

SiC/SiC 복합재료 세라믹스 표면균열 탐지를 위한 초음파법 적용에 관한 기초연구

A Feasibility Study on the Application of Ultrasonic Method for Surface Crack Detection of SiC/SiC Composite Ceramics

남기우*[†], 이권찬**[†],香山晃***

Ki Woo Nam*[†], Kun Chan Lee**[†] and Akira Kohyama***

초 록 세라믹스의 비파괴평가 기술은 산업분야에 응용하기 위한 세라믹스 신뢰성 개발에 있어서 필수적인 기술이다. 본 연구는 초음파 C-Scan 방식을 이용하여 SiC 세라믹스의 표면균열을 탐상하기 위한 실험적 연구 결과를 제시하고자 한다. 이를 위해 SDS-win과 μ -SDS 두 종류의 초음파 장치와 25, 50 및 125 MHz의 초음파센서를 이용하여 세라믹스의 표면균열 탐상 가능성에 대해 실험적인 연구를 수행하였다. 본 연구 결과, 세라믹스의 표면미소균열은 결국 25 및 50 MHz 센서로 정밀하게 검출할 수 없었으나, 125 MHz 센서에 의한 집속법 탐상 결과 희미한 형상 정도를 검출할 수 있었으며, 비집속법의 경우는 비커스 압입자의 형상 검출이 가능함을 알 수 있었다. 따라서 본 연구를 통하여, 초음파 C-Scan 집속 및 비집속 방법은 미세균열의 탐상방식으로 어느 정도 접근 가능함을 실험적으로 확인하였다.

주요용어: SiC/SiC 세라믹스, C-스캔, 집속법, 비집속법, 무라이처리

Abstract Nondestructive evaluation(NDE) of ceramic matrix composites is essential for developing reliable ceramics for industrial applications. In the work, C-Scan image analysis has been used to characterize surface crack of SiC ceramics nondestructively. The possibility of detection of surface crack were carried out experimentally by two types of ultrasonic equipment of SDS-win and μ -SDS, and three types of transducer of 25, 50 and 125 MHz. A surface micro-crack of ceramics was not detected by transducer of 25 MHz and 50 MHz. Though the focus method was detected dimly the crack by transducer of 125 MHz, the defocus method could detect the shape of diamond indenter. As a whole, the focus method and the defocus method came to the conclusion that micro crack have a good possibility for detection.

Keywords: SiC/SiC Ceramics, C-Scan, Focus/Defocus Method, MURAI(Minimum Unite Rating Analysis Image)

1. 서 론

많은 연구자들은 재료시험의 평가 수단으로서 X선법[1], acousto-ultrasonic법[2], 초음파법[3], 음향 방출법[4] 등과 같은 비파괴검사법으로 재료의 결

함검출 및 평가기술을 개발하는데 주력해왔다. 이러한 재료들은 금속재료 및 복합재료의 파괴기구를 해석하는데 유용한 도구로서 많은 연구가 이루어져 왔다[5]. 그러나 세라믹스의 결함 탐상에 관한 비파괴평가 연구는 많은 연구자들에 의하여 연구되고

[접수일: 2009. 3. 11, 수정일: (1차: 2009. 6. 9, 2차: 2009. 8. 18), 게재확정일: 2009. 8. 25] *부경대학교 재료공학부, **Institute for Fuel Cell Innovation, National Research Council of Canada (현재 Showa Denko K.K.), ***京都大學 energy理工學研究所. †Corresponding Author: Pukyong National University, San 100, Yongdang-Dong, Nam-Gu, Busan, 608-739, Korea, (E-mail: namkw@pknu.ac.kr)

있으나[6], 아직까지 해결해야 하는 문제점이 많은 실정이다. 구조재로 사용되고 있는 세라믹스는 어떠한 원인에 의하여 균열이 발생할 가능성이 많다 [7]. 그러므로 세라믹스 구조물을 안전하게 사용하기 위해서는 비파괴적인 방법에 의하여 표면 균열을 검출하여 안전성을 확보하는 것이 필요하다.

