



저작자표시-비영리 2.0 대한민국

이용자는 아래의 조건을 따르는 경우에 한하여 자유롭게

- 이 저작물을 복제, 배포, 전송, 전시, 공연 및 방송할 수 있습니다.
- 이차적 저작물을 작성할 수 있습니다.

다음과 같은 조건을 따라야 합니다:



저작자표시. 귀하는 원저작자를 표시하여야 합니다.



비영리. 귀하는 이 저작물을 영리 목적으로 이용할 수 없습니다.

- 귀하는, 이 저작물의 재이용이나 배포의 경우, 이 저작물에 적용된 이용허락조건을 명확하게 나타내어야 합니다.
- 저작권자로부터 별도의 허가를 받으면 이러한 조건들은 적용되지 않습니다.

저작권법에 따른 이용자의 권리는 위의 내용에 의하여 영향을 받지 않습니다.

이것은 [이용허락규약\(Legal Code\)](#)을 이해하기 쉽게 요약한 것입니다.

[Disclaimer](#)

工學碩士 學位論文

음향방출법을 이용한
유리의 비커스 압입 균열 특성



2011年 2月

釜慶大學校 大學院

소재프로세스 공학과

朴 惠 娟

工學碩士 學位論文

음향방출법을 이용한
유리의 비커스 압입 균열 특성

指導教授 朴 興 日

이 論文을 工學碩士 學位論文으로 提出함

2011年 2月

釜慶大學校 大學院

소재프로세스 공학과

朴 惠 娟

朴惠娟의 工學碩士 學位論文을 認准함

2011年 2月



主 審 工學博士 李秉雨 (印)

委 員 工學博士 金雨烈 (印)

委 員 工學博士 朴興日 (印)

목 차

Abstract

1. 서 론

1.1 연구 배경 및 필요성	1
1.2 연구목적 및 개요	5

2. 이론적 배경

2.1 IF법	6
2.1.1 IF법의 원리	6
2.1.2 취성재료에 IF법 시 균열 발생 및 전개	10
2.2 AE 시험	12
2.2.1 AE 시험의 원리	12
2.2.2 AE 계측장치	14
2.2.3 AE 신호처리	17

3. 압입 시험

3.1 실험 재료 및 방법	19
3.1.1 실험 재료	19
3.1.2 실험 방법	21
3.2 실험 결과 및 고찰	22
3.2.1 유리의 파단면 관찰	22
3.2.2 유리와 코팅유리의 경도 비교	23
3.2.3 유리와 코팅유리의 표면 균열 비교	25

3.2.4 유리 와 코팅유리의 균열 모델	30
4. AE 시험	
4.1 실험 방법	34
4.2 실험 결과 및 고찰	36
4.2.1 유리에 비커스 압입시 방출된 AE 신호 처리	36
4.2.2 코팅유리에 비커스 압입시 방출된 AE 신호 처리	42
4.2.3 유리 와 코팅유리의 AE 최대 진폭 비교	48
4.2.4 IF 메커니즘을 이용한 균열길이와 AE 에너지 상관관계	53
5. 결론	58
6. 참고문헌	59
감사의 글	

Characteristic of Cracks under Vickers Indentation in Glass Using Acoustic Emission Test

Hye-yeon Park

*Department of Materials Processing Engineering, The Graduate School,
Pukyong National University*

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. Monitoring of acoustic emission waveforms is employed to characterize the initiation and progression of induced cracks during vickers indentation. During loading, AE signal resulted from penny-like crack is detected. During unloading, AE signal resulted from both radial/median crack and lateral crack is detected. During loading, AE peak amplitude for coating glass is higher than for glass due to stress intensity. During unloading, AE peak amplitude for coating glass is lower than for glass due to surface toughness of coating effect. In precedent study the correlation between AE energy and radial/median crack length is acquired to $\epsilon \propto (K_{IC}^2/E)C^4$ equation in terms of the strain energy generated from glass during vickers indentation. The emission energy(ϵ) is found to be approximately proportional to the crack

dimension(C) both glass and coating glass.

Key words : Glass, Coating glass, Vickers indentation, Acoustic emission test,
Radial/Median Crack, AE peak amplitude, AE energy



1. 서론

1.1 연구 배경 및 필요성

최근 구조재료의 경량화에 따라 비강도 및 비강성, 내식성을 갖춘 고기능성인 세라믹스의 사용이 증가하는 추세이며 새로운 세라믹스 재료의 개발이 활발하게 진행되고 있다. 세라믹스는 다른 금속이나 유기재료에 비해 고온강도가 높고 화학적으로 매우 안정하다는 장점을 지닌다. 따라서 세라믹스는 구조기기 부품 외에도 전기전자, 화학, 광학 및 생체분야의 중요한 소재로 활용 범위가 확대되어 가고 있다.¹⁾

신소재의 개발과정에서는 재료의 설계, 제작과 더불어 기능성 소재로써 요구되는 신뢰성 평가가 종합적으로 이루어져야 한다. 그러나 현재 개발재료에 대한 세밀한 정량적인 평가 방법이 미비하다는 어려움이 있다. 세라믹스의 기계적 성질에 관한 정량적인 평가는 재료의 신뢰성이나 그 재료를 이용하여 제작된 구조물의 안정성을 확보하는 데 필수적이므로 이를 확립하기 위해 세라믹스의 특징을 이해하고 그에 적합한 평가법이 적용해야 한다. 세라믹스는 이온결합 및 공유결합을 취하는 취성재료로써 극히 미소한 변형에도 그 내부에 축적되는 에너지는 크며 응력을 완화시키기 위해 미소균열을 발생시키는 특징을 가진다. 이 미소균열은 세라믹스 취성파괴의 근본 출발점이 되므로 세라믹스의 기계적 성질에 대한 정량적인 평가를 위해서는 파괴거동을 규명하기 위한 보다 미시적인 접근이 필요하다.¹⁻²⁾

세라믹스에서 파괴역학 이론이 가장 적합한 것은 유리이다. 유리는 내부구조가 연속체이고 결함이 날카로운 균열로만 발생하며, 균열의 진행이 선형 파괴역학 이론으로 다룰 수 있는 등 파괴역학의 기본 가정들을 거의

만족하는 모델 재료이다. 구조 세라믹스의 실제 응용을 더욱 넓혀가기 위해서는 이와 같은 이론을 바탕으로 한 기계적 성질의 철저한 이해가 있어야만 한다.³⁾

세라믹스의 기계적 성질에 치명적인 영향을 끼치는 미소균열에 대해 연구하기 위해서는 취성파괴에 대한 저항치인 파괴인성치(K_{IC})를 구하는 파괴역학적 방법이 주로 사용된다. 본 연구에서는 파괴거동을 규명하기 위한 파괴역학적 방법 중 비커스 압자를 재료 표면에 압입해서 압흔 주위에 발생된 수직균열의 크기를 근거로 파괴인성치를 평가하는 압입 파괴법(Indentation Fracture Method, IF법)을 이용하였다. 이 시험은 쉽고 간편하며 작은 시편에도 적용할 수 있기 때문에 취성재료의 파괴인성시험에 대해 널리 적용되어져왔다.⁴⁻⁵⁾

재료 표면에 미소균열을 발생시키기 위한 비커스 압입 시험은 취성재료의 연구에 적용된다. 비커스 압입시 균열들은 압흔 주위에 형성된다.⁴⁻⁹⁾ 취성재료인 유리에 비커스 압입 시 압자의 하중이 가해질(load cycle) 때 압축하중이 작용하여 표면에서부터 발생한 압흔 영역 아래에서 페니 형상 균열(penny-like crack)이 발생하여 아래 방향으로 성장하고, 하중을 제거(unloading cycle)할 때 재료내부에 잔류응력의 에너지가 해방되면서 균열이 표면방향으로 더욱 성장하게 되어 최종적으로 반원 또는 반타원 형상인 라디알/메디안 균열(radial/median crack)을 이루게 되며 동시에 레터럴 균열(lateral crack)은 압자 접촉면 아래 압흔 영역의 바닥근처에서 발생하여 발생 시점 좌우로 평행하게 전개한다.

이때 발생한 균열들의 특성을 확인하기 위해 비파괴검사법의 하나인 음향방출법(AE, Acoustic Emission)을 이용한다. 이 방법은 재료가 외부의 응력으로 변형 및 파괴가 일어날 때 재료 내부에서 재료 특성 및 작용응력 형태에 따라 방출되는 탄성파를 표면에 부착시킨 AE 센서로 검출

하여 이를 전기적 신호로 변환함으로써 재료 내부에서 일어나고 있는 현상들을 해석해 나가는 기술이다. 음향방출법은 다른 비파괴 검사법과는 달리 탄성파의 발생위치, 발생수, 신호강도로부터 발생된 미소균열 등을 동적으로 검출하여 실시간으로 평가할 수 있다는 장점이 있으나, 미소균열에 의해 검출된 신호는 AE 발생원 뿐만 아니라 전파 매질과 측정계의 효과들이 포함되기 때문에 AE 신호들로서 AE 발생원에 관한 정확한 정보를 얻거나 평가하는데 많은 어려움이 따른다. 하지만 대형구조물과 원자력산업과 같은 기간산업의 안전성을 확보하기 위해서 지속적인 연구가 필요하다.¹⁰⁾

음향방출법은 압입동안 균열의 형성과 전파시 방출되는 파형을 평가하는데 쓰였으며 압입 파괴(IF)에서 발생한 균열의 진행을 정량화하는데 가능하다. 여러 재료에 대해 비커스 압입동안 방출되어지는 AE 신호 연구가 활발히 이루어졌다.¹¹⁻¹⁶⁾ Lee와 Kim은 유리에 다양한 하중으로 비커스 압입하여 얻어진 파형을 압입파괴법의 메카니즘을 이용하여 AE 에너지가 메디안 균열길이의 4승에 비례한다는 상관관계를 밝혔다.¹¹⁾ Kim과 Sachse는 유리에 비커스 압입시 발생하는 파형을 균열 형성에 관련된 시간이력함수를 사용하여 균열의 임계 파단 응력, 균열 개시 변위 등의 중요한 파괴 변수들을 결정지었다.¹²⁾ Faisal외 공동연구자들은 440C 스테인리스강에 WC-Co로 초고속 용사 코팅하여 비커스 압입 시 발생한 AE는 전체 표면균열 길이를 반영하며 진폭별로 라디알 균열 미진행, 라디알 균열의 개시, 압자 제거 단계인 세단계로 나누어짐을 밝혔다.¹³⁾ Belmonte와 공동 연구자들은 규소에 화학 증착법으로 다이아몬드 코팅층 10 μ m 및 40 μ m로 코팅하여 접착강도에 대한 코팅층의 효과를 음향방출법을 이용하여 검토 하였으며 AE 최대 진폭은 주로 규소 모재부에서 발생하였고 40 μ m 다이아몬드 코팅층의 접착강도는 층간박리와 높은 계면

균열 저항성으로 인해 $10\mu\text{m}$ 코팅층보다 더 높다는 것을 밝혔다.¹⁴⁾ Kang은 질화규소 복합 세라믹스에 대해 평활재와 열처리재의 열처리 온도 변화에 따른 미소 균열 발생시 탄성파의 시간응답을 Wavelet해석으로 분석한 결과 최고 굽힘강도를 갖는 재료일수록 고주파수 응답을 보이는 상관관계를 밝혔다.¹⁵⁾ Koshimizu와 Otsuka는 규소에 미끄럼 압입을 실시하여 AE 이벤트률이 급격히 변화하는 부분을 연성에서 취성으로 변화하는 지점으로 구분하였다.¹⁶⁾

특히 세라믹스를 실제 산업제품으로 사용 범위를 넓히기 위해서 세라믹스에서 파괴역학 이론을 배경으로 취성재료를 선택하여 IF법과 AE 시험을 적용하여 이때 발생하는 균열 발생 및 전개에 따라 방출되어지는 AE 특성을 검토해 보는 연구가 필요하다. 이때 재료에 발생한 미소 균열의 생성과 진전과정에서 발생한 AE 파형을 검출 및 감시하는 것에 의해 재료의 수명 예측 등 객관적인 건전성 평가에 응용할 수 있다.¹⁷⁾

1.2 연구목적 및 개요

본 논문에서는 취성재료 중 가장 대표적이며 등방성으로 균열발생 및 전개가 뚜렷하고 재료가 투명하여 균열관찰이 용이한 소다라임 유리를 선택하여 비커스 압입 시 검출되어지는 AE 신호를 관찰한다. 먼저 유리에 대해 마이크로 비커스 압입 하중 범위로 연구가 이루어지고, 유리 표면에 발생하는 균열의 진전을 방해하기 위해 유리를 코팅하여 이에 대한 비커스 압입 하중 범위로 압입 시 AE 신호의 특성을 AE의 최대진폭, 에너지로 변별하여 비교한다. 그리고 IF법의 메카니즘을 이용하여 비커스 압입 시 발생되어진 AE 파형과 균열과의 연관성을 이해하는 것이 목적이다.



