

## Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-33Vol.% SiC<sub>w</sub>의 고온피로에 미치는 피로하중주파수의 영향

김 송 희

강원대학교 재료공학과  
(1991년 6월 13일 접수)

### Fatigue Frequency Effect of High Temperature Fatigue Fracture Behavior of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-33Vol.% SiC<sub>w</sub>

Song-Hee Kim

Department of Materials Engineering, Kangweon National University

(Received June, 13, 1991)

#### 요 약

1400°C에서 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-33Vol.% SiC<sub>w</sub> 재료를 이용하여 피로하중주파수가 피로파괴특성에 미치는 영향을 조사하였다. 낮은 주파수와 높은 하중비에서 균열성장속도가 빨랐으며 낮은 피로균열성장속도에서 SiC<sub>w</sub>의 분해로 인한 비정질 유리상과 크릴화산에 의한 입계 cavitation이 주요파괴기구로 작용하였으나 비교적 빠른 균열 성장이 일어났을 때는 비정질 유리상에 기인된 휘스커와 기지의 계면에서의 sliding과 섬유뽑힘이 주요기구로 작용하였다. Maxwell 모델을 이용하여 균열 성장속도에 미치는 주파수의 영향을 해석하였다.

#### ABSTRACT

An investigation of the crack propagation behavior of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-33Vol.% SiC<sub>w</sub> at 1400°C was conducted with various loading frequencies. Higher crack propagation was observed in lower frequency and higher load ratios. Interface sliding fracture due to glassy phase from the oxidation of SiC<sub>w</sub> and cavitation along grain boundary of diffusional creep appeared to be the main mechanism of fatigue fracture in slower crack propagation while interface sliding and whisker pull out aided by glassy phase formation played main role of fatigue fracture for higher crack growth condition. The frequency effect on deformation behavior was discussed with a Maxwell model.

#### 1. 서 론

상당히 최근까지도 구조용 세라믹 혹은 세라믹 복합 재료의 고온에서의 피로 및 파괴거동에 관한 연구는 극히 미진하였다. 이는 구조용 세라믹재료의 개발이 근래에 이루어졌을 뿐만 아니라 이들 재료를 실제로 고온엔진, 가스터빈, 우주항공산업의 연소실 부품재료로 개발하기 시작한 것이 최근이었기 때문이다<sup>1)</sup>.

금속에 있어서는 고온에서의 파괴인성 및 파괴기구 규명을 위한 연구가 60년대와 70년대에 걸쳐 현재까지 활발히 진행되었고 특히 지난 20년간 괄목할만한 발전을 하였지만<sup>2,3)</sup> 세라믹 재료의 고온파괴에 관한 연구는 Lange<sup>4)</sup>에 의한 hot-pressed 실리콘 질화물의 고온 파괴인성에 관한 연구가 최초였다.

그 후 대부분의 연구는 고온 크릴변형과 관련된 연구가

주종을 이루었다. 특히하게 균열성장 거동에 관한 연구는 희귀하였다. 그러나 Tighe<sup>5)</sup>의 실리콘 질화물의 slow crack growth에 대한 연구와 Kromp와 Pabst<sup>6)</sup>의 알루미늄에 대한 J-적분법 적용과 Wieniger와 Kromp<sup>7)</sup>의 알루미늄 균열저항 곡선에 관한 연구와 Evans와 Fuller<sup>8)</sup>의 세라믹에서의 일정하중과 주기적 하중에서의 균열성장 속도관계를 구하는 modelling 정도가 발표되었다. 하지만 이 연구들도 한정적인 시험조건으로 고온에서 세라믹 재료의 초기파괴파괴이나 일정하중에서의 균열 성장에 극히 제한되어 있고 고온에서의 세라믹 복합재료의 균열 성장에 관한 연구는 거의 없는 상태이었다. 더구나 고온에서 세라믹 복합재료의 일정하중 및 주기적 하중상태에서의 균열성장 거동을 체계적으로 다룬 연구는 더한층 없는 상태이다.

현재까지 이 분야의 연구는 Ewart와 Suresh<sup>9)</sup>가 실

온에서 주기적 압축을 가할때 단일성분의 세라믹재료가 기계적 피로를 일으킨다고 최초로 보고한 후 Suresh와 공동연구자 등이 SiC whisker 강화된 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 복합재료와<sup>10)</sup> Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiC에 대하여 일정주기 피로시험을 1400°C에서 행한 연구결과를 발표한 바 있다<sup>11-13)</sup>.

위 연구에 의하면 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiC<sub>w</sub> 복합재료의 고온피로 및 파괴거동은 복합재료내의 불순물과 일부성분의 분해 및 산화에 의한 유리질상(glassy phase)의 형성과 관련되었음을 밝혔다.

