

碩士學位論文

Ceramic 溶射材의
Acoustic Emission 특성



濟州大學校 大學院
機械工學科

金 中 勳

1998年 12月

Ceramic 溶射材의 Acoustic Emission 특성

指導教授 金 貴 植
金 中 勳

이 論文을 工學 碩士學位 論文으로 提出함



金中勳의 工學 碩士學位 論文을 認准함

審査委員長_____인
委 員_____인
委 員_____인

濟州大學校 大學院

1998年 12月

**Acoustic Emission Characteristics
of Ceramic Sprayed Steel**

Joong-Hoon Kim

(Supervised by professor Gui-Shik Kim)



**A THESIS SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT OF THE REQUIREMENTS
FOR THE DEGREE OF MASTER OF ENGINEERING**

**DEPARTMENT OF MECHANICAL ENGINEERING
GRADUATE SCHOOL
CHEJU NATIONAL UNIVERSITY**

1998. 12.

목 차

Summary	1
I. 서론	2
II. 재료 및 방법	4
2.1 실험재료	4
2.2 실험장치 및 방법	7
III. 실험결과 및 고찰	12
3.1 세라믹용사재의 경도특성	12
3.2 무열처리재의 인장에 따른 AE발생거동	13
3.2.1 무열처리재의 AE발생거동	13
3.2.2 파단면 관찰 및 파괴기구	18
3.3 열처리재의 인장에 따른 AE 특성효과	21
3.3.1 Ni-4,5%Al코팅 열처리재의 인장에 따른 AE특성	21
3.3.2 Ni-4,5%Al코팅 열처리재의 파단면 관찰 및 파괴기구	26
3.3.3 TiO ₂ 코팅 열처리재의 인장에 따른 AE특성	29
3.3.4 TiO ₂ 코팅 열처리재의 파단면 관찰 및 파괴기구	34
IV. 결론	37
참고문헌	38

SUMMARY

This paper is investigated of hardness and adhesiveness of plasma sprayed coating steels by AE(Acoustic Emission) testing when loading a tensile. AE parameters used are event, count, energy and amplitude. Test specimens are carbon steel(S45C) with sprayed coating layers of Ni-4.5%Al(bond coating) and TiO₂(top coating), and carried out heat treatment at 800°C and 1000°C, respectively.

The results obtained are summarized as follows :

- 1) The microhardness of the heat treatment specimen has been improved more than that of non-heat treatment one, and the microhardness inanced as the temperature increases from 800°C to 1000°C
- 2) On the tensile test, the process and occurence of the exfoliation of the sprayed coating layer can be estimated by AE.
- 3) In the case of the plasma sprayed coating with heat treatment, the adhesiveness of bond coating with heat treatment at 1000°C is better than at 800°C. The top coating due to heat treatment increases the adhesivness, but the effect according to the heat treatment temperature is very little.
- 4) Characteristics of AE parameters, such as event, count, amplitude and energy, on the exfoliation of the layer are shown the similar aspects. The exfoliation of bond coating occures at about 25% of strain and top coating is about 5% of strain.

I. 서 론

최근 산업의 급속한 발전으로 고온, 부식, 마모 등이 복합적으로 작용하는 가혹한 환경하에서 사용되는 산업기계류가 증가하고 있으며, 이로 인하여 재료의 사용성능에 대한 요구조건이 더욱 엄격하게 되었다. 따라서 종래의 기계구조용 금속재료로는 가혹한 사용환경하에서의 사용은 한계가 있으므로 신소재의 개발이 절실히 요구되어 지고 있으며, 기계구조용 부재로서의 재료가 실가동시 사용환경에 대해 직접적으로 관계하는 부분은 그 표면이므로 재료의 표면에 내열성, 내마모성, 내식성 등의 탁월한 기능을 부여하는 표면개질기술이 여러 가지 산업분야에 광범위하게 사용되고 현저히 발전하고 있다. 이러한 신소재를 만들기 위한 표면개질기술의 방법으로는 크게 도금법, 화학증착법(Chemical Vapor Deposition:CVD), 물리증착법(Physical Vapor Deposition:PVD), 용사법 등이 있다.

한편, 용사법은 열원에 따라 화염용사(flame spraying), 폭발용사(detonation-gun spraying), 아크용사(arc spraying), 플라즈마용사(plasma spraying) 등으로 분류되며, 이 중 플라즈마용사법은 금속, 세라믹, 플라스틱 등 용융 가능한 거의 모든 재료가 가능하고, 이 중에서도 세라믹은 뛰어난 열적, 기계적 특성으로 인해 내열성, 내마모성 및 내식성 등의 기능이 필요한 기계구조물용 재료의 코팅재료로서 사용되고 있다[1]. 이러한 세라믹중 특히 TiO_2 세라믹은 뛰어난 열적, 기계적 특성으로 인해 내열성, 내마모성 및 내식성 등의 특성이 뛰어나 기계구조물용 재료에 널리 사용되고 있다[2][9].

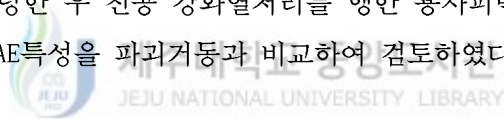
하지만 플라즈마용사는 고온영역의 용사온도로 인해 용사후의 냉각과정에 있어서 용사피막과 기재금속 양재료의 열팽창계수의 차이로 인해 용사피막에 남게되는 잔류응력은 용사피막의 실용화에 있어서 가장 큰 문제점으로 지적되고 있다. 이러한 열팽창계수의 차로 인해 발생하는 용사피막의 잔류응력에 대하여 기재와 피막사이에 중간층을 삽입함으로써 완화될수 있다는 연구결과가 보고되고 있다[3].

그러나, 플라즈마용사는 기계부품등에 용사를 할 경우 용사의 전처리 즉, 블라스팅(blasting)이 충분하여 비교적 결함이 없이 좋은 용사가 되었다고 하

더라도 기재와 용사피막의 결합이 완전하다고 할 수 없기 때문에 피막의 밀착성을 검사하는 기술에 대한 요구가 점차 높아지고 있다[4]. 그러나 지금까지 이러한 용사피막의 밀착성 평가는 주로 파괴시험으로 해왔으나 운전중에 용사부재를 연속적으로 검사하는 것은 불가능 하기 때문에 비파괴검사에 대한 요구가 높아지고 있으며, 특히 재료내부의 미소한 변형이나 손상의 발생을 고감도로 검출 할 수 있는 AE법이 주목되고 있다[5]-[7].

AE는 고체내에 국부적으로 형성되었던 변형에너지가 급격히 방출될 때 발생하는 탄성파로 정의되며, 고체내의 전위(dislocation)의 이동이나 미소균열의 생성 및 성장 등에 의한 변형에너지의 발생이 AE 신호원이 되므로, 이 AE신호로서 재료의 변형 및 용사재의 파괴거동을 추적할 수 있으므로 코팅재의 밀착강도 연구에 많이 이용하고 있다[10].

따라서 본 연구에서는 세라믹용사 코팅재의 기계적 특성을 AE법에 의하여 평가할 수 있는 기준을 마련하기 위하여, 탄소강 S45C를 기재(substrate)로 하여 본드코팅재로서 금속계 분말 Ni-4.5%Al과 산화물계 세라믹 TiO₂를 플라즈마 용사법에 의해 코팅한 후 진공 강화열처리를 행한 용사피막에 대하여 인장하중 부가시 발생하는 AE특성을 파괴거동과 비교하여 검토하였다.



II. 재료 및 방법

2.1 시험재료

본 실험에 사용된 시험편의 기재로는 탄소강(S45C)을 사용하였으며 기재의 화학적 성분을 Table 1에, 시험편 형상 및 치수를 Fig. 1에 나타내었다. 코팅에 앞서 전처리로 기재의 표면을 Table 2의 조건으로 Blasting을 실시하였다. 코팅은 플라즈마 용사장치를 이용하여 Table 3의 조건으로 실시하였다. 코팅재료는 탑코팅으로 세라믹 TiO_2 를, 본드코팅으로 Ni-4.5%Al 합금 분말을 사용하였으며, 코팅층의 두께는 본드코팅은 약 $100\mu m$, 탑코팅은 약 $150\mu m$ 로 하였으며, 코팅 분말의 기계적성질은 Table 4에 나타내었다.

시험편의 종류는 용사피막의 밀착강도를 개선하기 위하여 아래에 나타낸 7 종류의 시험편을 제작하였다.

- SUB : 기재 S45C를 블라스팅 처리한 시험편
- BOND : SUB재를 본드(NI-4.5%Al)코팅한 시험편
- BOND800 : BOND재를 $800^{\circ}C$ 에서 열처리한 시험편
- BOND1000 : BOND재를 $1000^{\circ}C$ 에서 열처리한 시험편
- TOP : BOND재 위에 세라믹(TiO_2)코팅한 시험편
- TOP800 : TOP재를 $800^{\circ}C$ 에서 열처리한 시험편
- TOP1000 : TOP재를 $1000^{\circ}C$ 에서 열처리한 시험편

한편, 열처리는 BOND시험편 및 TOP시험편에 대하여 진공압 10^{-5} Torr.에서 온도를 $800^{\circ}C$ 와 $1000^{\circ}C$ 에서 20분 동안 실시한 후 상온이 될 때까지 냉각하였다.

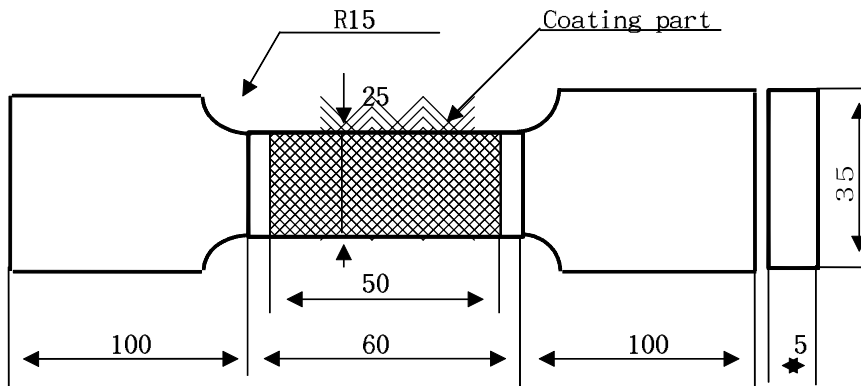


Fig. 1 The shape and dimension of test specimen(unit: mm)

Table 1 Chemical composition of S45C(wt.%)

C	Si	Mn	P	S
0.464 ~ 0.470	0.246 ~ 0.251	0.770 ~ 0.774	0.0154 ~ 0.0162	0.00693 ~ 0.00835

Table 2 Blasting conditions

Material composition	Powder size (μm)	Air pressure (atm)	Distance (mm)
White alumina	15~53	3	50~100

Table 3 Spraying conditions

condition Powder	Type 4MP powder feed Unit		Plasma gas (psi)		DC amps	DC volts	Spray dis. (mm)
	Flow meter (ft ³ /h)	Feed rate indication	Ar	H ₂			
TiO ₂	37	84	80	15	500	65~70	75~100
Ni-4.5%Al	37	45	80	15	500	65~70	100~150



Table 4 Powder conditions

Condition Powder	Typical composition	Typical size range	Melting point
Ni-4.5%Al	Aluminum 4.5% Nickel balance	-170 + 325 mesh (-88+45 microns)	1215°F (660°C)
TiO ₂	Titanium dioxide 99% minimum	-270 + 10 microns (-53+10 microns)	3490°F (1920°C)

2.2 실험장치 및 방법

2.2.1 용사장치

용사재의 제작에 사용된 플라즈마 용사장치(METCO Co.)의 계통도를 Fig. 2에 나타내었다. 플라즈마 용사장치는 Power supply unit, Plasma spray control unit, Powder feeder, Heat exchanger 및 Plasma spray gun 등으로 구성되어 있으며, 장치의 작동은 음극과 양극사이에 전기를 통하고 여기에 수소 및 아르곤 가스를 통과시키면 가스는 가열과 분해에 의해 팽창되고 이온화를 일으켜 노즐선단부에서 발생하는 고온(약 16,500℃)에 분말상의 재료가 플라즈마 속에서 녹으면서 고속(650m/min)으로 분사 되면서 기체에 적층시키는 장치이다,

2.2.2 경도시험

경도시험은 마이크로 비커스경도시험기(Willson Co.)를 이용하였다. 시험은 ASTM E384-73에 의거 시험하중 300gf, 하중 유지시간 30초로 하여 측정하였으며, 시험위치는 시험편의 3배 이상 떨어진 곳을 10개소 이상 선정하여 측정하였으며, 이 측정값의 평균을 시험값으로 하였다.

