

# 알루미나 세라믹에 대한 열충격 손상의 비파괴적 평가

이진경\* · 송상헌\*\* · 이준현†  
(2000년 7월 1일 접수, 2001년 6월 1일 심사완료)

## Nondestructive Evaluation of Thermal Shock Damage for Alumina Ceramics

Jin-Kyung Lee, Sang-Hun Song and Joon-Hyun Lee

**Key Words:** Thermal Shock Damage(열충격 손상), Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Ceramic(알루미나 세라믹), Elastic Modulus(탄성계수), Bending Strength(굽힘강도), Acoustic Emission(음향방출), Boiling Effect(끓음효과)

### Abstract

The objective of this paper is to investigate the applicability of acoustic emission(AE) technique to monitor the progress of the thermal shock damage on alumina ceramic. For this purpose, alumina ceramic specimen was heated in the furnace and then was quenched in the water tank. When the specimen was quenched in the water tank, complex AE signals due to the initiation of micro-cracks and boiling effect were generated by the progress of thermal shock damage. These mixed AE signals have to be classified for monitoring the degree of the thermal shock damage of alumina ceramics. In this paper, the mixed AE signals generated from both the boiling effect and the crack initiation under thermal shock test was analyzed. The characteristics of AE signals were also discussed by considering the variation of bending strength and Young's modulus of specimens.

### 1. 서론

세라믹은 고내열성, 저비중, 고경도 등의 특징 때문에 항공기, 자동차, 기계 구조물 부품 등으로 광범위하게 응용되고 있다. 그러나 세라믹의 이러한 장점 외에 재료내부의 결함상태 또는 기공률, 기공의 형상 등의 고유인자들로 인해 재료의 강도 및 신뢰성 확보에는 많은 어려움이 따른다. 특히 세라믹 재료는 내마모성, 경량, 내식성의 특성때문에 베어링이나 절삭공구, 전자부품 등의 상온 기기에 응용되고 있지만 내열성, 고온 고강도, 내식 등의 장점을 이용하여 자동차 엔진부

품, 열교환기, 고온로 등과 같은 고온기기에도 적극적으로 응용되고 있다. 그러나 세라믹 재료의 열기관용 기기에의 적용에 있어서 외부의 기계적 하중이외에 급격한 온도변화로 인한 열응력에 의한 파괴가 중요한 문제로 대두되고 있다. 실질적으로 항공기 부품이나 자동차 엔진 등은 이와 같은 급격한 온도변화, 즉 반복적인 열충격을 많이 받고 있기 때문에 반복적인 열충격으로 인한 파괴파괴에 대하여 충분히 주의를 가져야만 한다.

한편 지금까지 보고되고 있는 세라믹의 열충격 특성에 대한 연구에서 Johnson 등<sup>(1)</sup>은 열응력상태 하에서의 세라믹의 취성 파괴에 대한 통계적인 특성에 대한 연구를 보고하였고, Lewis<sup>(2)</sup>는 여러 종류의 세라믹 재료에 대한 열충격 시험에서 재료의 잔류강도에 대한 급냉온도차의 영향에 관하여 연구하였다. 그리고 Badalianc 등<sup>(3)</sup>은 Na<sub>2</sub>O-CaO-SiO<sub>2</sub> 유리의 열응력 저항에 미치는 저

\* 회원, 동의대학교 기계산업시스템공학부

\*\* 부산대학교 대학원

† 책임저자, 회원, 부산대학교 기계공학부

E-mail : johlee@hyowon.pusan.ac.kr

TEL : (051)510-2430 FAX : (051)512-9835

속균열 성장(slow crack growth)의 효과에 대한 연구에서 수치해석적으로 임계냉각온도차  $\Delta T_c$ 를 계산한 바가 있다. 또한 Krizysztof<sup>(4)</sup>는 음향방출(AE)을 사용한 알루미늄 세라믹의 열충격 손상에 대한 연구를 보고하였으며, 특히 그는 열충격에 의해 발생하는 AE 신호중 끓음 효과(boiling effect)에 의한 신호를 제거하기 위하여 유냉으로 시험편을 냉각시키는 방법을 채택하였다. 그리고 최근 Lee 등<sup>(5,6)</sup>은 알루미늄 세라믹의 열충격 손상을 비파괴적으로 평가하기 위한 초음파 판파의 유용성과 기계적 특성변화에 대하여 보고하였다. 이와 같이 지금까지 세라믹의 열충격 손상거동과 관련된 대부분의 연구는 열충격 손상 기구 자체<sup>(7-9)</sup> 및 열충격을 받은 시험편의 기계적 특성 변화의 규명에 대부분 그 연구초점이 맞추어져 왔다. 그러나 실질적으로 세라믹을 각 기계부품으로 광범위하게 적용하기 위해서는 사용중인 세라믹 재료의 균열발생시점 및 손상정도를 정확하게 평가하여 미연에 파손을 방지할 필요가 있다.

