

질화규소의 정적 및 반복하중에 있어서 균열진전특성

유성근 · 오츠카 아끼오
나고야대학 재료기능공학과
(1996년 6월 19일 접수)

Crack Growth Characteristics of Silicon Nitride under Static and Cyclic Loading

Sung-Keun Yoo and Akio Otsuka
Dept. of Mater. Sci. Eng., Nagoya Univ.
(Received June 19, 1996)

요 약

질화규소의 정적 및 반복하중에 있어서 균열진전특성은, 정적하중에서는 균열이 진전할 수록 진전속도는 느려지고 끝내는 정지하였다. 또 반복하중에서는 정지하지 않고 거의 일정속도로 진전하였다. 정적 및 반복하중에 있어서 균열진전길이와 진전속도와의 관계에 관한 실험데이터로부터 K-V특성(K: 응력확대계수, V: 균열진전속도)의 균열진전길이의존, K- Δa 관계(Δa : 균열진전길이)의 균열진전속도의존을 구하였다.

ABSTRACT

Test results showed that, under static loading, crack growth rate decreases with increase of crack extension until the crack is arrested, while under cyclic loading, the crack grows with a constant velocity without being arrested, even in the range of K values where no growth is observed under static loading. Crack length dependence of "K-V relationship" (K: stress intensity factor, V: crack velocity) and crack velocity dependence of "K- Δa relationship" (Δa : crack extension) obtained from the crack growth data concerning the relation between crack velocity and crack extension under static loading and cyclic loading.

Key words: Silicon nitride, Static crack growth, Cyclic crack growth, R-curve, Crack growth fatigue

1. 서 론

정적 및 반복하중에 의한 세라믹스의 균열진전특성은 기본적인 재료특성으로서 중요하다. 세라믹스는 강도가 높고, 인성이 낮은 관계로 100 μm 이하 크기의 미세균열에서 파괴가 급속히 일어나 실제로는 미세균열진전특성이 대단히 중요하다. 그러나 실험이 까다롭기 때문에 금속재료와 같은 수 mm에서 수십 mm 크기의 저시균열진전시험이 비교적 행해지고 있다. 세라믹스의 강도는 초기결합파 균열진전특성에 의해 결정되어진다고 생각된다.

또 균열진전특성은 응력확대계수 K와 균열진전속도 $V(da/dt)$ 의 관계로 표시되는 K-V특성¹⁾, 균열진전저항과 균열길이와의 관계인 R곡선²⁾ 등으로 표현된다.

그러나, 실재는 R곡선에서 나타난 것 같이, 균열길이 증대함에 따라 균열진전저항이 증대하기 때문에 동일한

K값을 균열에 부가한 경우, 균열진전속도는 긴 균열쪽이 짧은 균열보다 작게 된다. 더우기 K-V특성이나 균열진전저항은 응력반복에 의해 가속되는 것이 예상되고¹⁻¹⁰⁾, 세라믹스 파괴특성이나 강도특성을 균열진전특성에 기초하여 검토할 경우는 K-V특성, 균열진전저항 등을 고려할 필요가 있다고 생각된다.

본 연구에서는 질화규소 및 시간의존파괴를 나타내는 전형적인 재료로서 glass에 대하여 균열진전실험을 하고 균열진전특성에 미치는 균열길이, 응력반복등의 영향을 조사하였다.

2. 실험방법

2.1. 재료 및 시험편

실험에 사용한 재료는 가스압소결의 질화규소 및 glass이며, 기계적 특성은 Table 1에 나타내었다. 시험편

Table 1. Mechanical Properties of Materials.

| Material | Density (g/cm ³) | Young's Modulus (MPa) | Fracture Toughness (MPa√m) | Hardness | Bending Strength (MPa) |
|----------------------------------|------------------------------|-----------------------|----------------------------|----------------|------------------------|
| Borosilicate glass IWAKI 7740 | 2.23 | 6.3×10 ⁴ | 0.77 | 418 (knoop) | 40~70 |
| Silicon nitride EC141 | 3.22 | 3.1×10 ⁵ | 6.0 | 1530 (Vickers) | 800 |