2.2.3 인장시험 및 AE 측정

플라즈마 용사장치에 의해 제작된 용사 시험편은 AE특성을 조사하기 위하여 Fig. 3에 나타낸 바와같이 인장시험과 AE신호 측정은 동시에 실시하였다. 인장시험은 만능재료시험기(Zwick Co., 600KN)를 사용하여 표점거리 50mm, 크로스헤드 이송속도 1mm/min로 인장력을 가하면서 Stress-Strain 관계 및 용사코팅재의 파손과정 탐지를 위한 AE 측정을 동시에 행하였다. AE 측정장치는 MITRAS 2001(Physical Acoustic Co.)를 사용하였으며, 측정시 검출된 AE 신호는 주파수 영역 10KHz~1.2MHz의 전역에 걸쳐 40dB로 증폭하였다. Fig. 4에는 AE 측정원리를 나타내었으며, Fig. 5는 AE신호의 예로서 본 연구에 사용된 AE parameter를 정의한 것이다. AE parameter는 Threshold, count, Amplitude, Event 및 energy등을 이용하여 정리하였다. AE 센서와 고정용지그와의 밀착은 자석으로 고정되는 홀더에 고탄성 스펀지에 의해 일정한 압력으로 누르고, AE 센서와 시험편과의 접촉

은 고진공 실리콘을 발라 밀착성을 증가 시켰다.

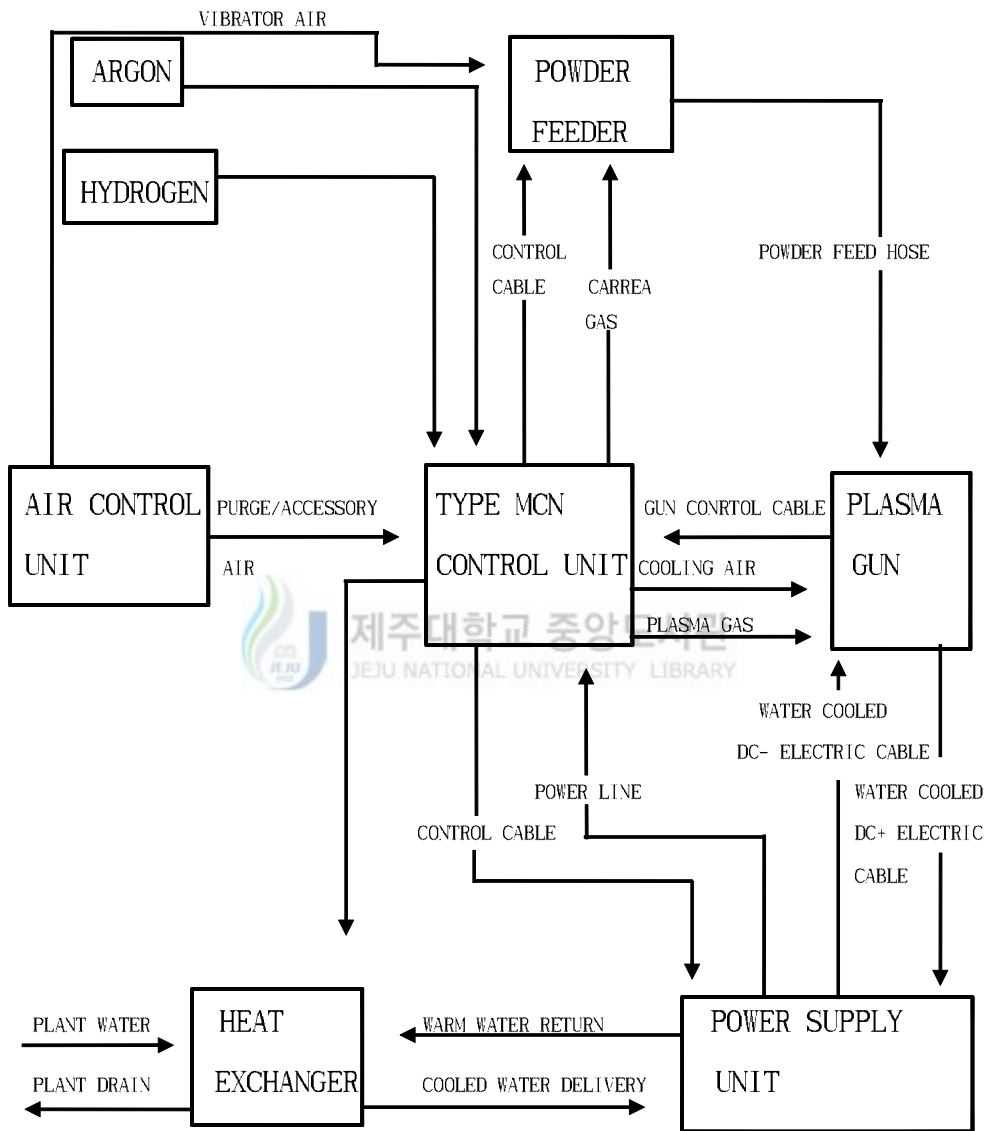


Fig.2 Plasma spray system

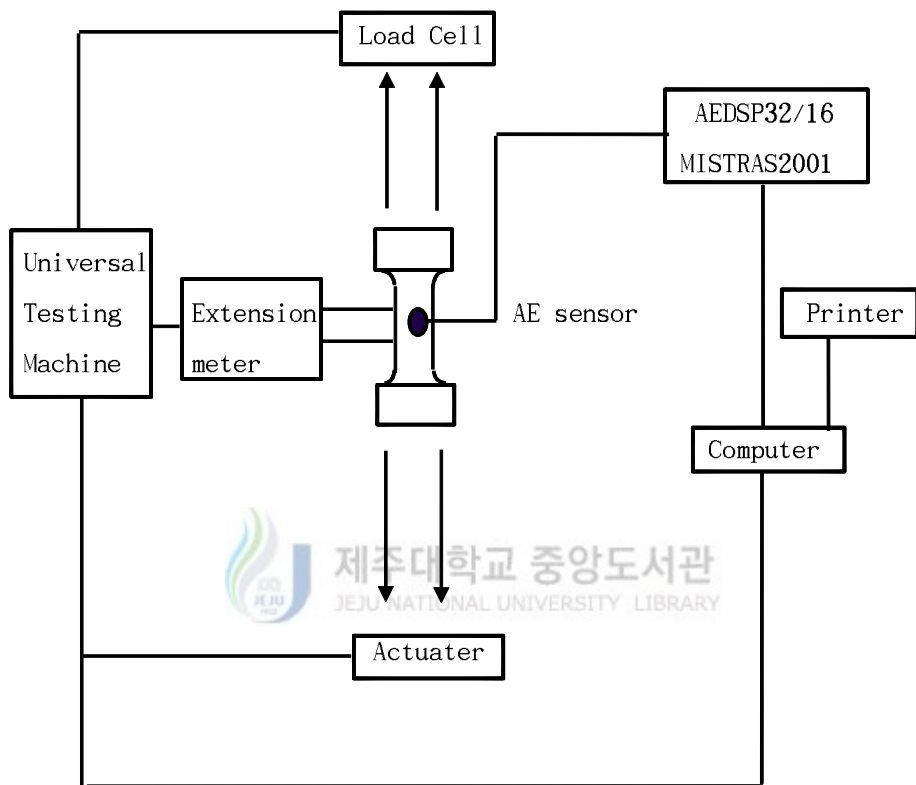


Fig. 3 Experimental apparatus

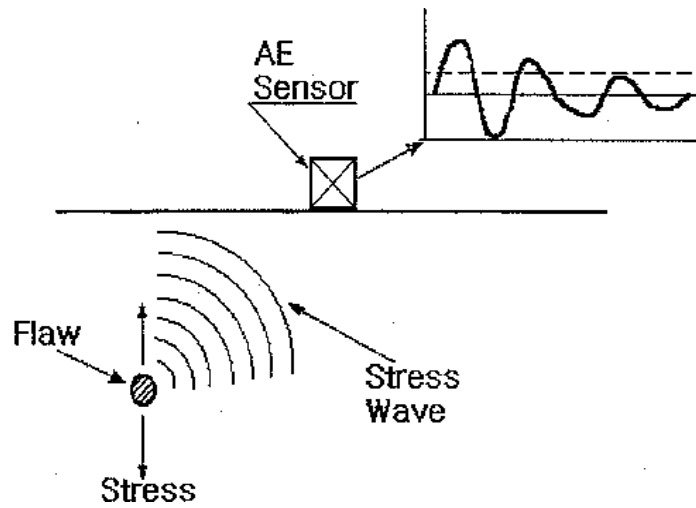


Fig. 4 Basic principle of the acoustic emission method

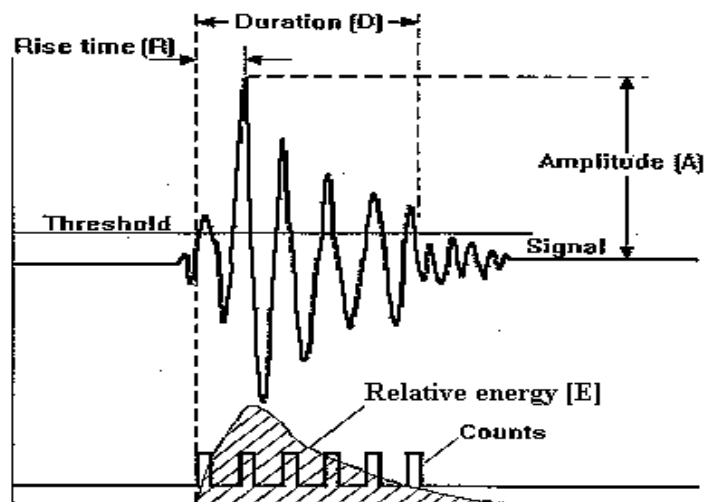


Fig. 5 Schematic AE signals corresponding to one AE event

Ⅲ. 실험결과 및 고찰

3.1 세라믹 용사재의 경도특성

Table 5는 기재 및 용사재의 비커스경도(Hv) 측정결과를 나타낸 것으로 열처리를 행한 시험편이 무열처리 시험편보다 경도가 크게 나타남을 알 수 있다. 이는 열처리에 의해 코팅층의 내부에 존재하는 기공들이 미세화됨에 따라 조직이 치밀해지고 밀착성이 양호하여 경도가 상승된 것으로 추정된다.

Table 5에 나타난 바와 같이 열처리온도에 따른 경도는 BOND 및 TOP시험편 모두 1000℃의 경우가 800℃일 때보다 높게 나타났으며, TOP시험편의 경도는 SUB시험편과 BOND시험편 보다 매우 높게 나타났다. 이는 열처리에 의한 확산작용에 의해 기재와 본드층 사이의 계면의 밀착강도가 높아지고, 또 세라믹 피막 내의 균열, 기공, 용사입자들의 경계가 화학적 혹은 물리적으로 접합되어 코팅밀도가 향상되므로 경도가 높아진것으로 생각된다[2].

Table 5 Variation of microhardness by heat treatment.