2. 이론적 배경

2.1 IF법

세라믹스의 파괴거동을 규명하기 위한 미시적인 접근을 위해서 취성파괴에 대한 저항치인 파괴인성치(K_{IC})를 구하는 파괴역학적 방법이 주로 사용된다. 그 방법들로는 DCB(Double Cantilever Beam), SENB(Single Edge Notched Beam), DT(Double Torsion), CN(Chevron Notch), IF(Indentation Fracture)법 등이 있다.¹⁷⁾ 본 실험에서는 IF법을 이용하여 이때 균열의 발생 및 전개에 대해 연구를 진행하였다.

2.1.1 IF법 원리

압입 파괴법(IF Method, Indentation Fracture Method)은 비커스압자를 취성고체 표면에 압입해서 압흔의 주위에 반원형 또는 반타원형의 수직균열을 발생시켜 이 균열의 크기를 근거로 K_{IC} 를 평가하는 방법이다.

취성고체 표면에 비커스 압자를 압입하면 우선 압자직하에 비탄성적인 변형영역이 생긴다. 하중이 증가하여 어느 한계치를 넘으면 변형영역의 선단에서 페니 형상 균열(penny-like crack)이 발생한다. 하중이 더욱 증가하면 이 균열은 성장해서 표면에 도달하여 반원형 혹은 반타원형 균열인 라디알/메디안 균열(radial/median crack)이 된다. Fig. 1은 비커스 압입 시 발생하는 균열¹²⁾들의 명칭과 본 실험에서 균열 특성 검토시 주로 사용한 압흔 길이(a)와 라디알/메디안 균열(C)부를 표시하였다. θ 는

비커스 압자의 반각을 나타낸다.

IF법은 작은 시편에 편리하며 시험법이 간단해서 시험환경의 제어도 비교적 용이하다는 것 등의 많은 장점을 가지고 있다. K_{IC} 평가에 있어 반경험식이므로 절대치 평가에 대해서는 문제가 있지만 상대인성의 측정에는 대단히 우수한 방법이라고 할 수 있다.¹⁷⁾

IF법시 두 개의 균열 모델이 발생 할 수 있다. 이를 Fig. 2에 나타냈으며 발생된 균열길이와 압흔의 대각선 길이의 비를 이용하여 이 비가 2.5 이상일 때 (a)메디안 균열(median crack) 모델로, 이 비가 2.5 이하일 때 (b)표면형 균열(Palmqvist crack)로 나눌 수 있다.¹⁸⁾



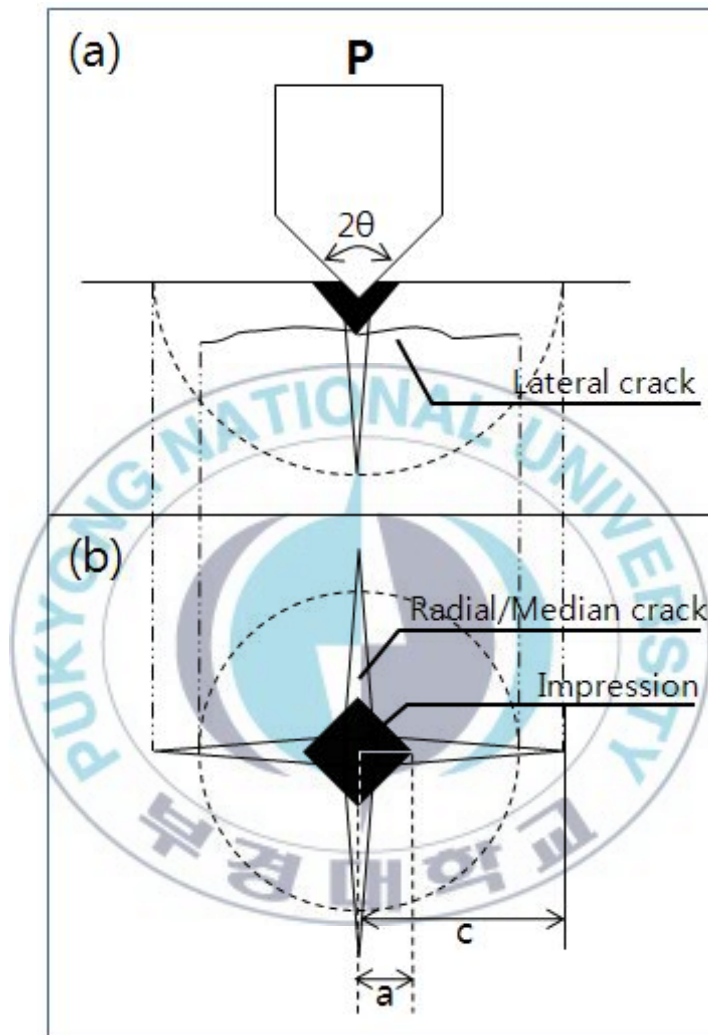


Fig. 1 System of crack generation after Vickers indentation

(a) side view of the crack

(b) top view of the crack

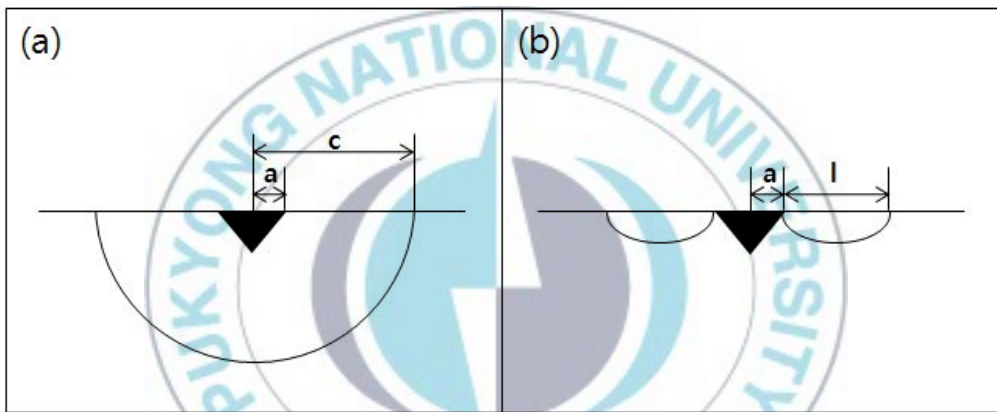


Fig. 2 Schematic diagram of (a) median model and (b) Palmqvist model

2.1.2 취성재료에 IF법시 균열 발생 및 전개

Fig. 3은 재료에 IF법 진행시 균열의 발생 및 전개를 나타낸 모식도이다. Fig. 3의 (a)는 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 성장^{7,9)}하는 그림이며, (b)는 비커스 압입 하중의 제거로 인해 페니 형상 균열은 잔류응력 에너지가 해방되면서 표면방향으로 더욱 성장하게 되어 최종적으로 반원 또는 반타원 형상 인 라디알/메디안 균열(radial/median crack)로 전개⁴⁾되며, 동시에 레터럴 균열(lateral crack)은 압자 접촉면 아래 압흔 영역의 바닥근처에서 발생하여 시점 좌우로 평행하게 전개되는 것을 나타낸다.⁸⁻⁹⁾



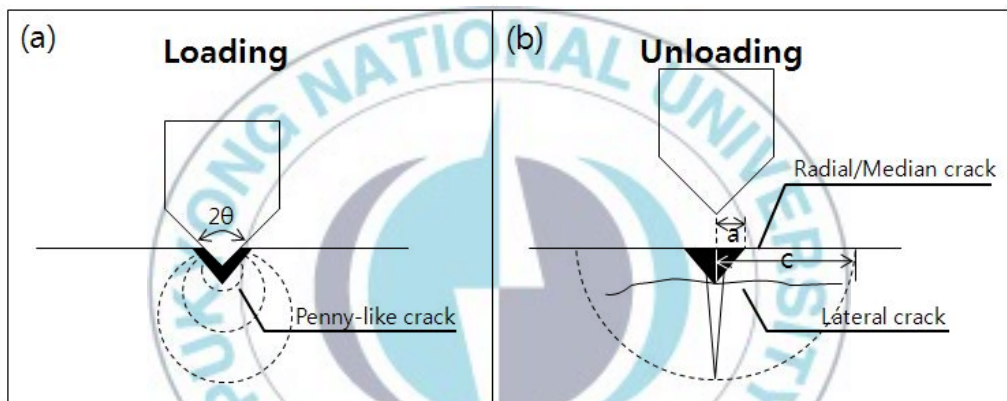


Fig. 3 Crack configuration around vickers indentations
 (a) penny-like crack during loading cycle
 (b) radial/median, lateral cracks during unloading cycle

2.2 AE 시험

2.2.1 AE 시험의 원리

고체재료에 외력을 가하면 변형되지만 외력이 작은 경우에 이 힘을 제거하였을 때 본래의 형태로 돌아가는 현상을 탄성변형이라고 한다. 탄성 변형에서는 재료에 외력이 가해져 재료가 변형하는 것에 의해 그 힘이 재료 내부에 모여지는데 이를 변형 에너지라고 부른다.

고체재료에서는 변형 에너지를 축적하는데 한계가 있어 재료에 부하되고 있는 외력을 크게 가하면 재료가 에너지를 축적하는데 한계에 도달하여 변형 에너지를 소비해서 외력을 제거해도 재료의 본래 형태로 돌아가지 않는 소성변형을 한다.

고체재료에 다시 커다란 힘을 가하면 재료의 일부에 균열이 생기고 이것이 진전해서 파괴에 이른다. 이 때 재료 내부에 축적되어 있던 변형 에너지는 균열 발생이나 진전을 위해서 쓰여진다. 즉, 고체재료가 변형 또는 파괴될 때 변형 에너지를 소비하며 대부분은 재료의 변형이나 균열 발생 및 진전을 위해 소비되지만 남은 에너지는 음이나 열 등의 에너지로서 소비된다. 그 중에서 음이 발생하는 현상을 음향방출(AE, Acoustic Emission)이라 한다.

Fig. 4는 재료 내부에서 균열 생성에 의해 생긴 탄성파가 재료 내부를 전파하여 표면에 설치한 AE 센서에 의해 검출되는 과정을 나타낸 것이다. AE는 재료의 국소적인 변화에 의해서 방출된 에너지의 일부가 파동이 되어서 고체 중을 전하는 현상이기 때문에 AE 신호는 그 파동의 발생원이 된 AE 이벤트의 정보를 가지고 있다.

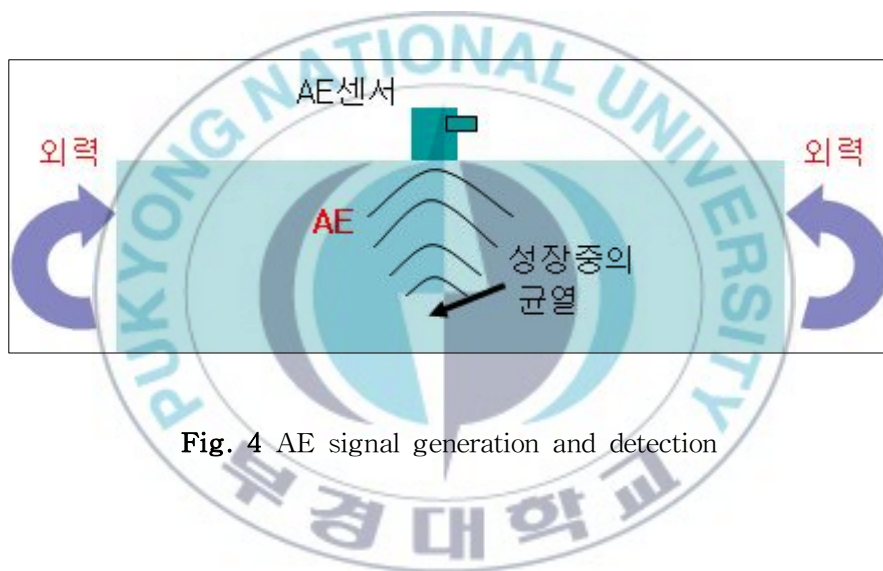


Fig. 4 AE signal generation and detection

2.2.2 AE 계측장치

Fig. 5는 AE 발생에서부터 계측처리 결과가 출력되기까지의 과정을 나타낸 모식도이다. 점선으로 표시한 부분이 AE 계측장치이다. AE 계측장치는 일반적으로 탄성파인 AE파를 검출하여 전기신호로 변환하는 AE 센서, AE 센서의 출력을 증폭하여 AE 신호 처리 장치에 보내는 프리앰프, AE 신호를 증폭해서 실용적인 정보를 추출하여 해석하고 표시 및 기록하기 위한 AE 신호 처리장치 등으로 구성된다.

