

## 고주파수 초음파 검출장에서 SiC 세라믹 내부의 미세결함 검출

김병극, 이승석

한국표준과학연구원 방재기술연구센터 비파괴평가그룹

**요 약** 파괴역학적 고려에 의하여 구조용 세라믹에서 100 $\mu\text{m}$ 보다 작은 크기의 결함을 검출하는 것이 요구되고 있다. 미세결함이 삽입된 세라믹 시편을 준비하여 고주파수 검출장에서 C-scan을 수행하였다. 두께 4mm의 SiC 세라믹 시편들을 입도가 100 $\mu\text{m}$ 에서 200 $\mu\text{m}$  범위의 Fe, 입도 36 $\mu\text{m}$ 에서 50 $\mu\text{m}$  범위의 Fe와 50 $\mu\text{m}$ 크기의 pore를 용침법(infiltration)으로 삽입하여 준비하였고 또 입도 100 $\mu\text{m}$ 에서 200 $\mu\text{m}$  범위의 WC, 입도 36 $\mu\text{m}$ 에서 50 $\mu\text{m}$  범위의 WC, 입도 100 $\mu\text{m}$ 에서 200 $\mu\text{m}$  범위의 Si, 입도 36 $\mu\text{m}$ 에서 50 $\mu\text{m}$  범위의 Si 입자들을 소결법(sintering)으로 삽입하여 준비하였다. 준비된 시편에 대해 중심주파수 80MHz의 polyvinylidene fluoride(PVDF) 초음파탐촉자를 사용하여 C-scan을 수행한 결과 100MHz 범위까지의 고주파수 성분을 지닌 검출장에서는 36 $\mu\text{m}$ 에서 200 $\mu\text{m}$  범위의 미세결함들이 검출되었으나 60MHz 이하의 주파수 성분만으로 구성된 저주파수 검출장에서는 검출되지 않았다. 중심 주파수에서의 파장에 대하여 검출된 최소 결함의 비는 약 0.25로 Rayleigh 산란 영역이었다.

### 1. 서론

초음파를 이용하여 결함을 검출하기 위해서는 결함의 크기에 비교되는 정도의 초음파의 파장을 사용하는 것이 필요하다. 구조용 세라믹에 대한 파괴역학적 고려<sup>1)</sup>를 할 때 100 $\mu\text{m}$ 보다 작은 크기의 결함을 검출하는 것이 요구된다.

초음파의 파장( $\lambda$ )에 대한 결함의 직경( $a$ )의 비( $a/\lambda$ )에 따른 초음파의 산란을 Rayleigh 산란( $a/\lambda \ll 1$ ), 공진 산란( $a/\lambda \approx 1$ ), 기하학적 산란( $a/\lambda \gg 1$ )의 세 영역<sup>2)</sup>으로 구분할 수 있다. 구형 결함에 대한 후방향 산란 신호의 강도(intensity)  $I_{sc}$ 는 다음과 같다.

$$I_{sc} = I_o(f(\pi))^2 \pi a^2 \exp(-\alpha r) d\Omega \dots\dots\dots (1)$$

여기서  $d\Omega = \Delta F/4\pi r^2$ ,  $I_o$ 는 결함에 입사된 초음파의 강도  $f(\pi)$ 는 산란 크기(backscattered amplitude),  $\alpha$ 는 재료의 감쇠상수,  $\Delta F$ 는 초음파 탐촉자 면적,  $r$ 는 결함의 깊이이다.

SiC 세라믹에서 100 $\mu\text{m}$  이하 20 $\mu\text{m}$  정도까지의 결함을 검출한다고 할 때 초음파의 속도 12km/s에 대하여 주파수 10MHz의 경우 파장이 1200 $\mu\text{m}$ 로서 Rayleigh 영역에 속하고, 50MHz의 경우 파장이 240 $\mu\text{m}$ , 80MHz의 경우 150 $\mu\text{m}$ 로 공진 영역에 근접해 간다. Rayleigh 영역에는  $I_{sc}/I_o \propto a^6/\lambda^4$ 의 관계를 보이는데 결함의 크기의 6승에 주파수의 4승에 비례하여 후방향 산란 신호가 커짐을 말한다.