따라서 본 연구에서는 핵융합로용 재료로 사용이 검토되는 SiC/SiC 복합 세라믹스의 균열탐상을 목적으로 슬러리에 사용하는 단상 SiC 세라믹스의 표면결함 검출에 초음파법을 적용하였다. 즉, 단상 SiC 세라믹스를 소결하여 균열탐상에 기초적인 데이터를 얻기 위하여 마이크로 비커스를 이용하여 미세한 표면 균열을 도입하여 초음파법에 의한 미세 균열 검출 가능성을 평가하였다.

2. 무라이 처리(Minimum Unite Rating Analysis Image)

본 연구에서 이용하고 있는 MURAI 처리 (minimum unite rating analysis image)의 원리도를 Fig. 1에 나타낸다[8]. MURAI 처리는 수신된 초음파의 상하비대칭의 초음파 에코를 이용한 경계 조건의 차이를 위상변화, 반사강도의 복합처리 (matrix 처리)하여 화상화 하는 방법이다. 무라이 처리법의 매트릭스 구성에서 횡축은 위상(P/A)을 나타내고 종축은 에코 강도(A=P+N)를 나타낸다. 여기서 A는 주사한 초음파가 경계면에서 반사되어 수신된 상하비대칭의 에코의 peak-to-peak 진폭이며, P는 에코의 진폭에서 양의 진폭 값이며, N은 음의 진폭 값이다. 또한 매트릭스에 대응시킨 색채 표시의 칼라판은 횡축방향으로 기본 3색으로 배치시킨 256개조, 종축은 명도를 256개조로 배치시킨 에코데이터의 매트릭스와 1대1의 대응으로 되어 있다. 이와 같이 초음파투시장비에 의한 C-Scan의 색상, 명도를 구분해 보는 것으로부터 탐상파형의 위상, 강도를 상대적으로 알 수가 있다.

주사한 초음파가 경계면에서 반사되어 수신된 상하비대칭의 파형의 peak-to-peak 진폭인 에코의 진폭 크기를 종축에 나타내고, 그 에코의 진폭에서 양의 진폭 (+)값과 에코의 진폭 크기의 비를 위상 변화로써 나타낸다. 즉, 횡축에 위상의 크기 변화를 단위크기의 매트릭스 형태 내에 256개조의 색상으로 대비시켜 나타내고, 종축에 에코의 진폭 강도를 명도인 256개조의 명암으로 대비시켜 나타낸 것이

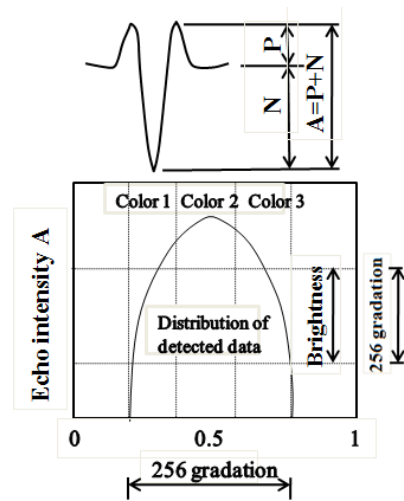


Fig. 1 Principle of minimum unite rating analysis image

다. 즉, A scan의 진폭변화를 위상변화로 바꾸어 표시하고 이것을 다시 256개조로 명암과 색상으로 에코 데이터의 매트릭스와 1대 1로 대응하게 배치시켜 매트릭스화하여 더욱 세분화하여 화상처리한 방법이다.

3. 재료 및 실험방법

본 연구에 사용한 재료는 Table 1과 같다. SiC 세라믹스는 85 wt.% SiC 분말과 다음과 같은 첨가제를 혼합하여 만들었다. ($Al_2O_3 + Y_2O_3 = 12$ wt.% ($Al_2O_3 : Y_2O_3 = 6 : 4$ and $SiO_2 = 3$ wt.%).

분말은 Si_3N_4 볼 ($\phi 5$)을 사용하여 24 시간 동안 이소프로판올 용액에서 혼합하였다. 혼합한 슬러리는 분말을 만들기 위하여 솔벤트를 제거하고, 90°C 로에서 건조시킨 후, 106 μm 체를 사용하였다. 세라믹스의 소결은 핫프레스를 사용하여 1780°C, 35 MPa의 압력에서 1 시간 동안 실시하였다. 소결된 재료는 3 × 4 × 18 mm 시험편으로 잘라서, 결합을 가공할 면은 경면 연마하였다. 시험편은 모재, 열처리한 모재, 균열재 및 열처리한 균열재를 사용하였다. 반타원형 균열은 압입 하중 24.5 N의 비커스경도기를 사용하여 길이 약 100 μm 로 만들었다.