AE 계측에 의해 얻어진 AE 신호란 고체 중을 전하는 AE파를 이들 기기에 의해 검출하여 전기신호로 전환해서 얻어진 물리량으로 일반적으로 전압값(V)이다.¹⁹⁾

1) AE 센서

AE 센서는 설치된 면이 바로 검출면이어서 고감도로 AE파를 검출하기 위해서 그 검출면의 안쪽에 검출 소자인 압전 세라믹스가 부착되어있다. AE파는 검출면에서 검출소자에 전해져 검출소자를 변형시키고 그 결과 검출소자의 압전성에 의해 그 전극에 전압신호가 발생한다. 이 전압신호가 AE 신호이며 이는 케이블을 통해 프리앰프나 계측기에 입력된다.

2) 프리앰프

프리앰프는 AE 센서의 출력신호를 증폭하기 위해 AE 센서와 메인앰프와의 사이에 설치하는 증폭기이다. 프리앰프를 사용하는 이유는 AE 센서의 출력신호는 진폭이 작고 신호원 인피던스가 높기 때문에 그대로는 긴 케이블을 구동하기에 적당하지 않고 노이즈에도 약하기 때문이다. 프리앰프 선택 시 사용하는 목적에 따른 입출력 형식, 게인, 주파수 특성,

노이즈, 입출력 인피던스 등의 각 사양 항목에 대하여 검토할 필요가 있다.

3) 오실로스코프

파형을 관찰하기 위한 범용 계측기이다. AE 계측용으로는 주파수 대역이 수 10MHz이상이고, 채널 수는 도착 시간차의 확인이나 음속의 계측을 위해 2채널 이상의 것이 바람직하다. 최근의 오실로스코프는 디지털 스토리지식이 많아지고 파형 데이터를 기록하는 기능이 있어 주파수분석(FFT) 기능을 갖춘 제품도 있다. AE 계측 컴퓨터의 디스플레이 상에 파형을 표시할 수 있는 AE 계측장치도 있지만 컴퓨터와는 독립해서 동작하는 오실로스코프는 AE 센서나 앰프의 동작 확인 등에 편리하다.



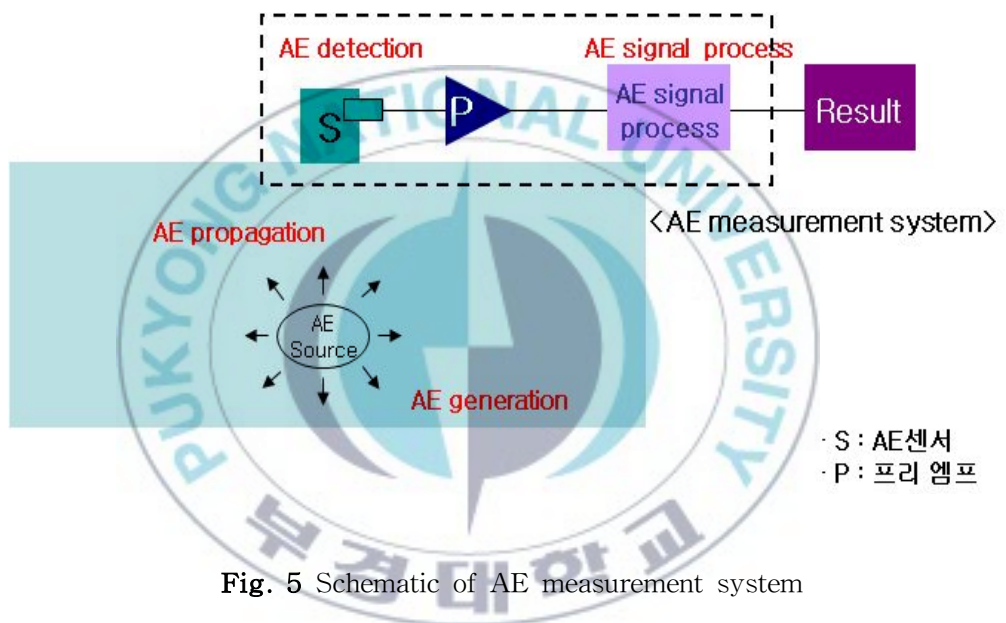


Fig. 5 Schematic of AE measurement system

2.2.3 AE 신호처리

AE 계측에 의해 얻어진 AE 신호는 고체 중을 전하는 AE파를 이들에게 의해 검출하여 전기신호로 전환해서 얻어진 물리량으로 그 양은 일반적으로 전압값(V)이다.

파의 크기, 진동의 격렬함, 파동이 지속된 시간, 파동이 시작되고 난 다음 가장 큰 파동이 일어나기까지의 시간 또는 그 파동이 사라지기까지의 시간과 같은 파형의 특성을 수치에 의해 명확하게 나타낸 것을 파라미터라 부른다. AE 센서에서 출력되고 있는 신호로부터 어떤 특정 발생원에서 방사된 AE 파동에 의한 AE 신호의 파속을 부분 신호로서 분리 및 추출하는 신호 처리를 AE 신호의 변별이라고 한다.

비커스 압입으로부터 얻어진 일반적인 AE 파형은 Fig. 6에 나타낸 카운트 수, 에너지, 상승 시간, 유지시간, 최대 피크와 같은 파라미터들로 변별할 수 있다.

임계전압값(Voltage threshold)은 배경잡음의 전압 레벨보다도 약간 크게 설정하고 이 값보다 AE 신호의 진폭이 높게 올라가는 것을 AE 신호로 인식한다. AE 신호의 개시와 종료 사이를 AE 신호의 지속시간(AE signal duration)이라하고 또 그 사이의 AE 신호의 크기가 최대가 된 진폭값을 AE 신호 최대진폭(AE signal peak amplitude)라 한다. AE 신호의 개시로부터 AE 신호가 최대 진폭이 될 때까지의 시간을 AE신호의 기동시간(AE signal rise time)이라 한다. 어떤 특정 시간 범위에 있어서 AE 신호의 진폭이 임계전압값을 넘는 회수를 AE 카운트(AE count) 혹은 링다운 카운트(ring down count)라 한다. AE 에너지(AE energy)는 AE 신호 진폭을 제곱한 값이다.²⁰⁾

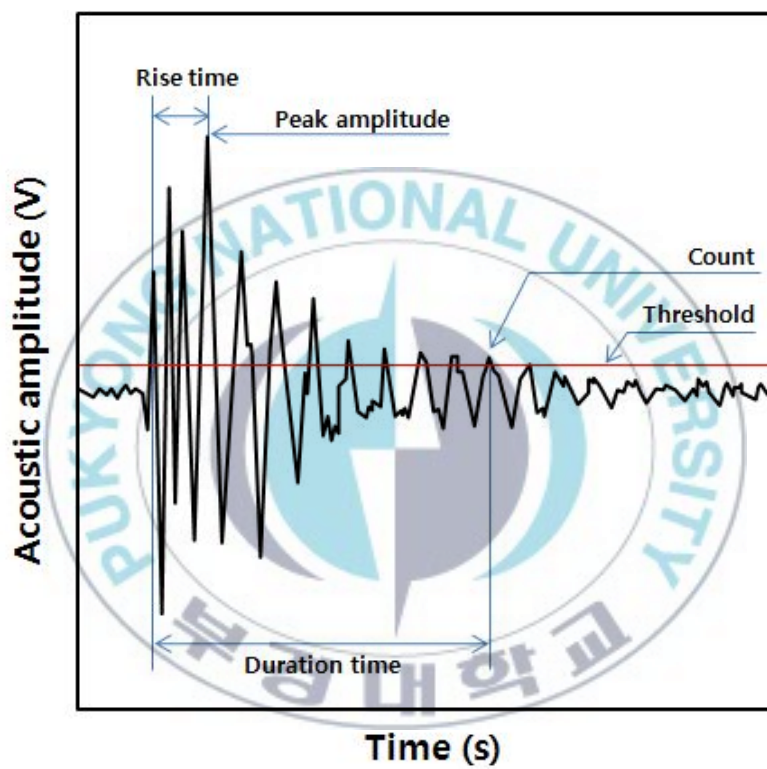


Fig. 6 Analysis of transient acoustic emission waveform

3. 압입 시험

3.1 실험 재료 및 방법

3.1.1 실험 재료

본 실험 재료는 세라믹스의 파괴역학 이론적 접근이 적합하며 취성재료 중 가장 대표적이고 경제성이 뛰어나며 투명한 재료여서 균열 관찰이 용이한 유리를 채택하였다.

1) 유리

시편의 규격은 $76 \times 26 \times 1$ (가로 $\times$ 세로 $\times$ 두께, mm)이다. Table 1은 소다라임유리의 화학 조성을 나타낸다.

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

2) 코팅 유리

비커스 압입 시 유리표면의 영향에 따라 발생된 균열에 대해 방출된 AE 파형의 특성을 조사하기 위해서 유리(glass)와 코팅 유리(coating glass)에 대해 실험을 진행하였다.

표면 코팅 처리를 위해 3.2.1절의 1)에서와 동일한 시편을 5% HF와 H_2SO_4 용액에 표면을 부식시켜 코팅이 잘 되도록 요철을 만든 후 용융된 질산 칼륨용액에 450℃에서 1시간 동안 담궈 유리의 표면에 인성을 부여 하였다.²²⁾



3.1.2 실험 방법

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 압입을 실시하는 것이 선행연구 되었다. 이때 하중 부하시간 5초, 유지시간 10초, 제거시간 5초의 조건으로 압입하였다.

유리 표면에 발생하는 균열의 진전을 방해하기 위해 유리를 코팅하여 이에 대한 비커스 압입 시 AE 신호의 특성을 비교한다. 코팅 유리는 표면에 인성이 부여되어 마이크로 압입 하중 범위 내에서 AE 파형 검출능이 현저하게 줄어 최대 압입하중 범위 9.807N에서 29.42N까지 9.807N 단위로 비커스 경도기(Mitutoyo HV-100, Japan)를 이용하여 압입을 실시하였다. 이때 하중 부하시간, 유지시간 및 제거시간은 마이크로 비커스 압입과 동일하다.

압입 후 유리에 발생된 표면 균열을 관찰하기 위해 광학현미경 사진을 촬영하였다. 압입파괴(IF)법의 파단면 관찰을 위해 만능재료시험기 (Testometric Micro-350, Germany)를 이용하여 0.5mm/min 크로스 헤드 스피드, 500kgf 하중으로 삼점 굽힘시험을 실시하여 재료를 파단한 후 광학현미경으로 관찰하였다.

3.2 실험 결과 및 고찰

3.2.1 유리의 파단면 관찰

Fig. 7은 유리에 마이크로 비커스 4.903N 하중으로 압입 후 그 파단면을 나타내었다. Fig. 1에 나타난 비커스 압입 후 최종 균열들의 모식도에서 보는 바와 같이 유리 내에서 발생하는 균열인 라디알/메디안 균열(radial/median crack)과 레터럴 균열(lateral crack)이 관찰됨을 확인 할 수 있다. 충분히 발달한 압입 균열은 하중이 증가하더라도 발생하는 균열 형상은 같다.⁸⁾ 비커스 압입 시험 후 광학현미경으로 유리 표면을 촬영하여 Fig. 1의 (b)에 나타난 바와 같이 각 균열의 길이 측정이 가능하다.