따라서 고주파수의 초음파를 이용해야 하는데 초음파 현미경에서 주로 사용되는 수 백 MHz 이상의

(접수: 1996. 11. 12)

주파수 영역은 고주파수 성분의 감쇠에 의하여 초음파의 투과 깊이가 낮다. 후방향 산란 강도와 고주파수 초음파의 감쇠를 고려하여 세라믹과 같은 bulk 소재의 내부에 있는 미세결함을 검출하기 위한 적합한 고주파수 영역은 약 40MHz 이상에서 150MHz 이하라 할 수 있다. 또한 세라믹에서 초음파의 속도가 큰 것을 고려할 때 측정의 분해능을 향상하기 위하여 광대역 초음파 신호가 요구되는데 이를 위해 초음파 탐촉자의 발생 신호와 전기적인 구동 펄스 모두 광대역 특성을 지니는 것이 요구된다.

본 연구에서는 구조용 세라믹 내부의 미세결함에 대한 고주파수 초음파의 검출능을 측정하는 실험을 수행하였다. 입자 크기가 36 $\mu$ m에서 200 $\mu$ m 범위의 Fe, WC, Si, pore가 삽입된 SiC 세라믹 시편을 준비하였다. 중심 주파수가 80MHz이고 광대역 특성을 지니는 PVDF 압전재료가 사용된 집속형 수침 초음파 탐촉자<sup>3~8)</sup>와 광대역 pulser를 이용하여 C-scan 측정계를 구성하였고 준비된 시편에 대하여 측정하였다.

## 2. 장치 구성 및 시편 준비

### 2.1. 측정계 구성

Fig. 1은 C-scan 측정계의 모식도이다. 측정계는 중심 주파수가 80MHz, 초점 거리 25mm, 직경 5mm인 광대역 PVDF 초음파 탐촉자와 pulser/pre-amplifier module HIS1901, gated RF signal을 위한 module HIS 1006, attenuator, filter module HIS1011을 포함한 주파수 대역폭이 1.5MHz에서 150MHz로 광대역인 Karutkrämer의 HIS2 high frequency flaw detector, 수

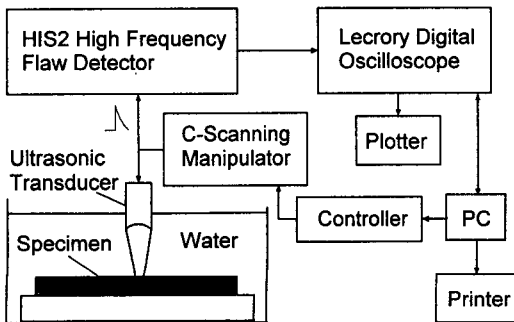


Fig. 1. Block diagram of the immersion system for high-frequency ultrasonic C-scan

조, 3축 구동의 scanner, Lecroy digital oscilloscope, PC, laser printer, plotter로 구성하였다.

### 2.2. SiC 세라믹 시편준비

고주파수 초음파 탐상에 의하여 세라믹 재료의 내부에서 검출이 가능한 결함 크기를 알기 위하여 알고 있는 크기의 입자들이 삽입된 SiC 세라믹 시편을 준비하였다. 용침법(infiltration)으로 입도가 100 $\mu$ m에서 200 $\mu$ m 범위의 Fe(시편 #1), 입도 36 $\mu$ m에서 50 $\mu$ m 범위의 Fe 입자(#2)와 50 $\mu$ m크기의 pore(#3)를 삽입한 SiC 세라믹 시편들을 각각 준비하였다. 또 소결법(sintering)으로 SiC에 입도 100 $\mu$ m에서 200 $\mu$ m 범위의 WC(#4), 입도 36 $\mu$ m에서 50 $\mu$ m 범위의 WC(#5), 입도 100 $\mu$ m에서 200 $\mu$ m 범위의 Si(#6), 입도 36 $\mu$ m에서 50 $\mu$ m 범위의 Si 입자(#7)들을 삽입한 시편들을 준비하였다. Table 1에 준비된 시편을 정리하여 나타내었는데 시편의 두께는 시편에서의 초음파의 감쇠를 고려하여 4mm 두께로 얇게 준비되었다.