그러나 하중 주파수 변화에 따른 고온 피로파괴에 대하여서는 알려진 바 거의 없으며 유리질 상 형성 자체가 시간 및 하중에 의존하는 반응이라고 가정할때 피로균열전파속도와 주파수와의 관계에 대하여 밝히는 것은 중요하다. 따라서 본 연구에서는 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiC<sub>w</sub> 복합재료의 고온피로에 있어서의 하중 사이클 주파수가 미치는 영향을 조사하고 이 거동에 대하여 모델링을 시도함에 그 목적이 있다.

## 2. 재료 및 실험방법

본 실험에서 사용된 재료는 33 Vol.%의 SiC 휘스커로 강화된 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 복합재료(Greenleaf Co.사 제조 WG300, 이하 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiC로 표기함)를 사용하였으며 이 재료는 고순도로써 거의 이론 밀도를 가지며 이에 대한 물리적 기계적 성질을 표 1에 요약하였다. SiC 휘스커는 육방정계의 단결정 구조를 가지며 직경 약 0.7 μm이며 길이/직경이 비가 10~50이었다. 많은경우 휘스커는 아주 미세한 불순물을 포함하고 있으며 이러한 개재물은 주로 휘스커의 중심부근에 위치하였다. 개재물을 포함하는 중앙지역의 크기는 약 100 nm였다. 알루미늄 기지의 평균입도는 1.3 μm 정도였으며 1~5 μm까지 다양하였다. 높은 적층결합에너지를 갖기 때문에 상온에서는 변형은 어렵고 높은 온도에서는 저면이 아닌면에서 슬립이나 교차슬립을 일으킬 수 있다고 알려져 있다<sup>14)</sup>. 알루미늄과 휘스커를 적절한 과정을 통하여 배합한 후 소결첨가제를 섞지않고 일방향 고온압축을 하며 판상으로 성형하였다.

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiC 복합재료는 너비 10 mm 길이 50 mm 두께 5 mm로 절단한 후 특수하게 제작된 다이아몬드절단기와 연삭기구를 사용하여 0.1 mm의 곡률반경을 갖는 길이 3.1 mm의 노치를 시편중앙에 가공하여 사용하였고 가공된 시편을 실험실 대기중 (25°C, 상대습도 40%까지 사용가능한 고온로를 부착한 MTS Dynamic 시험기를 이용하였다. 피로균열 전파시험은 4점굽힘 시험을 통하여 피로균열전파시험을 행하였으며 내부 하중점 사이의 간

**Table 1.** Properties of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-33 Vol.% SiC<sub>w</sub> Composite

Density	3.74 g/cc
Porosity	Gas Tight
Melting point	2040°C
Vickers Hardness (10kg Load)	2100
Modulus of Rupture (4PT-as machined)	694± 42 MPa
Young's Modulus	395 GPa
Modulus of Rigidity	160 GPa
Poisson's Ratio	0.23
Characteristic Strength	715 MPa
Fracture Toughness K <sub>IC</sub>	8.8 MPa√m
Thermal Expansion (25-500°C)	6.0×10 <sup>-6</sup> m/m°C

격은 20 mm 외부 하중점 사이의 간격은 40 mm가 되는 SiC로 만든 fixture를 사용하였다. 이때 시편은 균열성장 관찰을 용이하게 하기 위하여 양면을 1 μm의 다이아몬드 wheel을 이용하여 최종연마를 행한 후 사용하였으며 피로시험도중에 Questar사의 Querstar Telemicroscope (model no. QM-200)을 이용하여 약 50~150배로 균열 성장을 확인하였으며 균열성장 측정은 정밀측정 현미경을 주로 이용하였으며 금속현미경을 이용한 사진해석법도 병행하였다.

피로파괴 시험이 끝난 후 파면조사를 위하여 EDAX가 부착된 주사전자현미경을 사용하였으며, 피로나 크립시편의 손상에 대한 투과전자현미경 조사를 위하여 시편의 균열선단 부근으로부터 초음파 절단기를 사용하여 직경 3 mm의 원판형으로 잘라낸 다음 Dimpler를 사용하여 약 200A까지 연마한 후 ion milling법을 통하여 박편을 제조하였다. 가해진 하중파형은 항상 응력비를 0.1로 유지하면서 Sine과 Square Wave 파형을 이용하였으며 다양한 주파수를 적용하여 피로균열전파 시험을 행하였다. 고온에서의 온도에 따른 피로전파시험 특성을 조사하기 위하여 주로 1400°C에서 피로균열전파시험을 행하였으며 비교 및 보충설명을 위하여 1200°C와 1300°C에서도 실험을 행하였다.