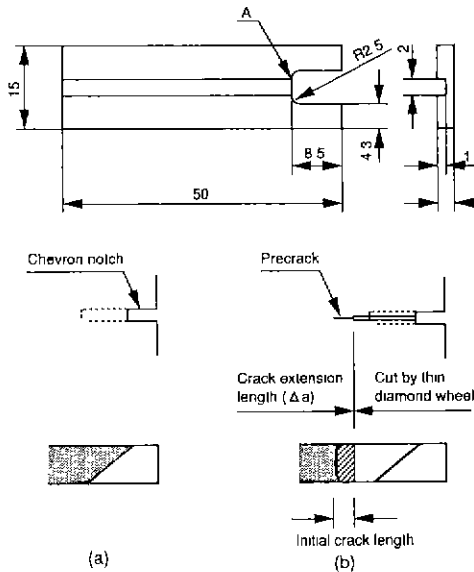


Fig. 1. Specimen dimensions and details of precrack.

은 Fig. 1에 나타난 것과 같이 DCB형의 형상으로 시험편의 한쪽면에는 균열을 유도하기 위한 groove가 설치되어 있고, 이 groove부의 시험편 두께는 1.5 mm이다. 그림중 "A"로 나타난 곳에 균열의 발생을 용이하게 하기 위하여 얇은 다이아몬드디스크가 붙은 간단한 전동 공구로 Fig. 1(a)와 같이 쉘브론노치를 도입하였다. 이 노치선단에서 정적하중에 의해 적당한 하중을 걸어 균열을 조금씩 진전시켜 예균열로 하였다. 예균열도입후 초기조건으로서 bridging등이 일어나지 않도록 Fig. 1(b)와 같이 예균열선단에서 후방 0.3 mm 정도까지 노치를 넣어 쉘브론노치 및 예균열을 제거하고, 균열길이 a는 이 노치선단에서 균열선단까지의 거리로 하였다. 질화 규소는 소제가 6 mm 두께의 평판으로 연삭가공에 의해서 대략 중앙부에서 시험편을 채취하고 연마면상태로는 균열의 관찰이 곤란하므로 균열을 용이하게 관찰하기 위하여 groove가 없는 쪽 표면을 다이아몬드 페이스트

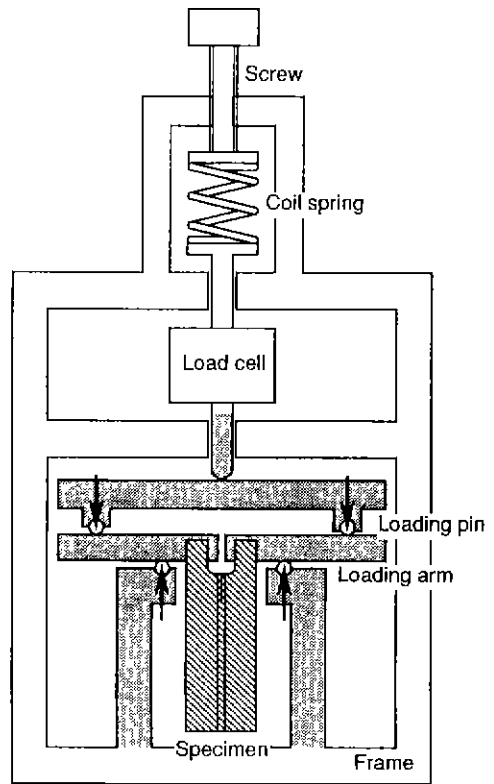


Fig. 2. Apparatus for crack growth tests.

및 알루미늄나입자로 마무리 처리 하였다.

2.2. 균열진전시험장치

시험장치의 구조를 Fig. 2에 나타냈다. 이 장치는 시험편의 노치측양쪽 끝부분을 arm에 붙은 나사로 고정시켜 4점굽힘하중을 부가하며, 하중을 부가하는 4군데의 편중 3군데는 베어링에 의해 자유롭게 회전이 되고 시험편에는 순수굽힘모멘트만이 작용하는 구조로 되어 있다. 또 부가하중의 검출은 장치내에 장착된 로드셀에 의해 측정하였다. 정적하중시험의 경우에는 Fig. 2와 같이



Fig. 3. Appearance of the test apparatus.