Materials	Microvickers hardness (Hv)		
	As-sprayed	800℃	1000℃
SUB	260	290	280
BOND	261	363	327
TOP	768	999	912

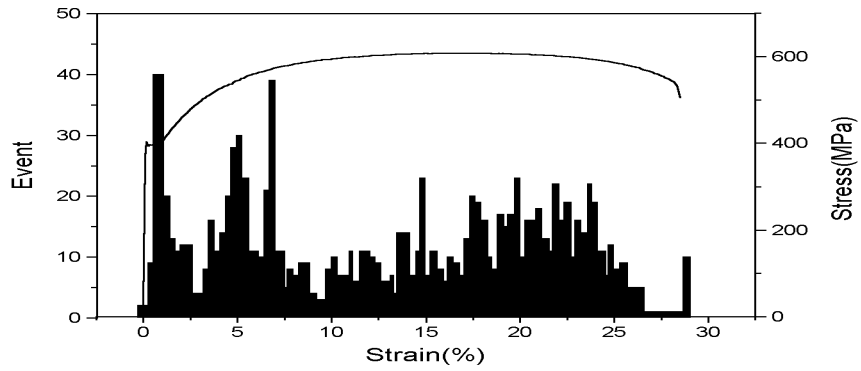
3.2 무열처리재의 인장에 따른 AE 발생거동

3.2.1 무열처리재의 AE발생거동

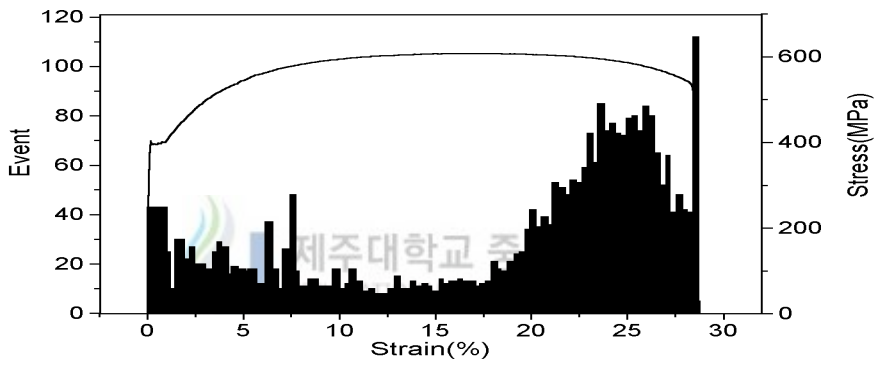
SUB시험편, BOND시험편 및 TOP시험편에 대한 AE event와 응력-변형률곡선 및 Amplitude와의 관계를 Fig. 6과 Fig. 7에 나타내었다. 여기서 Amplitude 값은 Threshold 값을 45dB로 설정하였으므로 Threshold 값 이상의 신호만이 나타나 있다.

Fig. 6에서 세종류의 시험편 모두 응력-변형률곡선은 거의 동일하며, 따라서 용사열에 의한 기재의 변형이 없음을 나타낸다. 음향방출 특성은 용사피막의 유무에 관계없이 전 영역에서 발생하고 있으며, SUB시험편, BOND시험편, TOP시험편 순으로 매우 활발한 음향방출이 일어나고 있음을 알 수 있다. 또한, Fig. 7의 AE Event와 Amplitude의 관계에서 AE Event 분포는 모든 시험편에서 Amplitude값이 55dB 이하에서 가장 많이 발생하고 있으나, Amplitude의 최대값은 SUB시험편이 75dB이하, BOND시험편이 80dB이하, TOP시험편이 97dB이하로 용사피막을 가진 코팅재에서 높은 Amplitude 값을 가진 음향방출이 일어나고 있음을 알 수 있으며, 총 AE Event 수 및 Amplitude 최대값은 SUB시험편, BOND시험편 및 TOP시험편의 순으로 높게 나타나고 있음을 알 수 있다.

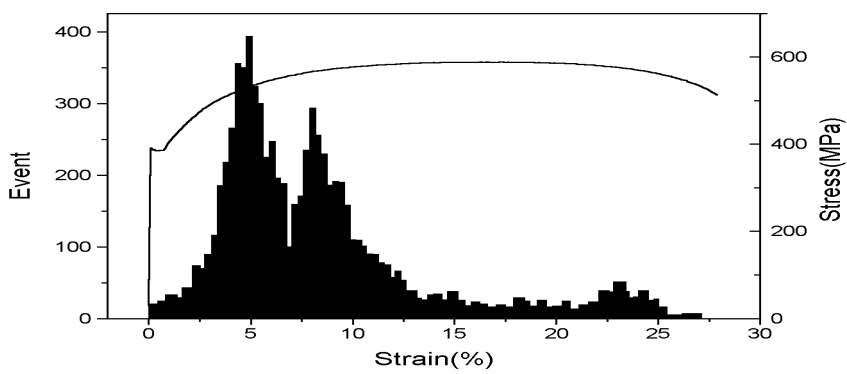
이와같이 용사피막을 가진 용사재가 SUB시험편에 비해 음향방출이 활발하고 높은 Amplitude값을 가진 음향방출이 발생하는 것은 SUB시험편에는 없는 음향방출원 즉, 용사피막내에서 박리의 생성, 성장 및 탈락 등에 의해 SUB시험편과는 다른 양상의 음향방출이 일어난다고 추정할 수 있다. 여기서, BOND시험편의 AE Event 특성을 살펴보면 인장시험시 하중과 변형률의 증가와 함께 인장시험 초기에는 SUB시험편과 비슷한 특성을 보이다가 변형률이 17% 구간을 지나 파단점에 근접하면서 Event 수가 증가 하고, TOP시험편의 경우는 변형률 3~13%의 구간에서 AE Event가 급격히 증가했다가 변형률의 증가와 함께 Event가 감소면서 SUB시험편과 비슷한 양상의 Event가 발생하고 있다. 따라서 전술한 Event가 증가하는 구간에서 용사피막의 박리의 발생, 성장 및 탈락이 일어나고 있다고 판단되며, TOP시험편은 BOND시험편에 비해 비교적 큰 규모의 박리가 일어나고 있음을 알 수 있다.



(a) SUB

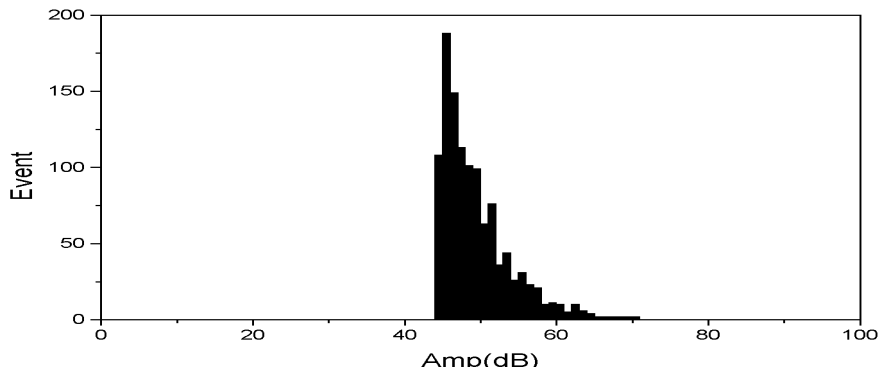


(b) BOND

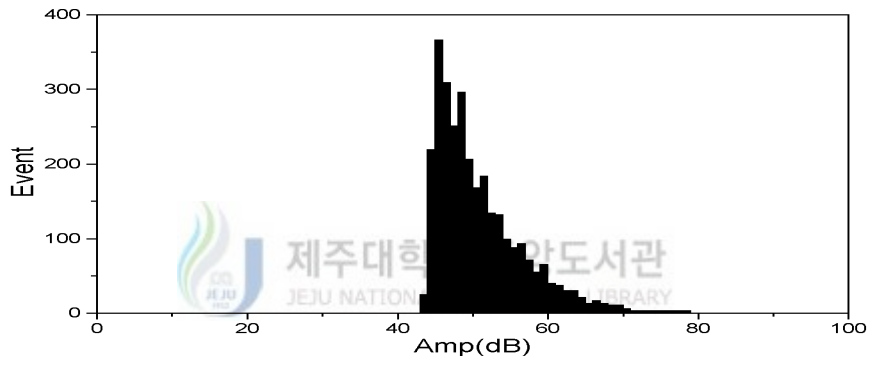


(c) TOP

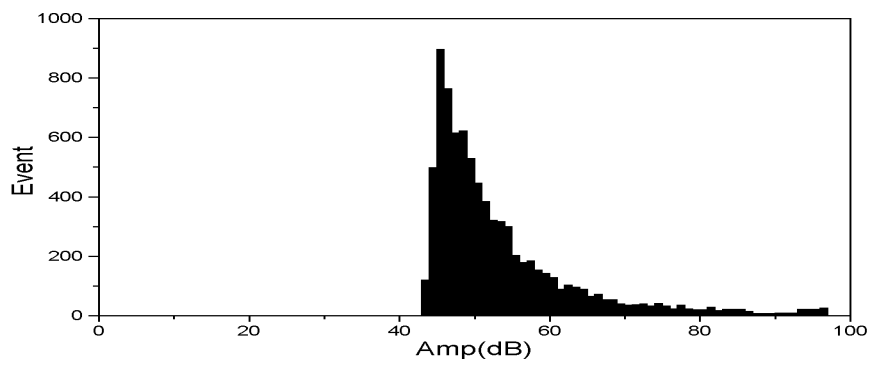
Fig. 6 Stress and Event vs. Strain



(a) SUB



(b) BOND



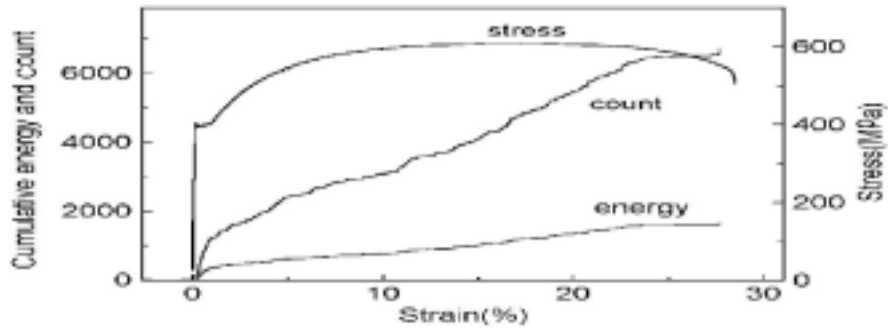
(c) TOP

Fig. 7 Event vs. Amplitude

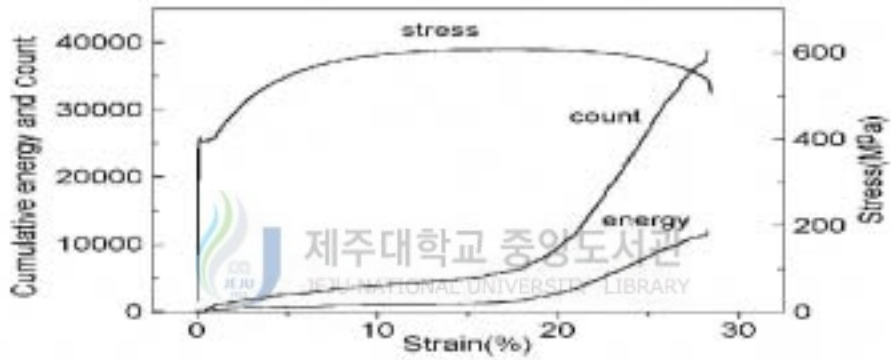
SUB시험편, BOND시험편 및 TOP시험편에 대한 AE Count와 Energy의 누적량과 응력-변형률곡선을 Fig. 8에 나타냈다. Fig. 8에서 AE Count 및 Energy의 발생은 전술한 Event 특성과 비슷하게 특성을 보여주고 있는데 BOND시험편의 경우 변형률 17% 구간에서 Count의 값이 급격히 증가하며 Energy값 또한 증가함을 알 수 있다. TOP시험편의 경우에는 변형률 5% 구간에서 급격한 증가를 나타내며 변형률 12% 구간까지 계속적으로 증가추세를 나타낸 후 변형률 12% 구간 이후부터는 거의 증가하지 않음을 알 수 있다. 이러한 값의 증가지점은 용사피막의 박리가 발생하는 위치로 추정할 수 있다.

총 AE Count 및 Energy는 SUB시험편, BOND시험편 및 TOP시험편의 순으로 높게 나타나고 있는데 이러한 경향은 BOND시험편의 박리 발생위치가 기재와 BOND코팅재 사이로 국한되어져 있으나 TOP시험편의 경우 기재와 BOND코팅재, BOND코팅재와 TOP코팅재 사이에서 박리가 발생되어 일어나는 현상으로 사료된다.