피로균열전파시험을 위하여 시편가공 후 압축피로하중을 가하여 예비균열을 만들었으며 상온에서의 압축피로하중과 관련된 파괴특성 및 이론에 대하여서는 이미 Suresh 등에 의하여 발표된 문헌을<sup>9-11)</sup> 참고하기 바란다.

## 3. 결 과

### 3.1. 피로균열전파시험(주파수 및 온도의 영향)

Table 2. Fatigue Crack Propagation Characteristics at 1400°C

Frequency (Hz.)	R ratio	n	A mm/cycle (MPa√m) <sup>-n</sup>	ΔK range MPa√m
0.1	0.15	6.81	4.47 × 10 <sup>-7</sup>	3.5~6
	12.5	12.5	1.2 × 10 <sup>-8</sup>	2~4
	0.75	11.4	2.33 × 10 <sup>-4</sup>	1~2
1~2	0.15	3.7	4.0 × 10 <sup>-7</sup>	3.5~5
	0.40	4.84	2.1 × 10 <sup>-7</sup>	2.5~3.5
5.0	0.40	3.16	4.2 × 10 <sup>-7</sup>	2~3.5
static		m=3.5	B=1.5 × 10 <sup>-5</sup> mm/sec. (MPa√m) <sup>-m</sup>	3.0~6.2

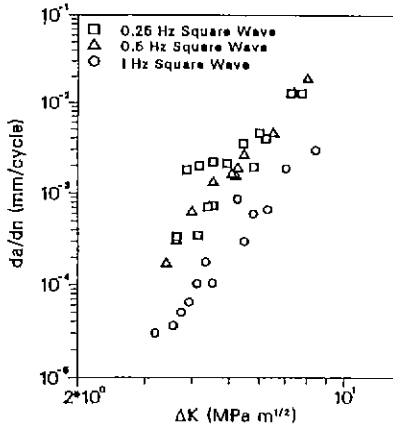


Fig. 1. Frequency effect on fatigue crack growth rate at 1400°C.

정적하중 및 주기적 피로하중을 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiC<sub>w</sub>에 가한 결과 균열성장률이 서서히 진행되었으며 한 사이클 당 균열성장길이(da/dN)은 응력확대계수범위(ΔK)와의 관계를 Paris와 Erdogan<sup>15)</sup>식으로 나타낼 수 있었다.

$$da/dN = A(\Delta K)^n \quad (1)$$

여기서 A와 n은 재료온도, 하중변수, 분위기에 의하여 결정되는 상수로 알려져 있다. 한편 정적하중 조건에<sup>16)</sup> 대하여서는

$$da/dt = B(K_I)^m \quad (2)$$

이 되며 여기서 B와 m도 상수이다.

Sine파형의 주기적 하중을 가하였을 경우와 정적하중 조건에서의 균열성장 특성을 나타내는 A, B, n, m값은 실험을 통하여 얻었으며 표 2에 나타내었다.

square wave의 주기적 피로하중을 가했을 때 균열성

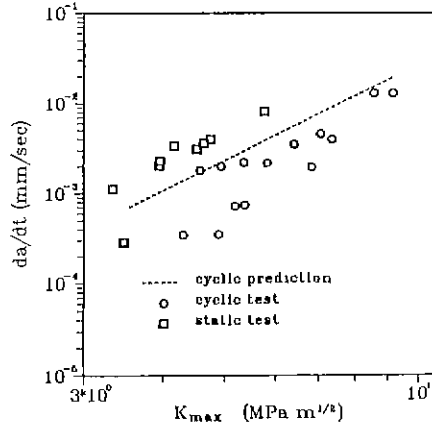


Fig. 2. Comparison of crack propagation velocity between static and square wave cyclic loading of 0.25 Hz.

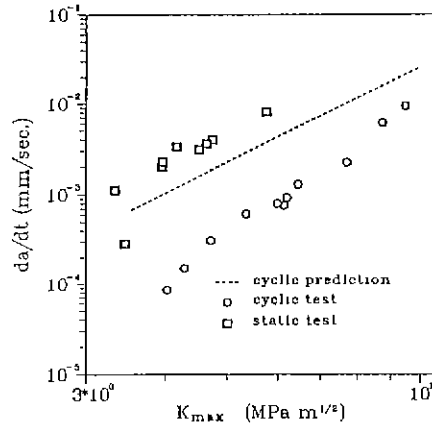


Fig. 3. Comparison of fatigue crack propagation velocity between static and square wave cyclic loading of 0.5 Hz.

장거동을 조사한 결과를 그림 1~4에 나타내었다. 1400°C에서 0.25 Hz, 1 Hz의 square wave주파수에서 각각 실험한 결과를 그림 1에서 비교해보면 주파수 변화에 따라 균열성장속도가 10배 정도 변함을 관찰하였다. 특히 1 Hz와 0.5 Hz 사이에서 현저한 균열성장속도 차이가 관찰되었다.

