

# 열 및 열-기계적 피로에 의한 내열합금 표면의 홈의 형상변화

이봉훈\* · 선신규\*\* · 강기주†

## Morphological Change of the Surface Groove on a Heat Resistant Alloy Due to Thermal and Thermo-Mechanical Cycling

Feng-Xun Li, Shin-Kyu Sun and Ki-Ju Kang

**Key Words :** Ratio of Curvature(곡률반경의 비), Thermally Grown Oxide(열성장 산화막), Thermo-Mechanical Fatigue(열-기계피로)

### Abstract

The existence of grooves on the surface of bond coat has significant effect on the instability of thermal barrier system. In this work, the thermal-mechanical fatigue experiments were performed under various thermal and mechanical loads for FeCrAlloy specimens with and without yttrium dopant to observe the deformation of surface grooves. The effect of temperature, fatigue load and the ratio of curvature on the deformation of grooves were investigated. As the results, it has been found that the higher load level and the higher curvature ratio induces the larger deformation near the grooves. However, the addition of yttrium dopant induces the adverse results.

### 1. 서 론

열 차단 코팅(Thermal Barrier Coating; TBC)은 높은 온도로부터 금속 부품을 보호하기 위하여 추진용, 발전용 가스터빈 엔진에 널리 사용되고 있다. 그러나 열 차단코팅의 내구성은 주로 접합층(Bond Coat; BC)와 열 차단 코팅층 사이에 생성되는 열 성장산화물(Thermally Grown Oxide; TGO)의 불안정성에 큰 영향을 받는다. TGO의 불안정성은 열적, 기계적 반복하중 및 기하학적 형상 그리고 산화막 성장과 열 팽창계수 차이, BC 표면의 결함의 존재에 기인한다. 또한 미량으로 첨가된 yttrium의 함량도 TGO의 내구성에 중요한 영향을 미친다. 미량의 yttrium의 첨가로 기지재료 내부의 황화물 입자들을 안정적으로 형성케 한다. 따라서 계면과

의 결합력을 향상시키고 산화막을 균일하게 생성하게 하는 특징을 가지고 있다.

고온에서 생성된 TGO는 평면 방향의 압축 응력을 생성한다. Tolpygo and Clarke<sup>(1,2)</sup>은 내열합금인 FeCrAlloy에 대하여 1000℃에서 100 시간까지 산화 실험을 수행한 결과 yttrium을 첨가하면 산화막의 주름(wrinkling)이 억제되는 현상을 발견하였다. 이러한 현상의 주요원인은 yttrium의 성분이 황화물 입자들을 안정적으로 형성시키고 BC층과의 결합력을 증가시키며 성장 응력을 완화시키는 역할을 한다고 보고되었다.

열 반복하중(thermal cycling)이 작용할 때 TGO의 파괴가 발생한다고 보고되고 있다.<sup>(3,4)</sup> TGO의 파괴는 가열과정에 시편이 충분히 얇을 때 접합층(BC)은 크립(creep) 인장 현상이 발생한다. 따라서 냉각과정에 접합층(BC)은 원래 상태로 축소되지 못하고 TGO는 평면 방향의 인장응력을 받고 TGO에서의 균열(crack)이 발생한다. 또 이 균열 사이에서 새로운 산화막이 형성되면서 균열이 성장한다.

Rebollo등<sup>(5)</sup>은 등은 및 열 피로에서 BC표면에

---

† 회원, 전남대학교 기계시스템공학부  
E-mail : kjkang@chonnam.ac.kr  
TEL : (062)530-1668 FAX : (062)530-1679