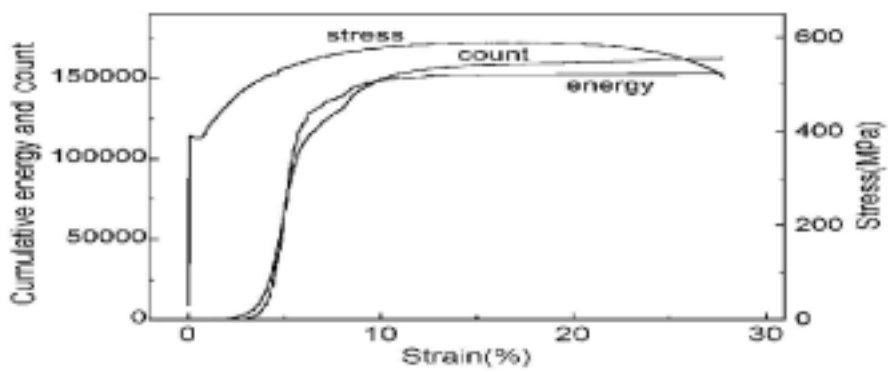
Fig. 8에서 변형률의 증가에 따른 Count와 Energy의 관계를 살펴보면 BOND시험편은 Stress의 증가에 따라 Count의 누적량의 증가하여도 Energy누적량은 크게 증가하지 않음을 알 수 있고 반면에 TOP시험편의 경우는 Count의 누적량의 증가에 따라 Energy 누적량 또한 급격히 증가함을 알 수 있다. 이는 BOND시험편에서 발생하는 박리의 생성, 성장 및 탈락이 크기가 TOP시험편에 비해 매우 작다고 생각된다. 다시말하면 TOP시험편에서 기재에 용사되어진 코팅재에 큰 균열의 발생함을 알 수 있다. 이는 이후에 나타난 SEM사진에서도 확인할 수 있다. 이로서 코팅재의 밀착정도는 BOND코팅이 우수함을 알 수 있다.



(a) SUB



(b) BOND



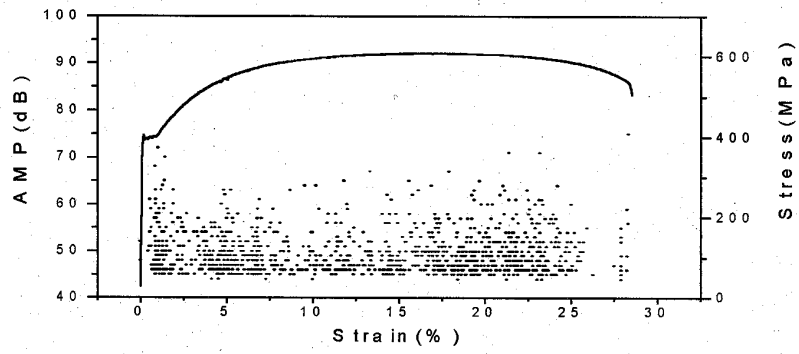
(c) TOP

Fig. 8 Cumulative Count and Energy vs. Strain

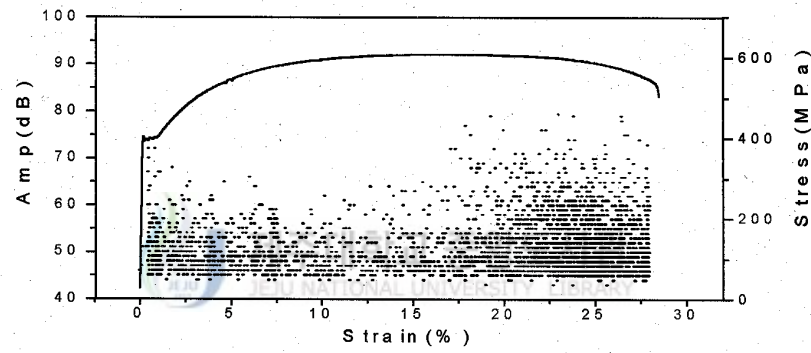
3.2.2 파단면 관찰 및 파괴기구

AE Amplitude와 응력-변형율과의 관계를 Fig. 9에, 인장시험시 파단부 근처의 표면의 SEM 사진을 Fig. 10에 나타내었다. Fig. 9에서 SUB시험편의 AE Amplitude 최대값은 75dB 정도이나, 그 분포를 살펴보면 대부분 Amplitude 65dB 이하의 음향방출이 전구간에 걸쳐 고르게 발생하고 있다. 또한 BOND시험편의 AE Amplitude 최대값은 SUB시험편 보다 조금 높은 80dB 정도이고, 변형율 17% 구간에서 파단시 까지의 구간에서 기재와 용사피막사이의 박리로 추정되는 음향방출이 활발하게 일어나고 있음을 알 수 있으며, 이 구간에서의 SUB시험편과 비슷한 Amplitude를 갖는 음향방출의 증가는 본드코팅층 내부에서의 소성변형과 파괴에 의해 발생한 것이고, SUB시험편 보다 높은 Amplitude를 갖는 음향방출은 기재와 본드코팅층 사이의 층간박리로 추정된다. 한편, TOP시험편의 AE Amplitude 최대값은 BOND시험편보다 높은 97dB 정도이고, 전술한 바와 같이 변형율 3~13%의 구간에서 박리가 발생하고 있음을 알 수 있으며, 이때 BOND시험편의 Amplitude값 보다 높은 약 80dB 이상의 음향방출은 탑코팅(TiO₂)층의 박리로 추정되며, 80dB 이하의 Amplitude를 가진 음향방출은 전술한 바와 같이 본드코팅층의 박리 또는 소성변형과 파괴에 의한 것으로 생각된다.

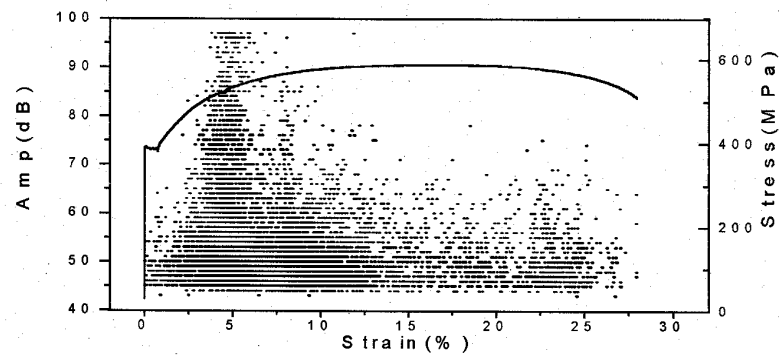
BOND시험편의 파괴특성은 파단부, 즉 파단부 근처에서 기재와 용사피막의 박리가 집중되며, 파단부에서 멀어질수록 용사피막의 박리는 적고 용사피막의 소성변형으로 추정되는 파괴가 일어나며, TOP시험편의 경우 탑코팅과 본드코팅층이 서로 결합된 상태에서 기재와 용사피막 사이의 박리와 본드코팅층과 탑코팅 사이의 박리가 시험편 전구간에 걸쳐 복합적으로 일어나고, 전자의 경우는 용사코팅층은 기재에서 탈락되어 떨어지고, 후자의 경우는 Fig. 9의 SEM 사진에 나타난 바와 같이 기재와 본드코팅층 사이의 박리가 BOND시험편에 비해 심하지 않음을 보여주고 있다. 이는 탑코팅층에 의해 본드코팅층 표면에 생성된 압축 잔류응력과 탑코팅에 의한 표면소성변형 구속효과 때문인 것으로 생각된다. 이와 같이 Amplitude값과 SEM사진에서 나타난 바와 같이 BOND코팅재가 TOP코팅재보다 밀착력이 클을 알 수 있으며 TOP시험편에서 박리의 수와 크기가 크게 발생하는 것을 알 수 있다.



(a) SUB

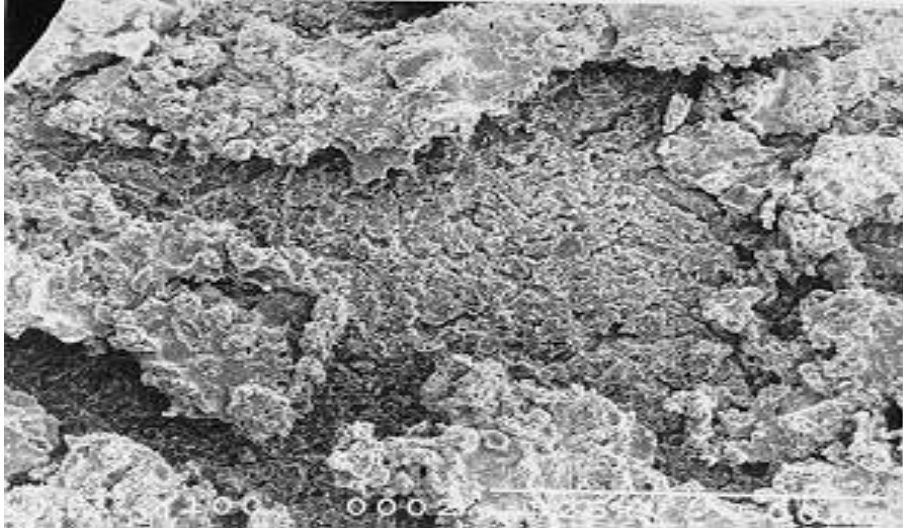


(b) BOND

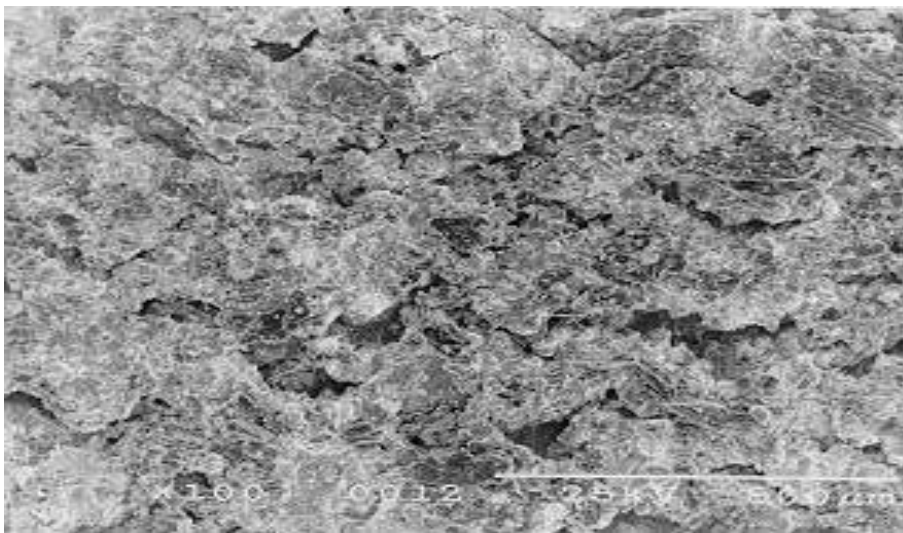


(c) TOP

Fig. 9 Stress and Amplitude vs. Strain



(a) BOND



(b) TOP

Fig. 10 Micro-photographs of specimen surfaces

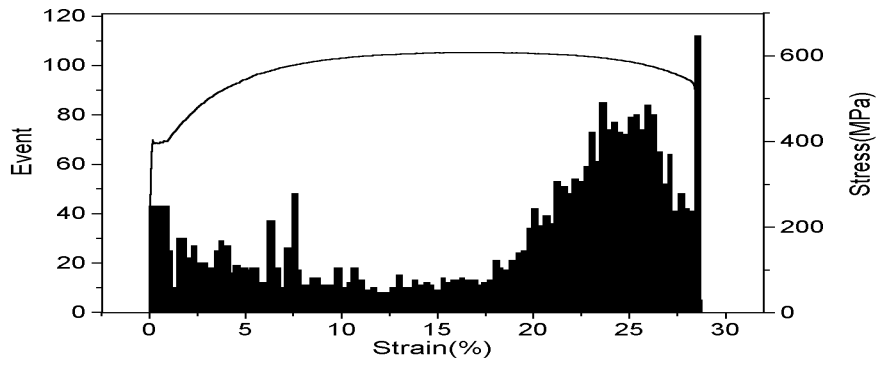
3.3 열처리재의 인장에 따른 AE특성

열처리는 BOND시험편과 TOP시험편에 각각 800℃ 및 1000℃에서 진공열처리 후 전술한 시험방법으로 인장시험중에 응력-변형율특성과 함께 AE parameter를 조사·검토하였다.

