

AE에 의한 플라즈마 용사코팅 염수분무 부식제의 인장해석

김 귀 식* · 박 경 석** · 홍 용 의*** · 현 창 해****

Tensile Analysis on Salt Spray Material of Plasma Spray Coating by Acoustic Emission

Gui-Shik Kim*, Kyung-Shuk Park**, Yong-Ui Hong*** and Chang-Hae Hyun****

ABSTRACT

Thermal spray coating is formed by a process in which melted particles flying with high speed towards substrate, then crash and spread on the substrate surface cooled and solidified in a very short time. Stacking of the particles makes coating. This paper was to investigate the adhesiveness of the plasma sprayed coating materials conducted 5% NaCl salt spray by acoustic emission method in tensile loadings. The powders used for the coating were nickel aluminum composite powder Ni-4.5wt.%Al and titanium dioxide powder TiO₂. The salt solution penetrated into the surface of the substrate through pore of the coating layer built in the process of plasma spray. Corrosion productions formed on the surface of substrate. The adhesiveness between the substrate and the coating layer is weaken by corrosion and the exfoliation initiated chiefly at the corrosion surface of the substrate. The AE events and energy of the corroded coating specimens decreased as the salt spray times increase

Key Words : Plasma spray, Ceramic coating layer, Acoustic emission, Tensile testing, Salt spray, Adhesiveness, Layer corrosion

1. 서 론

플라즈마 용사법은 표면개질기술의 한방법으로 금

속, 세라믹, 플라스틱 등 용융 가능한 거의 모든 재료에 적용이 가능하며, 특히 세라믹의 뛰어난 열적, 기계적 특성으로 인해 내열성, 내마모성 및 내식성 등의 기능이 필요한 기계구조물의 부품 및 소재에 널리 사용되고 있다[1]. 그러나 세라믹용사는 기체와 코팅층 사이의 낮은 결합력과 용사과정중 형성되는 기공 등으로 부식환경에서 사용시 큰 결점으로 작용하여 실용화에 문제점으로 지적되고 있다[2].

최근 결합의 측정은 재료내부의 미소한 변형이나 손상을 연속적으로 검출할 수 있는 음향방출법(AE)

* 제주대학교 기계공학과
Dept. of Mechanical Eng., Cheju Nat'l Univ.
** 제주지방중소기업청
Regional Office of Cheju SMBA
*** 제주소방서
Cheju Fire Station
**** 제주관광대학 메카트로닉스계열
Cheju Tourism College, Mechatronics Majors

에 의한 평가기술이 주목받고 있다[3]. 특히 AE 법은 측정대상물의 가동상태에서 결함의 발생이나 성장 유무를 연속적으로 감지하고 분석할 수 있기 때문에 손상의 조기 탐지가 가능하며, 또 센서만을 원하는 부위에 부착하면 손상평가를 할 수 있으므로 설비에 전혀 영향을 주지 않는다는 장점을 가지고 있다.

따라서 본 연구에서는 부식환경이 플라즈마 용사코팅재에 미치는 영향을 파악하기 위하여 금속계 분말 중간재 Ni-4.5wt.%Al과 산화물계 세라믹 TiO₂를 탑코팅하여 염수분무에 의한 부식을 실시한후, 중간재 삼입에 의한 용사코팅재의 인장거동을 AE로 해석하였다.

2. 재료 및 방법

2.1 실험재료

시험편의 기재는 기계구조용강(S45C)이며 그 화학성분을 Table 1에, 시험편 형상 및 치수는 Fig. 1에 나타냈다. 코팅은 기재의 표면을 블라스팅한 후 플라즈마 용사장치(Metco. Co.)로서 Table 2의 조건으로 실시하였다. 코팅재료는 Table 3에 나타낸 TiO₂ 세라믹과 Ni-4.5wt.%Al 합금분말을 사용하였다. 코팅층의 두께는 본드코팅은 약100 μ m, 세라믹코팅은 약200 μ m이며, 아래의 2종류의 시험편을 제작하였다.