Table 1 Type and size of powder

Type	SiC	Al ₂ O ₃	Y ₂ O ₃	SiO ₂
Size	0.33 μm	0.1 μm	33 nm	25 nm

도입한 표면 균열을 Fig. 2(a)에 나타내며, 파단면을 Fig. 2(b)에 나타낸다.

실험에 사용한 탐상장치(ultrasonic testing system)는 Krautkramer사의 C-Scan 탐상기인 SDS-win과 μ -SDS를 사용하였다. 이들 장비는 무라이 처리(minimum unite rating analysis image)를 사용하고 있다[8]. SDS-win 장비에 의한 수직탐상은 전물수침(물거리 12 mm)으로 단일 탐촉자 반사법으로 실시하였다. 탐촉자는 25 MHz와 50 MHz를 사용하였다. Scan 간격은 0.020 mm(X-Y) (50 MHz B면은 0.050 mm 간격)이다. 탐상주파수가 높아질수록 그 진폭의 크기는 작아지게 되고 침투 탐상 깊이는 줄어진다. 일반적으로 에너지 전달율은 주

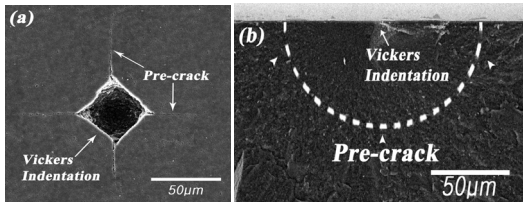


Fig. 2 SEM micrographs of (a) indentation and pre-crack, (b) pre-crack shape

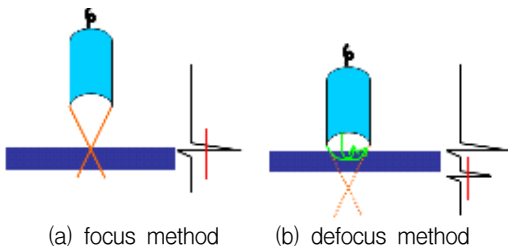


Fig. 3 Detection method of surface crack

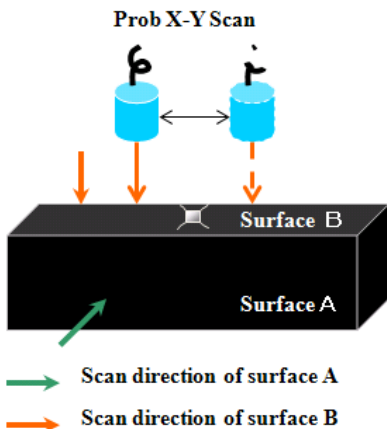


Fig. 4 C-Scan image

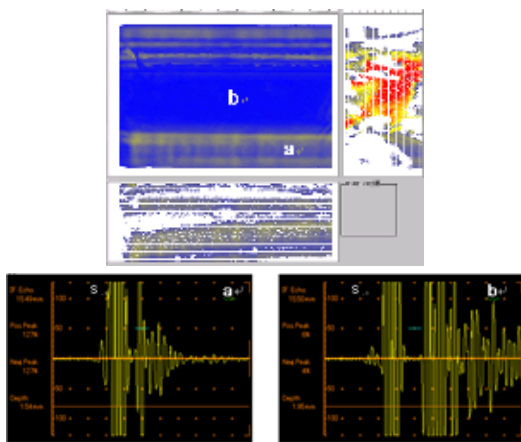
파수비가 2배로 커질 경우, 감쇠를 무시한다 하더라도 약 40% 이상 더 줄어지게 되고 이와 마찬가지로 탐상 가능한 깊이도 줄어진다. 상대적으로 탐촉자의 주파수가 125 MHz인 경우, 침투 깊이도 거의 재료 표면 영역의 범주에 제한적일 수밖에 없다. 또한, 검사 영역이 세라믹스 재료의 표면 균열이 그 탐상 대상이므로 125 MHz의 파장의 깊이에 상당하는 표면 결함은 탐상 가능할 것으로 기대되었다. μ -SDS 장비에 의한 탐상은 전물수침(물거리 12 mm)으로 단일 탐촉자를 사용하여 Fig. 3와 같이 수직 집속법(focus method)과 수직 비집속법(defocus method)으로 표면 결함을 탐상하였다. 탐촉자는 125 MHz를 사용하였다. 