특히 그림 2~4에서 단위 시간당 균열성장속도를 정적하중상태와 0.25 Hz, 0.5 Hz, 1 Hz의 square wave 피로하중시험으로부터 얻은 실험결과를 나타내고 있다. 여기서 주기적 하중을 가함으로써 하중이 최대값을 유지하지 못하므로 응력완화를 고려한 예상 균열성장속도를 각각의 경우에 대하여 점선으로 표시하였다.

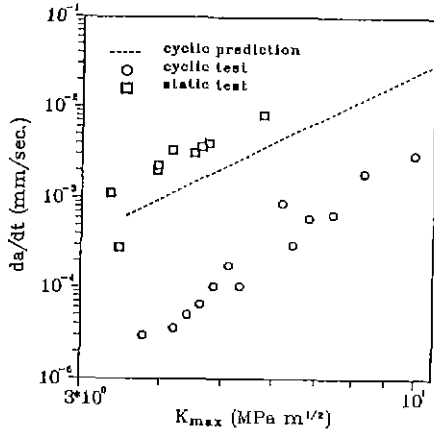


Fig. 4. Comparison of fatigue crack propagation velocity between static and square wave cyclic loading of 1 Hz.

주기적 하중을 가할 때 하중완화되는 동안 균열성장 속도의 감소를 고려하기 위하여 정적하중에서의 균열성장속도를 나타내는 식 (2)으로부터  $da=BK_I^m dt$ 가 되고 주기적 하중에서는  $K_I$ 가 시간(t)의 함수이므로 한 주기 동안의 균열성장속도는  $da/dN=B\int_0^T K_I(t)^m dt$ 가 된다. 여기서 T는 주기이며 주파수(f)의 역수이다. 따라서 아래 식을 얻는다.

$$da/dt = \frac{1}{T} \int_0^T B[K_I(t)]^m dt \quad (3)$$

이 이론을 적용하여 1 Hz, 0.5 Hz, 0.25 Hz의 경우에 대하여 균열성장속도 예측을 행하여 피로시험 결과와 비교한 결과를 그림 2~4에 나타내었다. 어느 경우나 예측과 실험결과는 잘 일치하지 않았으며 주파수가 낮은 0.25 Hz의 경우가 다른 주파수의 경우보다는 불일치하는 정도가 적었다. 이에 대한 설명을 고찰에서 행하였다. 낮은 주파수의 square-wave 하중피로시험에서 비교적 크릴의 경우와 더욱 비슷한 결과를 얻었으며 하중완화에 의한 피로손상누적이 가해진 하중과 시간에 선형적인 함수관계를 갖는다는 개념을 과신하여서는 안됨을 보여 주었다. 본 재료가 실온에서 거의 완전한 탄성거동을 할지라도 고온에서 주기적하중에 의한  $Al_2O_3-SiC_n$  복합재료의 피로균열전파 속도를 단순한 크릴식을 이용하여 예측하는 것은 부적당함을 입증하였다.

square wave를 주기적으로 가하였을 때도 주파수와 관계없이 균열성장속도는 정적하중을 가한 경우보다 월등히 늦어짐을 관찰하였다. 이 결과는 주기적 하중에 의한 피로손상량(균열성장)은 하중시간에 단순히 선형



Fig. 5. TEM photograph showing glassy phase and micro-cracks near fatigue crack tip tested at 1400 °C.

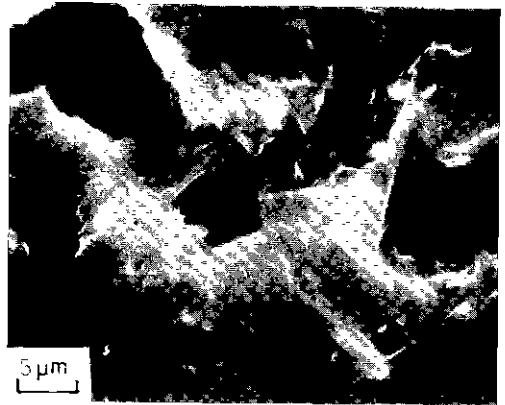


Fig. 6. SEM photograph depicting zone of oxidation along crack wake; extrusions are composed of whiskers and glassy phase.

적으로 비례하지 않고 유리질상 형성에 의한 점탄성 거동을 함을 의미한다.