\* 전남대학교 대학원 기계공학과

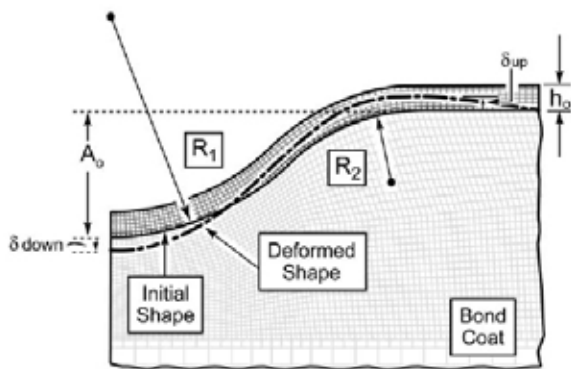
\*\* 순천대학교 산학협력단

미세한 홈(groove)의 변형을 관찰하였다. 등은 산화시험에서는 시간이 증가함에 따라 홈의 변형이 없었다. 그러나, 열 피로 시험에서 변형이 선명하게 나타났으며 이러한 현상은 반복적인 열 피로에 의한 TGO의 압축 변형으로 예측된다. 또한, Karlsson 등<sup>(6,7)</sup>은 유한요소해석(FEA)을 이용하여 표면 홈의 변형을 분석하였으며 홈(groove) 주위에서의 변형은 볼록한 부분의 곡률반경의 비( $R_2/R_1$ )에 관계되며 비가 작을수록 변형이 크다고 보고하였다.

기존 연구들은 등은 및 열 피로 하중에서 TGO의 파괴현상을 연구하였다. 하지만 가스터빈 엔진 내의 블레이드는 작동 중에 열 피로뿐만 아니라 회전에 의한 원심력 즉 기계적 피로도 받는다. 이러한 열 및 열-기계피로 하중을 측정할 수 있는 시험장치가 필요하다.

Kang 등<sup>(8)</sup>은 고온 산화층의 기계적 물성 측정을 위하여 자체로 박막시험편용 고온 크릴 시험기를 제작하였다. 이 시험기에서는 적외선 방사율을 응용한 EDM(emissivity difference method)으로 실시간 TGO의 두께를 측정할 수 있으며 가열, 고온유지, 냉각과정을 프로그램화함으로써 열 피로실험을 자동화하였다<sup>(9)</sup>. 또한 열 피로 실험 중 일정한 기계적 하중을 작용할 수 있게 설계되어 있다.

Sun<sup>(10)</sup>은 박막시험편용 시험기로 표면 홈(groove)에 관한 열 피로 및 열-기계적 피로시험을 수행하였다. 열 피로 시험에서 등은 산화 시험보다 홈의 변형이 선명하게 나타났으며 이 결과는 Rebollo 등<sup>(5)</sup>의 결과와 잘 일치하였다. 그리고 yttrium의 미량첨가( $Y=200\text{ppm}$ ) 영향은 열 피로에서 홈의 변형을 감소시켰다.  $Y=200\text{ppm}$  함유된 열-기계적 피로에서 열 피로시험보다 변형이 더욱 선



**Fig. 1** Morphological change of the surface groove on the heat resistant alloy due to thermal and thermo-mechanical cycling.

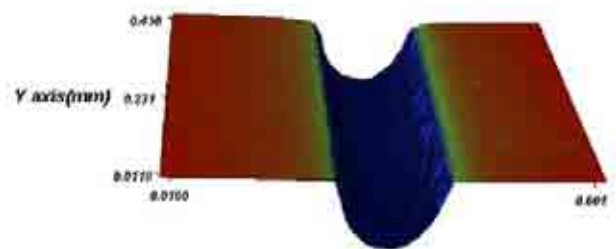
명하였다. 하지만 yttrium의 성분량( $Y=0\text{ppm}$ ,  $200\text{ppm}$ )의 함량에 따른 연구에서 초기 홈의 형상이 다소 차이가 있었다. 따라서 yttrium 함량의 영향을 평가하기에는 용이하지 않았다고 판단된다.

본 연구에서는 기존 연구<sup>(10)</sup>와 동일하게 시편 표면에 홈을 만들었다. 그리고 시험조건은 yttrium의 함량에 따라 여러 가지 온도, 하중에서 열 및 기계적 피로 실험을 수행하여 표면 홈의 형상변화를 관찰하였다. 또한 홈의 초기 형상변화에 따른 변형을 관찰하였다.