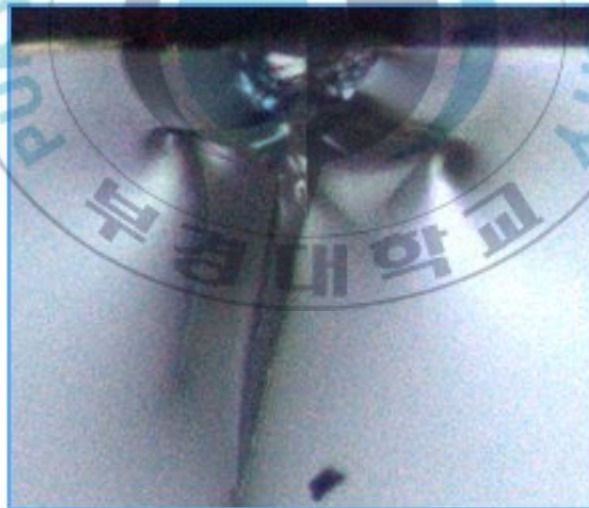
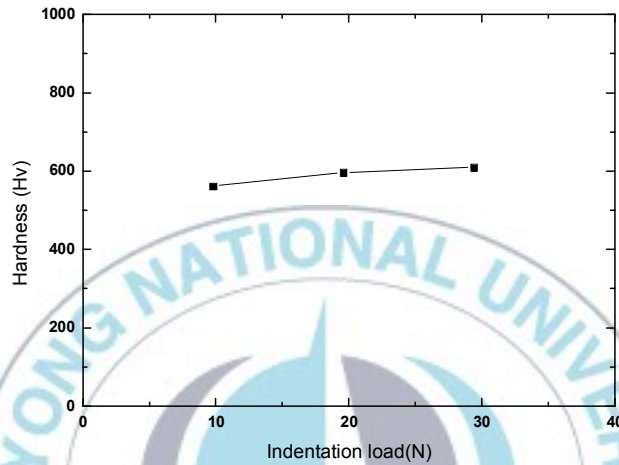


Fig. 7 Subsurface deformed zone
after 3-point-bending test
at 4.903N indentation load

3.2.2 유리와 코팅유리의 경도 비교

(a)



(b)

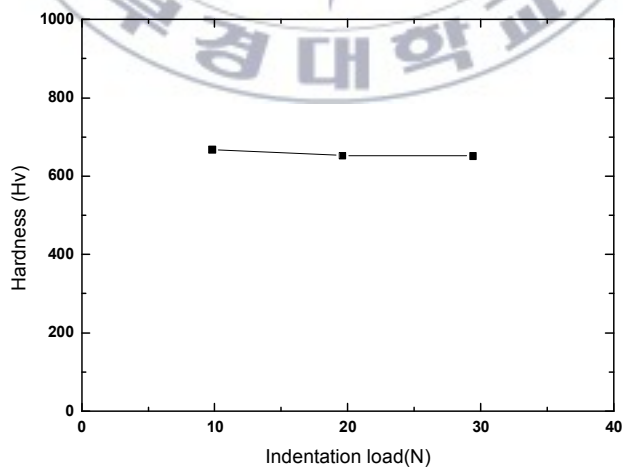


Fig. 8 Vickers hardness for (a)glass and (b)coating glass

$$Hv = 0.1891 \frac{F}{(2a)^2} (N/mm^2) \quad (3.1)$$

식(3.1)은 KS규격에 따른 비커스 경도식으로 유리에 압입 후 압흔의 길이(2a)와 하중(N)으로 경도값을 구할 수 있다.²¹⁾ Fig. 8에 (a)유리와 (b)코팅유리의 경도값을 나타냈다. 코팅유리는 표면에 인성이 부여되어 유리에 비해 압입된 압흔이 작아 경도값이 더 높은 것을 알 수 있다.



3.2.3 유리와 코팅유리의 표면 균열 비교

Fig. 9는 표면 균열을 관찰하기 위해 19.61N으로 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.⁷⁾ 이로부터 표면 아래에 발생 하는 레터럴 균열의 측정 또한 평면도 사진에서 측정 할 수 있다.

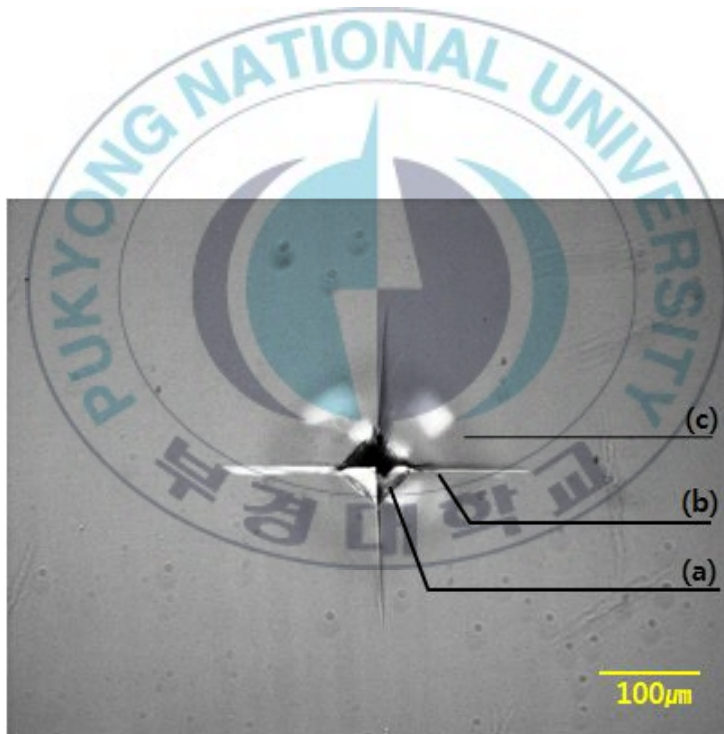


Fig. 9 Cracks generated from vickers indentation
at 19.61N load

Fig. 10과 Fig. 11은 각각 유리와 코팅유리에 압입 하중 9.807N에서 29.42N까지 9.807N단위로 압입 후 그 표면을 광학현미경으로 촬영한 것이다. 유리와 코팅유리 모두 압입하중이 증가할수록 압흔과 라디알/메디안 균열이 커지는 것을 관찰 할 수 있다. 그러나 코팅유리에서는 유리에 비해 라디알/메디안 균열 길이의 증가 비율이 현저히 작은 것을 관찰 할 수 있다. 이는 표면으로 전개하는 라디알/메디안 균열이 표면의 코팅 효과로 인해 균열의 진전이 방해되었기 때문으로 여겨진다.

Fig. 12는 유리와 코팅유리에 대해 압입 하중 19.61N로 압입 후 얻어진 광학현미경 사진이다. 동일한 압입 하중에서 코팅유리에 비해 유리의 압흔 및 균열의 크기가 더 큰 것을 알 수 있다.



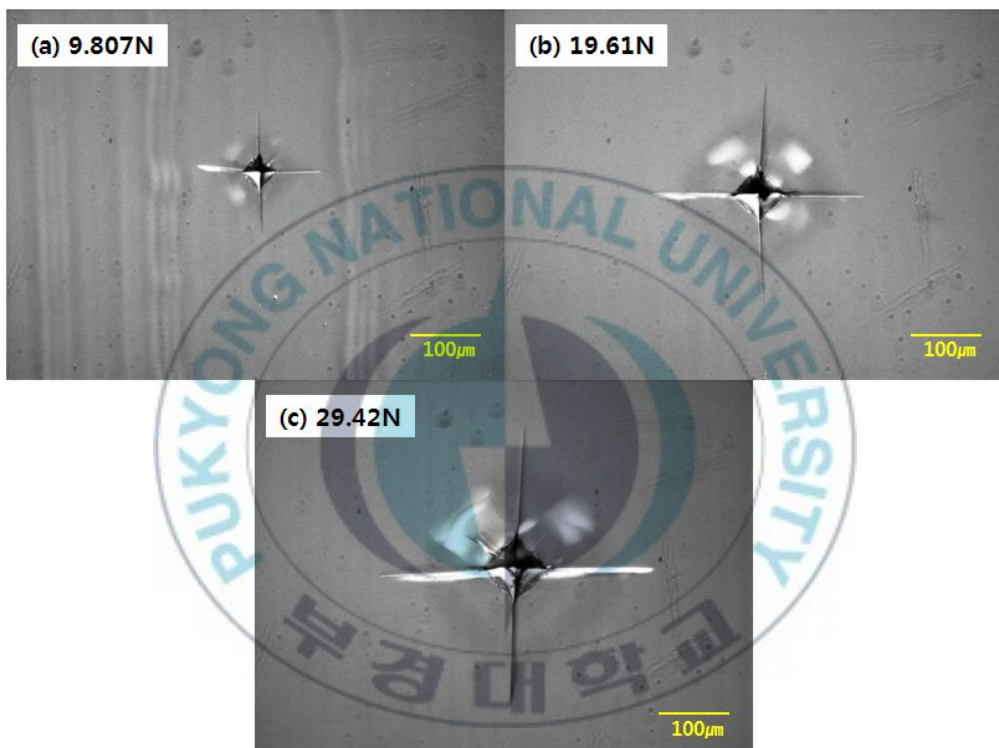


Fig. 10 A top view of the crack generated
from 9.807N to 29.42N indentation load in glass

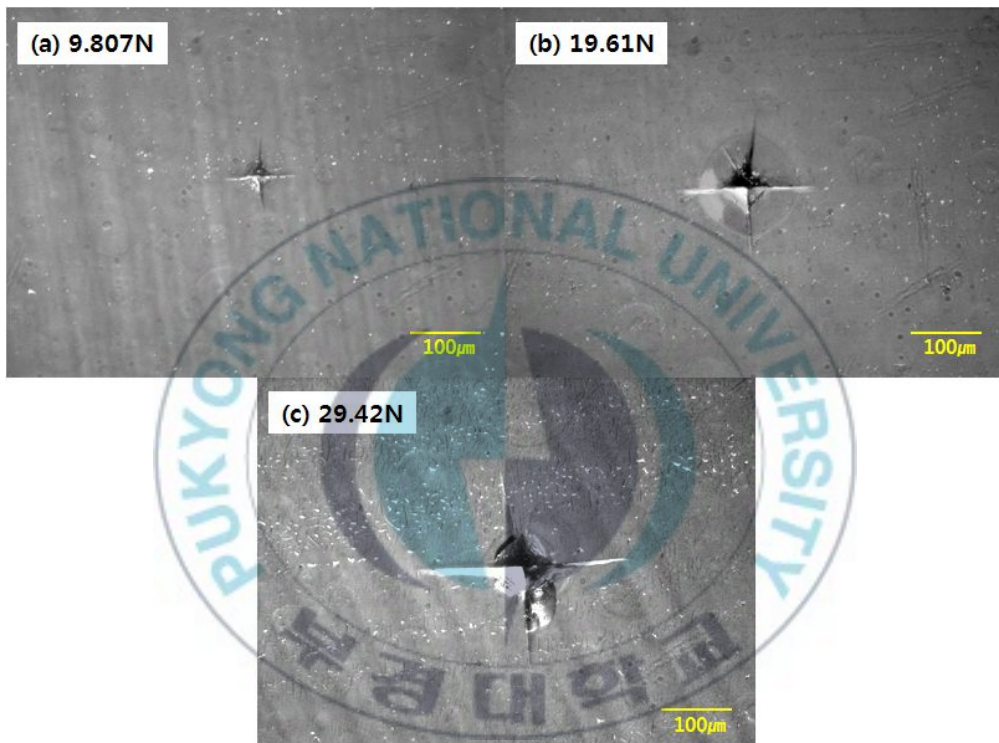


Fig. 11 A top view of the crack generated
from 9.807N to 29.42N indentation load in coating glass

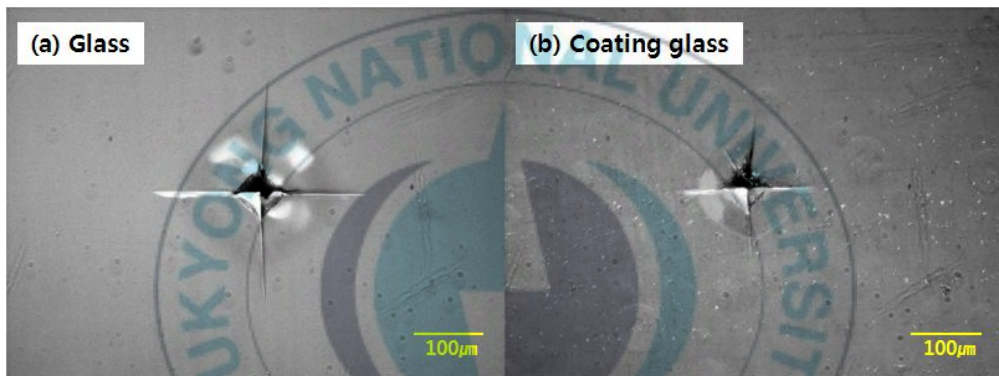


Fig. 12 A top view of glass and coating glass at 19.61N indentation load

3.2.4 유리와 코팅유리의 균열 모델

1) 유리

Fig. 13은 유리에 압입 시험 시 발생하는 균열길이(C)와 압흔(a)의 비를 나타낸 것으로 모든 하중에서 이 비가 2.5이상으로 Fig. 2의 (a)에 나타난 메디안 균열 모델을 적용 할 수 있다.¹⁸⁾

메디안 균열 모델에 대한 파괴인성치(K_{IC})는 식(3.2)로 나타낼 수 있다.²³⁾

$$K_{IC} = 0.016 \left(\frac{E}{H} \right)^{1/2} \left(\frac{P}{C^{3/2}} \right) \quad (3.2)$$

이 평가식은 충분히 발달한 메디안 균열이 생기는 경우 적용 할 수 있으며 E는 영률, H는 경도, P는 압입 하중, C는 라디알/메디안 균열 길이이다.

2) 코팅유리

Fig. 14는 코팅유리에 압입 시험 시 발생하는 균열길이(C)와 압흔(a)의 비를 나타낸 것으로 압입 하중 19.61N과 29.42N에서 이 비가 2.5이상으로 Fig. 2의 (a)에 나타난 메디안 균열 모델을 적용 할 수 있다.¹⁸⁾ 압입 하중 9.807N에서는 이 값이 2.5이하로 Fig. 2의 (b)인 표면형 균열 모델을 적용 할 수 있다. 일반적으로 인성이 높은 재료에 대한 압자압입이나 압입하중이 작은 경우에는 균열이 얇은 타원형의 표면형 균열이 발생한다고 한다.¹⁷⁾ 코팅효과로 인해 표면에 인성이 부여되어 9.807N에서 충분히 메디안 균열이 발달하지 못한 것으로 여겨진다.