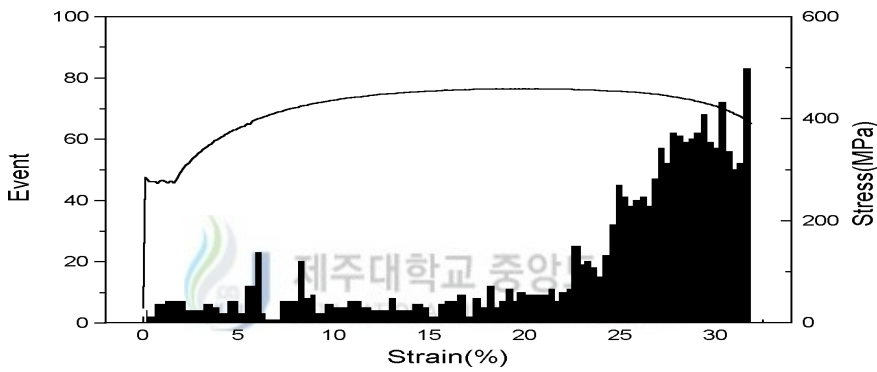
3.3.1 본드(Ni-4.5%Al)코팅 열처리재의 인장에 따른 AE특성

용사코팅 후 열처리를 하지않은 BOND시험편, 800℃ 와 1000℃에서 진공열처리를 실시한 BOND800시험편 및 BOND1000시험편의 AE Event 와 응력-변형율곡선 및 Amplitude 특성을 각각 Fig. 11 및 Fig. 12에 나타낸다. Fig. 11에서 BOND800시험편 및 BOND1000시험편은 열처리 효과로 인하여 BOND시험편에 비해 응력은 감소하고 변형율은 증가하였다. 음향방출 특성을 살펴보면 BOND시험편은 변형율 17% 부근에서, BOND800시험편은 변형율 22% 부근에서, 그리고 BOND1000시험편은 거의 파단점 부근에서 AE Event수가 뚜렷이 증가하고 있으며, 총 AE Event 수는 BOND시험편, BOND800시험편 및 BOND1000시험편의 순으로 높게 나타나 열처리 온도가 높을수록 음향방출이 활발하게 일어나지 않음을 알 수 있다. 따라서 이러한 음향방출의 감소는 본드코팅재를 열처리 한 경우 열처리 효과에 의해 기재와 용사피막간의 밀착강도가 어느정도 개선되어 음향방출원의 감소가 일어났기 때문이며, 800℃에서 보다 1000℃에서 열처리 한 것이 밀착강도 개선에 크게 기여한 것으로 생각된다.

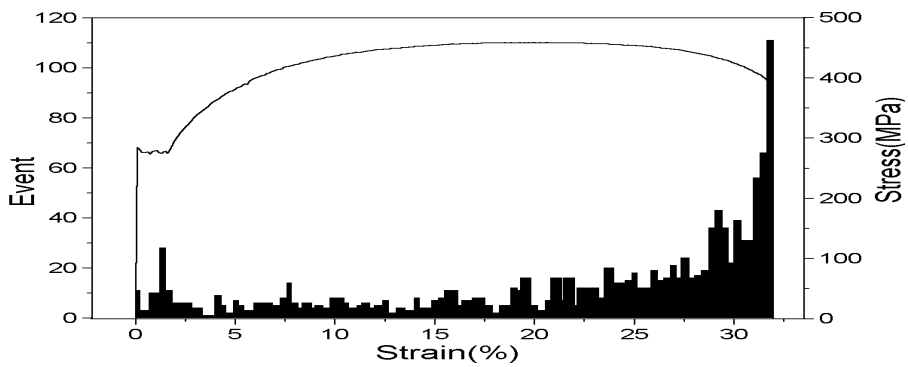
한편, Fig. 12의 AE Event와 Amplitude의 관계로부터 Amplitude 최대값은 BOND시험편이 80dB, BOND1000시험편은 75dB 정도로 나타났으나, BOND800시험편 경우 90dB로 BOND시험편 및 BOND1000시험편 보다 Amplitude 최대값이 높은 음향방출이 일어나고 있음을 알 수 있다. 이는 전술한 바와 같이 변형율의 증가 측면에서의 밀착강도 개선에는 어느 정도 기여를 하고 있으나, 파단면 해석부에 후술하는 바와같이 용사피막의 박리가 파단부 근처의 Necking에서 국부적으로 발생하여, 이 부분에서 다른 시험편에 비해 비교적 높은 Amplitude값을 가진 음향방출이 일어나기 때문으로 추정된다.



(a) BOND

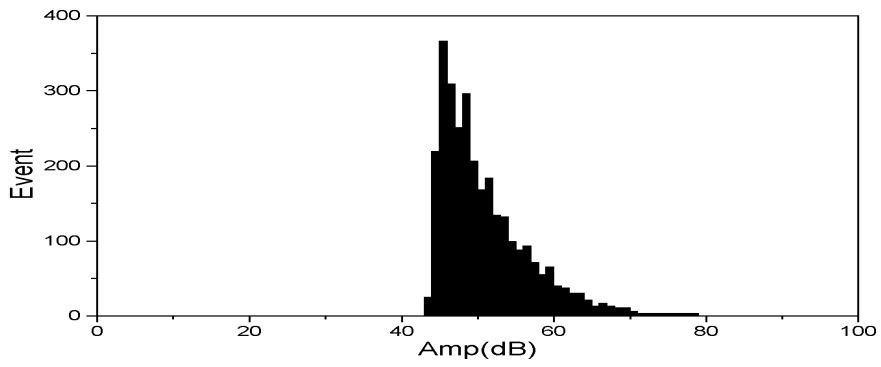


(b) BOND800

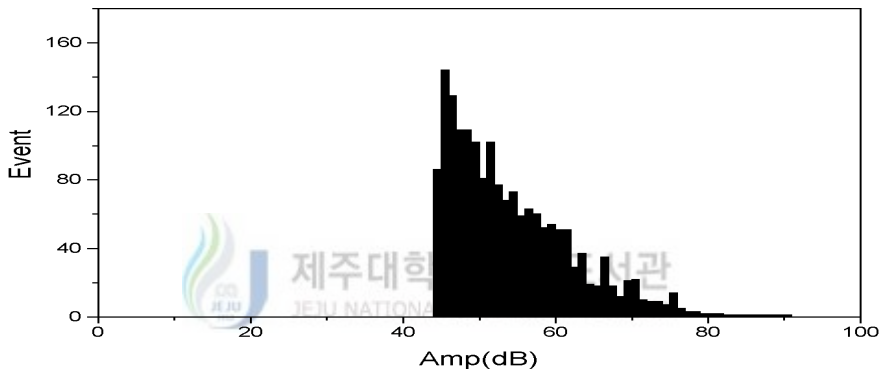


(c) BOND1000

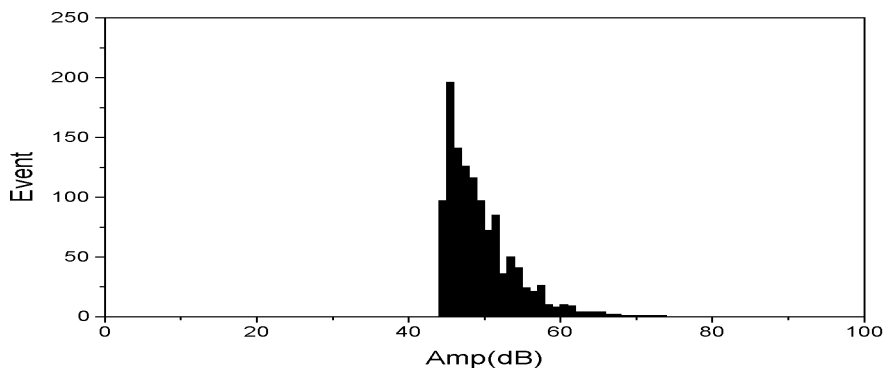
Fig. 11 Stress and Event vs. Strain



(a) BOND



(b) BOND800

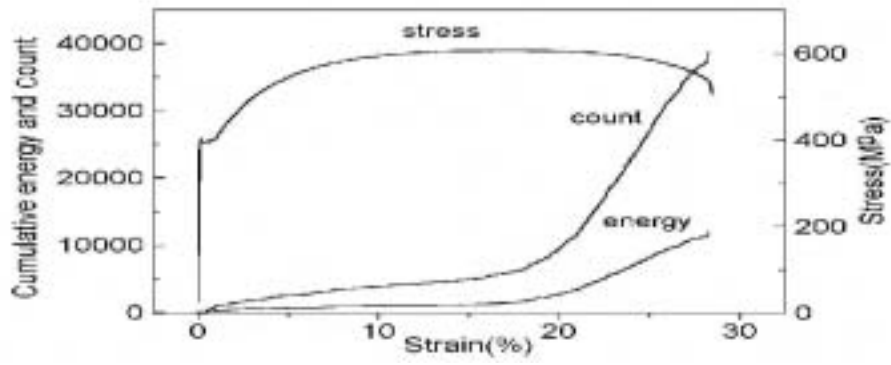


(c) BOND1000

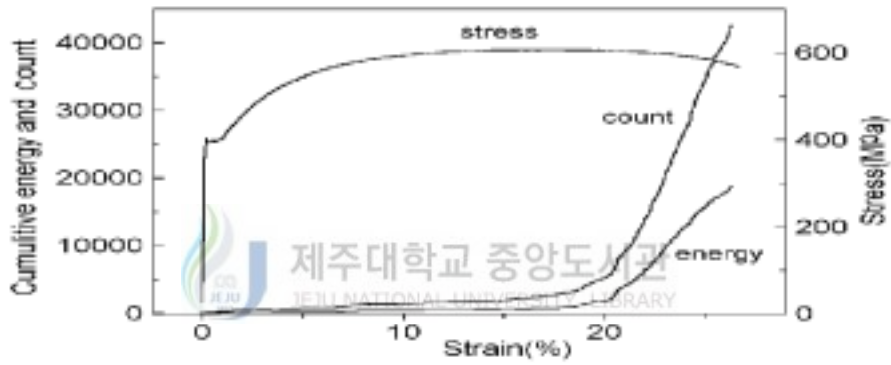
Fig. 12 Event vs. Amplitude

BOND시험편, BOND800시험편 및 BOND1000시험편의 AE Count, Energy의 누적량과 응력-변형을 곡선을 Fig. 13에 나타내었다. Fig. 13에 나타난 바와 같이 각 시험편의 AE Count 및 Energy 발생특성은 BOND800시험편의 경우 20% Strain 까지 BOND시험편의 누적량보다 낮은 값의 누적량으로 소폭의 증가를 보이다 변형을 20% 구간에서 급격한 증가를 보이고 있으며 BOND1000시험편의 값은 파단지점까지 아주 낮은 값의 누적량을 보이며 파단부분에서 Count의 값의 급격한 증가를 보이나 그 길이는 아주 짧게 나타났다. 이러한 값의 변화는 BOND코팅재는 1000℃ 열처리의 경우 Count와 Energy 누적량이 현저히 낮으며 전 구간에 걸쳐 완만하게 발생거동이 일어나는 것으로 보아 밀착강도 향상에 큰 효과가 있음을 알 수 있으며 파단된 시험편에서도 코팅재가 거의 대부분 기재에 용사상태 그대로 남아 있음을 볼 수 있다.