BOND: 기재에 Ni-4.5wt.%Al를 코팅한 시험편

BT: Ni-4.5wt.%Al 코팅후 그위에 TiO₂를 코팅한

시험편

이들 시험편은 염수분무장치를 사용하여 2시간, 5시간, 10시간의 부식을 실시한 시험편의 부식시간에 따른 표기는 시험편 표기 앞에 기재하였다(예: 2시간 부식시킨 BT재 → 2BT). 염수분무는 ASTM B117에 따라 행하였으며, 농도 NaCl 5%±1, PH 6.5~7.2, 공기압 0.7kg/cm², 분무실 온도 35°C, 분무량 1~2ml/hr로 하였다. 인장시험은 만능재료시험기(Zwick Co.)를 사용하여 크로스헤드 이송속도를 1mm/min로 하였다. AE측정장치는 Mistras 2001(Physical Acoustics Co.)이며 R15센서를 사용하였고, Preamp를 40dB로 Band pass filter를 100kHz~300kHz로 하였다

Table 1. Chemical composition of S45C(wt.%)

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

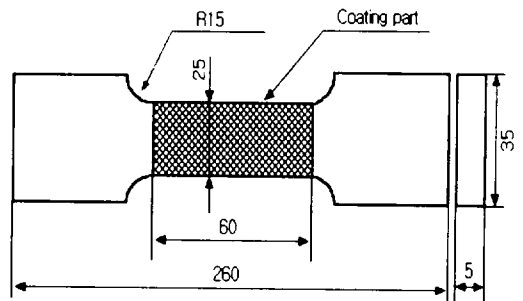


Fig. 1. The shape and dimension of test specimen (unit: mm).

Table 2. Powders used plasma spray

Condition Powder	Typical composition	Typical size range	Melting point
Ni-4.5wt.%Al	Aluminum 4.5% Nickel balance	170 ~ 325mesh	660°C
TiO ₂	Titanium dioxide 99% minimum	10 ~ 270mesh	1920°C

Table 3. Plasma spraying conditions

Condition Powder	Powder feed unit		Plasma gas (psi)		DC (A)	DC (V)	Spray dis. (mm)
	Flow meter (ft ³ /h)	Feed rate (g/min)	Ar	H ₂			
Al ₂ O ₃	13.5	53	80	15	500	65	100
Ni-4.5wt.%Al	13.5	68	80	15	500	65	150

3. 실험결과 및 고찰

3.1 용사코팅재의 표면부식과 무게감량

Fig. 2에 부식시간에 따른 용사코팅재의 표면부식

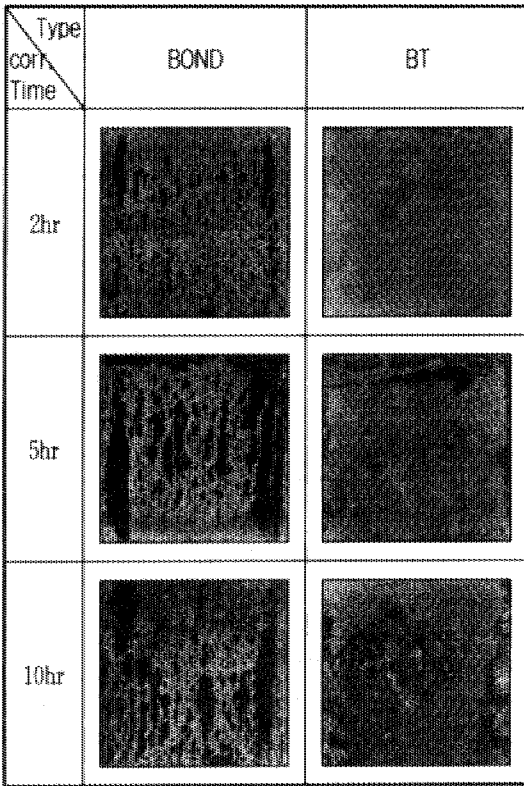


Fig. 2. The surfaces of specimen corroded.