### 2.3. C-scanning

#### 2.3.1. 고주파수 검출장

세라믹 시편의 미세결함을 측정하기 위한 C-scan 시 초음파 탐촉자로부터 시편까지의 거리를 7.4mm로 하였고 -3dB에서 20MHz의 통과대역의 50MHz의 band-pass filter를 사용하였다. Fig. 2는 이때의 시편

Table 1. SiC ceramic specimens 4mm with inclusions

Material	Inclusion	Particle Size( $\mu$ m)	No. of Specimen
Infiltrated SiC Ceramic	Fe	100~200	#1
	Fe	36~50	#2
	Pore	50	#3
Sintered SiC Ceramic	WC	100~200	#4
	WC	36~50	#5
	Si	100~200	#6
	Si	36~50	#7

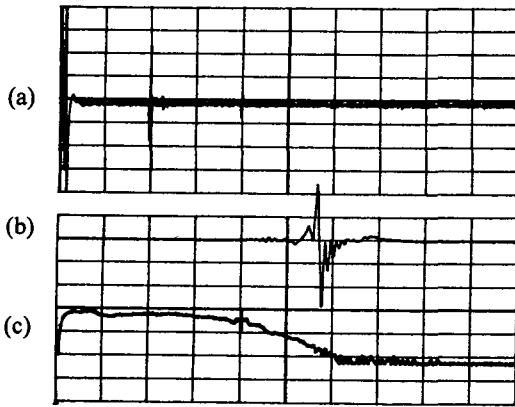


Fig 2. (a) Full range signal(hor. :  $5 \mu\text{s}/\text{div.}$ , ver. : linear)  
 (b) the first echo obtained by reflection testing for the top surface of a specimen at the distance of 7.4mm from the PVDF transducer with 50MHz band-pass filter (hor. :  $50\text{ns}/\text{div.}$ , ver. : linear)  
 (c) frequency spectrum of the echo(hor. :  $20\text{MHz}/\text{div.}$ , ver. :  $20\text{dB}/\text{div.}$ )

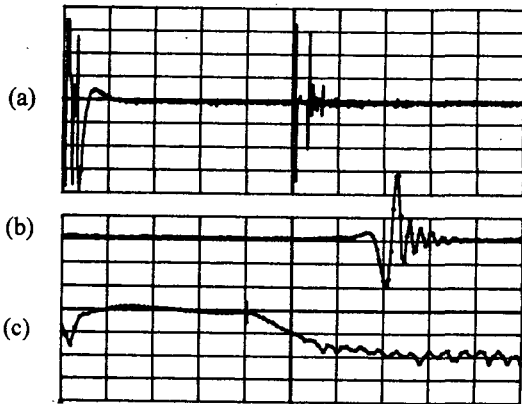


Fig. 3. (a) Full range signal(hor. :  $2 \mu\text{s}/\text{div.}$ , ver. : linear)  
 (b) the first back wall echo obtained by testing of the SiC ceramic specimen 4mm thick at the distance of 7.4mm from the PVDF transducer(hor. :  $50\text{ns}/\text{div.}$ , ver. : linear)  
 (c) frequency spectrum of the echo(hor. :  $20\text{MHz}/\text{div.}$ , ver. :  $20\text{dB}/\text{div.}$ )

표면으로부터의 에코 신호와 주파수 특성을 나타내고

있다. Fig. 2c의 주파수 특성에서 약 5MHz에서 80MHz 까지의 주파수 성분은 같은 크기로 나타나고 약 80 MHz에서 110MHz까지의 주파수 범위에서는 크기가 감소하고 있지만 잡음 신호 이상의 크기를 유지함을 나타내고 있다. 이 경로에서 고주파수 성분의 초음파가 시편에 입사함을 나타낸다. Fig. 3은 같은 조건, 즉 세라믹 시편까지의 거리가 4.7mm인 상태에서 4mm 두께의 세라믹 시편으로부터의 저면 에코와 주파수 특성을 보여주고 있다. Fig. 3c의 주파수 특성을 Fig. 2c의 결과와 비교하면 큰 차이가 없음을 알 수 있는데 이는 4mm 두께의 세라믹에서 고주파수 성분의 감쇠가 거의 없음을 나타내며 약 100MHz까지의 고주파수 검출장이 세라믹 내부에 형성됨을 나타낸다.