집속법은 탐촉자 초음파 빔의 초점을 표면에 위치시켜 관찰하도록 하는 것이며, 비집속법은 집적 빔의 초점이 관찰표면보다 먼 안쪽에서 맺도록 하고, 표면파를 만들어 결함을 탐상하는 방법이다. Scan 간격은 수직 집속법 0.020 mm(X-Y), 수직 비집속법 0.002 mm이다. 표면 균열의 탐상은 Fig. 4와 같이 SDS-win 탐상기는 A, B면, μ -SDS 탐상기는 B면만 실시하였다. SDS-win 탐상기는 각각의 평면 A, B면에 수직으로 주사방향을 유지하면서 일정한 scan 간격으로 X축 방향으로 움직이는 평면주사법 또는 측면주사 방법이며, μ -SDS탐상기는 고정도 고분해능의 scan이므로 많은 메모리를 차지하는 특성이 있어서 한 면만 실시한 것이다.

4. 결과 및 고찰

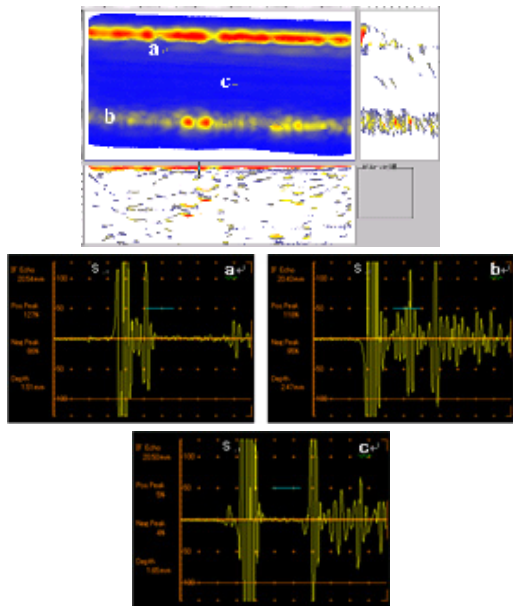
SDS-win 탐상기를 사용한 결과를 Fig. 5와 Fig. 6에 나타낸다. Fig. 5와 Fig. 6은 각각 25 MHz와 50 MHz 탐촉자를 사용하여 균열재 시험편을 탐상하여 나타내었다. 탐상방향은 Fig. 5(a) 및 Fig. 6(a)는 B표면 방향에서 탐상한 것이다. C-Scan 영상은 형상(단)의 영향이 나타나 있으며, 각 영상의 a, b 지점에 대한 A-Scan 신호를 각 그림에 대응하여 나타내었다. 그림에서 시험편의 균열을 탐상할 수 없었다. Fig. 5(b) 및 Fig. 6(b)는 A표면에서 탐상한 것으로 균열을 검출할 수 없었다. 이것으로부터 SDS-win 탐상기를 사용한 25 MHz와 50 MHz 탐촉자는 세라믹스 표면의 미세결함을 검출할 수 없었다. 이것은 a, b위치에서 A scan한 파형이며, 미세결함의 검출은 탐촉자의 사용주파수(25, 50 MHz)의 파장이 만들어진 결함크기보다 훨씬 크기 때문

에, 즉, 검출한계를 벗어나므로 검출 불가능하였다. μ -SDS를 사용한 결과를 Fig. 7과 Fig. 8에 나타낸다. Fig. 7은 수직 집속법, Fig. 8은 수직 비집속법에 의한 탐상 결과이다. Fig. 7과 Fig. 8에서 ① 모재, ② 균열재, ③ 균열 치유재, ④ SiO_2 콜로이달 도포 균열 치유재를 나타낸다. Fig. 7과 Fig. 8의 (a)는 균열부를 중심으로 길이 방향 2.85 mm영역을 나타낸다. ①, ② 및 ③ 시험편은 단면이 정확한 사각형으로 탐상되었으나, SiO_2 콜로이달 도포 균열 치유재인 ④는 사각형이 아닌 형상으로 탐상되었다. 이것은 SiO_2 콜로이달이 열처리되면서 SiO_2 를

