

음향방출을 이용한 유리의 비커스 압입 균열 특성

Characteristics of Cracks under Vickers Indentation in Glass Using Acoustic Emission

박혜연 · 이종규 · 박흥일 · 이병우

H. Y. Park, J. K. Lee, H. I. Park and B. W. Lee

(접수일 : 2011년 06월 28일, 수정일 : 2011년 11월 04일, 채택확정 : 2011년 11월 12일)

Key Words : Glass (유리), Vickers Indentation (비커스 압입), Acoustic Emission (음향방출), Radial/Median Crack (라디알/메디안 균열), AE Energy (AE 에너지)

Abstract : Acoustic emission (AE) is known to be sensitive to fracture process and so it was expected that AE data may propose as a means of monitoring the fracture information. The aim of this study is to analyze the characteristic of AE signal emitted from glass during Vickers indentation. To observe AE characteristics by surface effect, both glass and coating glass were studied. During Vickers indentation loading, AE signal resulted from penny-like crack is detected. During Vickers indentation unloading, AE signal resulted from both radial/median crack and lateral crack is detected. In case of indentation on glass, the emission energy(ϵ) is found to be approximately proportional to the fourth power of the crack length. In case of indentation on coating glass, the emission energy(ϵ) is approximately proportional to the crack length.

1. 서 론

최근 구조재료의 경량화에 따라 비강도 및 비강성, 내식성을 갖춘 고기능성인 세라믹스는 구조기기 부품 외에도 전기전자, 화학, 광학 및 생체분야의 중요한 소재로 사용되고 있다.¹⁾ 세라믹스는 이온결합이나 공유결합을 취하는 취성재료로써 극히 미소한 변형에도 그 내부에 축적되는 에너지는 크며 응력을 완화시키기 위해 미소균열을 발생시키는 특징을 가진다. 미소균열은 세라믹스 취성과파괴 연구의 근본 출발점이 되므로 세라믹스의 기계적 성질에 대한 정량적인 평가를 위해서는 파괴거동을 규명하기 위한 보다 미시적인 접근이 필요하다.²⁾ 이러한 파괴 거동을 연구하기 위한 미시적 접근법으로 취성과파괴에 대한 파괴인성치(K_{IC})를 구하는 역학적 방법이 주로 사용된다. 본 연구에서는 파괴역학적 방법 중 비커스 압자를 취성재료 표면에 압입해서 압흔 주위에 발생한

수직균열 크기에 근거하여 파괴인성치를 평가하는 압입파괴법(Indentation Fracture Method, IF법)을 적용하였다. 압입파괴법을 사용한 예로 취성재료인 유리에 비커스 압자의 하중이 가해질/loading cycle 때 압축하중이 작용하면 표면에서부터 발생한 압흔 영역 아래에 페니 형상 균열(penny-like crack)이 발생하여 아래 방향으로 성장하게 된다. 하중을 제거(unloading cycle)하면 재료내부에 잔류응력 에너지가 해방되면서 균열이 표면방향으로 더욱 성장하게 되고 최종적으로 반원 또는 반타원 형상의 라디알/메디안 균열(radial/median crack)을 형성한다.³⁾ 또, 압자 접촉면 아래 압흔 영역의 바닥근처에는 레터럴 균열(lateral crack)이 발생하여 그 시점 좌우로 평행하게 전개한다.⁴⁾ 이때 발생한 균열들의 특성은 비파괴검사의 일종인 음향방출시험(Acoustic Emission Test, AE)을 이용하여 검토한다. 음향방출시험은 재료가 외부의 응력작용으로 변형 및 파괴가 일어날 때 재료 내부의 특성 및 작용응력 형태에 따라 방출되는 탄성파를 표면에 부착시킨 센서로 검출하여 이를 전기적 신호로 변환시켜 그 신호들을 해석함으로써 재료내부에서 일어나고 있는 여러 현상들을 파악하는 기술이다.⁵⁾

이병우(교신저자) : 부경대학교 신소재공학부
 E-mail : leebw@pknu.ac.kr, Tel : 051-629-6378
 박혜연 : 부경대학교 대학원
 이종규 : 부경대학교 물리학과
 박흥일 : 부경대학교 신소재공학부

세라믹스를 실제 산업제품으로 사용 범위를 넓히기 위해서 세라믹스의 파괴역학 이론을 배경으로 취성재료에 IF법과 AE 시험을 적용하여 이때 발생하는 균열 발생 및 전개에 따라 방출되어지는 AE 특성을 검토해 보는 연구가 필요하다. 이는 재료에 발생한 미소 균열의 생성과 진전과정에서 발생한 AE 파형을 정확하게 검출 및 감시하는 것에 의해 재료의 수명 예측 등 객관적인 건전성 평가에도 응용할 수 있기 때문이다.