표면형 균열 모델에 대한 파괴인성치(K_{IC})는 식(3.3)으로 나타낼 수 있다.¹⁸⁾

$$K_{IC} = 0.012 \left(\frac{E}{H} \right)^{2/5} \left(\frac{HP}{l} \right)^{1/2} \quad (3.3)$$

여기서 E는 영률, H는 경도, P는 압입 하중, l 은 라디알/메디안 균열 길이(C)에서 압흔 길이(a)의 차이이다.



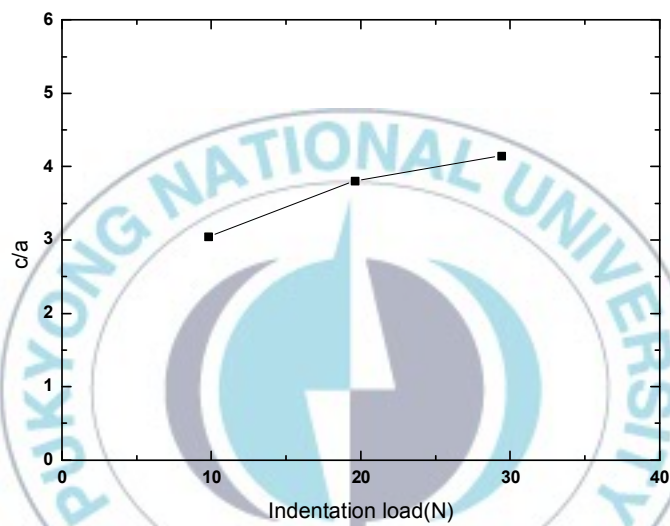


Fig. 13 Ratio of plastic zone radius to radial/median crack length for glass

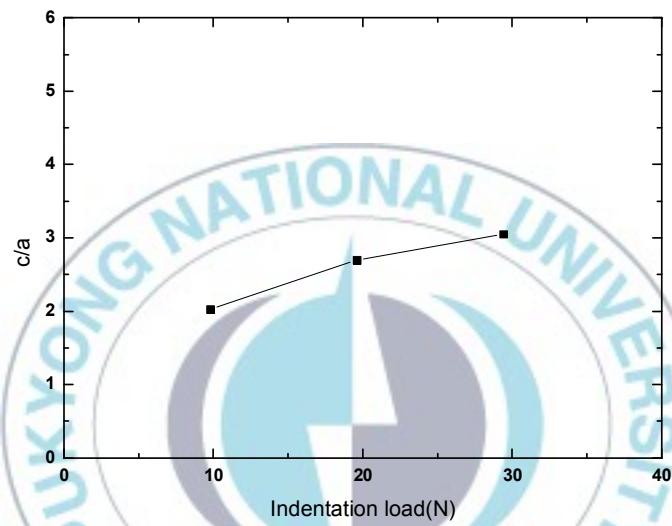


Fig. 14 Ratio of plastic zone radius to radial/median crack length for coating glass

4. AE 시험

4.1 실험 방법

취성재료의 미시파괴과정의 해석하기 위한 균열전개에 따른 AE 신호 특성 관찰은 AE 센서에 재료를 부착하여 비커스 압입을 실시하였다. 비커스 경도기 (Mitutoyo HV-100, Japan)로 하중 부하시간 5초, 유지시간 10초, 제거시간 5초의 조건으로 압입하였다. 이 때 발생하는 신호의 파형과 주파수 특성을 검출하기 위한 장비는 LeCroy 9310M의 오실로스코프이다. 직경 22mm의 175kHz의 센서(AET AC175L)에서 검출된 신호는 RITEC BR-640 증폭기에서 40dB 증폭시켜 오실로스코프상에 나타난다.

오실로스코프는 8 bit 수직해상도로 $0.5 \mu\text{s/pt}$ 샘플 속도로 비커스 압입시 방출되는 AE 신호를 나타낸다. 100kHz-3MHz의 필터, 임계전압값 (Voltage threshold)은 20mV로 배경 잡음의 전압 레벨보다도 약간 크게 설정해 놓고 이 부저치보다 AE 신호의 진폭이 높게 올라가는 것을 AE 신호로서 측정할 수 있도록 설정하여 재료표면에 균열 발생 시 나타나는 AE 특성을 조사한다.¹⁹⁾ 압입시험 중 발생하는 음향방출신호의 측정 시스템을 Fig. 15에 나타내었다.

Fig. 16은 비커스 하중 9.807N으로 압입 하였을 때 압입 싸이클에 따라 방출된 AE 파형을 나타낸다. 하중 부하 싸이클에서 검출된 파형은 페니 형상 균열, 하중제거 싸이클에서 검출된 파형은 라디알/메디안 균열 및 레터럴 균열의 영향을 받은 파형이라는 것으로 생각된다.

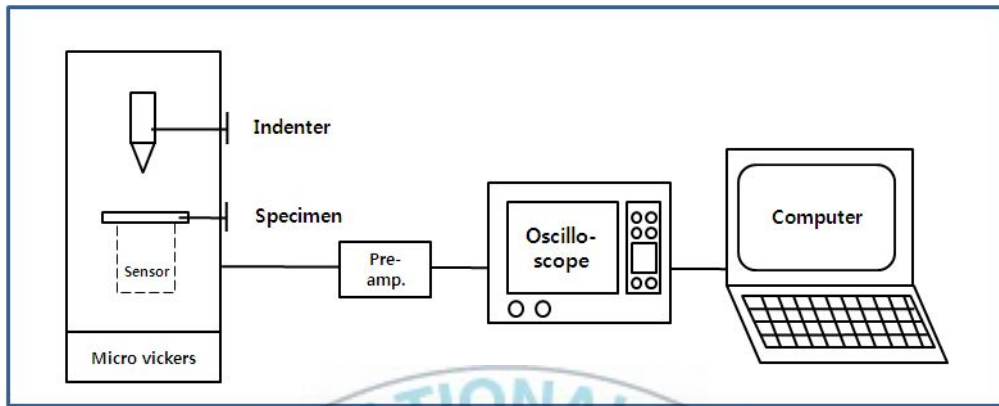


Fig. 15 Schematic diagram of AE signal detection system

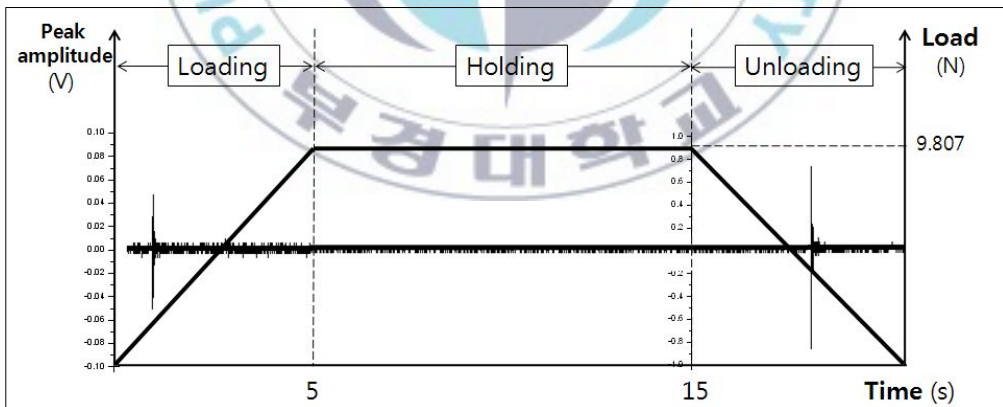


Fig. 16 AE waves emitted from glass during vickers indentation at 9.807N indentation load

4.2 실험 결과 및 고찰

4.2.1 유리에 비커스 압입시 방출된 AE 신호 처리

Fig. 17은 유리에 다양한 압입 하중으로 압입 하였을 때 얻어지는 AE 파형을 나타냈다. 하중이 증가할수록 각 압입 싸이클에서 얻어진 파형의 최대 진폭이 높아지는 것을 확인 할 수 있다.

유리에서 비커스 압입시 방출된 AE 신호는 각 압입 싸이클에 대한 AE의 최대진폭, 에너지로 변별하여 특성을 검토하였다.



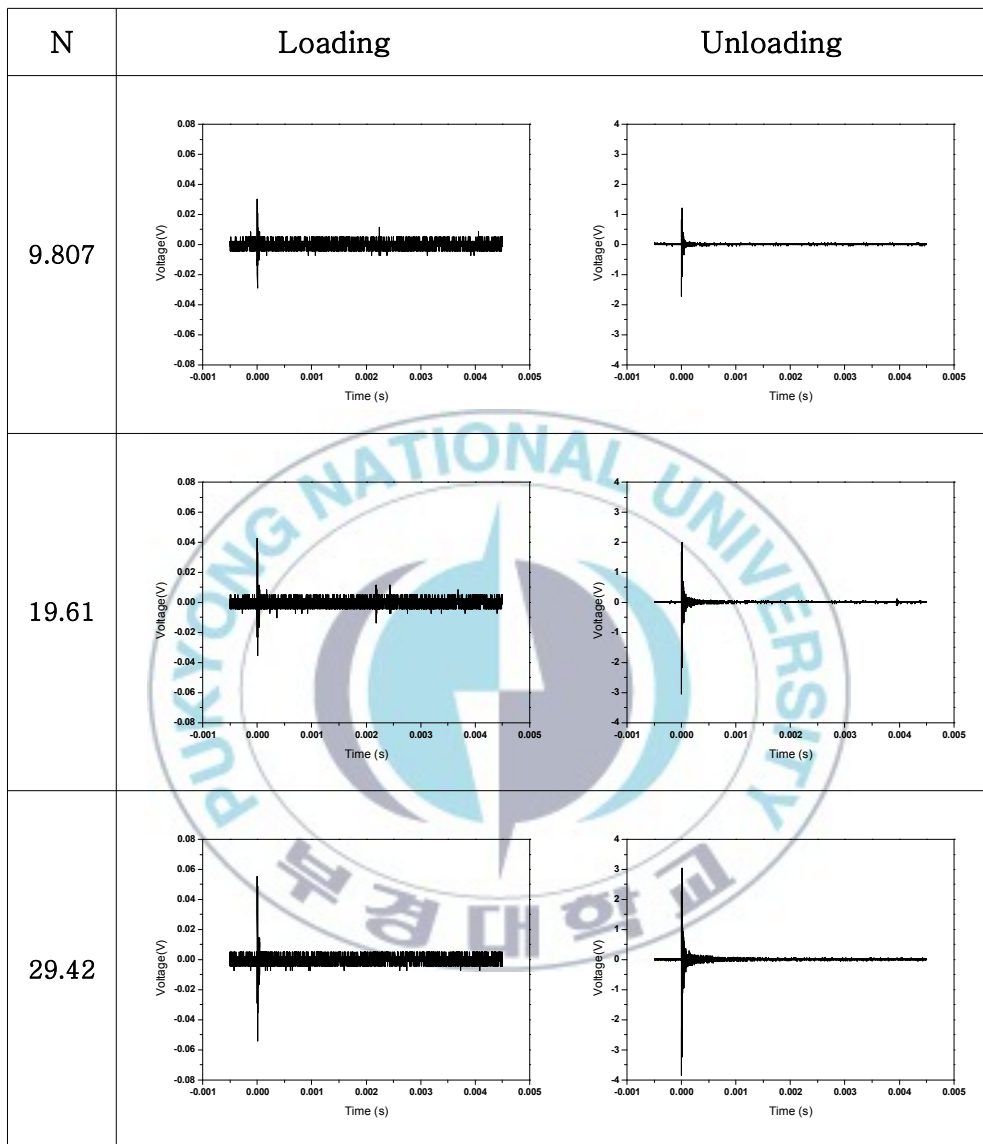


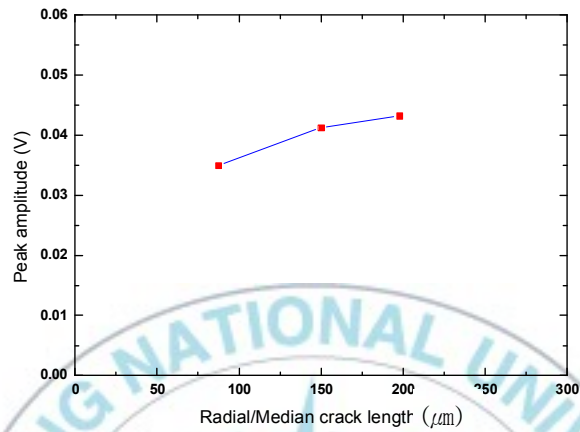
Fig. 17 Typical AE waveforms subjected to various load during indentation in glass. Observed AE waveforms during P(loading cycle) and U(unloading cycle) respectively.