형성하여 표면에 울퉁불퉁하게 형성되어 초음파의 산란이 나타났기 때문이라 판단한다. Fig. 7과 Fig. 8의 (b)는 균열재를 탐상한 것이다. 집속법으로 탐상한 것은 흰 점선원으로 나타낸 것과 같이 결함부가 존재하는 것으로 나타났으나, 정확한 균열은 파악할 수가 없었다. 그러나 비집속법으로 탐상한 것은 희미하지만, 비커스 압입자의 다이아몬드 형상이 검출되었다. 이것은 압입자의 형상(약 40~50 μm)은 균열 폭에 비하여 크기 때문에 빔의 집속에 의하여 검출이 가능하였으나, 균열의 폭은 2 μm 이하이므로 압입자에 빔이 집속되어 검출되지 않았다. 그러나 비집속법은 고감도의 센서를 사용하면 미세결함의 검출이 가능하리라 판단한다. Fig. 7과 Fig. 8의 (c)는 균열 치유재를 탐상한 것이다. 균열 치유부는 결함의 형상을 구별할 수 없을 정도로 완벽하게 치유된 것으로 판단된다.

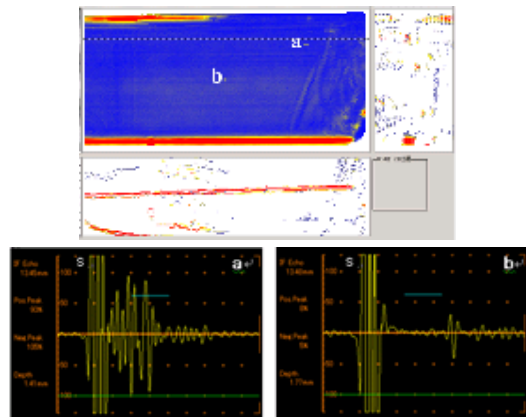


(a) Scan of surface B

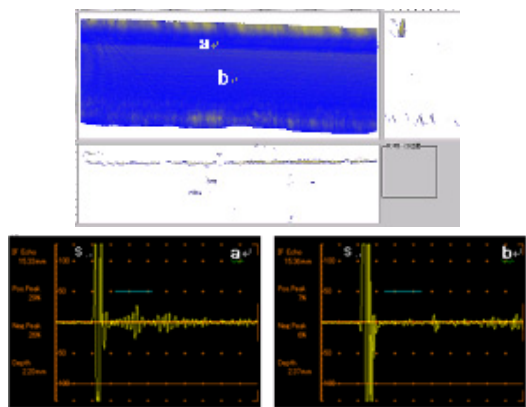


(b) Scan of surface A

Fig. 5 C-Scan and A-Scan of cracked specimen using 25 MHz probe



(a) Scan of surface B



(b) Scan of surface A

Fig. 6 C-Scan and A-Scan of cracked specimen using 50 MHz probe

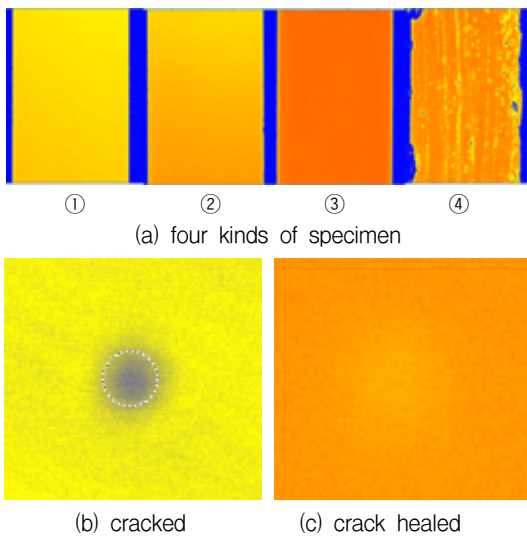


Fig. 7 C-Scan by focus method of normal beam technique

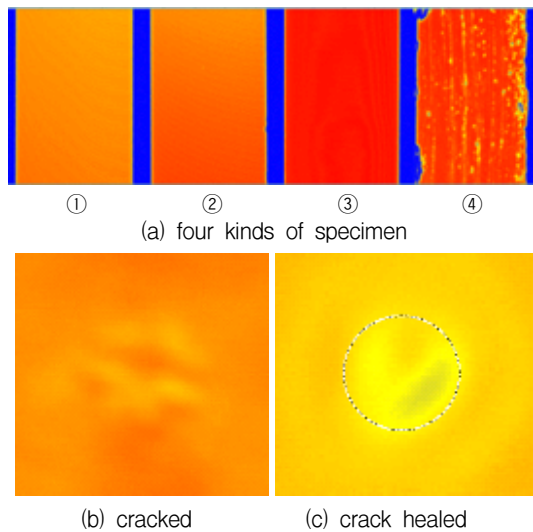


Fig. 8 C-Scan by defocus method of normal beam technique

5. 결론

SiC/SiC 복합 세라믹스의 슬러리에 사용하는 단상 SiC 세라믹스를 소결하여, 세라믹스 균열 탐상에 필요한 기초적인 데이터를 얻기 위하여 미세한 표면 균열을 도입하여 초음파법에 의한 검출 가능성을 평가한 결과는 다음과 같다.

(1) SDS-win 탐상기는 25, 50 MHz 탐촉자를 사용한 경우 미세결함(균열)이 포함되어 있는 결함부 조차도 검출 불가능하였다.

(2) μ -SDS를 사용하여 125 MHz 탐촉자를 사용한 집속법은 결함부가 존재하는 것은 파악하였으나, 정확한 균열은 탐상할 수가 없었다. 비집속법은 비커스 압입자의 다이아몬드 형상을 검출할 수 있었다. 그러나 집속법과 비집속법은 정확한 균열을 탐상하는 것에는 문제가 있는 것으로 판단되어, 향후 보다 정밀한 탐상을 위해서는 고감도검출을 위한 추가 연구가 수행되어야 한다.

후 기

본 연구는 한국과학재단 국제협력연구사업 (F01-2007-000-10027-0) 지원으로 수행되었음.

참고문헌