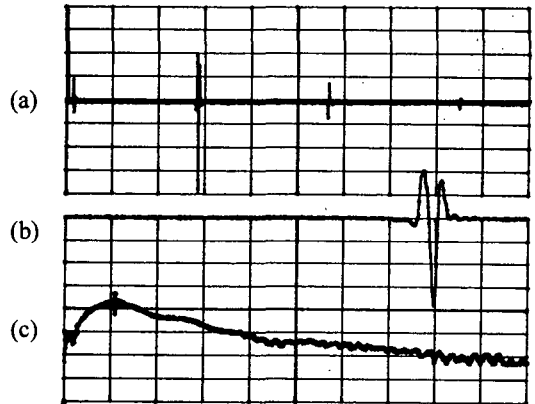


Fig 4. (a) Full range signal(hor. :  $10 \mu\text{s}/\text{div.}$ , ver. : linear)  
 (b) the first echo obtained by reflection testing for the top surface of a specimen at the distance of 21mm from the PVDF transducer with 50MHz band-pass filter(hor. :  $50\text{ns}/\text{div.}$ , ver. : linear)  
 (c) frequency spectrum of the echo(hor. :  $20\text{MHz}/\text{div.}$ , ver. :  $20\text{dB}/\text{div.}$ )

### 2.3.2. 저주파수 검출장

C-scan에 의한 측정 결과가 고주파수 검출장에서 검출된 미세결합에 대한 것인지 저주파수 영역에서도 가능한 것인지 확인하기 위하여 초음파의 입사빔의 주파수 성분을 조절하여 같은 시편에 대하여 C-scan을 수행하였다. Fig. 4는 초음파 탐촉자로부터 시편까

지의 거리를 21mm로 하고 50MHz의 band-pass filter를 사용하여 얻어진 시편 표면으로부터의 에코 신호와 주파수 특성을 나타내고 있다. Fig. 4c에 나타난 주파수 특성을 Fig. 2c나 Fig. 3c의 결과와 비교하면 물에서의 고주파수 성분의 감쇠에 의하여 60MHz 이상 주파수 성분이 크게 약화되고 중심 주파수 20MHz 근처에서 검출장이 형성되고 있음을 알 수 있다.

### 3. 결과 및 논의

#### 3.1. 고주파수 검출장에서 용침법으로 제작된(Infiltrated) SiC 세라믹의 미세결함 검출

Fig. 5, Fig. 6, Fig. 7은 각각 시편 #1, #2, #3에 대하여 Fig. 3c에 나타난 바와 같은 100MHz까지의 고주파수 범위를 포함한 초음파의 검출장에서 C-scan을 하여 얻은 image들이다.

Fig. 5에서 100~200 $\mu\text{m}$  크기의 Fe 입자들에 대한 산란 신호가 희거나 붉은 점으로 나타나고 있는데 20 dB이상의 높은 신호대 잡음(S/N)비로 나타남을 알 수 있다. 작은 점들의 가장 높은 S/N비로 측정된 흰 부분을 위주로 보면은 대체로 100~200 $\mu\text{m}$  범위의 크기이지만 500 $\mu\text{m}$ 의 크기 정도의 큰 점들도 보이는데 이는 Fe가 용침법으로 SiC 세라믹에 주입될 때 뭉쳐진 것으로 보인다. 삽입된 100~200 $\mu\text{m}$  크기의 Fe 입자들이 잘 검출되고 있음을 알 수 있다.



Fig. 5. C-scan image obtained in the high frequency detection field up to 100 MHz for the specimen of #1

Fig. 6에서 삽입된 36~50 $\mu\text{m}$  크기의 Fe 입자들이 역시 20dB이상의 S/N 비로 검출되었음을 알 수 있다. Fig. 5의 100~200 $\mu\text{m}$  크기의 Fe 입자들에 결과에서 보이는 반점의 크기에 비하여 작게 나타나고 있다. 그리고 Fig. 5에서 나타난 Fe 성분들의 덩어리로 보이는 큰 반점은 나타나지 않고 있다.