본 논문에서는 취성재료인 유리와 코팅유리에 압입파괴법의 일종인 비커스 압입법을 이용하여 압입하중에 따라 검출 되는 AE 신호를 관찰한다. 그리고 이때 유리 표면에 발생하는 균열과 AE 파형과의 연관성 및 그 특성들을 이해하는 것이 목적이다.

2. 실험 방법

2.1 실험재료

본 실험 재료는 파괴역학 이론적 접근이 적합한 취성재료 중 가장 경제적이고 균열 관찰이 용이한 소다라임유리를 채택하였다.

유리 시편의 규격은 76×26×1(가로×세로×두께, mm)로 가공한 것을 사용하였고 Table 1은 소다라임유리의 화학 조성을 나타낸다. 유리 표면에 발생하는 균열의 진전을 방해하기 위해 유리 시편 표면에 다음과 같은 방법으로 코팅을 하였다. 5% HF와 H₂SO₄ 용액으로 표면을 부식시켜 코팅이 잘 되도록 요철을 만들고 450℃에서 용융된 질산 칼륨용액에 1시간 동안 침적시킨 후 상온에서 냉각 한 것을 코팅 유리시편으로 사용하였다.

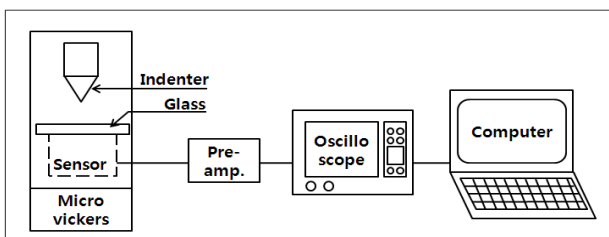


Fig. 1 Schematic diagram of AE signal detection system

2.2 비커스 압입 시험

유리에 비커스 압입 시 균열 특성을 관찰하기 위해 최대 압입하중 범위 2.942N에서 9.807N까지 0.9807N단위로 마이크로 비커스 경도기(Mitutoyo HM-211, Japan)를 이용하여 하중 부하시간 5초, 유지시간 10초, 제거시간 5초의 조건으로 압입하였다.

코팅 유리는 표면의 코팅막에 의해 인성이 부여되어 마이크로 압입 하중 범위 내에서 AE 파형 검출 능력이 현저하게 감소하였다. 그러므로 하중 범위가 높은 비커스 경도기(Mitutoyo HV-100, Japan)를 이용하였고 압입하중 범위는 9.807N에서 29.42N까지 9.807N단위로 압입을 실시하였다. 이때 하중 부하시간, 유지시간 및 제거시간은 마이크로 비커스 압입법과 동일하였다.

2.3 AE 시험

AE 시험은 취성재료의 미시파괴과정을 해석하기 위해 비커스 압입이 이루어지는 재료에 AE센서를 부착하여 균열의 발생 및 전개에 따른 AE 신호 특성을 관찰하였다. 신호의 파형과 주파수 특성을 검출하기 위하여 LeCroy 9310M의 오실로스코프를 이용하였다. 직경 22mm의 175kHz의 센서(AET AC175L)에서 검출된 신호는 RITEC BR-640 증폭기에서 40dB 증폭시켜 오실로스코프 상에 나타난다. 오실로스코프는 8bit 수직해상도와 0.5μs/pt 샘플 속도로 비커스 압입 시 방출되는 AE 신호를 검출한다.

AE 신호의 측정을 위해 100kHz~3MHz의 대역통과 필터를 사용하였고 임계전압값은 20mV로 배경잡음의 전압 레벨보다도 약간 크게 설정하였다. 이는 임계값보다 AE 신호의 진폭이 높게 올라가는 것을 AE 신호로서 측정할 수 있도록 설정⁵⁾하여 재료 표면에 균열 발생 시 나타나는 AE 특성을 조사한다. 이와 같이 압입시험 중 발생하는 음향방출 신호의 측정 시스템을 Fig. 1에 나타냈다.