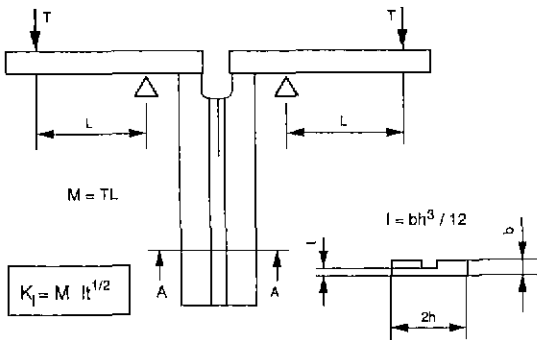


Fig. 4. Schematic illustration of constant moment type crack growth tests.

상부의 screw를 회전시켜 스프링을 압착시키는 것으로 직접시험편에 변형을 주고, 하중이 소요값에 도달하면 screw 회전을 정지하였다. 균열진전속도가 그다지 빠르지 않을 경우 시험편의 콤퓨라이언스 변화도 작고 하중도 거의 일정하게 유지되었고, 또 균열진전속도가 빠를 경우에는 수시로 screw를 회전시켜 일정하중을 유지하였다. 반복하중시험의 경우에는 Fig. 3과 같이 screw를 제거하여 전기유압시험기중에 장치전체를 장착하고 로드셀상부와 후레임하부와의 사이에 반복압축하중을 작용시켰다. 균열진전속도의 측정에는 이동현미경으로 균열의 선단을 추적하는 것으로 하였다.

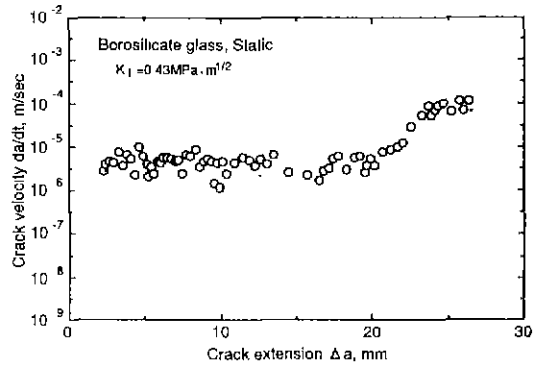


Fig. 5. Crack growth rate as a function of crack extension under K constant crack growth tests on borosilicate glass, $K=0.43 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$.

본 연구에서는 Freiman¹¹⁾에 의해서 제안, 해석되어 그 유효성을 나타내고 있는 CM(Constant Moment)법을 이용하여 균열진전실험을 하였다.

Fig. 4와 같은 하중상태 및 치수의 경우 K 값은 다음 식과 같다.

$$K = TL/\sqrt{I}t, \quad I = bh^3/12$$

이 식에서 알 수 있듯이, 이 시험방법은 K 값이 균열 길이 a 에 무관계하므로 급힘모멘트를 일정하게 유지하면 K 값도 일정하게 되며 제어가 간단하다. 따라서 정확한 K 값을 비교적 용이하게 얻을 수 있는 이점이 있다.

3. 실험결과

3.1. 정적하중에 의한 균열진전시험

Fig. 5는 glass에 있어서 동일한 K 값을 부가한 경우의 균열진전길기와 진전속도와와의 관계를 나타낸 것이다. 이 경우 균열길이가 20 mm 정도에 이를 때까지는 거의 일정속도로 진전하고, 이후 급속히 가속하여 파단에 이르는 것을 나타내고 있다. glass의 파면은 완전히 평탄하고, 평활하여 파면간의 간섭이 없기 때문에, 균열진전에 따른 진전저항의 증대가 없고, 동일한 K 값하에서는 일정속도로 진전한다. 또 균열이 시험편선단에 근접하면 선단의 영향으로 K 값이 증대하고, 그 때문에 진전속도가 증대하는 것이라 생각된다. 본 시험편 및 시험법에서는 균열길이 20 mm 정도까지 K 값이 일정하다는 것을 의미하고 있다.