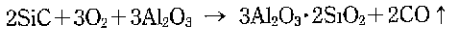
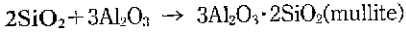
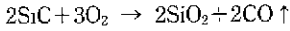
#### 4. 고찰

##### 4.1. SiC 휘스커 산화에 의한 무정질 형성

본 연구에서 행하여진 정적하중시험 및 피로시험은  $Al_2O_3$ 기지에 SiC 휘스커로 강화된 복합재료가 SiC의 분해 및 산화에 의한 고온계면에 mullite와 같은 유리질상이 형성되는 온도인 1400°C에서 주로 행하여 졌다. 이 온도범위에서는 고온에서 점성을 갖는 유리질상의 존재로 인해 슬라이딩에 의한 소성변형과 확산크릴에 의한 cavity의 형성이 주요파괴기구로 작용함을 알 수

있다.

SiC 휘스커의 산화반응에 의한 유리질상의 존재는 투과전자현미경에 나타난 그림 5로부터 확인할 수 있었다. 이러한 반응은 다음과 같은 과정을 통하여 발생한다.



이 반응은 기지와 입계를 따라 일어나는 산소의 확산으로 mullite 반응층을 통한 산소확산이 유효속으로 작용한다고 할 수 있으며 이는 확산에 영향을 주는 인자인 온도, 공정상 만들어지는 구조 결함, 응력상태 등이 변수로 작용하여 진행될 것이다. SiC의 산화과정을 거쳐 만들어진 무정형 유리질상은 1400°C에서 점성을 갖게 되고 이러한 유리질상을 갖음으로 재료의 기계적 거동은 주파수의 영향 즉 하중시간에 관련된 피로손상의 비선형성(non-linearity)을 갖음을 예견케한다.

#### 4.2. 현미경학적조사에 의한 파괴특징

본 시험에 사용된 재료는 33 Vol.%의 SiC 휘스커를 포함하고 있기 때문에 고온에서 파괴조건에 따른 SiC가 산화되므로 형성되는 무정질유리상의 형성과 강화제와 기지조직과의 계면에서 형성되는 미세균열형성 결정립계에서 확산크립에 의하여 생성된 Cavity 등을 아래와 같이 관찰하였다.

피로균열전파시험중 균열선단부근의 재료를 채취하여 투과전자현미경 관찰결과 그림 5에서 삼중점(a)과 휘스커와 기지조직사이 계면에 미세균열과 cavity(b)를 관찰할 수 있었다. 또한 SiC 휘스커와 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>의 계면에 유리질상이 그림 5와 6에서 널리 관찰되며 이로부터 본 복합재료는 1400°C에서 점탄성거동을 하게되리라 예상된다.

그림 7(a)는 1400°C에서 0.25 Hz의 square wave 피로사이클을 행한 경우  $\Delta K=3.3 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ 에서 파괴가 행해진 파면사진이다. 이때  $da/dN \approx 2.0 \times 10^{-4} \text{ mm/cycle}$ 이었다. 이 사진의 특징은 입계주위에 cavity가 잘

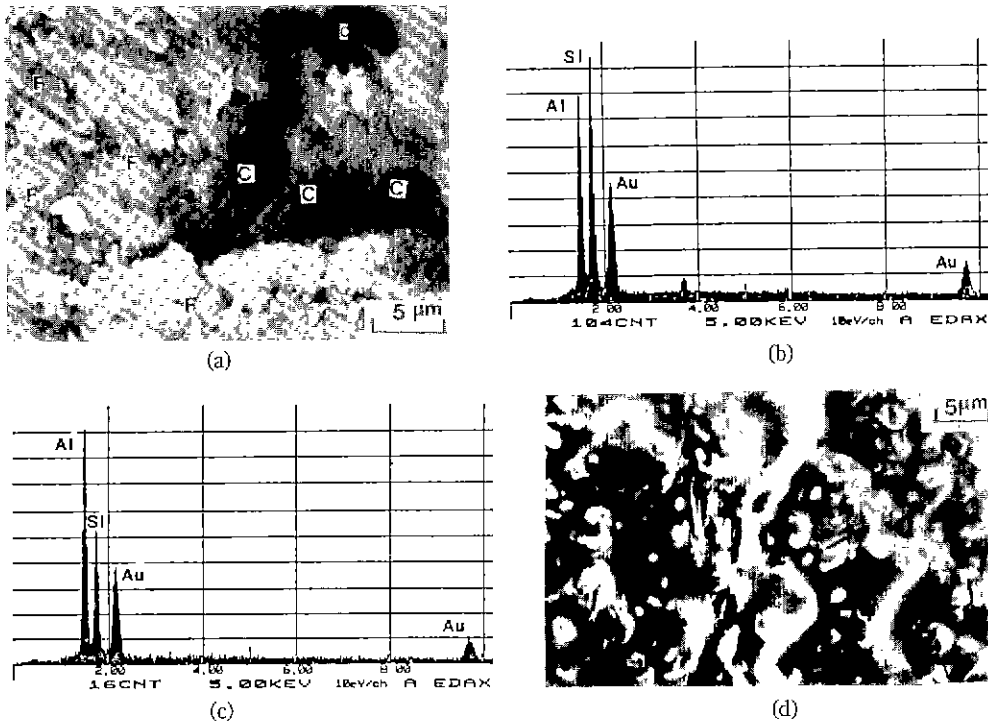


Fig. 7. Fractographs of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-33Vol.% SiC<sub>w</sub> from square wave fatigue cycle test at 1400°C.