## 2. 시편 및 시험방법

### 2.1 시편

고온에서 내 산화성이 우수한 발열체 소재인 FeCralloy( $\text{Fe}72.8/\text{Cr}22/\text{Al}5/\text{Y}0.001/\text{Zr}0.09$ ) 합금을  $1100^\circ\text{C}$ , 17 시간 동안 소둔 열처리(annealing)하였다. 열처리된 시편( $L50\text{mm} \times W5\text{mm} \times T0.5\text{mm}$ )을 사각형 블록에 붙인 후 사포(sandpaper) 및 Diamond compound( $3\ \mu\text{m}$ )를 이용하여 연마(Polishing) 해주었다. 연마 후 M/C(Machining Center, SIRIUS-UL2000, HWACHEON Co., Ltd)를 이용하여 시편 표면의 중앙에 가로/세로 방향으로  $2\text{mm}$  간격으로 각각 2 개씩 미세 홈을 가공하였다. 미세 홈 가공 형상은 길이  $3\text{mm}$ , 폭은  $150\sim 200\ \mu\text{m}$ , 깊이  $20\sim 30\ \mu\text{m}$ 로 가공하였다. 가공 후 단면형상을 측정하기 위하여 백색광 간섭 형상을 이용하여 표면을 측정하는 3D 표면형상 측정기 NVC-10100(Nano-System Co., Ltd)를 이용하여 깊이를 측정하면서 원하는 높이 및 형상이 형성 될 때까지 연마하였다. 시편 표면에 가공된 홈의 3 차원 형상을 Fig. 2에 나타내었다. 이런 과정을 반복하면서 깊이  $20 \pm 5\ \mu\text{m}$ , 폭  $150\sim 200\ \mu\text{m}$ 가 되도록 가공하였다. FeCralloy를 소재로 제작 완료된 시편 형상을 Fig. 3에 나타내었다.



**Fig. 2** Three dimensional surface profile at the groove

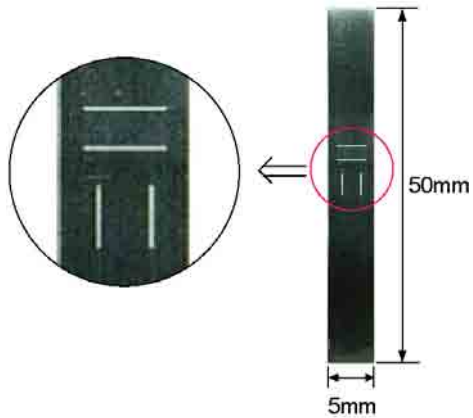


Fig. 3 Specimen with groove on the surface

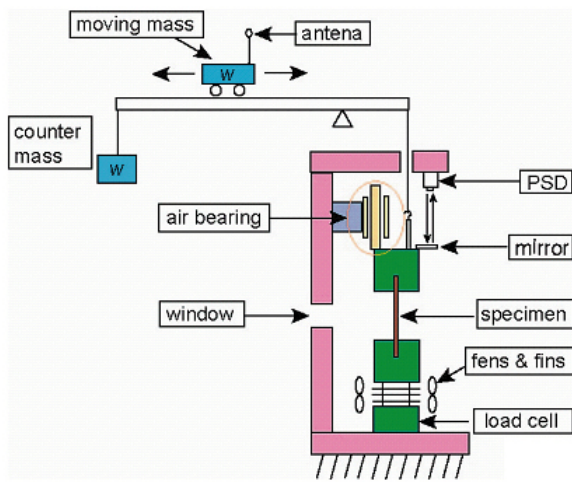


Fig. 4 The schematic diagram of micro-creep tester

## 2.2 시험장치

시편에 고온을 발생시키는 방법으로 시편에 전기를 가하여 발생하는 저항열(Joule Heat)을 사용하였다. 전기 공급 장치로 DC power supply(HP사, 6573A, 35V-60A)를 이용하였고, 시편에 원하는 온도를 얻기 위하여 적외선 온도계로 측정된 온도와의 오차를 피드백하여 공급전압을 가감하였다. 이러한 제어를 위해 전용 소프트웨어를 Hewlett Packard사의 HP-VEE 언어를 이용하여 개발하였다. 또한, DATA TRANSLATION사의 DT322 보드를 이용하여 AD/DA 변환하였다.<sup>(3,4)</sup> 산화막 두께의 측정 방법은 파장이 다른 적외선 온도계의 측정값 차이를 이용한 EDM (Emissivity Difference Method) 방법을 이용하였다. 실험기의 구조는 Fig. 4 와 같다. 상부에는 시편에 하중을 가할 수 있는 천칭형식의 저울이 설치되어 있다. 이 저울은 지렛대 위에 설치된 이동 추와 고정 추를 사용하여 원하는