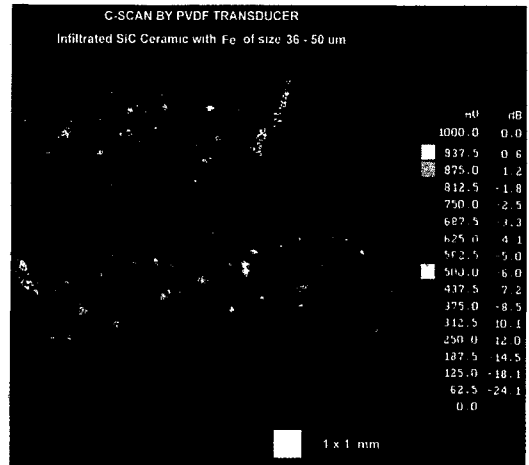


Fig. 6. C-scan image obtained in the high frequency detection field up to 100 MHz for the specimen of #2

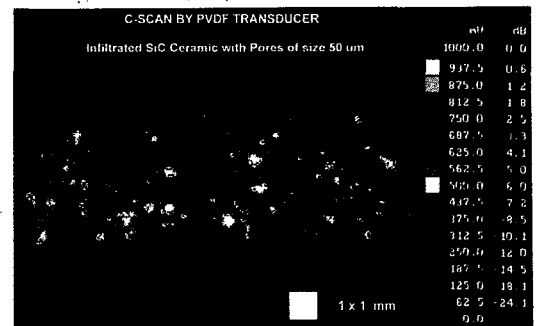


Fig. 7. C-scan image obtained in the high frequency detection field up to 100MHz for the specimen of #3

50 $\mu\text{m}$  크기의 pore들 역시 Fig. 7에 보이듯이 높은 감도로 검출됨을 알 수 있는데 pore들이 뭉쳐진 것으로 보이는 큰 점들도 보이지만 전반적으로 Fig. 5에 나타난 100~200 $\mu\text{m}$ 의 크기의 결함에 대한 image에 비해서는 작게 그리고 Fig. 6에 나타난 36~50 $\mu\text{m}$  범위의 결함에 비해서는 크게 측정되었음을 알 수 있다.

이와같이 용침법으로 제작된 4mm 두께의 SiC 시편의 내부에 있는 36~200 $\mu$ m 범위의 크기를 지닌 Fe, pore로된 결함들은 100MHz 범위로 된 고주파수의 검출장에서 20dB 이상의 S/N비로 검출됨을 알 수 있다.

3.2. 고주파수 검출장에서 소결법으로 제작된(sintered) SiC 세라믹의 미세결함 검출

Fig. 8, Fig. 9, Fig. 10, Fig. 11은 각각 시편 #4, #5, #6, #7에 대하여 100MHz까지의 고주파수 범위를 포함한 초음파의 검출장에서 C-scan을 하여 얻은 image들이다.

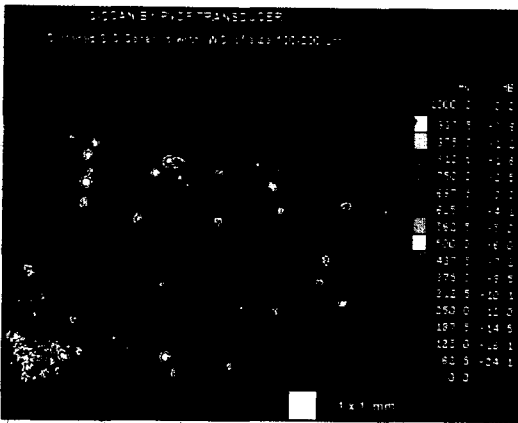


Fig. 8. C-scan image obtained in the high-frequency detection field up to 100MHz for the specimen of #4

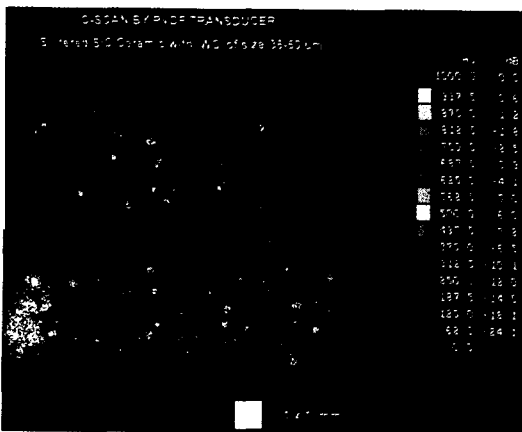


Fig. 9. C-scan image obtained in the high frequency detection field up to 100MHz for the specimen of #5