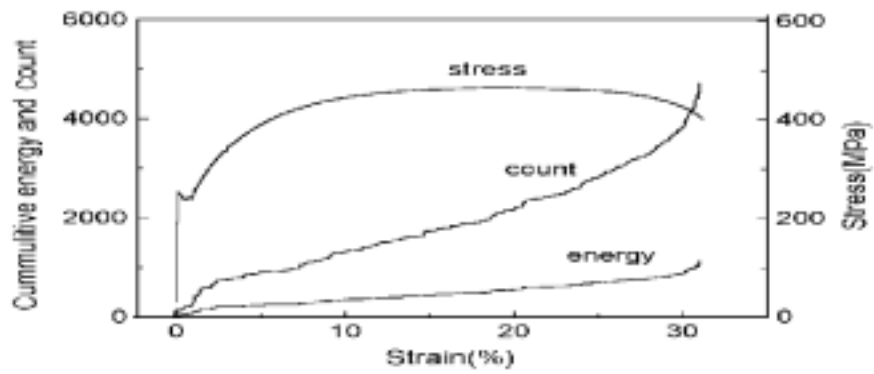
Fig. 13(a), (b) BOND시험편과 BOND800시험편의 경우 두 시험편의 변형을 20% 구간까지의 발생거동을 살펴보면 BOND800시험편의 경우 BOND시험편에 비해 낮은 값을 나타내는 것으로 보아 코팅재의 균열 및 박리의 발생이 양과 그 크기가 적음을 알 수 있으며 BOND시험편은 변형을 17% 구간, BOND1000시험편은 변형을 20% 구간 이후 많은 Count와 Energy값을 발생하며 그 값은 BOND1000시험편의 경우가 높게 나타남을 알 수 있다. 이는 800℃ 열처리의 경우 밀착력의 증가로 좀더 파단부 근처에서 박리가 발생하며 박리부위가 작아 많은 에너지가 방출된 것으로 판단된다. 따라서 800℃의 열처리로 인한 밀착강도의 향상을 알 수 있으며 800℃와 1000℃의 열처리효과를 비교해 볼 때 발생거동에서 1000℃의 경우가 800℃보다 훨씬 우수함을 알 수 있다. 이러한 경향은 Fig. 13의 각 그래프의 Count 증가에 따른 Energy 증가량에서도 알 수 있다. Count값의 증가에 따른 Energy의 증가크기가 BOND1000시험편, BOND800시험편, BOND시험편 순으로 BOND시험편의 경우가 박리의 크기가 크게 나타나며 열처리의 온도가 높을 수록 그 크기가 낮아짐을 알 수 있다.



(a) BOND



(b) BOND800



(c) BOND1000

Fig. 13 Cumulative Count and Energy vs. Strain

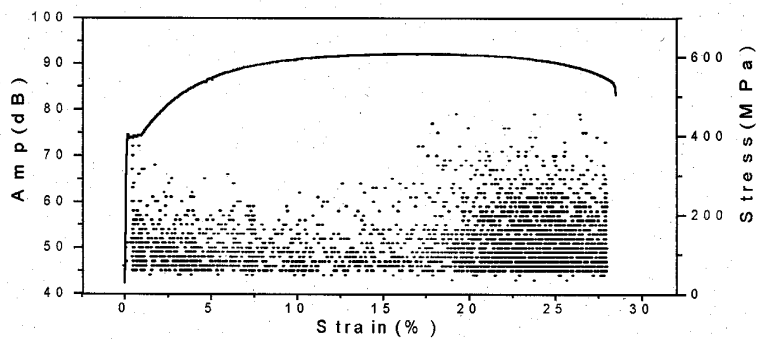
3.3.2 본드(Ni-4.5%Al)코팅 열처리재의 파단면관찰 및 파괴기구

AE Amplitude와 응력-변형율과의 관계를 Fig. 14에, 파단된 시험편의 SEM 사진을 Fig. 15에 나타내었다. Fig. 14에서 BOND800 및 BOND1000시험편의 경우 파단점 부근 이외의 구간에서 BOND시험편에 비해 Amplitude 값이 작은 음향방출이 발생하고 있는데, 이는 열처리로 인한 기재의 연화 때문으로 추정된다.

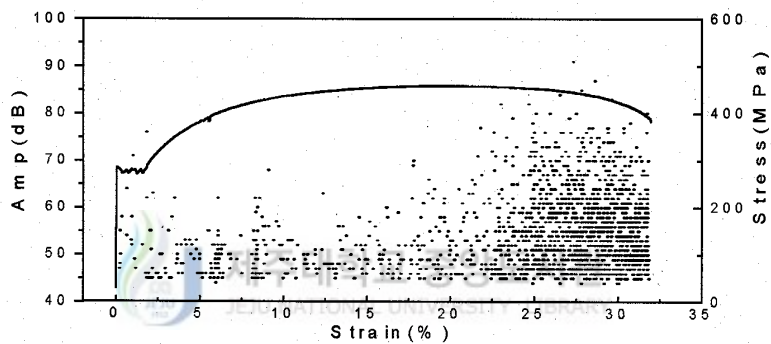
또한, BOND800시험편은 전술한 박리 발생구간으로 추정되는 파단점 근처에서 BOND시험편 및 BOND1000시험편에 비해 높은 Amplitude 값을 가진 음향방출이 발생하고 있으며, 이는 전술한 BOND시험편의 파괴특성과는 달리 BOND800시험편의 박리부위가 파단점 부위에 국한되어 있으며, 이 부위에 많은 에너지가 축적된 결과로 용사피막의 급격한 박리가 국부적으로 발생하기 때문으로 판단된다.

한편, BOND1000시험편의 경우는 Amplitude 값이 비교적 작은 음향방출이 일어나고 있다. 이것은 모재와 용사 피막간의 박리이기보다는 대부분 용사피막에서의 소성변형 및 파괴에 의한 음향방출로 추정된다. Fig. 15의 SEM 사진에 나타난 바와 같이 BOND시험편의 경우 박리가 크게 나타나 밀착이 불완전함을 알 수 있으며 BOND800시험편의 경우 선을 그리듯 박리가 발생된 것으로 보아 박리가 BOND시험편 보다 적으며 BOND1000시험편에서는 비교적 미세한 규모로 박리가 국부적으로 발생하였다. 이것으로 보아 1000℃ 열처리재가 BOND나 BOND800 시험편에 비해 밀착력 향상에 효과가 탁월함을 알 수 있다.

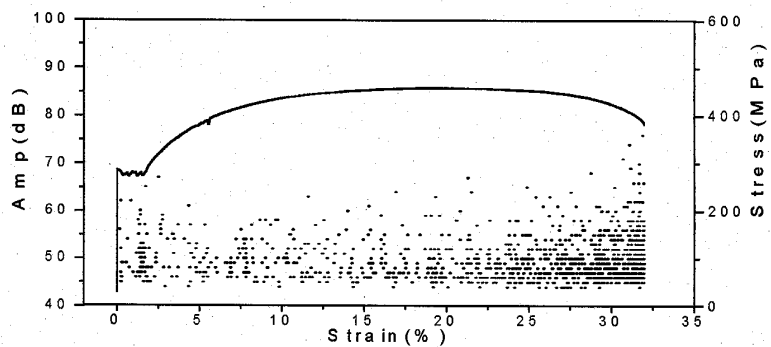
본드코팅재를 열처리했을 때, 기재와 본드코팅층 사이의 계면에서 원소확산에 의한 야금학적 결합이 이루어지는 것으로 추정되며, 이로 인해 기재와 본드코팅층 사이의 결합력이 증가하여 밀착강도가 개선된다고 생각되며, 800℃ 보다 1000℃에서 열처리하는 것이 밀착강도 개선효과는 현저히 증가하는 것으로 나타났다..



(a) BOND

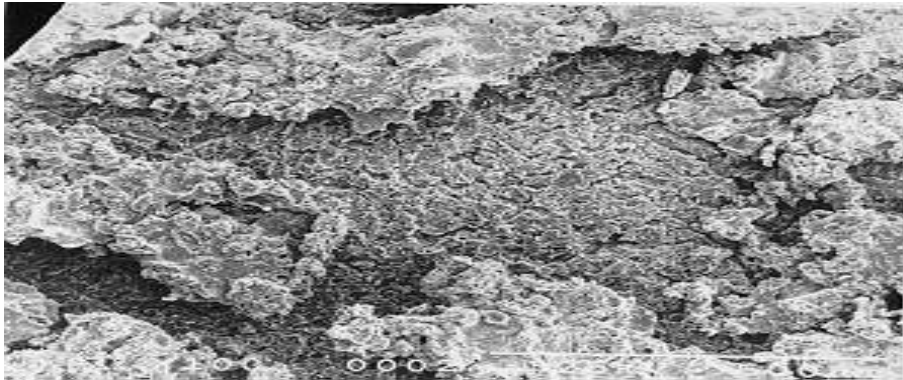


(b) BOND800

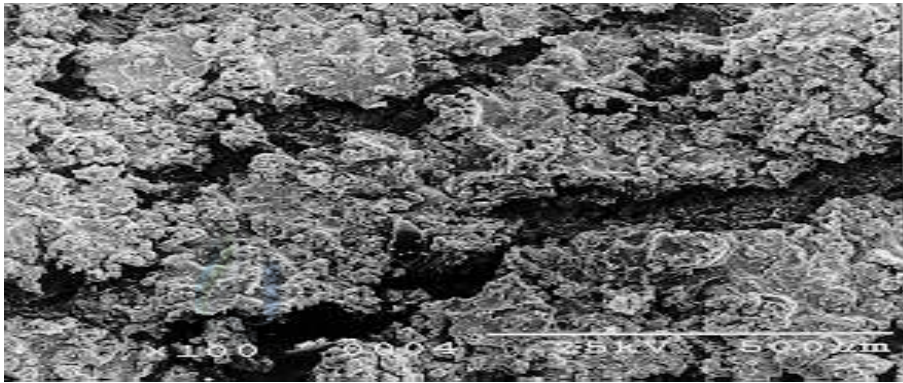


(c) BOND1000

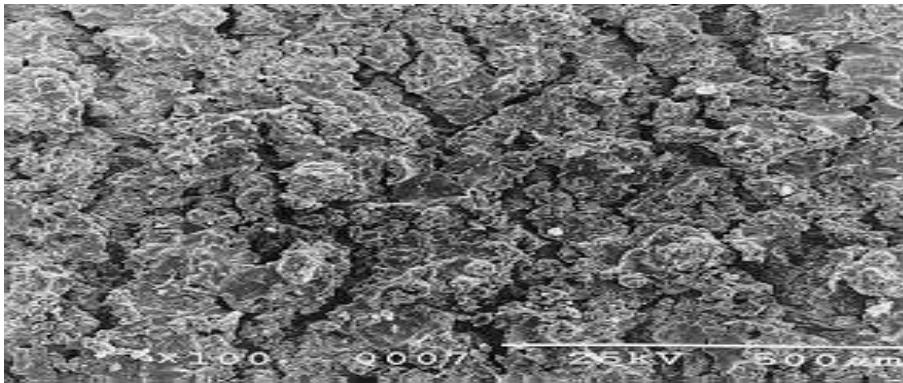
Fig. 14 Stress and Amplitude vs. Strain



(a) BOND



(b) BOND800



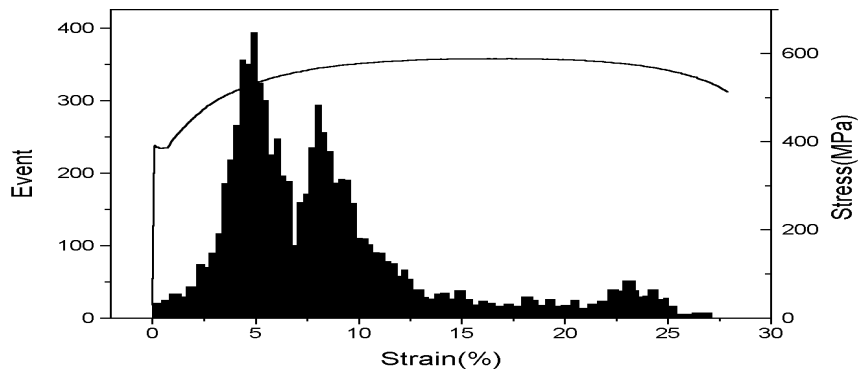
(c) BOND1000

Fig. 15 Micro-photographs of specimens surface

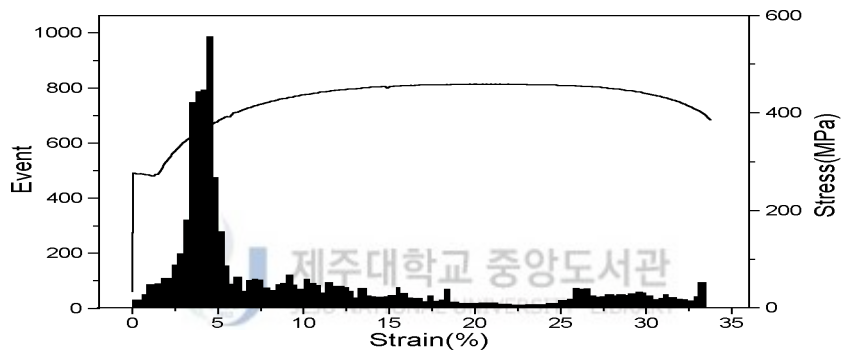
3.3.3 탑(TiO₂)코팅 열처리재의 인장에 따른 AE특성

TOP시험편과 800℃ 와 1000℃에서 각각 열처리 한 TOP800시험편 및 TOP1000 시험편의 AE Event와 응력-변형률곡선 및 Amplitude 특성을 Fig. 16과 Fig. 17에 나타내었다. Fig. 16에서 음향방출 특성을 살펴보면 TOP시험편은 전술한 바와 같이 변형률 2~13%의 구간에서, TOP800시험편은 변형률 2-5%의 구간에서 음향방출이 급격히 증가했다가 감소하고, TOP1000시험편의 경우는 변형률 5% 부근에서 비교적 작은 규모의 음향방출이 발생한 직후 음향방출이 급격히 증가하고 있다. 따라서 이 구간에서 용사피막 박리가 일어나는 것으로 추정되며, BOND800 및 TOP1000시험편이 TOP시험편에 비해 박리구간이 짧게 나타나고 있는 것을 알 수 있으며 TOP시험편의 경우 변형률 5% 구간에서 BOND코팅재와 TOP코팅재사이에서 박리가 발생하는 구간으로 볼 수 있으며 변형률 10% 구간에서는 기재와 BOND코팅재 사이에서 박리가 일어나는 것으로 볼 수 있으며 TOP800 및 TOP1000시험편의 경우 열처리로 인한 기재와 BOND코팅재의 밀착력 향상으로 변형률 5% 구간에서 BOND코팅재와 TOP코팅재에서 박리가 주로 발생되어지고 기재와 BOND코팅층과의 박리는 미약하게 일어난다고 판단할 수 있다. 박리의 크기 또한 후설할 Count와 Energy의 누적량에서 나타난 바와 같이 열처리재의 경우가 낮게 나타남을 알 수 있다. 이러한 경향은 Fig. 17의 AE Event 와 Amplitude 관계에서도 나타난다.