크기의 하중을 가할 수 있는 장점이 있다. 그리고 시편의 변위를 측정하는 비접촉 광센서(PSD, Model: HEAD-TR1), 하중을 가할 때 마찰을 최소화하기 위한 에어베어링 (Air bearing)이 설치되어 있으며 시편에서 발생하는 열이 하부의 로드셀에 전달되지 않도록 하기 위한 냉각판(DC 12V) 3 개가 좌, 우 및 전면에 부착되어 있다. 그리고 시험기 전방에 시편의 온도와 시편 표면에 형성되는 산화막 두께를 실시간으로 측정하기 위한 파장이 다른 2 개의 적외선온도계(OMEGA사 OS554-v1-6, Chino사 IR-FA1NN)가 설치되어 있다.

시험기로부터의 모든 물리량은 별도의 A/D변환기를 통하여 PC로 입력되며 온도제어, 하중 제어 신호는 D/A 변환기를 통하여 각각 DC power supply(Model: 6573A<0-35V/0-60A>), 자체제작 무선송신기(Radio transmitter)로 입력된다. Creep 시험기의 계통도는 Fig. 4 에 간략하게 나타내었다. 시험장치에 관한 자세한 설명은 참고문헌<sup>(5)</sup>에 기술되어 있다.

## 2.3 시험조건

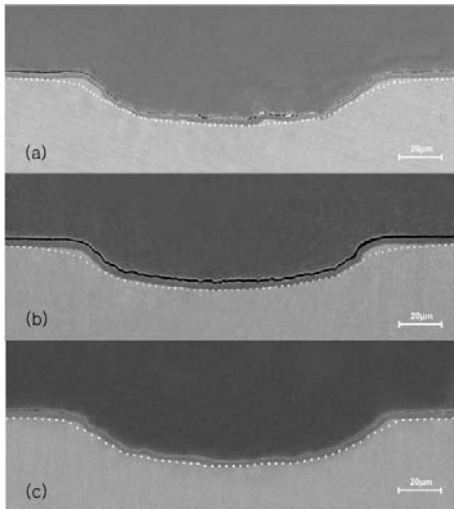
시험 조건은 200ppm yttrium 함량시편은 온도와 하중의 부동함에 따라 9 가지로, 0ppm yttrium 함량 시편은 5 가지로 분류하여 시험을 하였다. 열 및 기계적 피로시험시 24 회 반복사이클 시험은 산화막 두께를 균일하게 하기 위하여 고온 유지 시간은 시험온도에 따라 다르지만 상승 및 하강, 상온 유지시간은 모두 10 분으로 동일하게 하였다. 시편에 작용한 하중은 1N, 2N, 3N 으로 분류하였다. Table 1 은 피로 시험에 대한 시험조건의 유형을 보여주고 있다.

Table 1 Experimental conditions of thermo-mechanical fatigue.

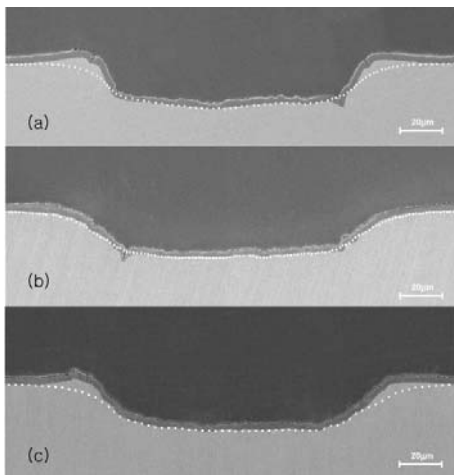
Yttrium contents	cycle/load		1100 °C			1150 °C			1200 °C		
			1N	2N	3N	1N	2N	3N	1N	2N	3N
0ppm	24 cycle	thermo-mechanical	1N	•							•
			2N	•							•
			3N	•							
200ppm	24 cycle	thermo-mechanical	1N	•		•		•		•	
			2N	•		•		•		•	
			3N	•		•		•		•	