- (a) at  $\Delta K \approx 3.3 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  and 0.25Hz ( $da/dt \approx 2.0 \times 10^{-4} \text{ mm/cycle}$ )
- (b) EDAX analysis result of the top-right area (glassy phase enriched area) in Fig. 7(a)
- (c) EDAX analysis result of the rest area in Fig. 7(a)
- (d) at  $\Delta K \approx 8.0 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  and 1.0 Hz ( $da/dt \approx 2.0 \times 10^{-3} \text{ mm/cycle}$ )

발달하였으며(C) 불완전한 소결에 의한 cavity라고 보기는 어렵고 확산크릴에 의한 동근형태를 보이고 있다. 이러한 사실은 SiC 휘스커가 남아 있거나 뽑혀나온 곳(F)과 비교함으로써 휘스커와 무관한 것으로 보인다. 동일 표면사진내의 우측상단과 나머지 부분을 EDAX 평균분석한 결과(그림 7(b)와 7(c)) Si가 많이 검출된 우측상단은 유리질상(3Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> · 2SiO<sub>2</sub>)으로 덮혀있음을 알 수 있다. 이러한 표면위에 덮힌 유리질상이 응력상태에서 sliding을 일으켜 점탄성 거동을 가능케한다고 사료된다. 그림 7(d)는 1400℃에서 1 Hz의 경우 ΔK=8.0 MPa√m에서의 파면을 나타내며 da/dN≈2.0×10<sup>-3</sup> mm/cycle이었다. 이때 Cavity의 형성은 거의 보이지 않았고 유리질상이 파면위에 잘 발달함을 관찰할 수 있었다. 높은 ΔK와 주파수가 빠를수록 유리질상에 의한 sliding이 주요기수로 등장하는 한편 낮은 ΔK와 낮은 주파수에서는 그 외에 입계삼중점 및 휘스커와 기지 사이에 계면에 발생하는 cavity의 생성 및 성장의 확산크릴이 첨가됨을 알 수 있다.

### 4.3. 주파수와 변형거동

고온에서 점성을 갖는 유리질상과 관련된 변형을 나타내는 세라믹 복합재료는 결정입계에 유리질 점성액을 갖는 탄성 다결정의 집합으로 가정하면 기계적변형거동은 스프링과 dashpot로 구성된 Maxwell 모델<sup>17)</sup>로 점탄성거동설명이 가능할 것이다(그림 8 참조). 여기서 하중이 걸리면 탄성거동의 스프링은 순간적으로 늘어나는 반면, dashpot는 서서히 늘어날 것이다. 주파수 ω의 주기적하중을 가할 때 Maxwell 모델의 응력과 변형률은 Sine 파형으로 변화하게 되나 변형률은 응력보다 늦게 발생할 것이다.

따라서 응력은

$$\sigma = \sigma_0 \sin(\omega t + \theta_1) \quad (4)$$

변형률은

$$\varepsilon = \varepsilon_0 \sin \omega t \quad (5)$$

여기서 θ<sub>1</sub>는 위상차가 된다. 위 식을 전개하고

$$E_1 = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} \cos \theta_1, \quad E_2 = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} \sin \theta_1 \quad (6)$$

로 정의하며

$\sin(\omega t + \theta_1) = \sin \omega t \cos \theta_1 + \cos \omega t \sin \theta_1$ 이 되기 때문에  $\sigma = \varepsilon_0 E_1 \sin \omega t + \varepsilon_0 E_2 \cos \omega t$ 이 된다.

E<sub>1</sub>는 위상차이가 없는 부분에서의 응력-변형률 관계의 탄성계수이며 E<sub>2</sub>는 위상차이가 있는 부분에서의 탄성계

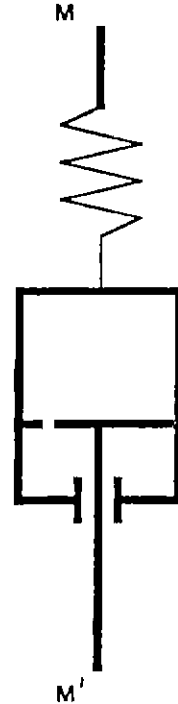


Fig. 8. The Maxwell element. [17].

수이다.