1) AE 최대 진폭

Fig. 18은 유리에서 (a)하중을 가하는 단계와 (b)하중을 제거하는 단계에서 방출된 AE 최대 진폭을 라디알/메디안 균열 길이 대해 나타낸 그림이다. 하중을 제거하는 동안 얻어진 AE 최대 진폭은 하중을 가하는 동안 얻어진 AE 최대 진폭에 비해 35~60배 큰 것을 알 수 있다. 이는 하중을 가하는 동안 균열이 발생하고 하중을 제거하는 동안 균열 진전이 일어나므로 하중을 제거하는 동안 진전된 균열은 하중을 가하는 동안에 발생한 균열의 AE 최대 진폭이 하중을 제거하는 동안 진전된 균열의 AE 최대 진폭의 증가 비율에 비례하는 크기로 진전 되었을 것이라고 여겨진다.



(a)



(b)

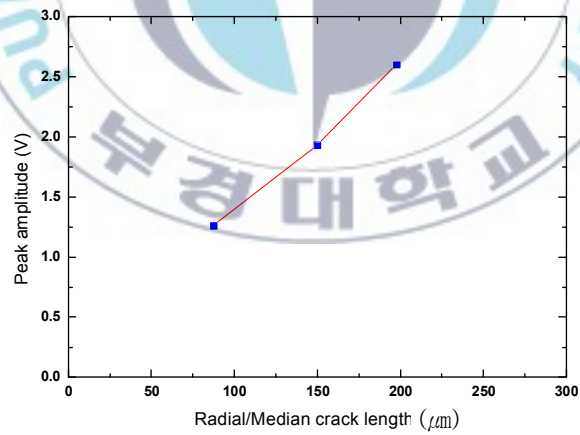


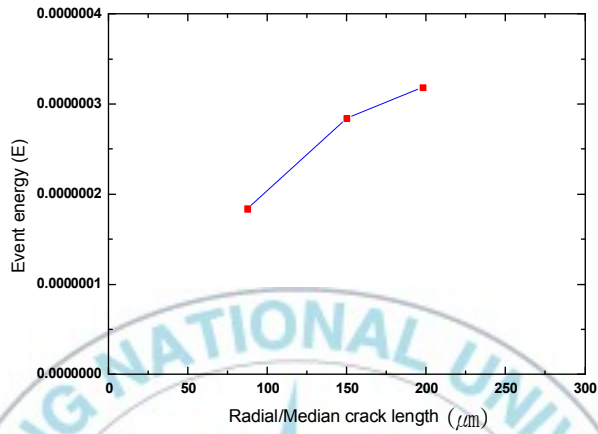
Fig. 18 Peak amplitude plot for radial/median crack length in glass to various load during
(a) loading indentation cycle
(b) unloading indentation cycle

2) AE 에너지

Fig. 19는 유리에서 (a)하중을 가하는 단계와 (b)하중을 제거하는 단계에서 방출된 AE 에너지를 라디알/메디안 균열 길이 대해 나타낸 그림이다. 하중을 제거하는 동안 얻어진 AE 에너지는 하중을 가하는 동안 얻어진 AE 에너지에 비해 140~200배 큰 것을 알 수 있었다. AE 에너지는 발생한 균열의 면적과 변형에너지에 비례⁴⁾하므로 하중을 가하는 동안 발생하는 폐니 형상 균열의 면적에 비해 하중을 제거하는 동안 발생하는 라디알/메디안 균열 및 레터럴 균열의 면적이 더 커서 이 때 얻어진 AE 에너지가 하중을 가하는 동안 얻어진 AE 에너지보다 더 큰 폭으로 증가하는 것으로 여겨진다.



(a)



(b)

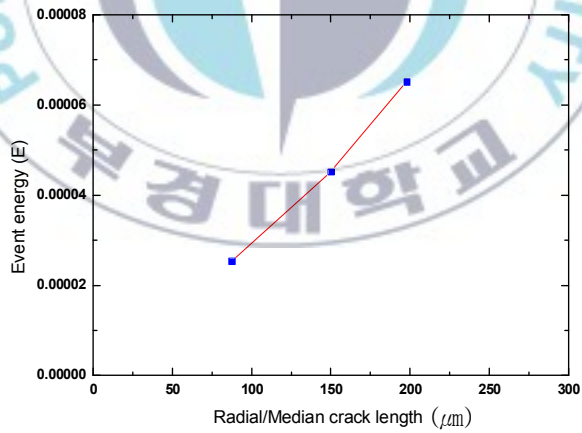


Fig. 19 Acoustic emission energy plotted against radial/median crack length in glass during
(a) loading indentation cycle and
(b) unloading indentation cycle

4.2.2 코팅유리에 비커스 압입시 방출된 AE신호처리

Fig. 20은 코팅유리에 다양한 압입 하중으로 압입 하였을 때 얻어지는 AE 파형을 나타냈다. 유리에서 얻어진 AE 파형과 같이 하중이 증가할수록 하중 부하(Load) 및 제거(Unload) 단계에서 얻어진 파형의 최대 진폭이 높아지는 것을 확인 할 수 있다.

코팅유리에서 비커스 압입시 방출된 AE 신호는 각 압입 싸이클에 대한 AE의 최대 진폭, 에너지로 변별하여 특성을 검토하였다.



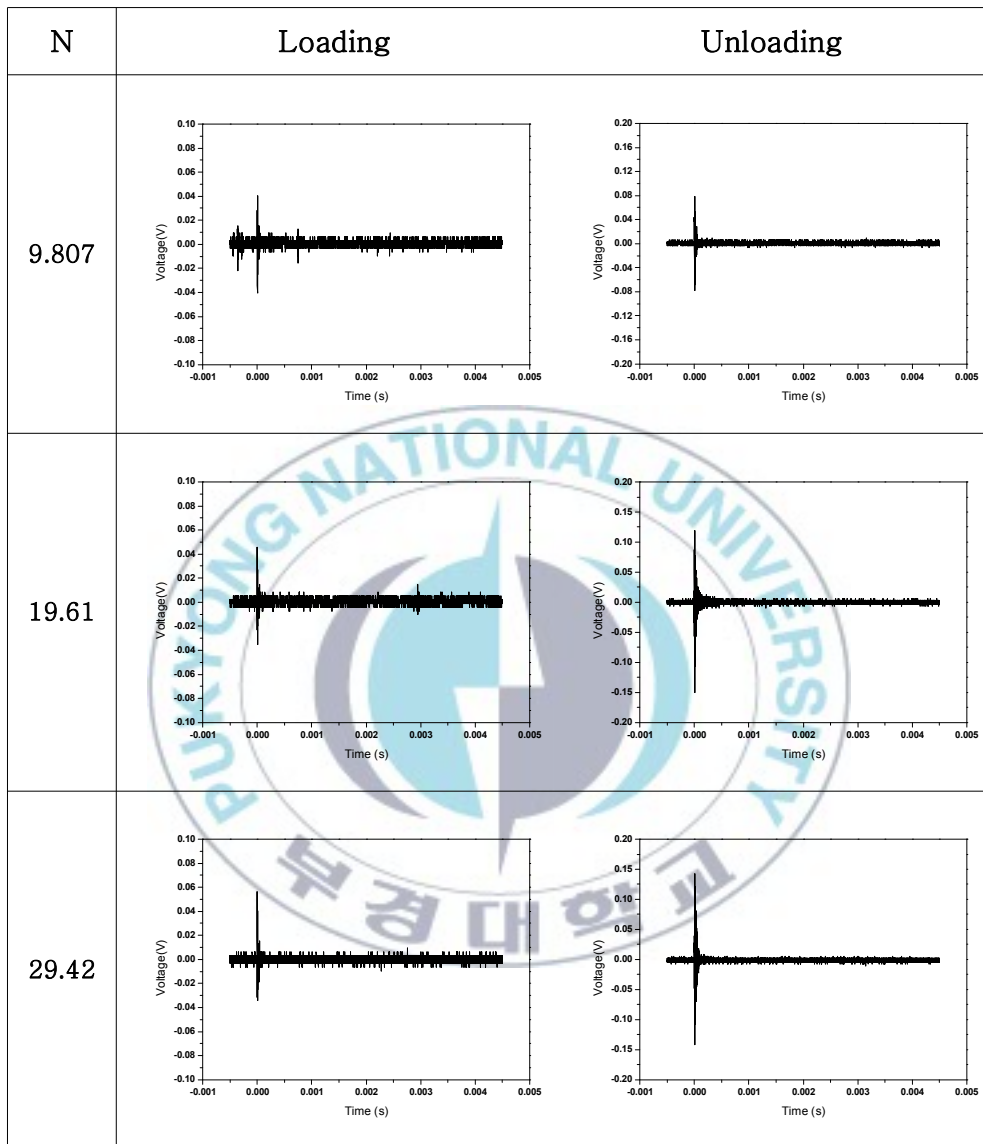


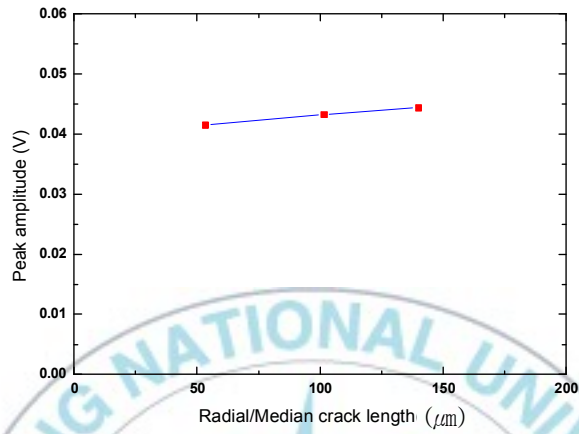
Fig. 20 Typical AE waveforms subjected to various load during indentation in coating glass. Observed AE waveforms during P(loading cycle) and U(unloading cycle) respectively.

1) AE 최대 진폭

Fig. 21은 코팅유리에서 (a)하중을 가하는 단계와 (b)하중을 제거하는 단계에서 방출된 AE 최대 진폭을 라디알/메디안 균열 길이 대해 나타낸 그림이다. 하중을 제거하는 동안 얻어진 AE 최대 진폭은 하중을 가하는 동안 얻어진 AE 최대 진폭에 비해 1.5~3.5배 큰 것을 알 수 있었다. 증가 비율이 유리에서 얻어진 증가 비율 보다 현저히 낮아진 것을 알 수 있다. 일반적으로 균열은 하중을 제거하는 동안 표면으로 전개되는데 코팅유리는 표면에 코팅효과로 인해 균열의 전개를 방해하여 하중을 제거하는 동안 얻어진 AE 최대 진폭이 유리에 비해 낮은 폭으로 증가되었다고 여겨진다.



(a)



(b)

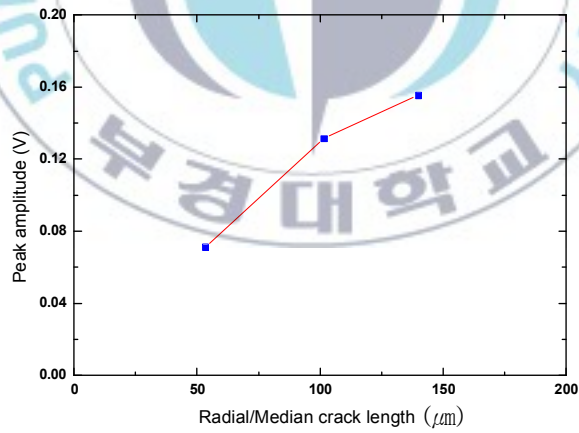


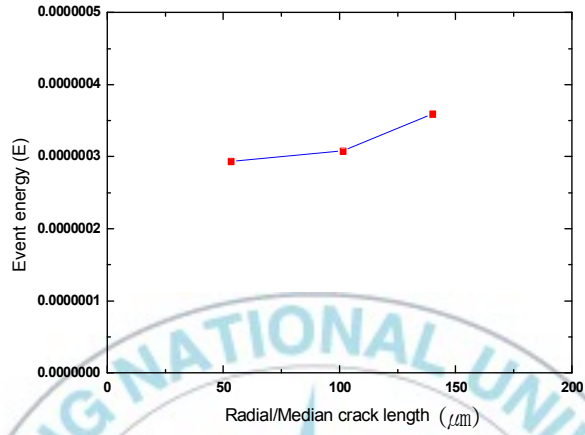
Fig. 21 Peak amplitude plot for radial/median crack in coating glass to various load during
(a) loading indentation cycle and
(b) unloading indentation cycle

2) AE 에너지

Fig. 22는 코팅유리에서 (a)하중을 가하는 단계와 (b)하중을 제거하는 단계에서 방출된 AE 에너지를 라디알/메디안 균열 길이 대해 나타낸 그림이다. 하중을 제거하는 동안 얻어진 AE 에너지는 하중을 가하는 동안 얻어진 AE 에너지에 비해 3.5~15.5배 큰 것을 알 수 있었다. 유리에서 하중 단계별로 얻어진 AE 에너지 비교와 같이 하중을 제거하는 단계에서 AE 에너지가 증가하나 그 증가 비율이 유리에서 얻어진 증가 비율보다 현저히 낮아진 것을 알 수 있었다. 이는 코팅유리의 표면에 부여된 인성으로 인해 균열의 전개를 방해하여 하중을 제거하는 동안 발생된 균열의 면적이 유리에 비해 더 작아서 AE 에너지가 유리에 비해 낮은 폭으로 증가되었다고 여겨진다.