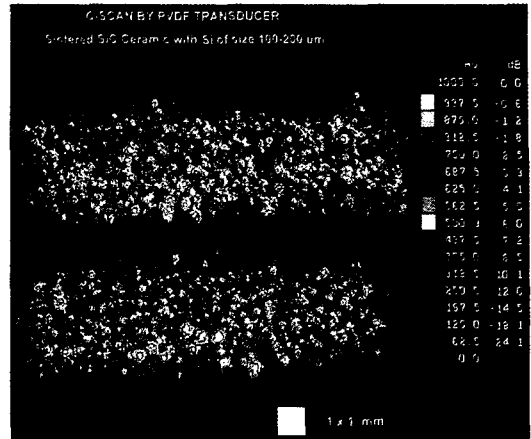


Fig. 10. C-scan image obtained in the high frequency detection field up to 100MHz for the specimen of #6

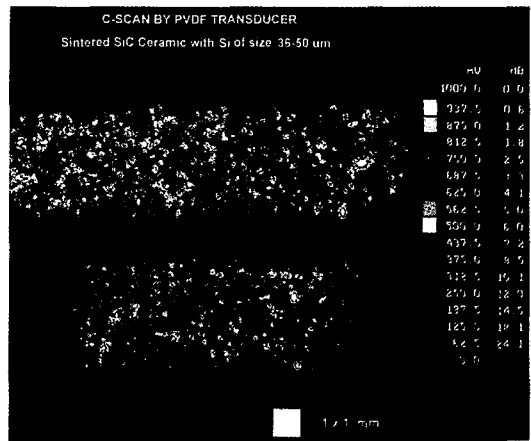


Fig. 11. C-scan image obtained in the high frequency detection field up to 100MHz for the specimen of #7

Fig. 8에서 100~200 $\mu$ m 크기의 WC 입자들이 20 dB 이상의 S/N비로 검출됨을 알 수 있다. 100~200 $\mu$ m 범위의 같은 크기의 Fe입자들에 대한 결과인 Fig. 5와 비교하면 크게 뭉쳐져 나타난 것들이 없고 크기가 다소 작게 보이며 윤곽이 더 뚜렷한 것을 볼 수 있다. 이는 용침법으로 제작된 시편 #1 경우 고온 소결시 Fe의 용점이 소결 온도보다 낮아 결정립의 경계를 타고 녹아 흘러 내려 번질 가능성이 있는 반면 시편 #4에 소결법으로 삽입된 WC 입자들은 용점이 소결 온도

보다 높아서 소결시 녹지 않고 모양을 그대로 유지하기 때문일 것으로 추측된다. Fig. 9에서 36~50 $\mu$ m 크기의 WC 입자들 역시 20dB 이상의 높은 신호대 잡음(S/N)비로 검출됨을 알 수 있다. 같은 크기의 Fe 입자들에 대한 결과인 Fig. 6과 비교하면 크기가 다소 작게 보인다. 이도 마찬가지로 Fe와 WC 입자들의 용점의 차이에 원인이 있는 것으로 보인다.

100~200 $\mu$ m 범위의 Si 결합에 대한 image를 나타내는 Fig. 10에서 S/N비가 20dB 이상 되는 흰색의 점들을 보면 같은 크기의 결합들의 결과인 Fig. 1의 image에 비해서는 작지만 Fig. 8에 비하면 비슷한 정도로 측정되었음을 알 수 있다. 또한 많은 작은 붉은 점들이 나타나고 있으며 S/N비가 낮은 영역인 녹색과 노란색의 점들이 넓은 범위에서 나타나고 있다. 이것은 Si의 용점이 1400 $^{\circ}$ C로서 낮아 소결시 쉽게 결정립의 경계면을 따라 녹아서 퍼진 영향으로 여겨진다. 같은 경향이 36~50 $\mu$ m 크기의 Si 입자들에 대한 검출 결과인 Fig. 11에서도 나타나고 있지만 검출된 결합 image의 크기는 더 작음을 알 수 있다.

이상과 같이 100MHz 정도까지의 고주파수의 검출장에서는 36~200 $\mu$ m 범위의 크기를 지닌 결합이 이물질의 종류나 제작기법에 의존하지 않고 20dB 이상의 S/N비로 검출됨을 알 수 있다.