Fig. 6에 질화규소에 있어서 동일한 K 값을 부가한 경우의 균열진전길기와 진전속도의 관계를 나타낸 것이다. 이 결과를 보면, $K=5.41 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ 의 경우 이하는 균열이

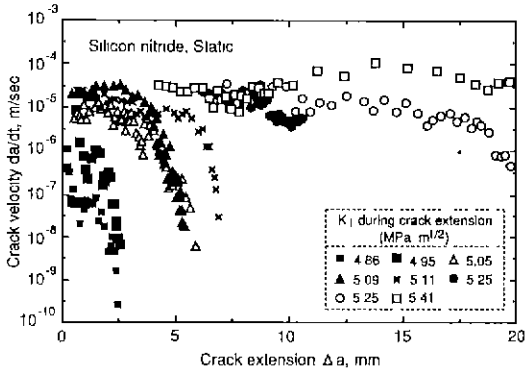


Fig. 6. Crack velocity as a function of crack extension in silicon nitride obtained from K_I constant crack growth tests.

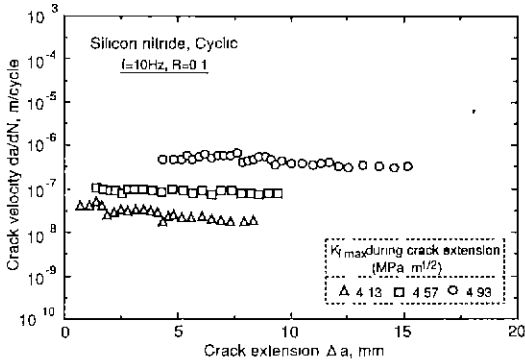


Fig. 7. Crack velocity as a function of crack extension in silicon nitride obtained from ΔK constant ($R=0.1$) cyclic crack growth tests.

진전하는 데 따라서 진전속도가 저하하고, 어떤 길이만큼 진전한 뒤 최종적으로는 정지하는 경향이 보인다. 또, 이 이상의 K 값을 부가하면, 균열은 최종파괴까지 진전을 계속한다. 이 한계 K 값은 $K_{th}(\text{arrest})=5.4 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, 또 균열이 진전을 개시하는 K 하한값은 $K_{th}(\text{initiation})=4.8 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ 이다. 이 재료는 $K_{Ic}=6 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ 이나, 부가된 K 값이 K_{Ic} 이하라도 $K_{th}(\text{arrest})$ 를 넘어서면 최종적으로는 파괴에 이른다는 것을 의미한다. Fig. 6과 같이 균열진전속도가 느려지고 최종적으로 멈추는 것은 이 재료의 경우 균열 wake의 bridging 효과등으로 인한 균열진전저항이 증대하기 때문이라 생각된다.

3.2. 반복하중에 의한 균열진전시험

Fig. 7에 반복하중을 부가한 경우의 균열진전시험결과를 나타낸다. Fig. 6에서 나타낸 정적하중의 경우, $K < 4.8 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ 에서는 균열은 거의 진전하지 않으나, 반복하

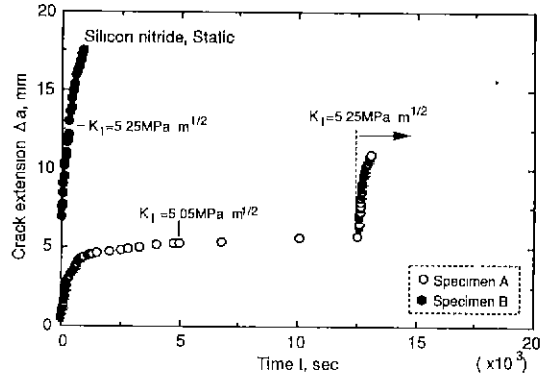


Fig. 8. Effect of load history on the crack extension under static loading for silicon nitride. K_I of specimen-A was kept $5.25 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ through to final failure, and K_I of specimen-B was $5.05 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ to $\Delta a=6 \text{ mm}$, and then changed to $5.25 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$.

