

## 고온에서 알루미나 박막의 인장특성

선신규\*(전남대학교 대학원 기계공학과), 강기주(전남대학교 기계시스템공학부)

### Tensile characteristics of Alumina Thin Film at High Temperature

S. K. Sun(Mech. Eng. Dept., CNU), K. J. Kang(Mech. Eng. Dept., CNU)

#### ABSTRACT

Recently, Study on measuring property of a micro thin film(nm ~ hundreds of  $\mu\text{m}$ ) under Thermal-Mechanical loading. In this work, We perform tensile test at high temperature(1200 $^{\circ}\text{C}$ ) to investigate mechanical properties of alumina TGO formed under Thermal Barrier Coating. We used Digital Image Correlation method for measuring displacement, and We presented a method of tensile test for thin film at high temperature.

**Key Words** : Thin Film(박막), Digital Image Correlation(화상관련법), Thermal Barrier Coating(열차단 코팅), Thermally Grown Oxide(열성장 산화물), Bond Coat(접합층)

### 1. 서론

두께가 수십 nm ~ 수백  $\mu\text{m}$  인 박막의 기계적 물성은 수 mm 이상의 크기를 가진 덩어리 재료(bulk material)와 다르다. 영계수와 같은 탄성물성보다 항복응력, 인장강도 등은 특히 크기 효과(scale effect)가 심하다.<sup>(1)</sup> 최근 MEMS, Nano mechanics 등의 발전과 반도체 산업의 기술적 진보에 따라 박막의 기계적 물성을 실험적으로 측정하는 방법이 큰 관심을 받고 있다. 덩어리 물체(substrate)의 표면에 생성된 박막은 내마모성, 타 물체와의 친화성, 광학적 특성, 내산화성 등의 측면에서 중요한 역할을 하지만 박막 자체의 기계적 물성을 측정하는 것은 용이하지 않다.<sup>(2)</sup>

가스 터빈 엔진 내의 터빈 블레이드와 같이 고온에 노출되어 작동하는 재료에는  $\alpha$ -상의 알루미나(TGO; Thermally Grown Oxide)를 표면에 생성케 하여 고온 부식(hot corrosion)을 억제한다. 그런데 열 및 기계적 하중이 반복하여 작용함에 따라 표면과 내부 재료의 열팽창계수 차이와 알루미나 결정성장에 의한 응력에 의하여 알루미나 막(film)의 분리(delamination)와 좌굴(buckling), 균열(cracking) 등이 발생하여 궁극적으로 재료의 파손을 유발한다.<sup>(3,4)</sup> 따라서 고온 재료의 내구성을 향상시키기 위해서는 알

루미나 박막의 기계적 물성과 결정성장에 의한 응력을 고온 환경 하에서 측정할 필요가 있다.

본 연구에서는 1100 $^{\circ}\text{C}$  이상의 고온에서 노출될 때 열차단막 하부에 생성되는 알루미나( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) 산화막의 기계적 물성을 알아보기 위해, 고온(1200 $^{\circ}\text{C}$ )에서 시편 표면에 형성된 산화막(TGO) 두께(1~4 $\mu\text{m}$ )에 따라 인장시험을 실시하였다.

### 2. 시편 및 시험방법

#### 2.1 시편

TGO를 생성하는 BC 물질은 NiCoCrAlY 또는 (Pt, Ni)Al 이다. 그러나 이 물질은 초합금계 블레이드 표면에 화학 또는 물리적으로 증착(CVD or PVD)되는 것으로 고체 상태의 균일한 물질로 입수하기가 어렵다. 대신 전기저항 발열체 소재인 FeCrAlloy (Fe72.8/Cr22/Al5/Y0.1/Zr0.1; www.Goodfellow.com) 합금을 이용하여 시편을 제작하였다. FeCrAlloy는 BC와 유사한 온도(1000 $^{\circ}\text{C}$  이상)에서 동일한  $\alpha$ -상의 TGO를 생성하는 것으로 알려져 있다. 본 연구에서는 두께가 100 $\mu\text{m}$ 인 FeCrAlloy 박판을 길이 50mm x 폭 5mm인 사각형으로 절단 후 표면을 3 $\mu\text{m}$  다이아몬드 분말로 연마하였으며, 박막의 변위를 측정하기 위한 표