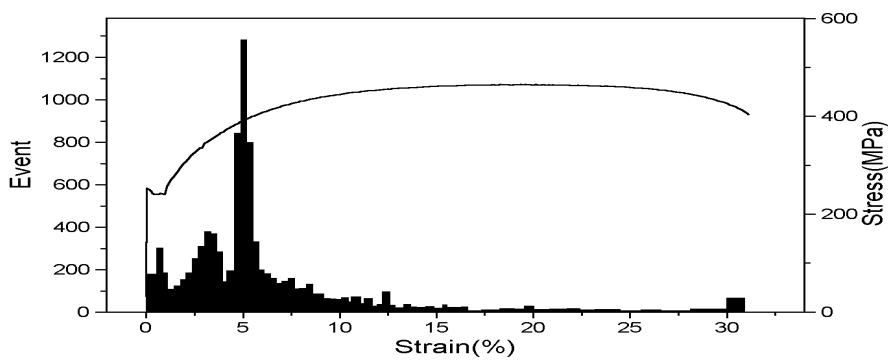
Fig. 17에서 TOP800시험편 및 TOP1000시험편의 경우 낮은 Amplitude의 Event는 TOP시험편보다 많이 나타나나 높은 Amplitude의 Event는 상대적으로 TOP시험편보다 적게 나타남을 알 수 있다. 따라서 TOP800시험편과 TOP1000시험편은 열처리의 효과로 밀착력이 증가하여 박리의 크기가 줄어든 것으로 판단되어진다.



(a) TOP

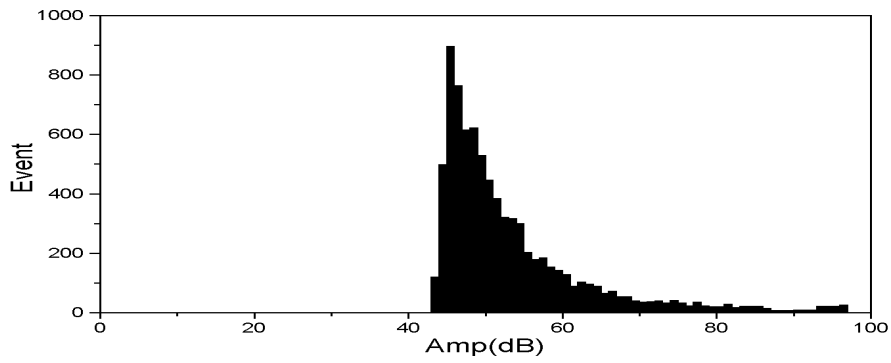


(b) TOP800

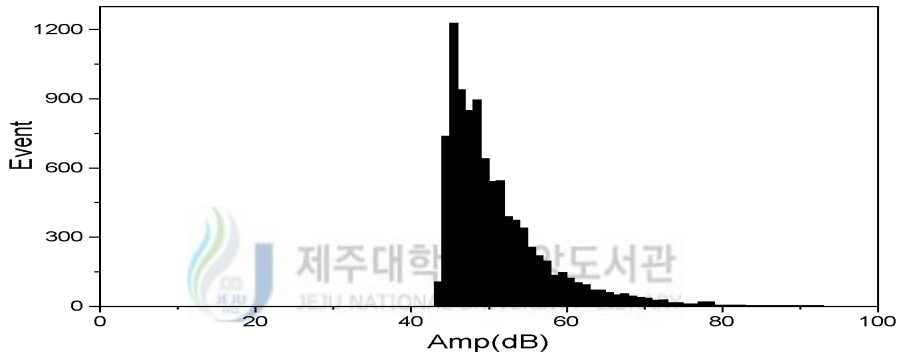


(c) TOP1000

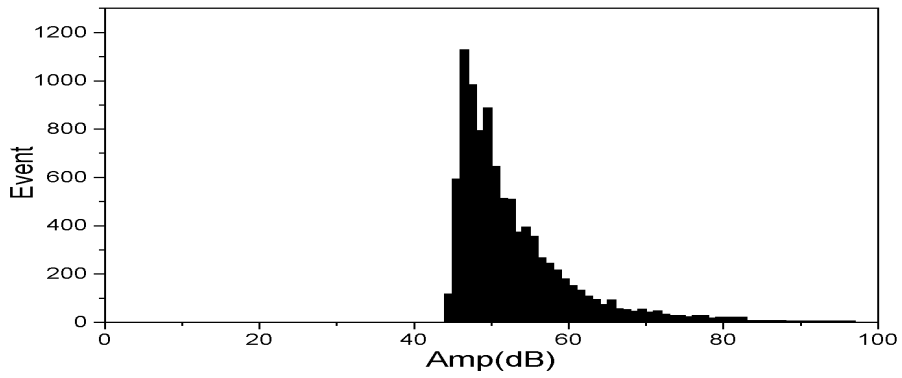
Fig. 16 Stress and Event vs. Strain



(a) TOP



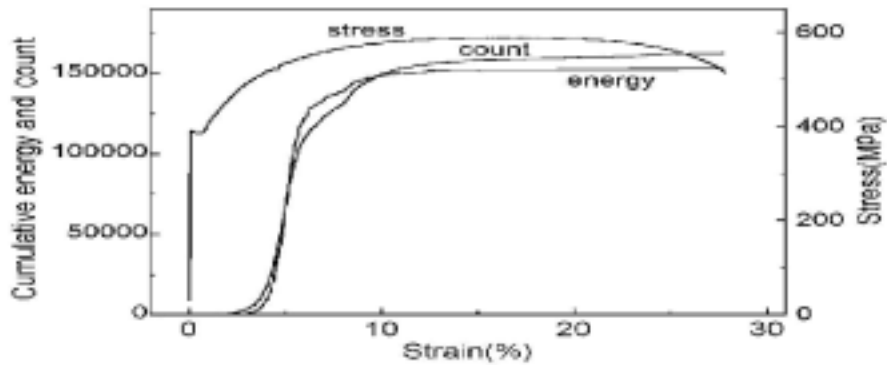
(b) TOP800



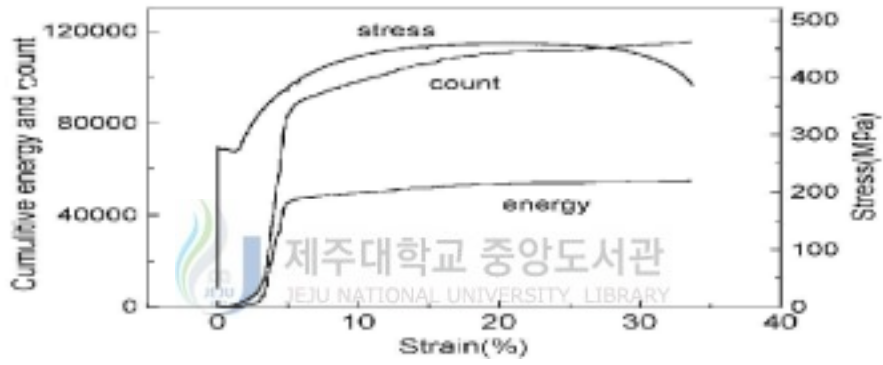
(c) TOP1000

Fig. 17 Event vs. Amplitude

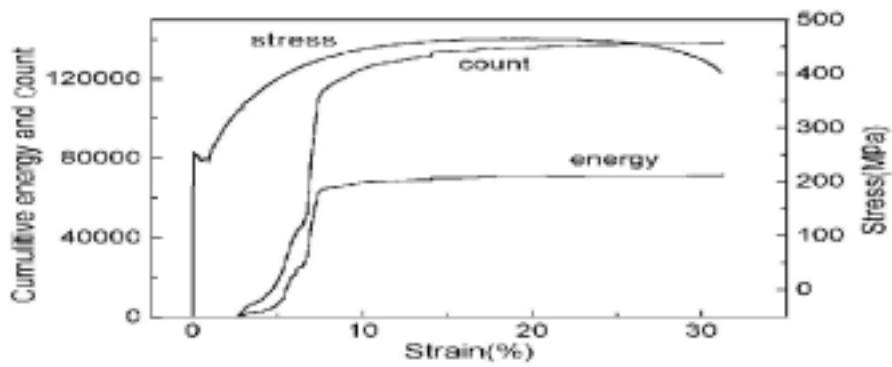
AE Count 및 Energy 누적량과 응력-변형률곡선의 관계를 Fig. 18에 나타내었다. 그림에 나타난 바와 같이 TOP시험편, TOP800시험편 및 TOP1000시험편의 AE Count 및 Energy 누적량 특성은 전술한 AE Event와 비슷하게 용사피막의 박리가 추정되는 구간에서 증가하고, 총 AE Count 및 Energy는 TOP시험편, TOP1000 시험편 및 TOP800시험편의 순으로 높게 나타났다. 또한, Fig. 18(a)에서 Count의 누적량이 증가와 함께 Energy의 누적량이 큰 증가하는 것을 볼 수 있다. 이것은 발생하는 박리의 크기가 커서 이에 상응하여 높은 Energy값의 나타나는 것으로서 Fig. 18(b), (c)의 열처리재의 경우 박리의 크기가 작아 Count의 증가에 따른 Energy의 크기 또한 작게 나타나는 것으로 사료되어진다. 이러한 박리의 크기의 차이는 전술한 Event의 관계그래프에서 나타난 것처럼 박리의 발생 위치에 기인한 것으로서 TOP시험편의 경우 본드코팅과 탑코팅사이, 기재와 BOND코팅재사이에서 박리가 크게 발생함을 알 수 있으며 TOP800시험편과 TOP1000시험편은 열처리효과로 인해 BOND코팅재의 큰 밀착력향상으로 비교적 작은 규모의 박리가 본드코팅층과 탑코팅층 사이에서 일어나기 때문으로 판단된다. 이러한 열처리로 인한 기재와 BOND코팅재의 밀착력 향상에 따른 박리의 감소 현상은 Fig. 18의 기울기로도 알 수 있다. Fig. 19(a)의 경우 변형률 5% 구간과 변형률 10% 구간에서 기울기의 변화가 있음을 볼 수 있으나 Fig. 19(b), (c)의 경우는 변형률 5% 구간에서만 기울기의 변화가 나타난다. 이러한 기울기의 변화는 열처리효과로 인한 기재와 BOND코팅재의 밀착력 강화로 인한 박리의 횟수 및 크기의 감소로 볼 수 있다. 따라서 TOP코팅의 경우 열처리로 인한 밀착력은 비열처리일 경우보다 열처리의 경우가 높게 나타났으며 800℃와 1000℃의 열처리 온도에 따른 효과는 별 차이가 없는 것으로 나타났다.