사진을 보여 주고 있다. 염수분무 시간에 따라서 부식정도가 각각 다르게 나타나고 있음을 알 수 있다. 부식의 진행은 코팅 피막 내에 잔존하고 있는 기공 등의 결함으로 염수가 모재로 침투하여 모재를 부식시키고, 부식이 점차로 진행되면서 코팅피막으로 이물질이 올라오고 있음을 보이고 있다. BOND시험편은 2시간 염수분무를 실시한 시험편에서는 부분적으로 점철은 녹이 올라오고 있고, 5시간 이후에서는 이러한 부분적인 녹이 넓은 분포로 확산되어 가고 있음을 보이고 있다. BT시험편은 5시간 정도 경과해야 부분적으로 미세하게 녹이 올라오고 있음을 보이고 있고, 10시간 경과 후에는 중앙에서의 미세한 녹이 뚜렷하게 표출되어, 가장자리에서 올라오는 녹이 많은 면적을 차지해 가고 있음을 보이고 있다.

2시간 염수분무를 실시한 BOND시험편에서는 전 표면에서 부분적으로 녹이 피어오르고 있고, BT시험편에서는 녹이 아주 미세하게 나타나고 있다. 5시간

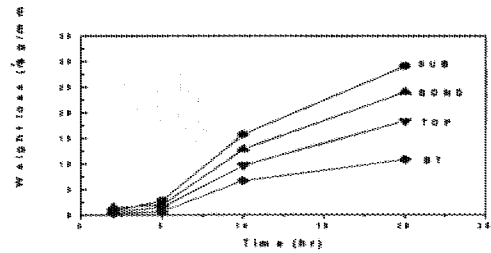


Fig. 3. Weight loss by salt spray.

에서는 BOND시험편은 점철은 녹이 많은 면적으로 성장해 가지만, BT시험편은 부분적으로 녹이 올라오고 있다. 10시간에서는 BOND시험편은 녹은 아주 쉽게 형성되어가고, BT시험편은 중앙에서의 녹이 올라오고 있음을 보이고 있다.

Fig. 3에 염수분무 시간에 따른 코팅제의 무게감량을 나타내었다. 여기에는 비교를 위해 SUB(기재)와 기재에 TiO₂ 세라믹만을 코팅한 TOP제의 결과[4]도 나타낸다. 도표에서 무게감량은 SUB가 코팅제보다는 많은 무게감량을 보이며, 이는 플라스팅에 의한 표면의 조대화로 즉, 염수와 접촉하는 면적이 코팅제에 비해 커서 염수의 침투가 용이하게 이루어진 결과로 추정된다. 코팅제에서는 BOND 시험편이 가장 많은 무게감량이 이루어지는 것은 용사 코팅 후에 존재하는 기공충동에 의해 염수가 기재에 침투되어, SUB시험편과 같이 플라스팅에 의한 표면의 조대화로 염수의 확산이 다른 코팅 시험편에 비해 많은 무게감량이 이루어진 것으로 보인다. BT시험편은 TOP 코팅과 BOND 코팅으로 인하여 표면의 기공충동의 감소로 염수가 기재에 침투가 어려워 가장 적은 무게감량이 이루어진 것으로 보인다.