### 3. 시험결과

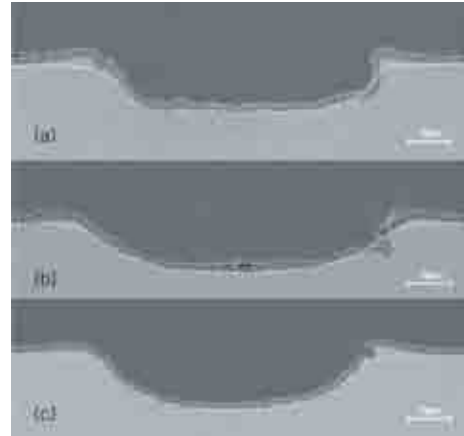
yttrium 함량이 200ppm 인 시편에 대하여 여러 가지 온도와 하중 조건으로 표면 흠의 시험전과 후의 변형 형상변화를 Fig. 5~7 에 나타내었다. 그림에서 점선은 시험전의 흠 형상이다. 시험전과 후에 흠 주위의 형상 차이가 있음을 볼 수 있다. 이러한 변형 형상은 피로 시험시 시편에 작용하는 가열온도의 차이는 무시할만하나 고온에서 시편에



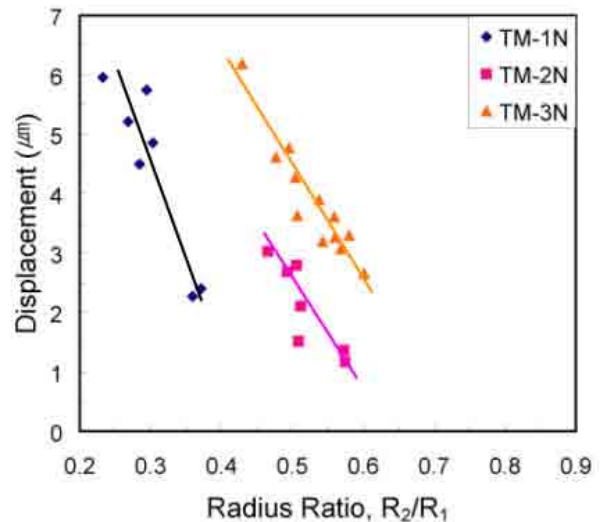
**Fig. 5** Cross-section of the FeCr alloy showing the groove profiles before(dashed line) and after (a) 24 cycles at 1100°C and 1N loaded (b) 24 cycles at 1100°C and 2N loaded (C) 24 cycles at 1100°C and 3N loaded. (Y=200ppm)



**Fig. 6** Cross-section of the FeCr alloy showing the groove profiles before(dashed line) and after (a) 24 cycles at 1150°C and 1N loaded (b) 24 cycles at 1150°C and 2N loaded (C) 24 cycles at 1150°C and 3N loaded. (Y=200ppm)



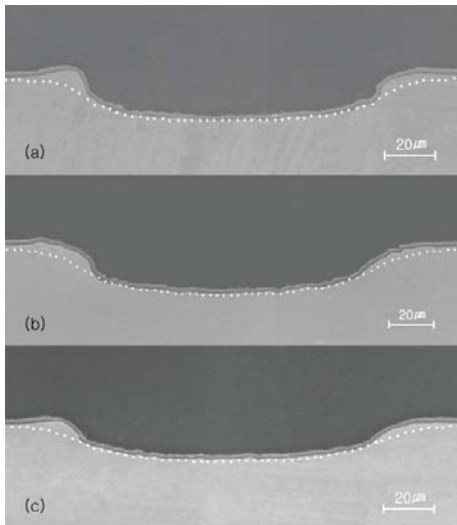
**Fig. 7** Cross-section of the FeCr alloy showing the groove profiles before(dashed line) and after (a) 24 cycles at 1200°C and 1N loaded (b) 24 cycles at 1200°C and 2N loaded (C) 24 cycles at 1200°C and 3N loaded. (Y=200ppm)