따라서 본 연구에서는 음향방출(AE) 기법을 이용하여 알루미늄 세라믹의 열충격시 발생하는 AE 신호를 연속적으로 온라인 모니터링 하여 반복적인 열충격에 따라 발생하는 AE 신호 특성을 분석하고 세라믹 재료의 손상정도, 강도저하 및 탄성계수(Young's modulus)의 변화와 비교 검토하였다.

## 2. 재료 및 실험방법

### 2.1 재료 및 시험편

본 연구에 사용된 재료는 경도, 전기저항 및 전기 절연성이 우수하여 전자 기관으로 폭넓게 사용되고 있는 알루미늄( $Al_2O_3$ ) 세라믹을 사용하였다. Table 1은 알루미늄 세라믹의 물리적 특성을 나타낸 것이다.

알루미늄 세라믹은 알루미늄 분말(AL-160-SG-1)을 열간 등가압 성형(hot isostatic pressing)으로 제작하였다. 성형조건은 Fig. 1과 같이  $10^\circ C/min$ 의 승온속도로  $1300^\circ C$ 까지 승온한 후 100분간 유지하였으며, 압력은 온도의 증가에 따라 선형적으로 상승하여  $480^\circ C$ 에서 50MPa에 도달한 후 일정하게 유지하였다.

한편 Fig. 2는 열충격 피로 시험시에 발생하는 재료의 균열 성장거동 및 피로손상을 용이하게

Table 1 Physical properties of  $Al_2O_3$  Ceramics

Properties	Value
Degree of purity(%)	99.6-99.9
Density( $g/cm^3$ )	3.84
Young's modulus(GPa)	390
Poisson's ratio	0.22
Thermal conductivity( $\omega /mK$ )	23
Thermal expansion coefficient( $10^{-6}/^\circ C$ )	7.5

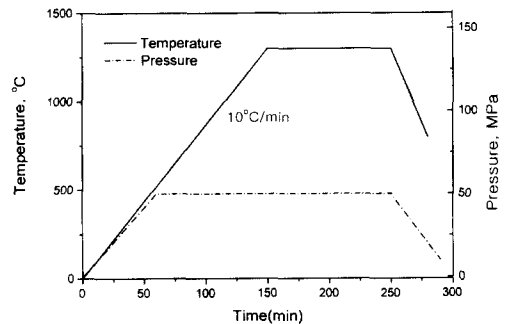


Fig. 1 Diagram of hot isostatic pressing process

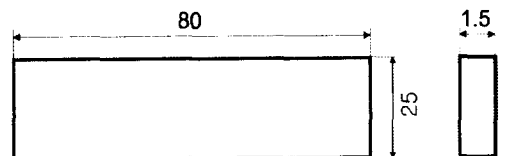


Fig. 2 Dimension of specimen (unit:mm)

관찰하기 위한 판재 시험편의 형상 및 규격이다. 또한 반복적인 열충격 피로손상을 입은 알루미늄 세라믹의 기계적 특성을 조사하기 위하여 다이아몬드 휠을 이용하여 시험편 중앙에 폭 0.3mm, 길이 5mm 크기의 노치를 도입하여 3점 굽힘시험(three point bending test)을 실시하였다.

### 2.2 실험장치 및 방법

본 연구에서는 반복적인 열충격을 받은 알루미늄 세라믹의 손상거동 및 균열발생을 평가하기 위하여 Fig. 3과 같이 열충격 시험기를 제작하고 음향방출기법을 이용하여 실험을 실시하였다.