3.2 부식시간에 따른 BOND코팅제의 AE특성

염수분무를 하지 않은 BOND시험편과 각각 2시간, 5시간, 10시간 부식을 실시한 2BOND, 5BOND 및 10BOND의 AE Event와 응력과 변형을 선도를 Fig. 4에 나타낸다. Fig. 4에 나타난 바와 같이 부식시간에 따른 응력과 변형률선도는 무부식의 시험편과 동일하므로 부식으로 인한 기재의 강도변화는 없다. 부식시간에 따른 AE event는 BOND시험편, 2BOND시험편,

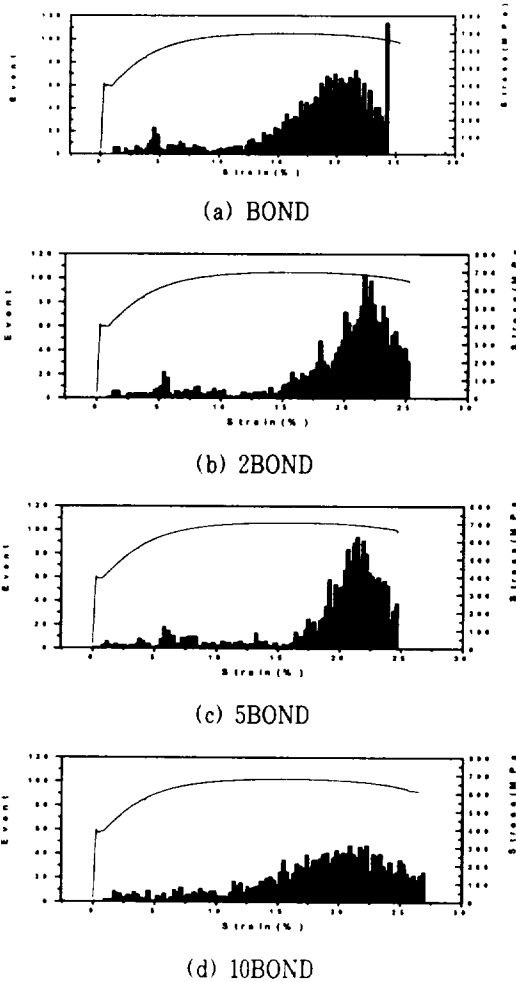


Fig. 4. Stress and Event vs. Strain.

5BOND 시험편, 10BOND 시험편 순으로 부식시간이 길면 감소하고 있다. 변형율과 Event 관계에서 부식시간이 길어지면 최대 Event가 나타나는 변형율이 감소하고 있다. 이는 부식이 증가하면 코팅재의 박리 혹은 용사피막 내부의 소성변형과 파괴가 촉진됨을 나타낸다.

Fig. 5과 6에 인장변형에 따른 누적 Count와 누적 Energy를 나타낸다. 부식시간에 따른 누적 Count와 누적 Energy의 경향은 유사하므로 함께 고찰한다. 2시간, 5시간의 부식재에 대한 이들 누적 Count와 Energy는 초기변형율에는 극히 소규모의 증가를 보

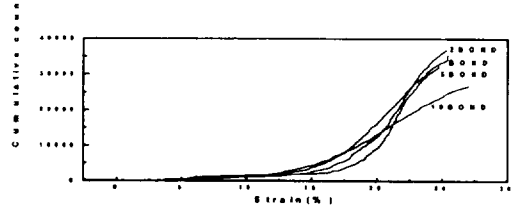


Fig. 5. Cumulative Count vs. Strain.

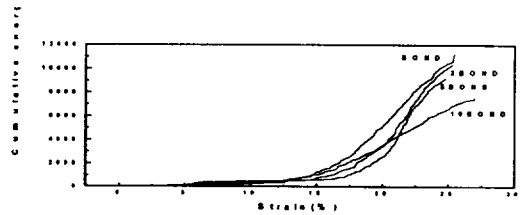


Fig. 6. Cumulative Energy vs. Strain.