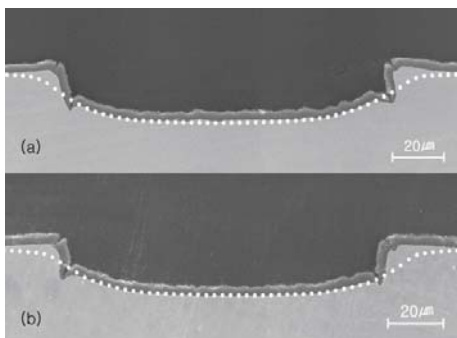
**Fig. 8** Displacement change with radius ratio Y=200ppm

작용하는 기계적 피로하중은 흠 및 산화막의 성장 거동에 중요한 영향을 미친다는 것을 확인하였다. 또한, Fig. 6b 와 Fig. 7b 에서 하중이 커짐에도 불구하고 변형이 작은 현상이 나타난다. 이러한 원인을 규명하기 위하여 흠 주위의 곡률반경을 측정하였다. 흠 주위의 곡률반경 비에 따른 흠의 변위를 Fig. 8 에 나타내었다. 그림과 같이 흠의 변형은 곡률반경 비가 작을수록 크다.

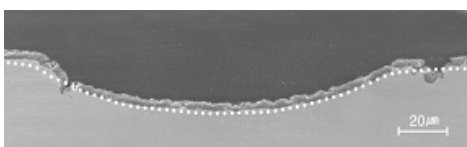
yttrium 의 함량이 0ppm 인 경우에 대한 표면 흠의 변형 형상을 Fig. 9 와 Fig. 10 에 나타내었다. Yttrium 의 함량이 0ppm 일 때 흠 주위의 산화막(TGO)의 변형이 함량이 200ppm 일 때 보다 더욱 심하였다. 산화막(TGO)이 기지에서 분열되는 현상도 발생한다(Fig. 11). 이러한 흠에서의 TGO 의 파



**Fig. 9** Cross-section of the FeCrAlloy showing the groove profiles before(dashed line) and after (a) 24 cycles at 1100°C and 1N loaded (b) 24 cycles at 1100°C and 2N loaded (C) 24 cycles at 1100°C and 3N loaded. (Y=0ppm)



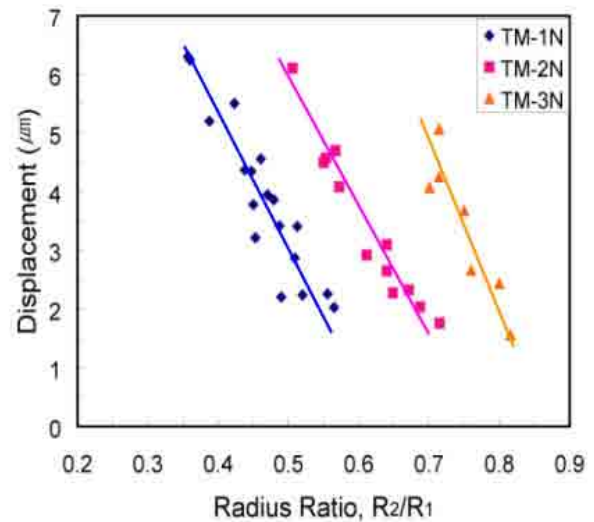
**Fig. 10** Cross-section of the FeCrAlloy showing the groove profiles before(dashed line) and after (a) 24 cycles at 1200°C and 1N loaded (b) 24 cycles at 1200°C and 2N loaded. (Y=0ppm)



**Fig. 11** Cross-section of the FeCrAlloy showing the groove profiles before(dashed line) and after 24 cycles at 1200°C and 2N loaded. (Y=0ppm)

손은 궁극적으로 TBC 시스템의 파괴를 초래한다고 판단된다.

yttrium의 함량이 0ppm의 경우 홈에서 곡률반경 비의 감소함에 따라 Fig. 11 과 같이 변형이 증가되었다.