그림에서 보여주는 바와 같이 먼저 전기로 속에서 20분간 시험편을 가열하고 가열된 시험편을 전기로 아래에 있는 상온의 냉각수 속에 투하하

여 90초동안 충분히 냉각시키는 방법으로 1회의 열충격에도 시험편 표면에 균열이 발생하는 573K의 온도차로 반복적으로 열충격을 가하였으며 이때 발생된 균열은 액체침투탐상법<sup>(10)</sup>을 이용하여 미소 표면 균열의 길이변화 및 단위 면적당의 미소 표면 균열수로 정의되는 분포밀도를 평가하였다. 액체침투탐상법은 먼저 시험편 표면을 깨끗이 하고 염색침투액을 사용하여 시험편 표면에 침투액을 침투시킨 후 세척액으로 과잉 침투액을 제거하였다. 그리고 백색 현상액을 사용하여 미소균열을 측정하였으며 이 방법에 의한 시험편 표면의 미소길이의 측정한계는 1mm 이다. 한편 세라믹 시험편이 물 속으로 투하될 때 열충격에 의한 시험편의 손상정도를 온라인 상태에서 연속적으로 모니터링하기 위하여 그림에서 보여주는 바와 같이 물탱크 표면에 광대역 AE센서(100~1200kHz)를 부착하여 균열이 생성될 때 발생하는 탄성파를 감지하였다. 감지된 AE 신호는 프리앰프에서 40dB 증폭되어 AE 본체로 송신되어 AE 에너지, 지속시간 및 AE 진폭 등의 AE 파라미터를 분석하였다. 또한 디지털 오실로스코프(Lecroy 9310A)를 이용하여 발생한 AE 신호의 파형을 분석하였다. 그리고 주위의 잡음을 제거

하기 위하여 문턱전압값(threshold level)은 18.8mV로 정하였다.

### 3. 실험결과 및 고찰

#### 3.1 열충격 사이클에 대한 균열발생 및 성장거동

본 연구에서는 반복적인 열충격을 받는 알루미나 세라믹의 균열 발생 및 성장 거동을 관찰하기 위하여 1회의 열충격에도 표면에 미소균열이 발생하는 온도차인  $\Delta T=573K$ 의 온도하에서 실험을 실시하였다. Fig. 4는 열충격 사이클의 증가에 따라 시험편 표면에 발생, 성장하는 미소균열의 거동을 액체침투탐상법을 이용하여 관찰한 결과를 나타낸 것으로 실험결과에서 보여주는 바와 같이 1회의 열충격에 의해 시험편 표면에는 약 70여개의 미소균열이 발생하였다. 그리고 열충격 사이클이 증가함에 따라 균열수의 변화는 거의 발생하지 않고 처음에 발생한 다수의 미소균열이 합체(link-up)되어 거시적 균열로 성장함에 따라 최종파괴에 도달하였다.

#### 3.2 열충격을 받은 시험편의 잔류강도 평가

본 연구에서는 반복적인 열충격 사이클을 받은 알루미나 세라믹 시험편에 대한 잔류 강도 변화를 평가하기 위하여 열충격 손상을 받은 시험편들에 인공 노치를 가한 후 3점 굽힘 시험을 실시하여 굽힘 파단 강도  $\sigma_f$ 를 측정하였다. 그리고 각 시험편에 대한 굽힘 파단 강도  $\sigma_f$ 는 각각의 시험편에 대한 파단 하중  $P_f$ 를 측정하여 식 (1)

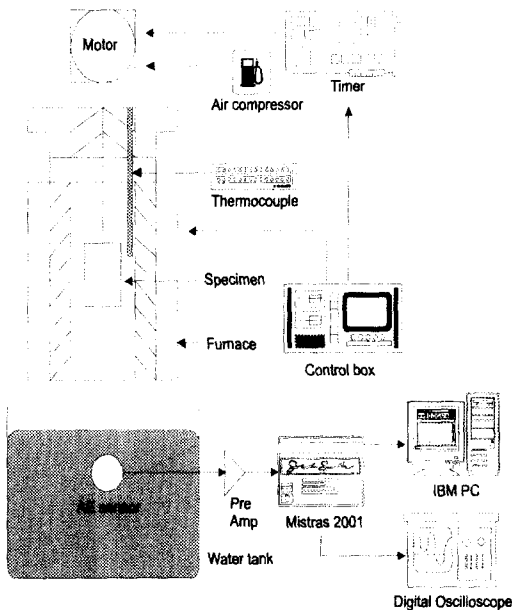


Fig. 3 Schematic diagram of thermal shock and AE test

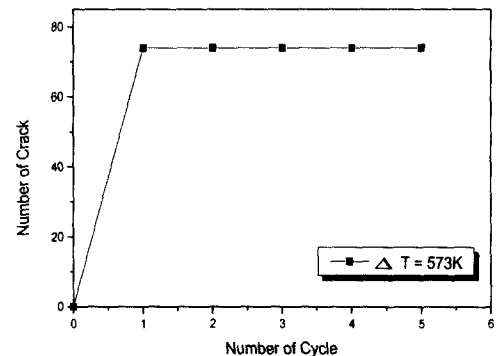


Fig. 4 Relationship between number of crack and the number of cycle

을 이용하여 계산하였다.