이다가 17%이상의 변형을 부근에서 급격히 증가한다. 이는 무부식재의 경향과 비슷하다. 그러나 10시간 부식시의 10BOND 시험편의 경우 변형율 17%부근에서의 Count와 Event의 증가는 적게 나타나고 있다. 이는 코팅층의 박리와 피막내부의 소성변형이 많아지면 용사피막내에서 흡수할 수 있는 에너지가 적게되므로 기재와 코팅층 사이가 부식으로 인하여 밀착성이 저하되고 있음을 나타낸다. 용사코팅재가 부식환경에 노출될 경우 용사코팅 표면에 잔존하는 기공 등의 결함으로 염수가 기재로 침투되고, 기재로 침투한 염수는 시간이 경과함에 따라 용사코팅층과 기재사이로 확산되어 부식을 일으키며, 특히 블라스팅(blasting)에 의한 기재표면의 잔류응력과 조직의 조대화로 부식이 빠르게 진행되어, 밀착성이 현저히 감소하기 때문이다. 그러나 5시간까지의 부식에는 이러한 영향이 거의 없다.

3.3 BOND코팅재의 AE진폭분포

Fig. 7에 응력과 변형율에 따른 AE진폭분포를 나타낸다. 그림에서 모든 시험편은 부식시간에 관계없이 전체 인장변형을 구간에서 AE진폭이 나타나며, AE진폭의 최대값은 약 80dB이다. 이들 AE진폭분포는 변형율 15%이후에 65dB이하의 진폭들이 밀집되

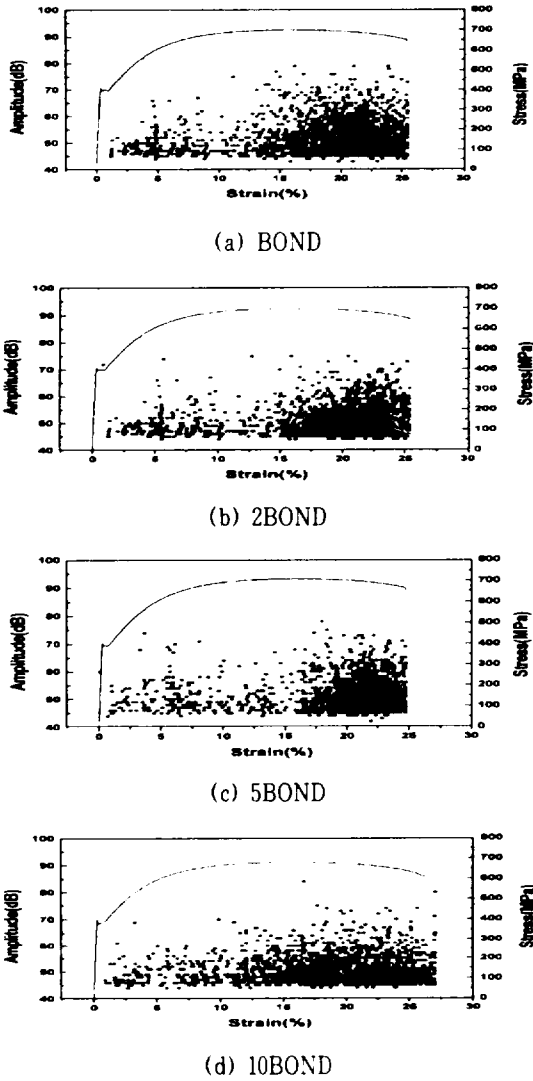


Fig. 7. Stress and Amplitude vs. Strain.

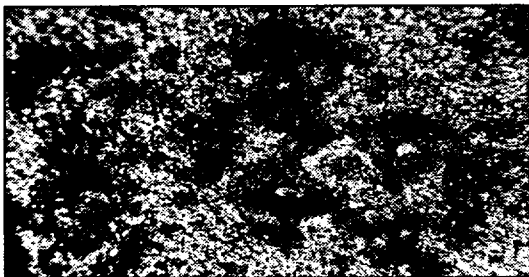


Fig. 8. Crack and corrosion on 10BOND surface.