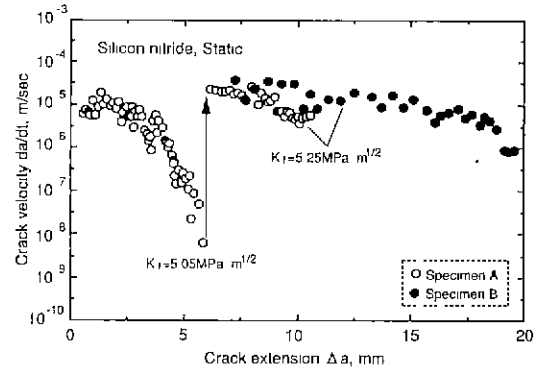


Fig. 9. Effect of load history on the crack growth rate under static loading for silicon nitride. Δa - da/dt relations obtained from Fig. 8.

중의 경우는 이것보다 훨씬 낮은 값 예를 들면, $4.2 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ 이라도 정지하는 것 없이 거의 일정속도로 진전하고 있고, 반복하중의 경우 $K_{th}(\text{arrest})$ 는 존재하지 않는 것 같다. 그러나 반복하중에 대한 $K_{th}(\text{initiation})$ 와 더불어 더욱 검토를 요한다. 이처럼 정적하중과 반복하중에 있어서 균열진전거동의 차이는 실구조물의 안전강도를 생각할 경우 극히 중요하다고 생각된다.

3.3. 균열진전에 미치는 하중이력의 영향

균열진전에 미치는 하중이력의 영향을 조사하기 위하여 처음에 낮은 값으로 진전시킨 후 중도에서 K 값을 증대시킨 경우의 균열진전속도가 처음부터 그 K 값에서 동일 길이까지 진전하여 온 균열진전속도와 동일하게

되는 가를 조사해 보았다.

Fig. 8 및 9는 질화규소의 정적하중시험결과이다. 먼저 Fig. 8은 시험시간과 균열길이와의 관계를 나타낸 것으로, 원형으로 표시한 시험편 A는 처음에 K값을 $5.05 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ 로 하여 균열을 진전시키고, 그 후 K값을 $5.25 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ 로 증대시킨 결과이다. 또 검은 원으로 표시한 시험편 B는 최초부터 K값을 $5.25 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ 로 하여 균열을 진전시킨 결과이다. 이 균열길이가 동일할 때의 균열진전속도를 비교하기 위하여 Fig. 8의 plot를 균열길이가와 균열진전속도의 관계로 나타낸 것이 Fig. 9이다. 이 경우도 시험편 A, B에서 K값이 $5.25 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ 인 경우 균열진전속도는 거의 일치하고 있고 하중이력의 영향은 작다고 생각된다. 결국, K값이 $5.05 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ 의 경우 형성된 균열면의 상황과 K값이 $5.25 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ 의 경우에 형성되는 균열면의 상황은 거의 변하지 않는다고 생각된다. 양자의 결과를 보면 적어도 제1차 근사로서 정적하중에 있어서 균열진전저항은 그 시점까지 진전하여 온 K값의 크기에는 그다지 관계없고, 균열길이의 함수로서 생각해도 좋을 것 같다.

3.4. 응력확대계수 K와 균열진전속도 V(da/dt)의 관계

Fig. 10은 Fig. 6의 결과중 중복되는 것을 일부생략하고 간략하게 나타낸 것이다. 이 그림에서 예를 들면 균열길이 $L=1 \text{ mm}, 2 \text{ mm}, 5 \text{ mm}$ 의 지점에 선을 긋고, 그림과 같이 곡선과의 교점 da/dt의 값을 취하여 그 곡선의 K값과의 관계를 그림으로 나타내면 Fig. 11과 같이 된다. 이 같이 하여 여러 균열길이에 있어서 da/dt-K 관계를 구할 수 있다. 또 Fig. 7의 반복하중에 있어서 da/dt-a로부터 da/dt-K 관계를 구하여 동일 그림에 기입하면 반복하중의 경우는 Fig. 11에 나타낸 것 같이 균열길이의