$$\sigma_f = \frac{3P_f L}{2bd^2} \quad (1)$$

여기서, L = 두 지지점 사이의 거리, b = 시험편 두께, d = 시험편 높이를 나타낸다

Fig. 5는 열충격 사이클이 증가에 따른 굽힘 파단 강도의 변화를 나타낸 것이다. 실험결과에서 보여주는 바와 같이 1회의 열충격 사이클에 의해 잔류 강도는 급격히 감소하고 있다. 이러한 결과는 1회의 열충격에 의해 시험편에 다수의 미소균열들이 발생함에 따라 굽힘강도가 현저히 감소하였으며 열충격 사이클이 점차적으로 증가함에 따라 잔류강도도 점차적으로 감소하는 경향을 보여주고 있다. 미소균열수가 증가하지 않음에도 불구하고 굽힘 파단 강도의 저하는 세라믹 시험편 내부에 표면에서 관찰되지 않은 1mm 이하의 다수의 미소균열의 발생과 더불어 발생한 미소균열들이 서로 합체됨에 따라 굽힘강도가 점차적으로 감소하는 경향을 나타내었다. 따라서 세라믹 시험편인 경우 취성이 강한 재료이기 때문에 시험편 내에 소수의 미소균열이 발생할 경우일지라도 굽힘강도가 급격히 감소하지만 발생한 균열들이 합체되어 거시적 균열로 성장할 때에는 비교적 굽힘강도의 변화가 현저하지 않음을 알 수 있었다.

3.3 초음파를 이용한 열충격을 받은 시험편의 내부 손상 평가

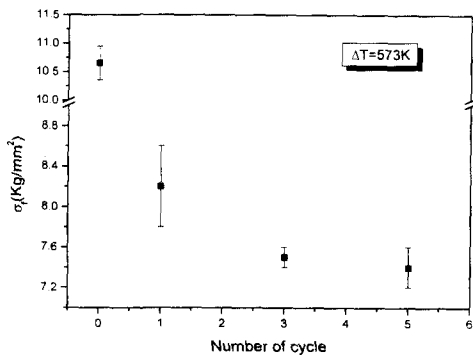


Fig. 5 Relationship between bending strength at fracture and number of cycle

본 연구에서는 열충격을 받은 알루미늄 세라믹 시험편의 열충격 사이클의 변화에 따라 시험편 내부에 발생하는 피로손상을 평가하기 위하여 탄성계수의 변화를 관찰하였다. 이를 위하여 초음파를 이용<sup>(11)</sup>하여 시험편의 종파속도와 횡파속도를 측정하였으며 밀도측정기를 이용하여 시험편의 밀도를 측정하였다.

한편 초음파 종파속도 및 횡파속도 변화특성은 열충격 사이클의 증가에 따라 종파속도의 경우 속도변화는 거의 관찰되지 않는데 비하여 횡파속도의 경우 열충격 사이클이 증가함에 따라 점차적으로 감소하는 경향을 보여주었다. 이는 열충격 사이클의 증가에 따라 발생하는 미소 표면 균열의 대부분이 두께 방향의 종방향 균열이기 때문에 초음파 입자진동방향이 종방향 균열과 평행한 종파속도 변화보다는 입자의 균열에 수직으로 작용하는 횡파 속도변화가 직접적으로 민감하게 영향을 받기 때문이다.

한편 일반적인 등방성 재료에 대한 탄성계수값과 초음파 종파속도 및 횡파속도 사이에는 식 (2)와 같은 관계가 주어진다

$$E = \rho v_s^2 \frac{3v_L^2 - 4v_s^2}{v_L^2 - v_s^2} \quad (2)$$

여기서, ρ = 밀도, v<sub>L</sub> = 초음파 종파속도, v<sub>s</sub> = 초음파 횡파속도를 나타낸다. 따라서 초음파 종파, 횡파속도와 밀도변화 결과로부터 탄성계수값을 평가하였다. Fig. 6은 열충격 사이클의 증가에 따른