**Fig. 12** Displacement change with radius ratio Y=0ppm

그러나, Fig. 7 과 Fig. 11 을 비교해 보면 같은 곡률 반경 비에서 함량이 0ppm 시험의 변위가 더 크다. 즉 소량의 yttrium 첨가로 산화막의 변형을 억제하고 산화막을 보다 안정적으로 성장하게 하며 TBC 시스템의 안정성을 높여준다고 판단된다.

#### 4. 결론

yttrium의 함량이 200ppm 과 0ppm 인 경우에서 여러 가지 온도 및 하중조건에서 표면 홈의 형상 변화를 관찰하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

1) 표면 홈의 변형은 열 및 기계적 피로시험에서 피로 하중 크기에 영향 받는다.

2) 홈 주위의 곡률반경의 비(curvature ratio)가 홈 주위의 산화막 성장거동에 영향을 준다. 곡률반경 비가 작을수록 변형이 선명하다.

3) yttrium의 함량이 표면 홈의 변형에 크게 영향을 준다. yttrium 함량이 많을수록 홈에서의 변형이 선명하다. 그리고 yttrium 이 없는 시편에서는 산화막(TGO)가 기지에서 분리되면서 TBC의 안정성에 영향 준다.

#### 후 기

본 연구는 과학기술부가 지원하는 원자력기초공동연구소(BEAR)사업의 지원에 의해 수행되었습니다. 이에 관계자 분들께 감사의 뜻을 표합니다.

## 참고문헌

- (1) Tolpygo, V. K., and Clarke, D. R. 1998 "Wrinkling  $\alpha$ -alumina films grown by thermal oxidation- I. Quantitative studies on single crystals of Fe-Cr-Al alloy," *Acta mater*, Vol. 46, No. 14, pp. 5153-5166.
- (2) Tolpygo, V. K., and Clarke, D. R. 1998 "Wrinkling  $\alpha$ -alumina films grown by thermal oxidation- II. Oxide separation and failure" *Acta mater*, Vol. 46, No. 14, pp. 5167-5177.
- (3) Tolpygo, V. K., and Clarke, D. R. 1999 "Tensile cracking during thermal cycling of alumina films formed by high-temperature oxidation" *Acta mater*. Vol 47, No. 13, pp. 3589-3605.
- (4) Tolpygo, V. K., and Clarke, D. R. 1999, "Alumina scale failure resulting from stress relaxation," *Surface and coatings technology*, Vol. 120-121, pp. 1-7.
- (5) Rebollo, N. R., He, M. Y., Levi, C. G., Evans, A. G., 2003, "Mechanisms governing the distortion of alumina-forming alloys upon cyclic oxidation," *Zeitschrift für Metallkunde*, Vol. 94, 171
- (6) Karlsson, A. M., Levi, C. G., and Evans, A. G., 2002, "A model study of displacement instabilities during cyclic oxidation" *Acta Materialia*, Vol. 50, pp. 1263-1273.
- (7) Karlsson, A. M., Hutchinson, J. W., Evans, A. G., 2003, "The displacement of the thermally upon temperature cycling," *Materials science and engineering*, A351 pp. 244-257.
- (8) Ko, Gyoung-Dek, Lee, Sang-Shin and Kang, Ki-Ju, 2007, "Design and Manufacture of Creep Tester of Thin Film Form Specimen at high temperature," *Korean Society of Mechanical Engineers*, Vol. A-31, pp. 253-259.
- (9) Lee, Sang-Shin, Sun, Shin-Kyu and Kang, Ki-Ju 2005, "In-situ measurement of the thickness of aluminum oxide scales at high temperature," *Oxidation of Metals*, Vol.63, No. 1/2, pp. 73-85.
- (10) Sun, Shin-Kyu, 2005, "On the behavior of thermally grown oxide created upon a heat-resistant metal," Ph. D. thesis.