3. 결과 및 고찰

3.1 압입시험에 의한 균열 발생 및 전개

Fig. 2는 유리에 비커스 압입을 실시하였을 때 압!

Table 1 Chemical compositions of sodalime glass (wt.%)

Specimen	SiO ₂	Na ₂ O	K ₂ O	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SO ₃
Sodalime glass	72.20	14.30	1.20	6.40	4.30	1.20	0.03	0.30

입 단계에 따른 균열의 발생 및 전개의 모식도이다. 이때 θ 는 비커스 압자의 반각을 나타낸다. 비커스 압자가 시험편의 표면에 접촉하게 되면 그 표면 직하에 페니 형상 균열(penny-like crack)이 생성되고 압축하중의 증가로 인해 이러한 균열이 아래 방향으로 점점 성장한다. 비커스 압입 하중을 제거하면 페니 형상 균열은 잔류응력 에너지가 해방되면서 표면 방향으로 더욱 성장하여 최종적으로 반원 또는 반타원형 형상인 라디알/메디안 균열(radial/median crack)로 전개된다. 레터럴 균열(lateral crack)은 압자 접촉면 아래 압흔 영역의 바닥근처에서 발생하여 그 시점 좌우로 평행하게 전개한 것을 보여 준다.⁴⁾

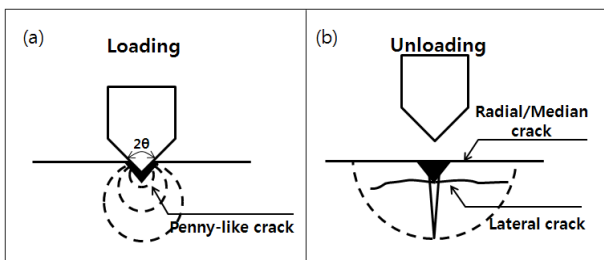


Fig. 2 Crack configuration around Vickers indentations
(a) penny-like crack during loading cycle
(b) radial/median, lateral cracks during unloading cycle

Fig. 3은 표면 균열을 관찰하기 위해 9.807N으로 비커스 압입 후 유리의 표면을 광학현미경으로 촬영한 것이다. (a)는 비커스 압흔, (b)는 라디알/메디안 균열, (c)는 압흔과 라디알/메디안 균열 근처의 후광(halo)을 표시한 것으로써 이는 표면 아래의 레터럴 균열로부터 반사된 것이다.⁶⁾ 이로부터 표면 아래에 발생 하는 레터럴 균열의 근거 및 평면도 사진에서 그 크기도 측정 할 수 있다.

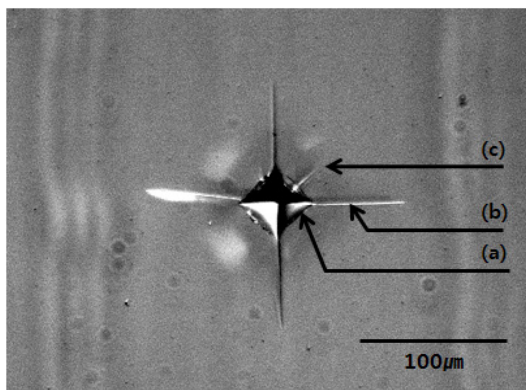


Fig. 3 Cracks generated from Vickers indentation at 9.807N load

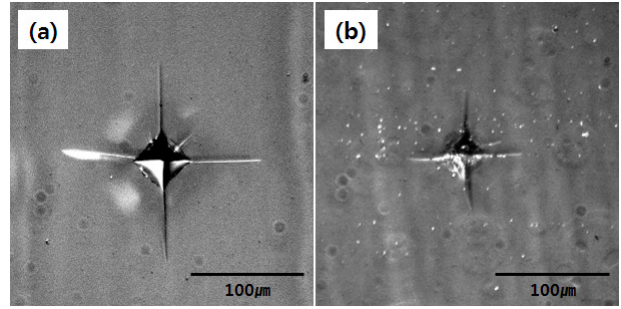


Fig. 4 A top view of (a) glass and (b) coating glass at 9.807N indentation load

Fig. 4는 유리와 코팅유리에 대해 동일한 9.807N의 하중으로 압입 후 얻어진 광학현미경 사진이다. 동일한 압입 하중에서 코팅유리에 발생한 라디알/메디안 균열의 크기가 유리에 발생한 균열보다 더 작은 것을 관찰 할 수 있었다. 이는 표면으로 전개하는 라디알/메디안 균열이 표면의 코팅효과로 인해 균열의 진전이 방해되었기 때문으로 생각된다.