이를 복소수를 이용하면

$$\sigma = \sigma_0 \exp(i\omega t + \theta_1) \quad (7)$$

$$\varepsilon = \varepsilon_0 \exp(i\omega t) \quad (8)$$

이 된다.

$$\begin{aligned} \text{그런데 } \frac{\sigma}{\varepsilon} = E^* &= \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} \exp(i\theta_1) \\ &= \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} (\cos \theta_1 + i \sin \theta_1) \end{aligned} \quad (9)$$

이고 식 (6)에 의해

$$E^* = E_1 + iE_2 \quad (10)$$

가 된다.

탄성계수의 실수 부분은 모델에 저장된 에너지에 비례하고 저장계수(storage modulus)라고 정의되며 허수 부분은 에너지 방출을 의미하며 즉 손실계수(loss modulus)라고 부른다.

이 모델을 나타내는 미분방정식을 Laplace 변환을 하면<sup>15)</sup>

$$E_1 = E \frac{W^2 \lambda^2}{1 + W^2 \lambda^2}, \quad E_2 = E \frac{W \lambda}{1 + W^2 \lambda^2} \quad (11)$$

여기서 λ는 탄성계수에 대한 점성계수의 비 즉 λ = n/E이다.

이 계수들은 주파수의 함수이며 주파수가 극히 적을때, 즉 W→0이 되면 외부에서 가해진 힘은 dashpot는 변형시키지만 스프링 성분의 길이 변화는 거의 유발하지 않으며 E<sub>1</sub>은 매우 작으며 E값이 적어진다. 반대로 주파수가 대단히 커지면 이 모델의 길이 변형은 거의 스프링 성분에 의하여 일어나므로 E<sub>1</sub>은 최대인 E가 된다.

이때 예상되는 변형총량은

$$\epsilon_t = \epsilon_e + \epsilon_v = \frac{E}{\sigma_0} + \frac{\sigma_0 t}{\eta} \quad (12)$$

가 된다.

여기서 ε<sub>e</sub>는 탄성변형량, ε<sub>v</sub>는 점성에 의한 변형량, η는 점탄성계수, ε<sub>t</sub>는 총 변형량이다. 따라서 한 사이클 당 유발되는 변형량은

$$\epsilon_{cycle} = \int_0^T \left( \frac{1}{E} + \frac{t}{\eta} \right) \sigma(t) dt = \left[ \frac{t}{E} + \frac{t^2}{2\eta} \right] \sigma_{max} \Big|_0^{T/2} \quad (13)$$

가 된다. T는 주기이다.

여기서 T의 크기는 1Hz는 0.25 Hz에 비하여 1/4이 되고 square wave에서는 최대하중값이 T/2 동안 일정하게 유지되므로 σ(t)는 상수인 σ<sub>max</sub>가 된다. σ가 σ<sub>max</sub>이 되는 나머지 T/2 동안의 변형량을 무시할 수 있으므로 1Hz에서 한 사이클 당 변형량은

$$\epsilon_{cycle} = \frac{\sigma_{max}}{2E} + \frac{1}{8\eta} \sigma_{max} \quad (14)$$

이고 0.25 Hz에서 한 사이클 당 변형량은

$$\epsilon_{cycle} = \frac{2\sigma_{max}}{E} + \frac{2}{\eta} \sigma_{max} \quad (15)$$

가 된다.

탄성변형성분은 주기에 비례하지만 점성에 의한 변형량은 하중이 가해진 시간의 제곱에 비례한다.

이로부터 그림 2~4에서 식 (2)로부터 유도된 식 (3)은 한 사이클 당 균열성장이 하중주기에 따라 선형적으로 변한다는 선형탄성파괴역학 이론에 배경을 둔 식 (3)에 근거했기 때문에 시간의 제곱에 비례하는(식 13~15 참조) 유리상 존재에 의한 점성변형에 의한 손상과정을 충분히 고려하지 못하였고 따라서 그림 2~4까지에서 식 (3)에 의한 예측과 실험결과가 일치하지 않았고 특히 하중이 가해진 시간의 증가에 따른 점성에 의한 비탄성 변형의 과소평가 정도가 더욱 커 그오차가 0.25 Hz의

경우 더 심하였다고 사료된다.

## 5. 결 론

알루미나 기지에 33 Vol.%의 SiC 휘스커를 첨가시킨 복합재료의 고온에서의 균열성장거동에 관한 연구를 하기 다른 주파수에서 피로시험을 행한결과 주파수가 낮을수록 da/dt가 높았다.