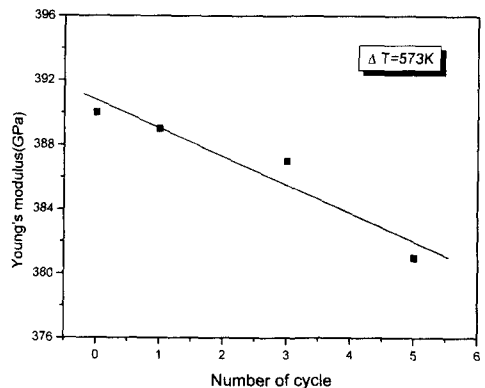


Fig. 6 Relationship between Young's modulus and number of cycle (ΔT=573K)

탄성계수값의 변화를 나타낸 것으로 열충격 사이클의 증가에 따른 탄성계수값은 현저하게 감소하고 있음을 보여준다. 이것은 밀도 변화는 오차범위 이내로 거의 발생하지 않았지만 시험편 표면에 다수의 미소균열이 발생, 성장함으로써 초음파 횡파속도에 직접적으로 영향을 주기 때문에 횡파속도의 감소에 의한 탄성계수값의 감소를 가져온다.

3.4 AE를 이용한 시험편의 열충격 손상의 온라인 모니터링

본 연구에서는 반복적인 열충격하에서 시험편의 열충격 손상 정도를 온라인 모니터링 하기 위하여 AE 기법을 이용하여 Fig. 3에서 보여주는 바와 같이 실험을 실시하였다. Fig. 7에서는 열충격 사이클이 증가함에 따라 발생하는 AE 사상수의 관계를 나타낸 것으로 실험결과에서 보여주는 바와 같이 초기 1 사이클의 열충격에서는 AE 사상수가 500개 이상 발생하였으며 열충격 사이클이 증가함에 따라 AE 사상수는 급격히 감소함을 보였다. 그리고 사이클 수가 3회 이상 증가함에 따라 AE 사상수의 감소현상은 현저히 둔화되었다. 이와같이 열충격 사이클의 증가에 따른 다수의 AE 사상수는 시험편이 물 속으로 투하되면서 발생하는 끓음 효과에 의한 AE 신호와 시험편에 균열이 발생, 성장하면서 발생한 AE 신호들이다. 따라서 AE 기법을 이용하여 시험편의 손상정도를 온라인 모니터링 하기 위해서는 균열에 의한 신호와 끓음 현상에 의한 신호를 명확히 구분하여야만 한다. 한편 Fig. 4의 열충격 사이클에 따른 균열수의 변화에서 1회의 열충격 사이클에서 70여개의 균열수가 측정되었지만 열충격 사이클이 증가하여도 균열수는 증가하지 않았다.

이것은 열충격 사이클이 증가함에 따라 발생하는 AE 사상수가 초기에 비하여 현저히 감소하는 것과 밀접한 관계가 있다. 즉 초기 1회의 열충격 사이클에서 시험편은 끓음 현상에 의한 AE 신호뿐만 아니라 다수의 미소균열이 발생하면서 다수의 AE 사상수가 발생하지만 열충격 사이클이 증가함에 따라 미소균열의 발생보다는 발생한 미소균열의 합체와 끓음 현상에 의해 AE 사상수가 발생하였다는 것을 알 수 있다.