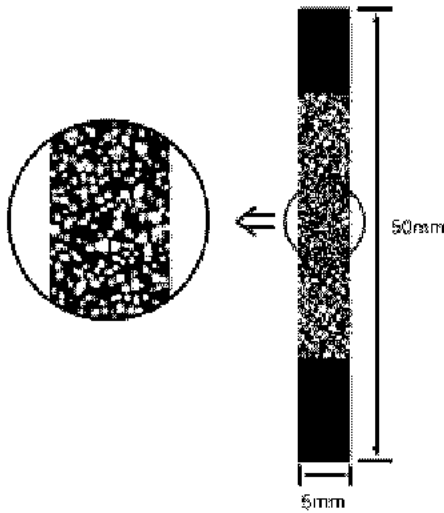


Fig.1 sprayed alumina on the specimen

점을 형성하기 위하여 1200℃ 이상의 온도에서도 변하지 않는 알루미늄( $Al_2O_3$ ) 분말(입자크기 0.05 $\mu$ m)을 일정한 비율로 물에 혼합하여 소형 분무기를 이용하여 시편 표면에 도포 하였으며, 시편에 형성된 수분을 제거하기 위해 Stirrer/Hot plate(CORNING, PC-420)를 이용하였다. Fig. 1은 시편 표면에 형성된 알루미늄 입자들의 형상을 보여주고 있다.

## 2.2 시험장치

Fig. 2는 본 연구에서 사용된 미소 재료 시험기를 보여주고 있다. 이 실험기의 부하 기구로는 스테핑 모터를 사용하였다. 스테핑 모터는 펄스에 의해 디지털로 제어되므로 PC와 연동하여 사용하기에 적합

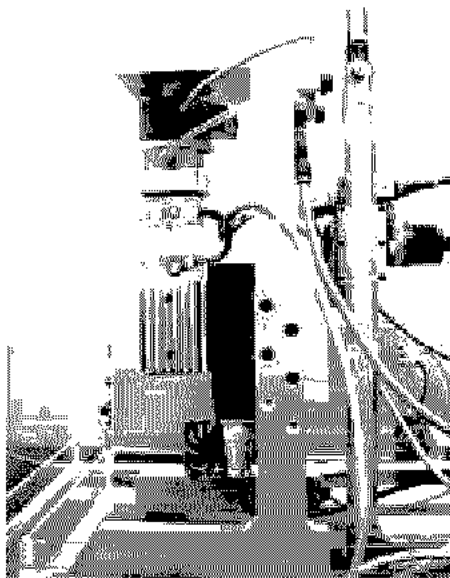


Fig. 2 Micro-tensile tester for films

하며, 진동이 적고 정적하중 제어 및 정밀제어가 가능하다는 장점이 있다.

시험기에 사용된 스테핑 모터는 ORIENTAL MOTOR사 제품으로 0.05 $\mu$ m의 이송거리 제어가 가능하다. 그리고 이 스테핑 모터를 제어하기 위해 SURUGA SEIKI사의 콘트롤러(Model; D121MS)를 이용하였다. 시험장치에 대한 자세한 설명은 저자의 이전 연구<sup>[5,6]</sup>에 기술되어 있다. 또한, 시편에 고온을 발생시키는 방법으로 시편에 전기를 가하여 발생하는 저항열(Jule Heat)을 사용하였다. 시편에 열을 가하기 위하여 DC power supply(HP사, 6573A, 35V-60A)를 이용하였고, DC power supply의 온도는 DA 보드를 통하여 제어 하였으며, 이러한 제어를 위해 HP-VEE 프로그램을 사용하였다. 또한, DATA TRANSLATION사의 DT322 보드를 이용하여 AD/DA 변환하였다.

산화막 두께의 측정 방법은 파장이 다른 적외선 온도계의 온도 차이를 이용한 EDM(Emissivity Difference Method) 방법을 이용하였으며, 저자의 이전연구<sup>(7)</sup>에 기술되어 있다. Fig. 3은 시험장치에 사용된 제어 개략도 이다.