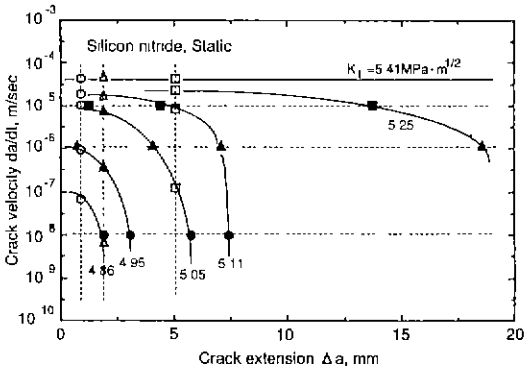


Fig. 10. Line drawing of the crack growth rate versus crack extension relations shown in Fig. 6.

존이 극히 작으므로 균열길이에 무관계로 V(cyclic)로 나타나는 곡선과 같이 된다. Fig. 11의 결과를 보면, K값이 큰 범위에서는 V(da/dt)는 정적하중시험의 결과와 일치하고 따라서 이 범위에서는 응력반복에 의한 진전 가속효과는 거의 없고, 한편 K값이 작은 곳에서는 응

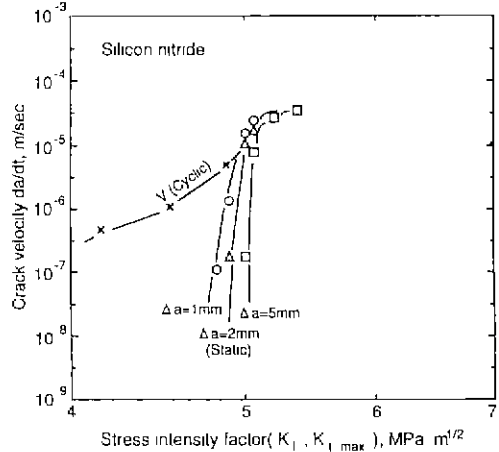


Fig. 11. K-da/dt relation for static and cyclic loading obtained from Fig. 6 and Fig. 7.

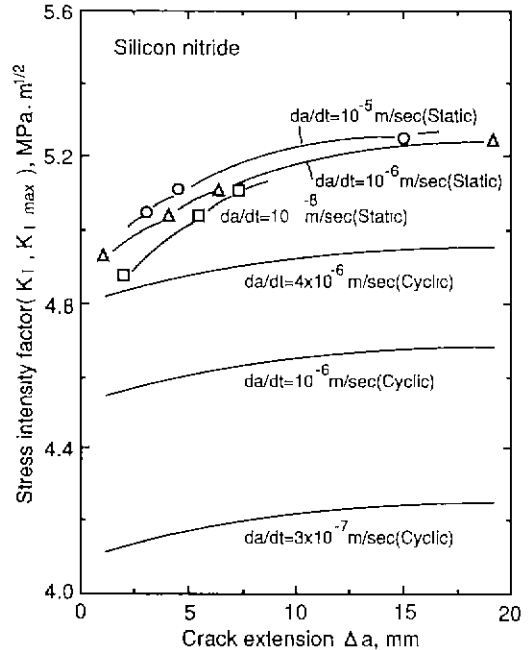


Fig. 12. Effects of crack growth rate on Δa - K_{I} curves and Δa - $K_{I,max}$ curves for static crack growth tests and cyclic crack growth tests ($R=0.1$), respectively, obtained from Fig. 6 and Fig. 7

력빈복에 의한 가속효과는 극히 크다는 것을 알 수 있다.

3.5. 균열길이와 응력확대계수 K의 관계

Fig. 12는 Fig. 10에서 $da/dt = 10^{-5}, 10^{-6}, 10^{-8}$ m/sec의 선과 실험결과인 da/dt -a 관계와의 교점의 균열길이를 취하여 plot한 a-K 관계이다. 동일한 진전속도로 균열진전을 계속시키기 위해서는 균열길이의 증대에 따른 것보다 큰 K값을 부가할 필요가 있음을 시사하고 있고, a-K 관계는 균열진전속도에 따라 크게 변화함을 알 수 있다. 또 Fig. 10과 같은 방법으로 반복하중에 있어서 a-K 관계를 구하면 그림중의 수평한 직선으로 나타난다.