Fig. 8은 열충격 사이클이 증가함에 따라 발생한 AE 신호의 진폭의 변화를 나타낸 것으로

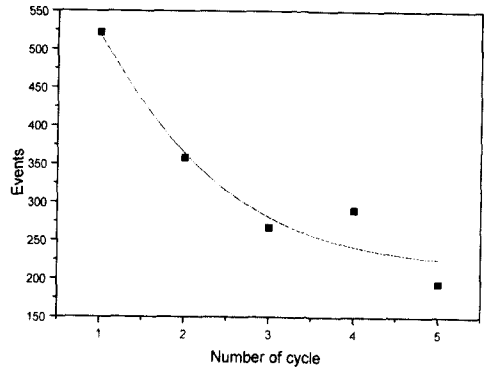


Fig. 7 AE events versus number of cycle

45~100dB 까지의 광범위한 진폭을 가지는 신호들이 발생하였다. 특히 Fig. 8(a)에서 보여주는 바와 같이 초기 1회의 열충격에서는 약 80dB 이상의 폭을 갖는 AE 신호가 다수 검출되었으며 2회의 열충격 사이클에서도 소수의 AE 신호가 80dB 이상의 고진폭을 나타내었다. 그러나 3회이상 열충격 사이클이 증가함에 따라 80dB 이상의 고진폭을 갖는 신호는 거의 발생하지 않았다. 따라서 Fig. 4의 시험편 표면 균열 관찰에서도 알 수 있는 바와 같이 초기 1회의 열충격에서 시험편에 다수의 미소균열이 발생할 때 발생하는 AE 신호는 80dB 이상의 고진폭의 신호가 발생한다는 것을 알 수 있으며 특히 3회 이상으로 열충격 사이클이 증가함에 따라 고진폭의 신호는 발생하지 않았으며 더 이상 열충격 사이클이 증가하더라도 새로운 균열은 거의 발생하지 않는다는 것을 말해준다. 이러한 결과는 액체침투탐상법에 의해 균열밀도를 측정된 것과 매우 잘 일치하는 것으로 나타났다. 특히 균열이 발생할 때의 AE 신호는 균열이 성장할 때의 AE 신호와는 AE 진폭 변화에서 큰 차이를 나타내었다. 이와 같은 실험결과로부터 AE 기법을 이용하여 알루미나 세라믹의 굽힘 강도 및 탄성계수와 같은 기계적 특성을 평가하기 위하여 발생한 AE 신호의 진폭 및 사상수를 분석함으로써 세라믹의 굽힘강도가 급격히 저하되는 미소균열의 발생 시점을 연속적으로 온라인 모니터링 할 수 있다. Fig. 9는 알루미나 세라믹 시험편이 물속에 투하되면서 끓음 효과에 의해 발생하는 전형적인 파형과 그 주파수 스펙트럼을 나타낸 것으로 주로 연속형의 파형 형태를 나타내며 낮은 진폭을 나타내었다. 또

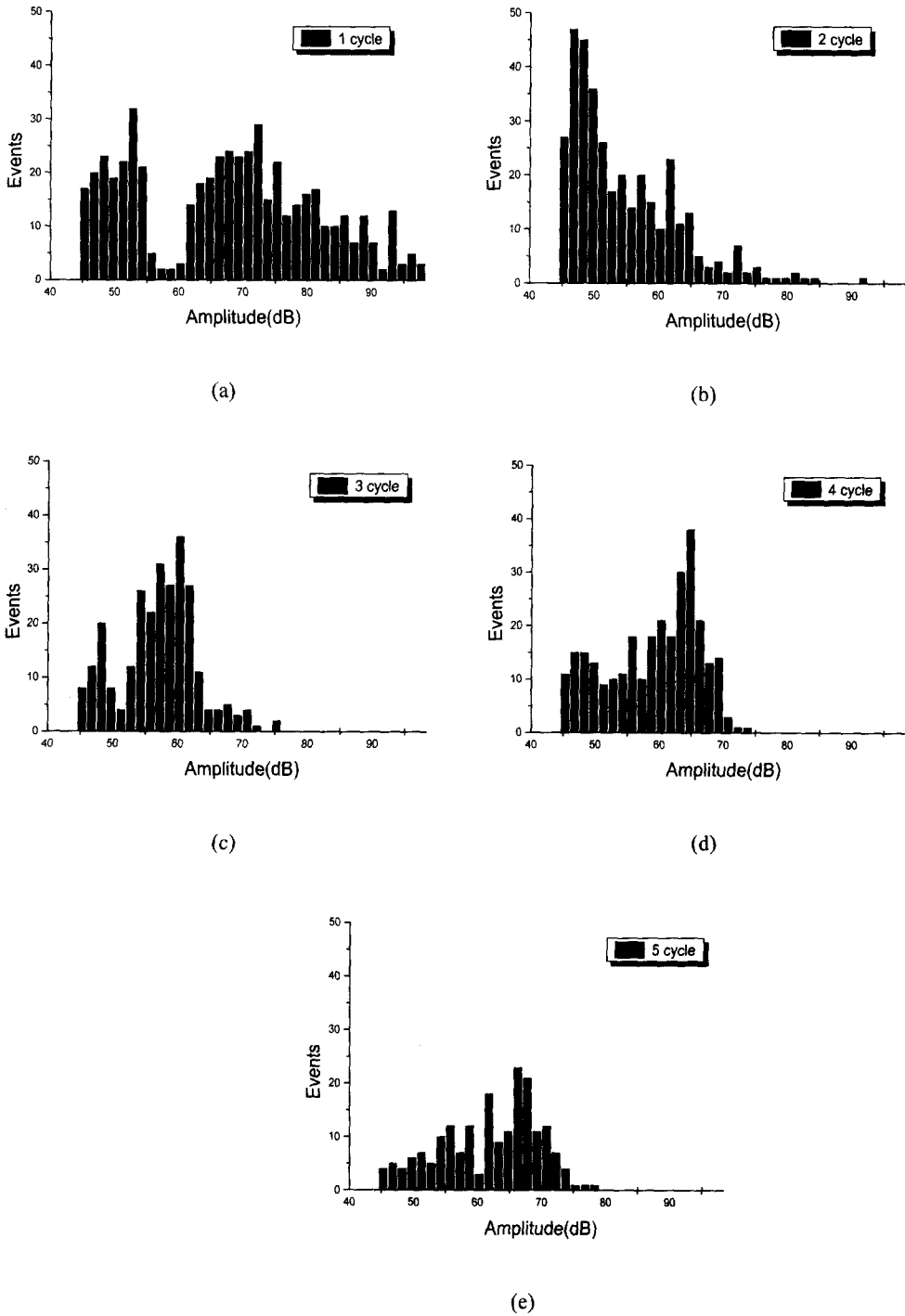
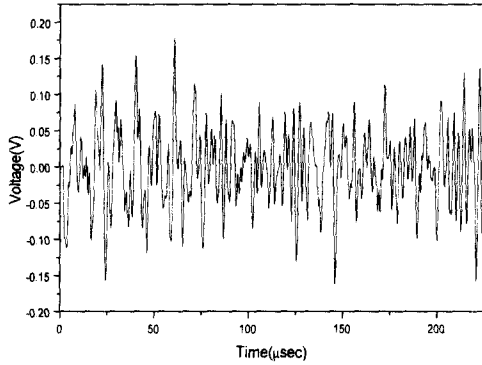
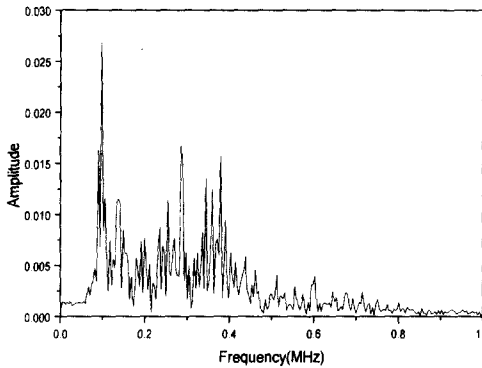