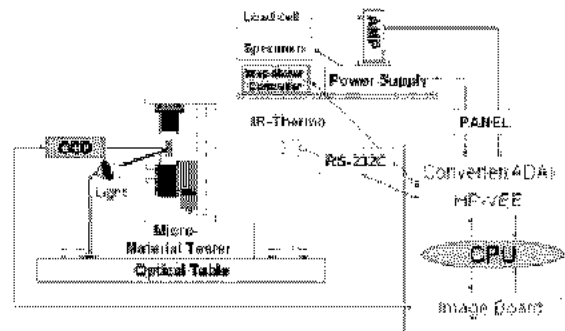


Fig. 3 Schematic of control system

## 2.3 시험방법 및 Data 획득 시스템 구성

시편이 1200℃로 가열되기 때문에 자체적으로 전구의 필라멘트와 같이 발광을 한다. 따라서 시편 표면에 형성된 알루미늄 입자들의 형상을 구분하기가 어려워진다. 시편 표면에 형성된 알루미늄 입자들의 형상을 구분하기 위하여 백색광을 시편 표면에 방사하였으며, 방사 각도를 조절하면서 최적의 조건을 설정하였다. 또한, 시편에 하중을 가하기 위하여 스테핑 모터를 이용하였으며, 초당 20 $\mu$ m의 속도로 변위제어 하였다.

시편 표면에 형성된 알루미늄 입자들의 이동 영상을 획득하기 위하여 디지털 카메라(Kodak Megaplug ES1.0)와 Zoom Lens(Navita 1-60135)를 이용하였으며, Data 저장을 위한 DT322 보드, 화상 캡처 및 저

장을 위해 DATA TRANSLATIONS 사의 DT3157 보드를 이용하여 PC에 저장 하였다.

### 3. 해석방법 및 결과

#### 3.1 해석방법

디지털 화상 관련법(DIC; Digital image correlation)을 이용하였다. 디지털 화상 관련법은 변형 전후에 측정된 물체 표면에 대한 화상을 비교하여 변위와 변형률을 측정하는 방법이다.<sup>(8)</sup> 두 화상에 존재하는 불규칙한 스펙클을 디지털 신호(pixel)의 조합으로 기록하고, 변형 전 화상내의 각 픽셀이 변형 후 화상내의 어느 점에 매핑(mapping) 되는가를 알아내기 위해 각 픽셀 주위의 일정영역(subset) 내의 모든 픽셀이 최소 오차를 갖고 연관되는 상대편 화상내의 해당 픽셀을 찾아낸다. 장치가 간단하고 픽셀 크기의 1/10까지의 변위를 측정할 수 있는 분해능을 가지고 있기 때문에 최근 널리 사용되고 있다. 그림 4는 DIC 소프트웨어인 VIC-2D(Correlated-Solution, Inc.)로 해석하여 얻은 변위 등고선도 이다.

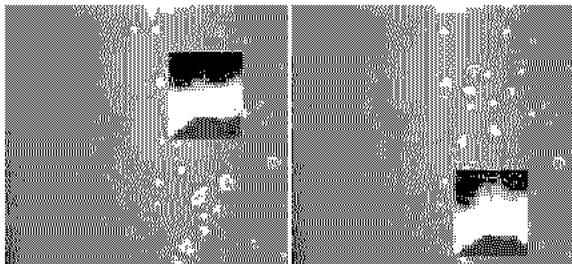


Fig. 4 Contour maps of v displacement around the point of FeCrAlloy sample under tensile loading(left ; upper point, right ; lower point)

#### 3.2 결과

VIC-2D로 해석하여 얻어진 변위 Data를 이용하여 응력(stress) 및 변형률(strain)을 계산 하였으며

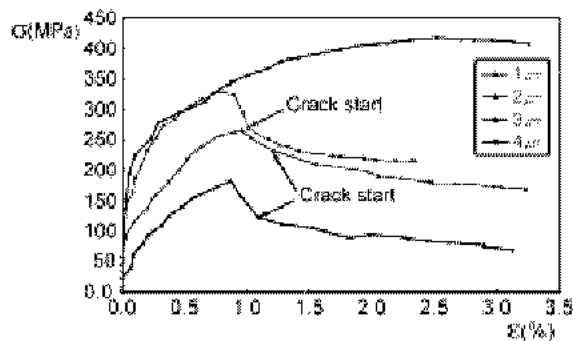


Fig. 5 stress-strain curve

계산식은 다음과 같다.

$$\sigma = \frac{F}{W \times 2h}, \quad \epsilon = \frac{v_2 - v_1}{x}$$

여기서,  $v_1$ ; 상부표점 변위,  $v_2$ ; 하부표점 변위,  $x$  표점간 거리,  $F$ ; 하중,  $W$ ; 시편 폭,  $h$ ; 산화막(TGO) 두께를 의미한다.

그림 5는 위 식을 이용하여 계산된 각각의 산화막 두께에 대한 응력-변형률 선도를 보여주고 있다. 또한, 항복응력은 응력-변형률 선도의 초기 기울기에서 0.2% off-set 하여 그 값을 취하였다.