(a)



(b)

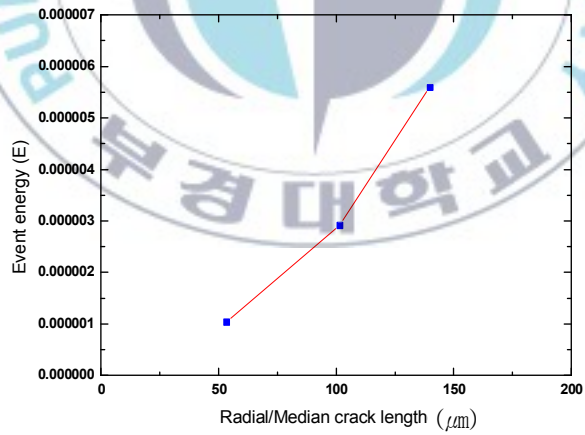


Fig. 22 Acoustic emission energy plotted against radial/median crack length in coating glass during (a) loading indentation cycle and (b) unloading indentation cycle

4.2.3 유리와 코팅유리의 AE 최대 진폭 비교

Fig. 23은 유리와 코팅유리에 대해 19.61N로 압입 시 방출된 AE 파형을 비교한 것이다.

Fig. 24는 유리와 코팅유리에 비커스 압입시 (a) 하중을 가하는 단계와 (b) 하중을 제거하는 단계에서 방출된 AE 파형의 최대 진폭을 라디알/메디안 균열 길이에 대해 나타낸 그림이다. glass는 유리, C glass는 코팅유리(coating glass)를 나타낸다.

(a)단계에서는 다양한 하중으로 압입시 코팅유리에서 방출된 AE 파형의 최대 진폭이 유리에서 방출된 AE 파형의 최대 진폭에 비해 높은 것을 알 수 있다. AE 파형은 재료 내부의 변형에너지에 비례하므로 변형에너지와 연관된 응력영역의 세기⁴⁾를 비교함으로써 하중을 가하는 동안 발생된 AE 파형의 최대 진폭 비교에서 코팅유리에서 발생된 AE 최대 진폭이 유리에 비해 높은 것을 설명 할 수 있다.

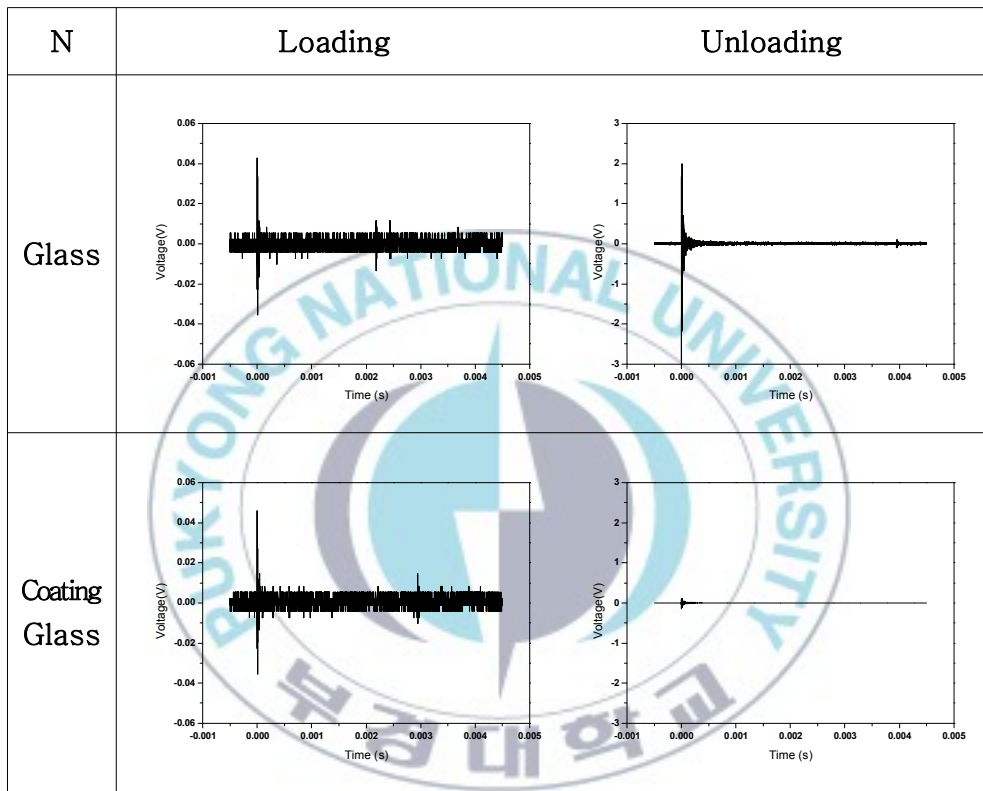
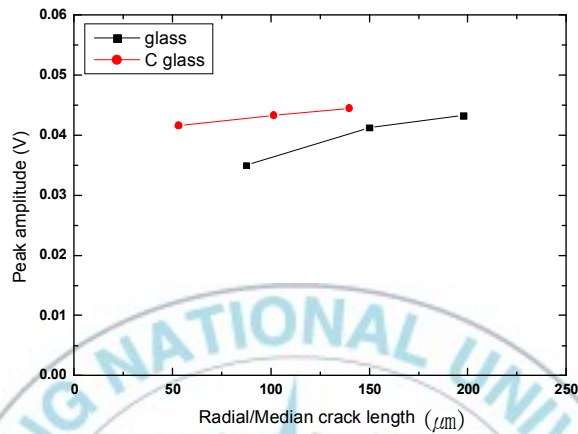


Fig. 23 Typical AE waveforms emitted from glass and coating glass during vickers indentation

(a)



(b)

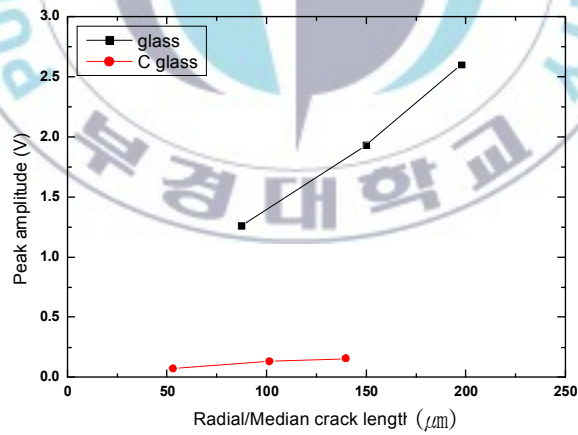


Fig. 24 Peak amplitude plot for radial/median crack in glass compared with coating glass to various load during (a) loading indentation cycle and (b) unloading indentation cycle

응력영역의 세기는 재료의 경도값에 비례하므로 유리와 코팅유리의 응력세기 비교를 Fig. 25에 나타냈다. 코팅유리는 코팅효과로 인해 표면에 압흔(2a)은 유리에 비해 작은 길이로 발생하며 응력영역의 세기가 유리보다 더 높아 이로 인해 Fig. 24의 (a) 하중을 가하는 동안 발생하는 파형의 최대 진폭이 유리에 비해 높게 얻어지는 것으로 여겨진다.

Fig. 24에서 하중을 제거하는 (b)단계에서는 코팅유리에서 방출된 AE 최대 진폭이 유리에서 방출된 AE 최대 진폭에 비해 큰 폭으로 낮은 것을 확인 할 수 있다. 하중을 제거하는 단계에서는 표면 방향으로만 균열이 진전되므로 코팅유리의 표면에 부여된 인성 때문에 균열 진전을 방해하여 라디알/메디안 균열길이 범위도 유리에 비해 작고 방출된 AE 최대 진폭도 더 낮은 것으로 여겨진다.



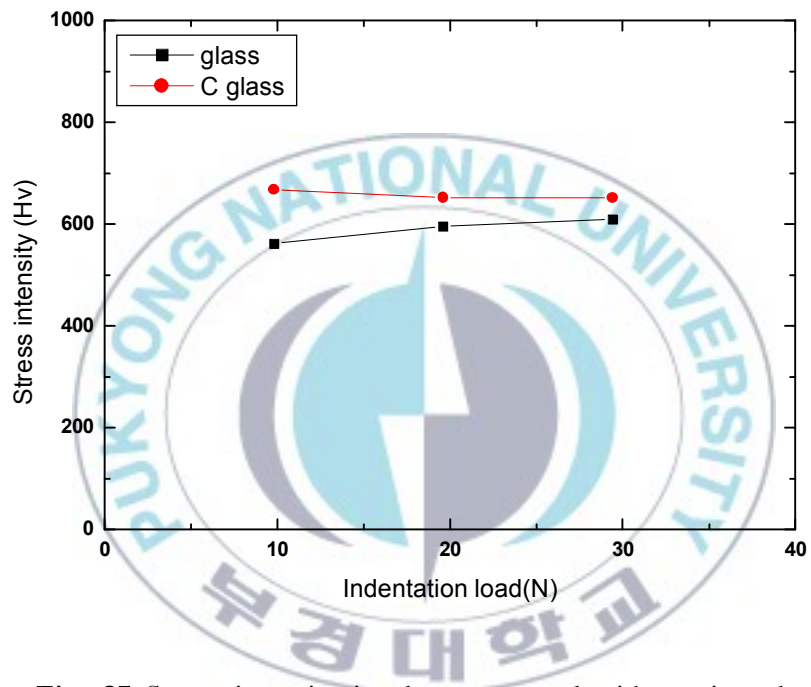


Fig. 25 Stress intensity in glass compared with coating glass to various indentation load

4.2.4 IF 메카니즘을 이용한 균열길이와 AE 에너지 상관관계

AE 신호들은 국부 변형 때문에 변형에너지의 일부가 방출되는 것으로 여겨진다. 그러므로 AE 에너지는 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 계산되어지고 (4.1)의 식¹⁴⁾으로 나타낼 수 있다.

$$\epsilon = \sum_{i=1}^N \int_{t=0}^{T_i} V_{abs} dt \quad (4.1)$$

여기서 V_{abs} 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(4.2)으로 나타낼 수 있다.

$$\epsilon \propto (\pi C^2) U_M \quad (4.2)$$

여기서 U_M 은 전체 변형에너지다. Lawn과 Fuller에 의하면 압입응력 영역의 특정치수는 균열길이(C)이며 특정면적과 부피는 각각 C^2 과 C^3 이다. 전체 변형에너지(U_M)는 변형에너지 밀도(P^2/EC^4)와 응력 받은 부피(C^3)의 곱인 식(4.3)으로 나타 낼 수 있다.

$$U_M \propto P^2/EC \quad (4.3)$$

3.2.4절에서 나타낸 식(3.2)를 좌변이 압입하중과 균열로 나타낸 식으로 정리하게 되면 식(4.4)로 나타낼 수 있으며

$$PC^{-3/2} = K_{IC}/\chi \quad (4.4)$$

이때 K_{IC} 는 파괴인성치이고, χ 는 압자와 시편으로부터 얻어지는 무차원 정수이다.

식 (4.2), (4.3) 및 (4.4)로부터 AE 에너지(ϵ)는

$$\epsilon \propto (K_{IC}^2/E)C^4 \quad (4.5)$$

식(4.5)가 됨을 알 수 있다.

식(4.5)을 통해 AE 에너지(ϵ)는 균열길이(C)의 4승에 비례한다는 것을 알 수 있다.^{4,11)}

Fig. 26은 유리에 마이크로 비커스 압입 시 방출되는 AE 특성에 대한 선행 연구결과로써 하중을 제거하는 단계에서 라디알/메디안 균열이 주로 전개되므로 이때 발생한 파형의 에너지를 균열 길이에 대해 그래프화한 것을 나타내었다. 이를 통해 AE 에너지가 균열길이(C)의 4.5승에 비례한다는 것을 알 수 있었다.

이를 바탕으로 유리와 코팅유리에 대해 비커스 압입 시 방출되는 AE 에너지와 균열길이(C)의 상관관계를 밝히기 위해 그래프화 하였다.