Fig. 8 Variation in amplitude due to the increase of the number of thermal shock



(a)



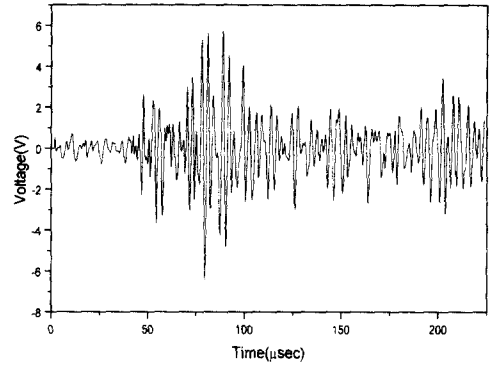
(b)

**Fig. 9** AE signal waveform(a) and its frequency spectrum(b) due to boiling effect

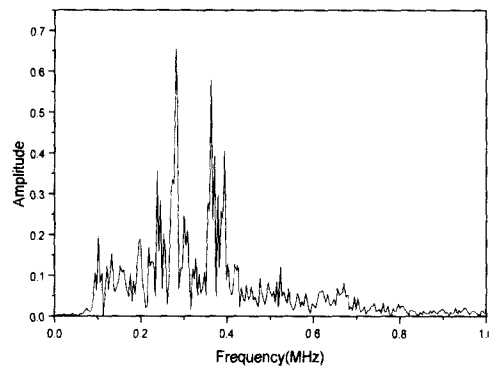
한 이들 파형의 주파수 성분은 100kHz에서 가장 높게 나타났다. 그러나 초기 1회의 열충격에서 미소균열이 발생할 때의 AE 신호의 파형은 Fig. 10에서 보여주는 바와 같이 진폭이 아주 높은 돌발형 형태의 신호가 발생하며 주파수 대역도 주로 250~400kHz의 주파수 대역을 나타내었다. 따라서 미소균열에 의한 신호와 굽음 효과에 의한 신호의 주파수 분석을 통해서도 두 신호의 구별이 가능하다.