### 3.3. 저주파수 검출장에서 SiC 세라믹의 탐상

Fig. 12와 Fig. 13은 각각 시편 #1과 #2에 대하여 초음파 탐촉자와 시편의 거리가 24mm의 초점 거리에서 물에서 고주파수의 초음파가 감쇠된 상태에서 측정된(Fig. 4c에 나타난 중심주파수가 20MHz이고 60 MHz 이하의 저주파수 성분의 초음파의 검출장에서 C-scan) image들이다.

Fig. 12의 image에서는 Fig. 5의 결과에서 20dB 이상의 높은 S/N비로 검출되었던 100~200 $\mu$ m 크기의 Fe 입자들의 image가 보이지 않고 있으며 다만 Fig. 5에서 Fe 입자들이 크게 뭉친 것으로 나타난 위치에서 낮은 감도(노란색이나 녹색 image)의 신호만이 검출되고 있음을 알 수 있다. 또한 Fig. 13에서는 Fig. 6에 20dB 이상의 S/N비로 나타난 36~50 $\mu$ m

크기의 Fe 입자들의 image가 전혀 나타나지 않음을 알 수 있다.

Fig. 14는 같은 저주파수 검출장에서 측정된 시편 #7에 대한 C-scan image이다. 여기서도 Fig. 11에 나타난 고주파수 검출장에서 검출되었던 36~50 $\mu$ m 크기의 Si 입자들에 대한 image가 전혀 나타나지 않음을 알 수 있다. 저주파수 검출장에서 다른 시편들(#3, #4, #5, #7)에 대하여 측정한 경우도 삽입된 입자들이 검출되지 않는 동일한 결과를 얻었다.

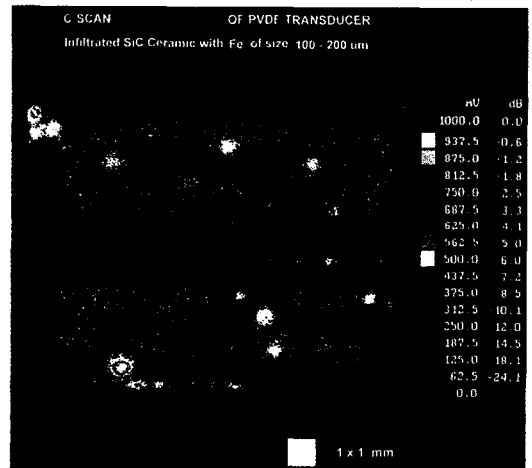


Fig. 12. C-scan image obtained in lower frequency detection field up to 60MHz for the specimen of #1

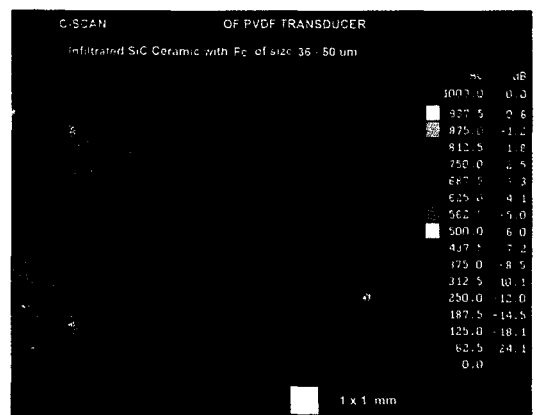


Fig. 13. C-scan image obtained in lower frequency detection field up to 60MHz for the specimen of #2

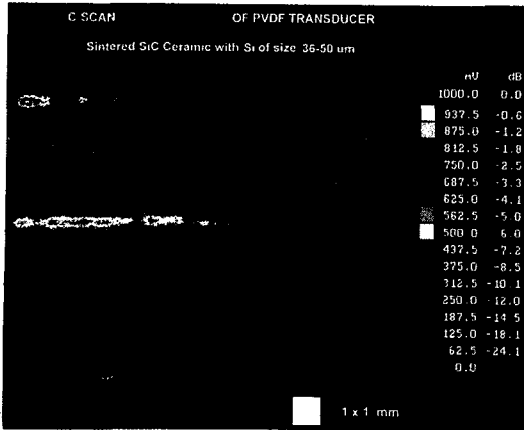


Fig. 14. C-scan image obtained in lower frequency detection field up to 60MHz for the specimen of #7