3.2 AE 파형 및 균열 특성

Fig. 5는 비커스 하중 9.807N으로 압입 하였을 때 압입 단계에 따라 방출된 AE 파형을 나타낸다. AE 계측에 의해 얻어진 AE 파형은 전기신호로 전환해서 얻어진 물리량인 전압 값(V)으로 나타냈다. 압입 단계 중의 AE 신호는 하중 부하 단계와 하중 제거 단계에서 검출 되었으며 이를 균열 발생 및 전개 메카니즘과 연결해 보면 하중 부하 단계에서 검출된 파형은 페니 형상 균열, 하중 제거 단계에서 검출된 파형은 라디알/메디안 균열 및 레터럴 균열의 영향을 받은 파형으로 생각된다. AE 파형의 크기가 최대가 된 지점을 AE 최대 진폭이라 하였다. 압입 단계 별 이들 최대 진폭을 비교해 보면 하중 제거 단계에서 발생한 AE 파형의 최대 진폭이 하중 부하 단계의 AE 최대 진폭보다 더 큰 것을 볼 수 있다. 이는 유리 표면이 국부 변형되어 그 변형에너지의 일부가 신호로 방출되는 것으로 여겨지며 즉, AE 신호는 변형된 영역에 비례하는 크기로 나타난다. 하중을 부하하는 단계에서는 페니 형상 균열이 발생하고 하중을 제거하는 단계에서는 페니 형상 균열이 유리 표면과 만나 발생된 라디알/메디안 균열과 레터럴 균열이 발생한다. 여기서 하중 제거 시 발생하는 라디알/메디안 균열과 레터럴 균열 두 영역의 크기에 비례된 AE 신호가 방출되므로 하중을 제거하는 단계에서 발생한 AE 최대 진폭이 하중 부하 단계에서 발생한 AE 최대 진폭보다 더 크게 발생하는 것으로 여겨진다.

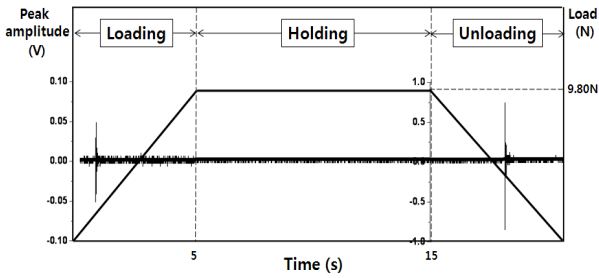


Fig. 5 AE waves emitted from glass during Vickers indentation at 9.807N load

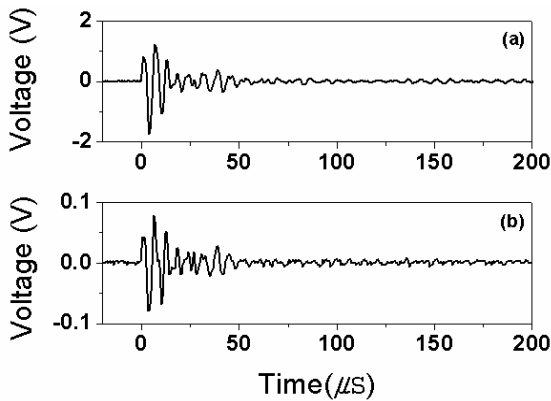


Fig. 6 Typical AE waveforms emitted from (a) glass and (b) coating glass during unloading indentation cycle

균열이 주로 전개되어지는 하중 제거 단계를 주목하여 유리와 코팅유리의 파형 비교를 Fig. 6에 나타내었다. 코팅유리에서 방출된 AE 최대 진폭이 유리에서 방출된 AE 최대 진폭에 비해 약 1/20 수준으로 낮은 것을 확인 할 수 있다. 이는 하중 제거 단계에서 코팅유리의 표면에 부여된 코팅 막의 인성 때문에 표면 방향으로의 균열 진전을 방해하여 라디알/메디안 균열길이 크기도 유리에 비해 작고 방출된 AE 최대 진폭도 더 낮은 것으로 여겨진다.