- [1] T. S. Jones, D. Polansky and H. Berger "Radiation inspection methods for composites," NDT International, Vol. 21, No. 4, pp. 277-282 (1988)
- [2] A. Tiwari, E. G. Henneke II and K. L. Reifsnider, "Damage characterization of a crossply Sic/CAS-II ceramic composite under fatigue loading using a real-time acousto-ultrasonic NDE technique," Journal of Composites Technology & Research, JCTRER, Vol. 17, No. 3, pp. 221-227 (1995)
- [3] L. W. Anson, R. C. Chivers and K. E. Puttick, "On the feasibility of detecting pre-cracking fatigue damage in metal-matrix composites by ultrasonic techniques," Composites Science and Technology, Vol. 55, pp. 63-73 (1995)
- [4] G. Caprino and R. Teri, "Residual strength evaluation of impacted GHP laminates with acoustic emission monitoring," Composites Science and Technology, Vol. 53, pp. 13-57 (1995)
- [5] K. W. Nam, S. S. Park, S. H. Ahn, J. Y. Do and I. D. Park, "Fatigue behavior of STS316L weldments and degradation characteristic evaluation by ultrasonic test," Journal of the

- KSNT, Vol. 23, No. 2, pp. 156-164 (2003)
- [6] Y. B. George, R. G. Edward and D. K. James, "High frequency ultrasonic characterization of sintered silicon carbide," J. Am. Ceram. Soc., Vol. 72, pp. 383-387 (1989)
- [7] M. Nakatani, K. Ando and K. Houjou, "Oxidation behaviour of $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Y}_2\text{O}_3$ system ceramics and effect of crack-healing treatment on oxidation," J. Eur. Ceram. Soc., Vol. 28, pp. 1251-1257 (2008)
- [8] Junichi Murai, "Minimum Unite Rating Analysis Image", Japan Patent No. 2896385