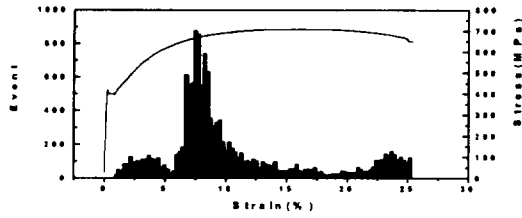
어 있다. 따라서 이 변형을 간에서 코팅층의 박리와 소성변형이 발생한다고 생각된다. 특히 이구간에서 2BOND와 5BOND 시험편의 AE진폭분포를 무부식 시험편의 경우와 비교하면, 부식재의 경우는 무부식재보다 진폭들이 감소하고 있지만 그 정도는 작다. 따라서, 코팅층과 기재와의 밀착성이 크게 감소하지 않음을 알 수 있다. 그러나, 염수부식을 10시간 실시한 10BOND인 경우 Amplitude의 분포는 다른 시험편과 같이 인장초기에서는 비슷한 경향을 나타내고 있지만, 변형을 10% 이상에서 65dB 이하의 Amplitude 분포가 많아지고 있다. 전술한 바와같이 코팅층에 존재하는 기공들에 염수가 침입하여 기재의 부식이 촉진되고, 이로 인한 부식생성물이 코팅층과 기재의 밀착성을 감소시키기 때문으로 생각된다.

Fig. 8에 10BOND 시험편의 인장시험 후 시험편의 표면을 관찰한 사진으로 코팅층에 발생한 부식과 균열 양상을 나타낸다. 기재의 부식으로 인하여 생긴 부식 생성물이 코팅층 표면에 나타나며 인장하중을 부하시 이 부분을 중심으로 균열이 발생, 성장하면서 주변이 박리되는 현상을 보여 주고 있다.

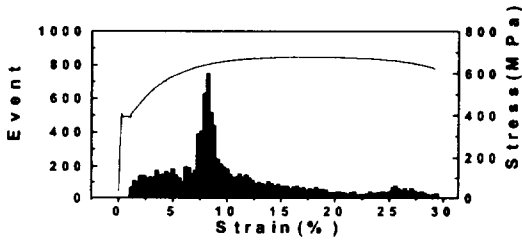
3.4 부식시간에 따른 BT코팅재의 AE특성

Fig. 9에 BT코팅재의 부식시간에 따른 AE사상수를 응력-변형률선도와 함께 나타내었다. Fig. 9에 나타난 바와 같이 염수분무시간의 증가 즉, BT 시험편, 2BT 시험편, 5BT 시험편 및 10BT 시험편의 순으로 부식시간이 증가 할수록 AE사상수가 감소하고 있다. 이는 전술한 바와같이 분무에 의한 부식의 영향이 증가한 때문이다. 한편, Fig. 9에서 각경우의 BT코팅재는 변형을 6-11%의 범위에서 큰 규모의 박리로 인한 AE사상수가 급격히 증가한다. BOND 코팅재의 경우 변형을 17%에서 AE사상수가 증가한 것에 비교하면 BT재는 인장변형 초기에 세라믹코팅층이 탈락되었음을 알 수 있다. 참고로 TOP코팅재[4]의 경우에는 변형을 1-4%의 범위에서 AE사상수가 급격히 증가하였다. 따라서 기재 위에 중간층(Ni-4.5wt.%Al)이 삽입된 BT코팅재가 세라믹의 밀착성이 개선됨과 더불어 부식감소효과가 있음을 알 수 있다.

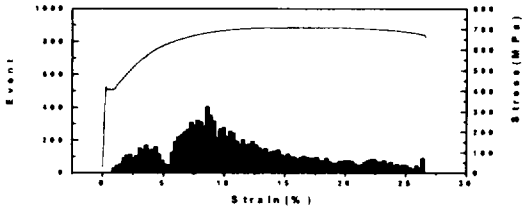
Fig. 10과 11에 분무시간에 따른 누적 Count와 누



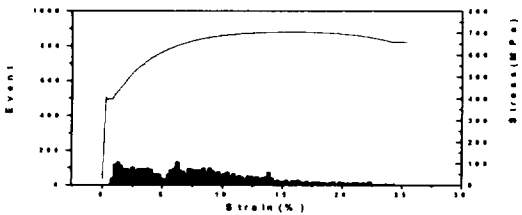
(a) BT



(b) 2BT



(c) 5BT



(d) 10BT

Fig. 9. Stress and Event vs. Strain.