선형파괴역학에 근거한 균열전파속도 예측은 실온에서 거의 완전한 탄성거동을 한다 하더라도 고온에서 무정형 유리질상을 생성하여 점탄성을 보이는 본 재료의 고온 거동을 적절하게 설명하지 못하므로 특히 낮은 주파수로 갈수록 예측과 실험결과 사이에 오차가 커짐을 알 수 있었다. 따라서 이러한 점탄성 현상을 설명하기 위하여 Maxwell 모델을 이용하였고 특히 피로균열성장을 위한 결정적 손상인자인 점성변형성분이 일정하중이 가해질 경우 하중시간의 제곱에 비례함을 제안함으로써 선형탄성 파괴역학에 근거한 균열성장속도 예측과 실험결과와의 불일치를 설명하였다. 1400°C에서 본 재료의 실제 점성 계수를 알수없기에 점탄성이론을 이용한 직접예측은 시도하지 못하였으나 정성적인 설명은 가능하였다.

현미경적 조사결과 균열주위나 파면위에 SiC의 분해 및 산화과정을 통한 유리질상이 널리 분포되었고 SiC 휘스커와 알루미나 기지사이의 계면 및 삼중점에 미세 균열과 결정입계에 cavity가 관찰되었다. 하지만 높은 응력확대계수의 높은 주파수의 피로 사이클이 가해질 때 cavity의 생성 및 성장(확산크리프)에 의한 파괴기구는 별로 중요하지 않았고 유리질상에 의한 sliding이 중요한 기구임을 알 수 있었다.

## 후 기

본 연구에서는 저자가 한국과학재단의 지원을 받아 미국 Brown 대학 Suresh교수 연구실에 방문하여 행한 연구의 일부로서 한국과학재단과 협조를 아끼지않은 Suresh 교수에게 감사를 드린다. 현미경 분석을 도와준 대한전선 기술연구부 윤영진씨에게 사의를 표한다.

## REFERENCE

1. P. Vincenzini, "High Tech Ceramics," Part B, Elsevier Science Publishing Co., New York (1987).
2. M.O. Speidel, in "Advances in Fracture Research," (ICF 5), Vol. 6, Edited by D. Francois, Pergamon Press, New York. 2685-2704 (1981).

3. A.E. Carden, in "Fatigue at Elevated Temperature," (STP 520), Edited by A.E. Carden, A.J. Mcevily, and C.H. Walls, American Society for Testing and Materials (1973).
4. F.F. Lange, "Relation between Strength, Fracture Energy and Microstructure of Hot-Pressed  $\text{Si}_3\text{N}_4$ ," *J Am. Ceram. Soc.*, **57**(2), 84-87 (1974).
5. N.J. Tighe, "The Structure of Slow Crack Interfaces in Silicon Nitride," *J. Mater. Sci.* **13**, 1455-1563 (1978).
6. K.Kromp and R.F. Pabst, "Fracture Behavior of Ceramic Materials at High Temperature," *Metal Sci* March, 130-137 (1981).
7. H. Wieninger, K. Kromp and R.F. Pabst, "Crack Resistance Curve of Alumina at High Temperature," *J. Mater. Sci.*, **22**, 1352-1358 (1987).
8. A.G. Evans and E.R. Fuller, "Crack Propagation in Ceramic Materials under Cyclic Loading Conditions," *Metall. Trans*, **5**(5), 27-33 (1974).
9. L. Ewart and S. Suresh, "Crack Propagation in Ceramic under Cyclic Loads," *J. Mater. Sci.*, **22**(4), 1174-1192 (1987).
10. S. Suresh, L.X. Han and J.J. Petrovic, "Fracture of  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -SiC Whisker Composites under Cyclic Loads," *J. Am. Ceram. Soc.*, Vol. **71**(3), C158-C161 (1988).
11. L.X. Han and S. Suresh, "High-Temperature Fatigue of an Alumina-Silicon Carbide Composite under Cyclic Load: Mechanism of Fatigue Crack Tip Damage," *J. Am. Ceram. Soc.*, **72**(7), 1233-1238 (1989).
12. L.X. Han, S. Suresh and R. Warren, "High Temperature Fracture Toughness of  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -SiC<sub>w</sub> Composite," in Preparation for Publishing.
13. LX. Han, "Elevated Temperature Crack Growth Resistance of Alumina-Silicon-Carbide Composite under Static and Cyclic Load," ph. D thesis, Brown University, (1990).
14. W.D. Kingery, H.K. Bowen, and D.R Uhlman, "Introduction to Ceramics," a book, John Wiley and Sons, N.Y. (1976).
15. P.C. Paris and F. Erdogan, "A Critical Analysis of Crack Propagation Laws," *Trans. ASME. Jour. Bas. Engr.*, D, Vol. **85**, 528-534 (1963).
16. J. Gittus, "Creep, Viscoelasticity and Creep Fracture in Solids," a Book, Applied Science Publishers Ltd. (1975).
17. C.Zener, "Elasticity and Anelasticity of Metals," The University of Chicago Press, Chicago (1948).