#### 4. 요약 및 결론

파괴역학적 고려에 의하여 구조용 세라믹에서 검출이 요구되는  $100\mu\text{m}$ 보다 작은 크기의 결함을 검출하기 위한 실험을 크기를 알고 있는 세라믹 시편을 이용하여 수행하였다. 용침법과 소결법으로 제작된 입자 크기  $36\mu\text{m}$ 에서  $200\mu\text{m}$  범위의 Fe, pore, WC, Si을 지닌 두께 4mm의 SiC 세라믹 시편들의 C-scan에서 100MHz 범위까지의 고주파수 성분을 지닌 검출장에서는  $36\mu\text{m}$ 에서  $200\mu\text{m}$  범위의 미세결함들이 검출되었으나 60MHz 이하의 주파수 성분만으로 구성된 저주파수 검출장에서는 검출되지 않았다.

사용된 초음파 탐촉자의 중심 주파수로 80MHz로 계산했을 때 세라믹 내부에서의 파장  $150\mu\text{m}$ 에 대해 최소  $40\mu\text{m}$ 의 직경의 결함을 검출했다고 보려면 이때 파장에 대한 직경의 비가 0.26인(100MHz로 계산하면 0.33) Rayleigh 산란 영역에서 결함이 검출되었음을 나타낸다. 12mm 두께의 Cr-Ni 강재에 대

한 측정에서 그 비가 0.48의 결함을 검출하지 못했던 것<sup>9)</sup>과 대조가 되는데 이는 강재에서의 초음파 신호의 산란 및 흡수가 세라믹에 비하여 심하여 초음파의 잠음 신호에 비한 전반적 에너지가 약화된 이유로 볼 수 있다.

#### 감사의 글

본 연구를 위하여 시편과 장비를 제공하고 조언 등 협조하여 주신 독일의 비파괴연구소 IzfP(Fraunhofer-Institute for Nondestructive Testing)에 계신 W. Arnold 교수님과 U. Netzelman 박사, S. Pangraz 박사께 감사드립니다.

#### 참고 문헌

1. A. G. Evans, Proc. NATO-ASI Nitrogen Ceramics(1981)
2. I. N. Ermolov, Non-Destr. Test. Vol. 5(1972), pp. 87
3. S. Pangraz and W. Arnold, Ferroelectrics, Vol. 93(1989), pp. 251-257
4. H. Ohigashi and K. Koga, Jpn. J. Appl. Phys., Vol. 21, L455(1982)
5. H. Kawai, Jap. J. Appl. Phys., Vol. 8(1984) pp. 856
6. A. S. Dereggi and M. G. Broadhurst, Ferroelect., Vol. 73(1987), 351
7. A. Ambrosy and K. Holdik, J. Phys. E: Sci. Instrum., Vol. 17(1984) pp. 856
8. H. Oshigashi, J. Appl. Phys., Vol. 47(1976) pp. 949
9. 김병극, 이승석, "PVDF 수침용 고주파수 초음파 탐촉자의 검출장과 Cr-Ni 강에서의 결함검출능 측정," 비파괴검사학회지 Vol. 17, No. 1(1997) pp. 23~30

## Detection of Small Flaws in SiC Structural Ceramic in High Frequency Detection Field

Byoung-Geuk Kim and S. S. Lee

NDE Group, Failure Prevention Research Center

Korea Research Institute of Standards and Science, Taejon 305-600

**Abstract** It has been required to find flaws smaller than  $100\mu\text{m}$  by fracture mechanic consideration. We prepared the infiltrated and sintered SiC structural ceramic specimens including artificial flaws, Fe, pore, WC, Si particles of size ranging from  $36\mu\text{m}$  to  $200\mu\text{m}$ . We performed C-scan for the specimen using a high frequency and broad-band ultrasonic transducer to employ polyvinylidene fluoride(PVDF) and a broad-band electric scanning system. The flaws in the ceramic specimens were detected in the high frequency detection field up to 100MHz. But, the flaws were not detected in lower frequency detection field up to 60MHz. The ratio of the detected smallest flaw size to the wavelength calculated at the center frequency, 80MHz, was about 0.25 in Rayleigh scattering region.