Fig. 27과 Fig. 28은 각각 유리와 코팅유리에 비커스 압입 시 방출되어지는 AE 신호의 에너지를 라디알/메디안 균열 길이에 대해 나타낸 그래프이다. 유리와 코팅유리에 비커스 압입 시 방출되어지는 AE 신호의 에너지는 라디알/메디안 균열 길이에 대해 각각 1.2승, 0.9승 비례로 거의 균열 길이(C)에 비례한다는 것을 알 수 있었다.

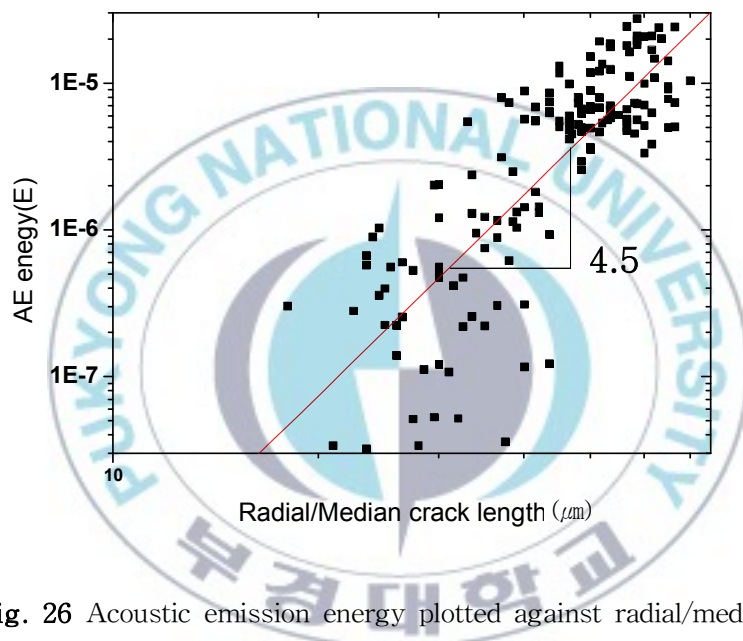


Fig. 26 Acoustic emission energy plotted against radial/median crack length during unloading cycle

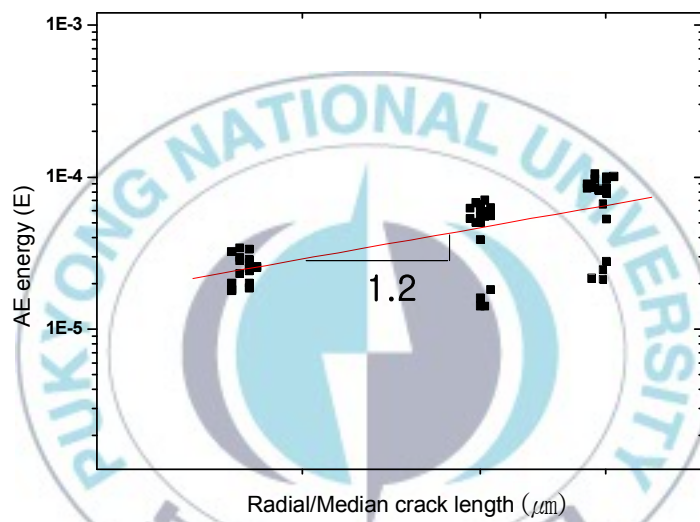


Fig. 27 Acoustic emission energy plotted against radial/median crack length in glass during unloading cycle

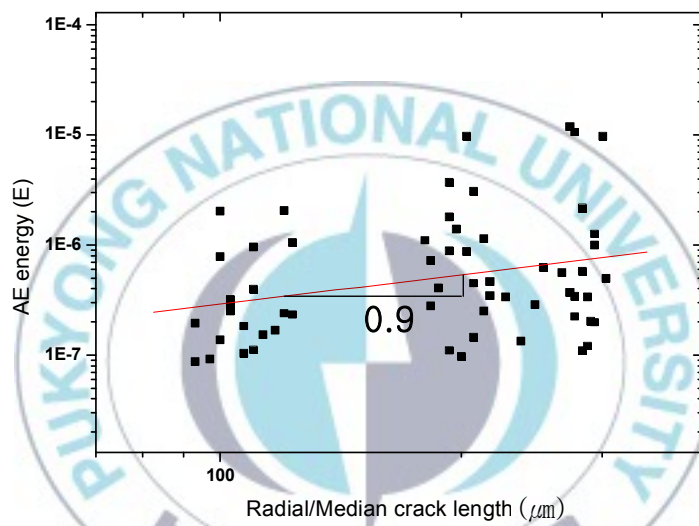


Fig. 28 Acoustic emission energy plotted against radial/median crack length in coating glass during unloading cycle

5. 결론

세라믹스의 파괴거동을 규명하기 위하여 유리 표면에 IF법 및 AE 시험을 할 때 발생하는 AE 파형의 특성을 관찰하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

1) AE 파형 관찰시 비커스 압자에 하중을 가하는 단계에서는 페니 형상 균열, 하중을 제거하는 단계에서는 라디알/메디안 균열 및 레터럴 균열의 영향을 받은 신호가 발생한다.

2) 라디알/메디안 균열길이(C)와 비커스 압흔 길이(a)의 비가 2.5 이상일 경우 메디안 균열 모델을 적용할 수 있고, 2.5 이하일 경우 표면형 균열 모델을 적용할 수 있었다.

3) 표면효과에 따른 AE 파형의 특성을 관찰하기 위해 유리와 코팅유리에 비커스 압입 시 발생하는 AE 파형을 비교한 결과, 하중을 가하는 단계에서 응력 세기가 높은 코팅유리에서 발생된 AE의 최대 진폭이 유리에 비해 더 높게 측정되었다. 하중을 제거하는 단계에서 코팅유리는 표면에 인성이 부여되어 균열의 표면 진전이 방해되어 유리에 비해 발생하는 AE의 최대 진폭이 더 낮게 측정되었다.

4) 2.942N에서 9.807N까지 0.9807N단위로 마이크로 비커스 압입시 하중 제거 단계에서 방출된 AE 에너지가 균열 길이의 4.5승에 비례하는 실험결과를 얻었으며 이는 기존의 IF법 메카니즘으로 해석된 AE 에너지가 균열 길이의 4승에 비례한다는 이론치에 근사하였다. 이를 9.807N에서 29.42N까지 9.807N단위로 비커스 압입에 적용하여 유리와 코팅유리에서 발생한 AE 에너지는 라디알/메디안 균열길이의 각각 1.2승, 0.9승에 비례하였다.

6. 참고문헌

- 1) Chang-Hun Lee, Jin-Ho Choi, Jin-Hwe Kweon, Jun-Hyung Byun and Yeun-Ho Yu, "A study on the non-destructive characteristics of the composite structures using the Acoustic emission", *The Korean Society for Composite Materials*, Vol. 1, 2004, pp. 139-142
- 2) Akio Yonezu, Baoxing Xu, Xi Chen, "Indentation induced lateral crack in ceramics with surface hardening", *Materials Science and Engineering*, Vol. 507, No. 15, 2009, pp.226-235
- 3) 이준근, "세라믹스의 기계적 특성", 반도출판사, 서울, 1999, p.2-31
- 4) B. R. Lawn, E. R. Fuller, "Equilibrium penny-like cracks in indentation fracture", *Journal of Materials Science*, Vol. 10, No. 12, 1975, pp.2016-2024
- 5) B. R. Lawn, M. V. Swan, "Microfracture beneath point indentations in brittle solids", *Journal of materials science*, Vol. 10, No. 1, 1975, pp.113-122
- 6) B. R. Lawn, A. G. Evans, "A model for crack initiation in elastic/plastic indentation fields", *Journal of Materials Science*, Vol. 12, No. 11, 1977, pp.2195-2199
- 7) J. T. Hagun, M. V. Swan, "The origin of median and lateral cracks around plastic indents in brittle materials", *Journal of Physics D: Applied Physics*, Vol. 11, No. 15, 1978, pp.2091-2102
- 8) D. B. Marshall, B. R. Lawn, "Residual stress effects in sharp contact cracking", *Journal of materials science*, 1979, Vol. 14, pp.2001-2012
- 9) B. R. Lawn, A. G. Evans, "Elastic/plastic indentation damage in ceramics : The median/ radial crack system", *Journal of the American Ceramic Society*, Vol. 63, No. 9-10, 1980, pp.574-581
- 10) H. Miyazaki, H. Hyuga, "Crack profiles under a vickers indent in silicon nitride ceramics with various microstructures", *Ceramics International*, Vol. 36, No. 1,

2010, pp.173-179

- 11) S. H. Lee, H. C. Kim, "Acoustic emission during indentation fracture of soda-lime glass", *Journal of Materials Science Letters*, Vol. 3, No. 10, 1984, pp.907-910
- 12) K. Y. Kim, W. Sachse, "Study of brittle fracture by acoustic emission from indentation cracks", *Journal of Applied Physics*, Vol. 65, No. 11, 1989, pp.4234-4244
- 13) N. H. Faisal, J. A. Steel, R. Ahmed, and R. L. Reuben, "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, 2009, pp.525-535
- 14) M. Belmonte, A. J. S. Fernandes, F. M. Costa, F. J. Oliveira, R. F. Silva, "Acoustic emission detection of macro-indentation cracking of diamond coated silicon", *Diamond and Related Materials*, Vol. 12, No. 10-11, 2003, pp.1744-1749
- 15) 강순배, "질화규소복합 세라믹스의 균열치유거동과 탄성파 특성", 2006, pp.2-108
- 16) S. Koshimizu, J. Otsuka, "Detection of ductile to brittle transition in microindentation and microscratching of single crystal silicon using acoustic emission", *Machining Science and Technology*, Vol. 5, No. 1, 2001, pp.101-114
- 17) 김부안, 신동우, "세라믹스 파괴특성", 원창출판사, 인천, 1997, pp.61-177
- 18) K. Niihara, R. Morena, D. P. H. Hasselman, "Evaluation of KIC of brittle solids by the indentation method with low crack-to-indent ratios", *Journal of Materials Science Letters*, Vol. 1, No. 1, 1982, pp.13-16
- 19) 일본비파괴검사협회, "음향방출 계측공학", 구미서관, 서울, 2008, pp.11-79
- 20) P. Dyjak, R. P. Singh, "Acoustic emission analysis of nanoindentation-induced fracture events", *Experimental Mechanics*, 2006, Vol. 46, No. 3, 2006, pp.333-345

- 21) *KS B 0811 "Metallic materials-Vickers hardness test-Part 1 : Test method", 2003, pp.3-7*
- 22) *T. Haranoh, H. Ishikawa, "Crack evolution in vickers indentation for soda-lime-silica glass", Journal of Materials Science, Vol. 17, No. 5, 1982, pp.1493-1500*
- 23) *G. R. Anstis et al., "A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness: I. direct crack measurements", Journal of the American Ceramic Society, Vol. 64, No. 9, 1981, pp. 533-538*



감사의 글

대학원 생활은 셀 수 없이 넘어졌지만 여러 좋은 분들로부터 많은 도움을 받아 다시 일어나 도전하고 뚫 수 있었던 소중한 시간이었습니다.

연구를 수행하는데 항상 열정적으로 가르침을 주신 박홍일 지도 교수님께 깊은 감사를 드립니다. 대학원 진학을 결심한 학사 4학년부터 대학원 졸업까지 부족한 저에게 문제를 해결하는 방법과 실험을 진행하는데 많은 도움을 주신 이병우 교수님, 이종규 교수님께 감사드립니다. 그리고 좋은 논문이 될 수 있도록 세심하게 조언해 주신 김우열 교수님, 많은 가르침을 주신 김성규 교수님, 조상명 교수님, 방국수 교수님, 서원찬 교수님, 이길근 교수님에게도 감사드립니다.

실험이 무사히 마무리 될 수 있도록 도와주신 KIMS 재료연구소 이종오 박사님, 손영호 박사님과 재료연구소에서 실험 진행시 꼼꼼하게 살펴봐 주신 지현섭 님 외 연구소 분들에게 감사드립니다.

실험 시 풀리지 않는 문제에 많은 조언과 격려를 아끼지 않은 이도경 선배님, 김현수 선배님, 박현미 양 덕에 힘든 순간에도 웃을 수 있었으며 제 대학원 생활의 원동력이었습니다. 그리고 대학원 선배들이 실험에만 집중 할 수 있도록 실험실의 굶은일도 마다하지 않고 성실히 책임을 다해준 김현수 군에게도 감사합니다. 항상 성원해 주신 재료용접실, 용접IT실, 주조응고 및 비정질가공실, 프로세스시스템실, 분말프로세스실 분들과 긍정의 힘과 에너지를 주는 친구들에게도 감사드립니다.

마지막으로 늘 아낌없이 주시는 사랑하는 부모님과 오빠처럼 든든하게 챙겨주는 우리 동생에게 진심으로 감사합니다.