AE 에너지 또한 균열영역과 압흔 주위의 응력 영역에 저장된 변형에너지의 방출에 비례한다. IF법에서 발생하는 AE 신호는 라디알/메디안 균열에 영향을 받은 것으로 AE 에너지(ϵ)는 균열길이(C)와 연관 될 것이다. 여기서 AE 에너지는 파형의 면적으로써 각 AE 신호에 대한 절대값으로 계산되고 (3.1)의 식⁹⁾으로 나타낼 수 있다.

$$\epsilon = \sum_{i=1}^N \int_{t=0}^{T_i} V_{ab} dt \quad (3.1)$$

여기서 V_{ab} 는 절대 전압, T_i 는 각 특정화된 AE

파형의 지속시간, t 는 시간이다.

그리고 라디알/메디안 균열의 전체 에너지 πc^2 로 AE 에너지와의 관계는 식(3.2)으로 나타낼 수 있다.

$$\epsilon \propto (\pi c^2) U_M \quad (3.2)$$

여기서 U_M 은 변형에너지다. Lawn과 Fuller³⁾에 의하면 압입응력영역의 특정치수는 균열길이(C)이며 특정면적과 부피는 각각 C^2 과 C^3 이다. 그리고 응력영역의 세기는 P/C^2 에 비례하고 변형에너지밀도는 P^2/E 에 비례하기 때문에 전체 변형에너지(U_M)는 식(3.3)으로 나타 낼 수 있다.

$$U_M \propto P^2/EC \quad (3.3)$$

IF법에서 사용된 파괴인성치를 구하는 식⁸⁾을 압입 하중과 균열로 정리하게 되면 식(3.4)로 나타 낼 수 있으며 이때 K_{IC} 는 파괴인성치이고 χ 는 압자와 시편으로부터 얻어지는 무차원 정수이다.

$$PC^{-3/2} = K_{IC}/\chi \quad (3.4)$$

식 (3.2), (3.3) 및 (3.4)로부터 AE 에너지(ϵ)는 식 (3.5)로 나타낼 수 있으며 AE 에너지(ϵ)는 균열길이 (C)의 4승에 비례한다는 것을 알 수 있다.^{3,7)}

$$\epsilon \propto (K_{IC}^2/E)C^4 \quad (3.5)$$

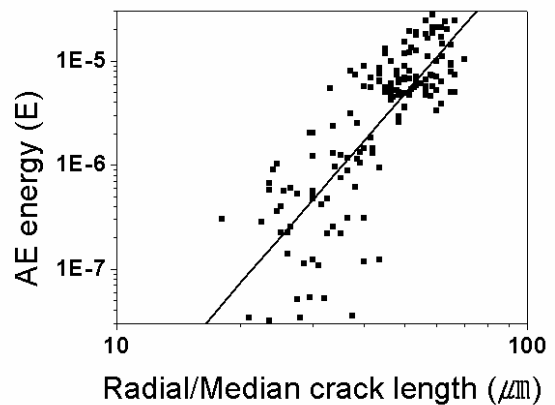


Fig. 7 Acoustic emission energy plotted against radial/median crack length in glass during unloading cycle

Fig. 7은 유리에 마이크로 비커스 압입 시 방출되는 AE 특성 결과로써 하중을 제거하는 단계에서 라디알/메디안 균열이 주로 전개되므로 이때 발생한 파형의 에너지를 균열 길이에 대해 나타내었다. 이를 통해 AE 에너지가 균열길이(C)의 4.5승에 비례한다

는 것을 알 수 있었다. 이를 바탕으로 코팅 유리표면의 균열 전개 시 방출되어지는 AE 특성을 유리와 비교하기 위해 코팅유리에 대해 비커스 압입 시 방출되는 AE 에너지를 라디알/메디안 균열 길이에 대해 Fig. 8에 나타내었다. 이때 코팅 효과로 인해 유리에 실시했던 마이크로 압입 하중범위에서는 AE 검출능이 현저하게 저하되었으므로 하중범위를 높여 비커스 압입방법을 실시하였다. 코팅유리에 비커스 압입 시 방출되어지는 AE 신호의 에너지는 라디알/메디안 균열 길이에 대해 0.9승으로 거의 균열 길이(C)에 비례한다는 것을 알 수 있었다.