#### 4. 결론

본 연구에서는 알루미나 세라믹의 열충격 손상 거동을 비파괴적으로 평가한 결과 다음과 같은 결과를 얻었다.



(a)



(b)

**Fig. 10** AE signal waveform(a) and its frequency spectrum(b) due to crack initiation

(1) 온도차가 573K인 경우의 알루미나 세라믹이 반복적인 열충격을 받을 때 초기 1회의 열충격에 다수의 미소균열이 발생하며 열충격 사이클이 증가하여도 균열밀도의 증가보다는 발생한 균열들이 서로 합체되어 거시적 균열로 성장하였다.

(2) 초기 1회의 열충격을 받은 시험편의 굽힘 파단 강도는 열충격을 받지 않은 시험편에 비하여 현저히 감소하고 열충격 사이클이 증가할수록 점차적으로 감소하였으며 탄성계수 또한 점차적으로 감소하는 경향을 나타내었다.

(3) 시험편 표면의 균열생성에 의해 발생하는 AE 신호는 굽음 효과에 의해 발생하는 신호에 비하여 현저히 높은 80dB 이상의 고진폭을 나타내며 열충격 사이클이 증가함에 따라 균열 발생

보다는 굽음 효과 및 균열진전에 의한 AE 신호가 발생하고 그 때의 AE 신호는 80dB 이하의 진폭을 나타내었다. 또한 미소균열에 의해 발생한 AE 신호의 주파수 대역은 250~400kHz 정도로 굽음 효과에 의해 발생하는 신호에 비하여 고주파수 대역을 나타내었다. 따라서 알루미늄 세라믹 구조물의 미소균열 발생시점을 AE를 이용하여 비파괴적으로 측정할 수 있음을 알 수 있다.

### 참고문헌

- (1) Johnson-Walls, D., Drory, M. D. and Evans, A. G., 1985, "Evaluation of Reliability of Brittle Components by Thermal Stress Testing," *J. Amer. Ceram. Soc.*, Vol. 68, No. 7, pp. 363~367.
- (2) Lewis, D., 1983, "Thermal Shock and Thermal Shock Fatigue Testing of Ceramics with the Water Quench Test," in *Fracture Mechanics of Ceramics*, Vol. 6, pp. 487~496.
- (3) Badalicanca, R., Krohn, D. A., and Hasselman, D. P. H., 1974, "Effect of Slow Crack Growth on the Thermal Stress Resistance of an Na<sub>2</sub>O-CaO-SiO<sub>2</sub> Glass," *J. Amer. Ceram. Soc.*, Vol. 57, pp. 432~436.
- (4) Krizysztof J. Donsztowicz, 1990, "Crack Growth and Acoustic Emission in Ceramics during Thermal Shock," *J. Am. Ceram. Soc.*, Vol. 73, No. 3, pp. 502~508.
- (5) 이준현, 이진경, 조운호, 1998, "세라믹의 열충격 손상거동 및 초음파 Lamb파를 이용한 비파괴적 손상거동," *대한기계학회논문집 A권*, 제22권 제12호, pp. 2278~2285.
- (6) 이진경, 이준현, 김부안, 1999, "알루미늄 세라믹의 열충격 손상에 따른 기계적 특성변화에 관한 연구," *대한기계학회논문집 A권*, 제23권 제9호, pp. 1507~1515.
- (7) Kurumada. A., et al., 1998, "The Thermal Shock Resistance of a Joining Material of C/C Composite and Copper," *J. Nuclear Material*, Vol. 258, No. 263, pp. 214~218.
- (8) Badini. C., Vecchia. M. La., 1997, "Damage of 6061/SiCw Composite by Thermal Cycling," *J. Materials Science*, Vol. 32, pp. 921~930.
- (9) Hasselman, D. P. H., 1963, "Elastic Energy at Fracture and Surface Energy as Design Criteria for Thermal Shock," *J. Amer. Ceram. Soc.*, Vol. 46, No. 11, pp. 535~540.
- (10) Robert C. McMaster, 1982, "Nondestructive Testing Handbook," Vol. 2, ASNT.
- (11) Josef Krautkrmer and Herbert Krautkrmer, 1990, "*Ultrasonic Testing of Materials*," Springer-Verlag, Berlin, pp. 167~221.