적 Energy를 나타내었다. Fig. 10에 나타난 바와 같이 BT코팅재의 AE Count와 에너지 특성은 부식시간이 증가할수록 낮게 나타난다. 이는 부식시간이 길어지면 BT코팅재의 세라믹코팅층의 기공으로 침입한 염수에 의해 부식의 영향이 증가하기 때문이다.

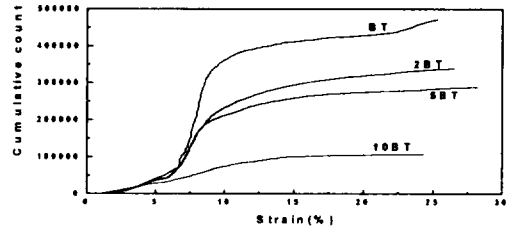


Fig. 10. Cumulative Count vs. Strain.

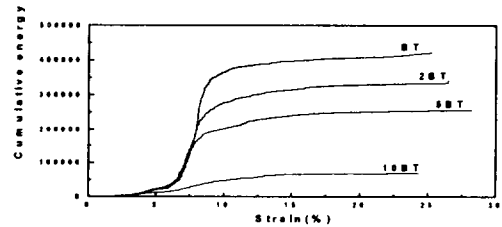


Fig. 11. Cumulative Energy vs. Strain.

3.4 BT코팅재의 AE진폭 분포

Fig. 12에 AE진폭분포를 나타낸다. AE진폭 분포는 AE사상수, AE에너지 특성과 유사한 경향을 보인다. 코팅층의 박리와 탈락으로 간주되는 70dB이상의 고진폭은 2-15% 변형을 범위에 걸쳐 나타나며, 특히 이 고진폭은 AE사상수에서 보였던 6-11% 변형을 범위에 밀집되어 있다. 이 변형을 구간에서 탑코팅재에 비해 많이 나타나는 고AE진폭들은 코팅층의 박리 및 탈락에 기인하는 것으로 추정된다. 특히 이 구간에서는 낮은 연신율을 갖고 있는 탑코팅층이 본드코팅층으로부터 탈락이 이루어졌다. 인장시험후의 표면은 기재에 본드코팅층이 부착되어 있음을 관찰한 바 있다.

한편, 염수분무시간이 가장 오래되어 부식이 가장 심한 10BT시험편은 다른 시험편보다는 진폭의 분포가 적게 나타나고 있다. 항복점 이후의 구간부터 변형을 6-11% 범위에서 70dB이상의 진폭분포가 현저하게 감소하고 있다. 이것은 부식에 의해 코팅층의 밀착성이 저하되었기 때문으로 생각된다.

BT코팅재의 AE신호 발생원중 기재와 중간재의 AE진폭은 70dB 이하이므로(김귀식 등, 1998), 70dB이상의 고진폭들은 주로 세라믹코팅층의 박리와 탈락에