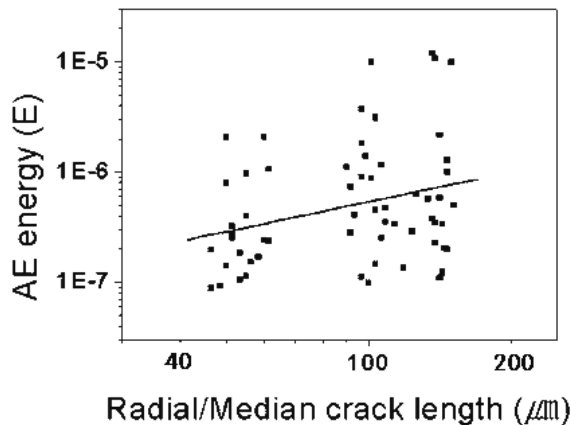


Fig. 8 Acoustic emission energy plotted against radial/median crack length in coating glass during unloading cycle

4. 결 론

세라믹 등의 취성재료는 아주 작은 변형에도 미소균열을 발생시키는 특징을 가진다. 미소균열은 세라믹 취성파괴의 근본점이 되므로 이들 거동을 알아보는 것이 중요하다. 그러므로 유리와 코팅유리 표면에 비커스 압입방법을 이용하여 이때 발생하는 균열에 대한 AE 파형의 특성을 관찰한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1) 표면의 AE 파형들은 비커스 압자에 하중을 가하는 단계(loading)에서는 페니 형상 균열, 하중을 제거하는 단계(unloading)에서는 라디알/메디안 균열, 레터럴 균열 등의 영향을 받은 신호가 발생하였다. AE 파형의 최대 진폭은 하중 제거 단계가 하중 부하 단계에서 발생한 최대 진폭보다 더 높았다.

2) 유리와 코팅유리에 비커스 압입 시 발생하는 AE 파형을 비교한 결과, 하중을 제거하는 단계에서 코팅유리의 AE 최대 진폭이 유리에 비해 약 1/20 수준으로 낮게 측정되었다. 이는 유리표면 코팅 막의 인성으로 인해 표면내부로 균열의 진전이 방해된 것으로 생각되었다.

3) 2.942N에서 9.807N의 하중으로 유리의 마이크로 비커스 압입 한 결과 하중 제거 단계에서 방출된 AE 에너지는 균열 길이의 4.5승에 비례하였다. 이는 기존의 IF법 메카니즘으로 해석된 AE 에너지가 균열 길이의 4승에 비례한다는 이론치에 근사하였다. 9.807N에서 29.42N까지의 하중으로 코팅유리에 비커스 압입 시 발생한 AE 에너지는 균열길이의 0.9승에 비례하였다.

후 기

이 논문은 2010학년도 부경대학교의 지원을 받아 수행된 연구임(PK-2010-78).

참고 문헌

1. Chang-Hun Lee et al., 2004, "A study on the non-destructive characteristics of the composite structures using the acoustic emission", The Korean Society for Composite Materials, Vol. 1, pp. 139-142.
2. Byung-Koog Jang, Sang-Kuk Woo, 1998, "Evaluation of fracture behavior and formation of microcrack of alumina ceramics by acoustic emission", Journal of the Korean Ceramic Society, Vol. 35, No 6, pp. 551-558.
3. B. R. Lawn, E. R. Fuller, 1975, "Equilibrium penny-like cracks in indentation fracture", Journal of Materials Science, Vol. 10, No. 12, pp. 2016-2024.
4. D. B. Marshall et al., 1982, "Elastic/plastic indentation damage in ceramics: The lateral crack system", Journal of the American Ceramic Society, Vol. 65, No. 11, pp. 561-566.
5. J. O. Lee et al., 2003, "Acoustic Emission and its Applications", State of the art report, Vol. 21, No. 2, pp. 156-164.
6. J. T. Hagun, M. V. Swan, 1978, "The origin of

- median and lateral cracks around plastic indents in brittle materials”, *Journal of Physics D: Applied Physics*, Vol. 11, No. 15, pp. 2091-2102.
7. S. H. Lee, H. C. Kim, 1984, “Acoustic emission during indentation fracture of soda-lime glass”, *Journal of Materials Science Letters*, Vol. 3, No. 10, pp. 907-910.
 8. G. R. Anstis et al., 1981, “A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness: I. direct crack measurements”, *Journal of the American Ceramic Society*, Vol. 64, No. 9, pp. 533-538.
 9. N. H. Faisal et al., 2009, “The use of acoustic emission to characterize fracture behavior during Vickers indentation of HVOF thermally sprayed WC-Co coatings”, *Journal of Thermal Spray Technology*, Vol. 18, No. 4, pp. 525-535.