(a) TOP



(b) TOP800



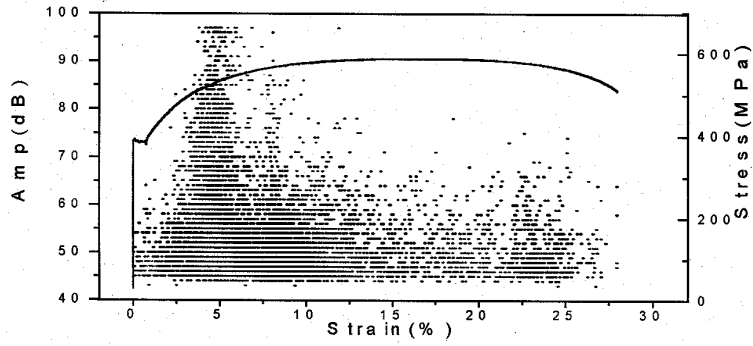
(c) TOP1000

Fig. 18 Cumulative Count and Energy vs. Strain

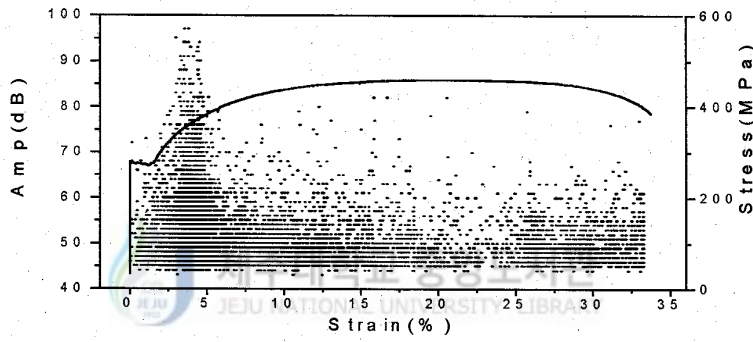
3.3.4 탑(TiO₂)코팅 열처리재의 파단면 관찰 및 파괴기구

AE Amplitude 와 응력-변형률곡선과의 관계를 Fig. 18에, 파단면 부근 표면의 SEM사진은 Fig. 19에 나타냈다. Fig. 18에 나타난 바와 같이 Amplitude 특성은 살펴보면 박리가 발생하는 구간에서 Amplitude 값이 높고 음향방출이 활발하게 일어나고 있으며, 전술한 바와 같이 항복점 부근의 Amplitude 값을 관찰해 보면 TOP시험편이 TOP800시험편과 TOP1000시험편보다 높게 나타나고 있는데 이는 전술한 바와 같이 탑코팅재의 열처리로 인한 밀착강도의 개선 효과로 박리의 크기가 감소되어 나타나는 현상으로 추정된다. 하지만 800℃와 1000℃의 열처리 온도에 따른 효과는 차이가 없음을 알 수 있다. Fig. 19의 파단된 시험편의 SEM 사진에도 잘 나타나 있다. 사진에는 탑코팅층은 대부분 탈락되어 나타나지 않았으며 본드코팅층만이 남아있다.

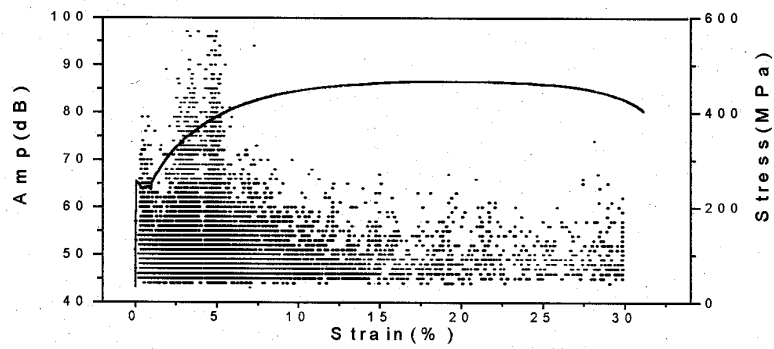
한편, TOP시험편 및 TOP800시험편의 경우 파단점 근처에서 음향방출이 약간 증가하는 특성을 보이는데 이것은 전술한 바와 같이 본드코팅과 탑코팅층 사이에서 박리가 일어나 탑코팅층이 탈락된 후, 파단점 부근에서 다시한번 BOND시험편의 박리, 즉 본드코팅 층의 박리가 일어나기 때문으로 판단되어진다. 또한, TOP1000시험편에서는 파단시에서 발생하는 BOND코팅재의 박리가 BOND1000 시험편의 박리 특성에서 나타낸 것보다 더욱 적게 나타남을 보이고 있는데 이는 본드코팅재가 탑코팅층에 의한 압축잔류응력과 표면소성변형 구속효과[8]로 인해 밀착강도가 개선효과에 기인한 것으로 볼 수 있다. 따라서 탑코팅재는 열처리로 인한 용사피막의 밀착강도는 비열처리재 보다 향상됨을 알 수 있으나 열처리온도에 따른 효과는 미비한 것을 나타냈다.



(a) TOP

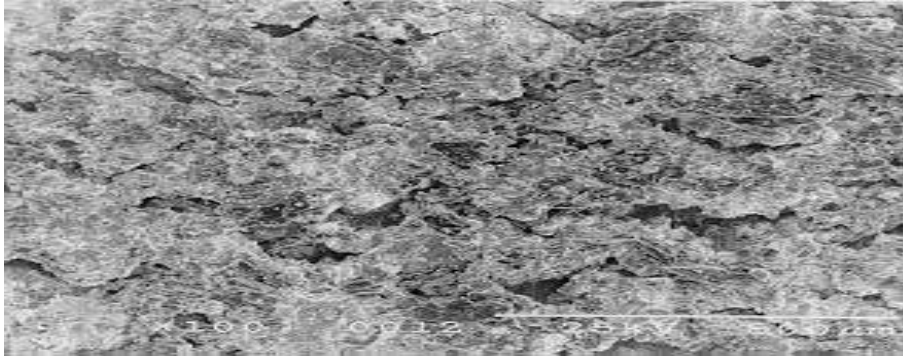


(b) TOP800

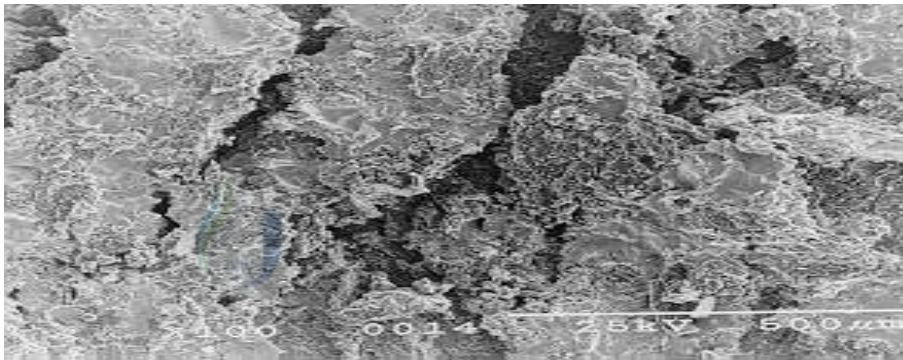


(c) TOP1000

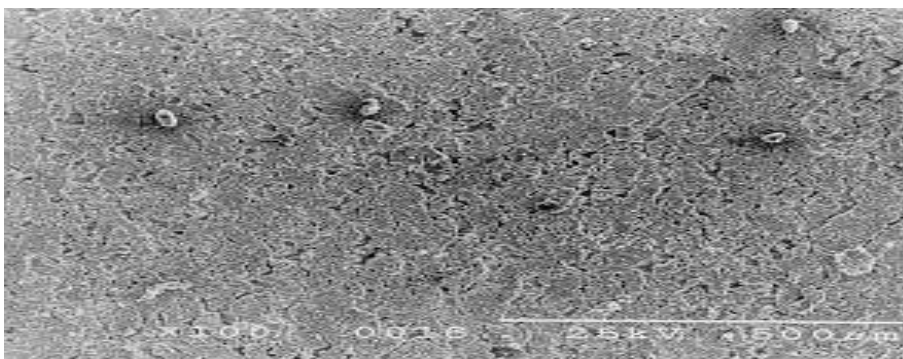
Fig. 18 Stress and Amplitude vs. Strain



(a) TOP



(b) TOP800



(c) TOP1000

Fig. 19 Micro-photographs of specimen surfaces

IV. 결 론

세라믹용사재의 기계적 특성을 AE법에 의하여 평가할 수 있는 기준을 마련하기 위하여, 탄소강 S45C를 기재로 하여 본드코팅재로서 금속계 분말 Ni-4.5%Al과 산화물계 세라믹 TiO₂를 플라즈마 용사법에 의해 코팅한 후 800℃와 1000℃의 진공강화 열처리를 행한 용사피막에 대하여 인장하중 부가시 발생하는 AE특성을 파괴거동과 비교하여 검토한 결과는 다음과 같다.

1. 용사재의 경도는 기재보다 우수하며 그 중 탑코팅재의 경도가 가장 크게 나타났다으며, 용사재의 열처리 온도에 따른 경도는 본드코팅과 탑코팅재 모두 1000℃에서 800℃의 온도보다 우수하다.
2. 용사코팅재의 Event, count, Amplitude, Energy 등의 AE parameter는 비슷한 특성을 나타내며 이들의 발생거동을 조사함으로써 박리가 발생한 시기를 알 수 있다.
3. 용사재의 박리는 본드코팅재는 변형을 25% 부근에서, 탑코팅재는 변형을 5%를 전후하여 발생하며 이때 AE parameter의 값은 탑코팅재가 본드코팅재보다 현저히 증가하고 온도에 따른 밀착성은 본드코팅재의 경우 1000℃가 800℃보다 양호하며, 탑코팅재는 800℃와 1000℃의 열처리 온도에 따른 효과는 작다.
4. 열처리에 따른 탑코팅재의 박리는 무열처리재의 경우 기재와 본드코팅층 사이, 본드코팅층과 탑코팅층 사이에서 복합적으로 발생하며, 열처리 재의 경우 본드코팅층과 탑코팅층 사이에서 주로 일어났다.

참 고 문 헌

- [1] D. J. Varacalle, Jr., J. R. Knibroe, V. L. Smith-Wackele, J. A. Walter, G. Irons, 1991, Coatings applied with the Plasma-spray Process using nickel-aluminum powders", ICLASS-91, pp. 113-120.
- [2] 김영식, 1992, 티타니아 세라믹 용사피막의 기계적 특성에 관한 연구, 한국해양대학교 박사학위 논문.
- [3] M.K.Hobbs and H.Reiter, 1988, Residual stresses in $ZrO_2-8\%Y_2O_3$ Plasma-sprayed thermal barrier coatings, Surface and Coating Technology, 3 4, pp. 33-42.
- [4] 窪堀後文, 生田稔郎, 尹藤征郎, 1996, AE(Acoustic Emission)法及び超音波検査法による溶材皮膜の密着性の評価", 溶射, Vol.33, No. 4, pp. 32-39.
- [5] 장경영, 이원흠, 김달중, 1998, 전파속도를 알 수 없는 재료에서의 AE발생위치온라인 측정, 대한기계학회논문집, A권, 제22권, 제3호, pp. 688-694.
- [6] 三浦節男, 小林道明, 村中一裕, 山本奉代, 阿部博充, 1996-5, アノレミニウムの波勞過程におけるAE特性について, 日本機械學會論文集(A編,) 62卷597号, pp. 1-7.
- [7] 윤동진, 1997, 음향방출을 이용한 구조물 진단기술, 대한기계학회지, 권호, pp.47-53.
- [9] 오세규, 장홍근, 이배섭, 이경우, 1998, 발전용 강재의 정적·동적 크리프의 상관성과 예측 및 AE평가(1)-정적 크리프와 AE평가, 韓國海洋工學會 '98年度 春季學術大會 講演論文集, pp. 97-104.
- [9] 윤동진, 권오량, 정민화, 1993, 음향방출을 이용한 저어널베어링의 이물질 혼입의 영향에 대한 고찰, 한국음향방출(AE)연구회, 제4권, 제1호, pp. 18-32.
- [10] 오맹종, 오창배, 김귀식, 1998, 세라믹 용사된 S45C강재의 기계적 특성 및 피로강도, 한국해양공학회지, 제12권, 제1호, pp. 32-38.