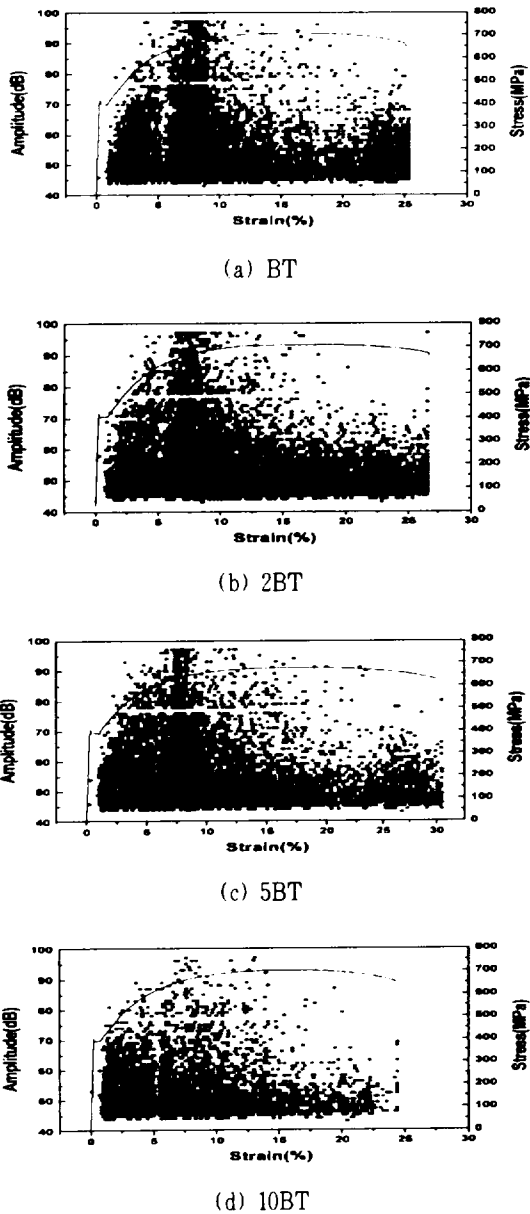


Fig. 12. Stress and Amplitude vs. Strain.

의해 발생된 것으로 생각한다.

Fig. 13은 인장시험후 10BT시험편에서 관찰된 코팅층의 균열을 나타낸다. 이 균열은 하중방향과 수직으로 발생하였다. BOND코팅재의 경우에는 이러한 균열은 관찰되지 않았다.



Fig. 13. Surfaces cracks at coating layer after tensile testing.

IV. 결론

플라즈마 용사에 의한 세라믹 코팅재의 피막 밀착성에 미치는 염수부식의 영향을 AE법에 의해 검토한 결과는 다음과 같다.

1. 용사코팅재의 피막의 박리시기는 AE 사상수, AE 에너지 및 AE진폭 분포 등의 AE 신호 분석을 통하여 측정이 가능하며, 이들 AE 신호는 용사피막의 박리 및 탈락이 발생하는 구간에서 급격히 증가한다.
2. 용사코팅재의 박리는 BOND코팅재는 항복점 이후 인장변형을 17%에서, BT코팅재는 변형을 6~11%의 범위에서 발생한다.
3. BT코팅재에서 세라믹코팅층의 박리 및 탈락시 AE진폭은 70dB이상이다.
4. 세라믹코팅재의 부식은 코팅시 생성한 기공 등의 결함으로 염수가 침투하여 기재와 BOND층의 표면에서 발생하며, 부식시간이 증가함에 따라 기재와 코팅층간의 밀착력을 약화시켜 이 부분을 중심으로 박리가 발생한다.

참고문헌

- 1) 송요성, 이구현, 이상호(1996), "기능성 용사피막 응용 현황", 기계와 재료, 제11권 3호, pp.62-69.
- 2) 민경오, 이창희(1998), "안수분위기에서의 내부식 용사코팅 기초", 제8회 용사기술 Workshop, 용사

- 기술협회, pp.1-17.
- 3) 窪堀後文, 生田稔郎, 尹藤征郎(1996). "AE法及び超音波検査法による溶射皮膜の密着性の評價", 溶射, Vol.33 No.4, pp.32-39.
- 4) 김귀식, 박경석, 홍용의, 현창해(2001). "음향방출 신호처리에 의한 플라즈마 용사코팅 피막부식제의 파손해석", 제주대학교 산업기술연구소 논문집, 제12권 제1호, pp.8-14.