반복하중에 있어서는 균열진전저항이 대폭 저하하고, 균열진전에 따른 진전저항의 증가가 거의 보이지 않는다. 이같은 반복하중에 있어서 균열진전저항이 정적하중에 대한 값보다 꽤 낮은 것은 실용상 충분히 주의해야만 한다.

4. 결 론

질화규소세라믹스의 K값일정균열진전시험을 행하고 다음과 같은 결과를 얻었다.

1. K값일정의 정적하중을 받는 경우는 K값이 K_{IC} 이하의 어떤 값, $K_{th}(\text{arrest})$, 보다 큰 경우는 정지하는 것 없이 최종파괴까지 진전을 계속하나, K값이 이것보다 작은 경우는 균열은 진전과 더불어 감속하고 어떤 길이만큼 진전한 후 정지한다.
2. 반복하중을 부가하면 $K_{th}(\text{arrest})$ 는 소실하고, 일단 발생한 균열은 정지하지 않고 거의 일정속도로 진전을 계속한다.
3. 반복하중에 의해 특히 K값이 작은 영역에서 균열진전속도는 현저하게 가속된다.
4. K값일정 균열진전시험의 결과로부터 K-da/dt 관계 및 a-K 관계를 구할 수 있다.

REFERENCES

1. S.M. Wiederhorn, "Influence of Water Vapor on Crack Propagation in Soda-Lime Glass," *J. of the American*

- Ceramic Society*, **50**(8), 407 (1967).
2. S.M. Wiederhorn, "Moisture Assisted Crack Growth in Ceramics," *The Inter. J. of Frature Mechanics*, **4**(2), 171 (1968).
3. M. Sakai and R.C. Bradt, "The Crack Growth Resistance Curve of Non-Phase-Transforming Ceramics," *J. of Ceram. Soc. Japan*, **96**(8), 801 (1988).
4. H. Kishimoto, A. Ueno and H. Kawamoto, "Crack Propagation Characteristics of Sintered Silicon Nitride under Static and Cyclic Loads," *The Soc. of Mater. Sci. Japan*, **36**(409), 1122 (1987).
5. H. Kishimoto, A. Ueno and H. Kawamoto, "Influence of Wave Form and Compressive Loads on the Crack Propagation Behavior of Silicon Nitride under Cyclic Loads," *The Soc. of Mater. Sci. Japan*, **38**(433), 1212 (1986).
6. T. Niwa, K. Urashima, Y. Tazima and M. Watanabe, "Effect of Crack Size on Fatigue Behavior in Silicon Nitride," *J. of the Ceramic Society of Japan*, **99**(4), 296 (1991).
7. S. Iio, T. Niwa, Y. Tazima and M. Watanabe, "Crack Propagation Behavior in Gas Pressure Sintered Silicon Nitride," *J. of the Ceramic Society of Japan*, **100**(2), 117 (1992).
8. M. Takahashi, Y. Mutoh, H. Okamoto and T. Oikawa, "Long and Short Fatigue Crack Growth Behavior in Silicon Nitride," *The Soc. of Mater. Sci. Japan*, **40**(452), 588 (1991).
9. A. Otsuka and H. Sugawara, "A Fractographic Study on Glass and Silicon Nitride Fractured under Monotonic Tensile and Cyclic Tension-Compression Tests," *The Soc. of Mater. Sci. Japan*, **40**(453), 700 (1991).
10. H. Sugawara, A. Otsuka, Y. Ishihara, and T. Amano, "Static and Cyclic Fatigue Characteristics of Glass, Glass Ceramics and Silicon Nitride under Tensile and Tension-Compression Tests," *The Soc. of Mater. Sci. Japan*, **40**(454), 914 (1991).
11. S.W. Freiman, D.R. Mulville and P.W. Mast, "Crack Propagation Studies in Brittle Materials," *J. Mater. Sci.*, **8**, 1527 (1973).