, and Naohiro Soga, "Elastic Constants and Their Measurement", McGraw-Hill(1973).
2. ASTM Designation: C1198-91, "Standard Test Method for Dynamic Young's Modulus, Shear Modulus, and Poisson's Ratio for Advanced Ceramics by Sonic Resonance".
3. 일본공업규격(JIS) R 1605-1989, "Fine Ceramics의 고온탄성을 시험 방법".
4. M. O. Marlowe, "Elasticity and Kilocycle Internal Friction of Y_2O_3 ", MS Thesis, Iowa State Univ., Ames, Iowa(1963)
5. Ceramic Source 92-93, American Ceramic Society.
6. E. Ryshkewitch, J. Am. Ceram. Soc., 34, 325(1951)

7. J. B. Wachtman, Jr. and D. G. Lam, Jr., J. Am. Ceram. Soc. 42(5), 254(1959)
8. 이승석, 안봉영, 김영길, 김영실, “초음파 에코 중첩법과 공진법을 이용한 소재의 탄성계수 측정기술 개발”, KRISS-94-029-IR (1994)