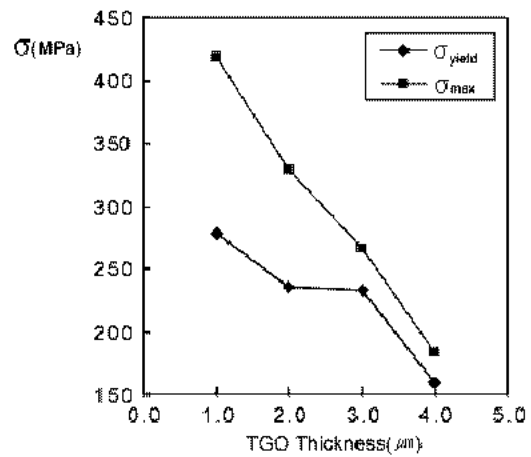


Fig. 6  $\sigma_{yield}$  &  $\sigma_{max}$  - TGO Thickness curve

그림 6은 각각의 산화막 두께에 대한 항복응력( $\sigma_{yield}$ ) 및 최대응력( $\sigma_{max}$ ) 값을 보여주고 있다.

그림 7은 시편 표면에 형성된 산화막의 균열(crack)이 형성된 모습을 보여주고 있다.

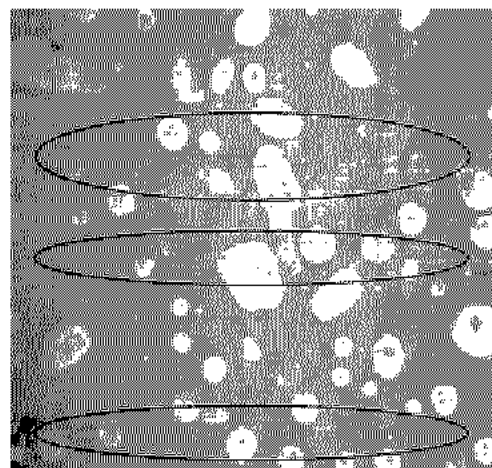


Fig. 7 TGO crack on the specimen

#### 4. 결론

본 연구에서는 고온에서 생성되는 알루미늄 산화막(TGO)의 물성을 알아보기 위한 방법으로 고온(1200℃)에서 비 접촉에 의한 새로운 인장실험 방법을 제안 하였다. 또한, 시편 표면에 형성된 산화막 두께에 따라 항복응력 및 최대응력을 알 수 있었으며, 시편 표면에 형성된 산화막의 균열(crack) 발생 시점을 확인할 수 있었다. 향후 실험방법을 보완하여 연구를 계속 진행할 예정이다.

#### 후기

본 연구는 2004년 BK 21 프로젝트의 RA 지원에 의해 수행되었습니다. 이에 관계자 여러분께 감사의 뜻을 표합니다.

#### 참고문헌

1. Vinci, R. P., and Baker, S. P., "Mechanical Properties in Small Dimension," MRS Bulletin, pp. 12-51, Jan. 2002.
2. Kim, youngman., "Elastic Modulus Measurement for Thin Film Using a Dynamic Method." J. Electronic Materials, Vol. 26, pp. 1002-1008, 1997
3. Evans, A. G., Mumm, D. R., Hutchison, J. W., Meier, G. H., and Pettit, F. S., " Mechanisms Controlling the Durability of Thermal Barrier Coatings," Progress in Material Science., Vol. 46, pp. 505-553, 2001.
4. Clarke, D. R., and Pompe, W., "Critical Radius for Interface Separation of a Compressively Stressed Film from a rough Surface," Acta Materialia, Vol. 47, pp. 1749-1756, 1999.
5. 임상채, 강기주., " 고온 미소 재료시험기의 개발," 대한용접학회, 제38권, pp. 225-228, 2001.
6. 임상채, 주재황, 강기주., " 고온에서 박막의 기계적 거동 측정 방법," 대한기계학회논문집 A권, 제27권, 제1호, pp. 102-108, 2003.
7. 강기주, 이상신., " 고온에서 산화막 두께의 실시간 측정," 대한기계학회 2002년 추계학술대회.
8. Sutton, M. A., Chae, T. L., Turner, T. J., and Bruck, N. A., " Development of a Computer Vision methodology for the Analysis of Surface Deformation in magnified Images," ASTM STM 1094, pp. 109-132, 1990.