

실온 및 고온에 있어서 질화규소의 혼합모드파괴거동

유 성 근 · 우라시마 가즈히로

일본특수도업(주) 중앙연구소

Mixed-mode Fracture Behavior of Silicon Nitride at Room and High Temperature

Sung-Keun Yoo and Kazuhiro Urashima

NGK Spark Plug Co., Ltd

초 록 본 연구는 가스압소결 질화규소의 혼합모드에 있어서 파괴거동을 실온 및 1000°C에서 조사하였다. 실험은 누프압흔을 도입한 시험편을 사용하여 소둔처리에 의해 잔류응력을 제거하고, 4점 굽힘시험법을 이용하였다. 실험결과, 종래 제창되고 있는 파괴기준과 일치하지 않고, 그래서 새롭게 4차관수의 근사식을 제안하였다.

Abstract The characteristics of mixed-mode fracture in silicon nitride was investigated at room temperature and 1000°C by flexural tests using specimens with controlled surface flows. The experimental results was compared with the predicted strength based on various fracture criterion. It showed that the mixed-mode fracture toughness values did not agree with ant theoretical criterion.

1. 서 론

세라믹스는 내열성, 내산화성, 고온강도 등이 우수하고, 금속재료에 적용할 수 없는 온도영역의 고온재료로서 기대되고 있다.

그러나 세라믹스는 인성이 낮고, 또 강도의 불균일등 결점을 나타내므로 이러한 결점을 보상하는 설계기술의 개발이 불가결한 실정이다.

구조용 세라믹스의 강도는 통상 일방향으로만 응력을 받는 일축응력 상태에서 평가되는 것이 많다. 그러나 실제의 구조부품은 어떤 방향으로 인장응력을 받으면서 그것과 수직방향으로도 인장응력이나 압축응력을 받는 혼합모드 응력상태에 있는 것이 일반적이다.

예를들면, 압연롤, 볼베어링, 가스터빈 등의 구조용부품은 열응력이나 원심력이 중첩된 다축응력상태에 있기때문에 다축응력하에서의 파괴기준을 설계지침에 확장할 필요가 있다. 파괴기준은 대표적인 것으로서 몇 개가 거론되고 있으나^{1~8)}, 어느것이 적절한가는 아직 해명되고 있지 않다.

그래서 본 연구에서는 가스압소결 질화규소의 혼합모드에 있어서 파괴거동을 실온 및 고온에서 조사하고, 종래 제창되고 있는 파괴기준과 비교하는 것을 목적으로 하였다.

2. 실험 방법

사용한 재료는 일본특수도업재의 Al_2O_3 와 Y_2O_3 가 첨가된 가스압소결의 질화규소(EC-141)로 소결체에서 연삭가공에 의해 $4 \times 3 \times 40$ mm 치수의 시험편을 준비하였다.

시험은 Fig. 1에 나타낸 것 같이, 시험편의 인장축을 경면연마한 후, 시험편의 4×40 mm면에 하중 20kg, 인가시간 15sec로 누프압자를 압입하는 것에 의해 반원균열(Controlled Surface Flaw)을 도입하고, JIS R1601의 4점굽힘 시험법에 준하여 실시하였다. 또, 예균열 도입 후 유성잉크로 염색하고 파괴시험 후에 예균열끝단이 명확히 판단가능하도록 조치하였다. 고온에서 굽힘시험을 할 때에는 공기중에서 15°C/min로 승온하고, 시험온도에 도달한 후 약 5분간 유지하였다. 한편, 누프압흔 주위에는 압입에 의한 잔류응력이 존재하기 때문에

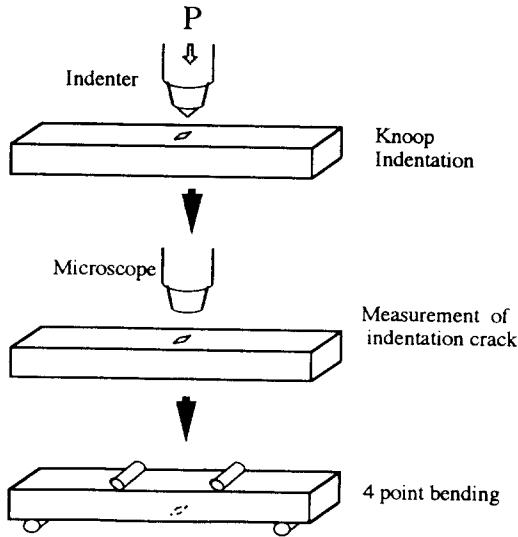


Fig. 1. The Schematic diagrams of mixed-mode fracture test method.

응력장에 영향을 미치는 잔류응력을 제거할 필요가 있다. 잔류응력제거방법으로 소둔처리법 및 표면연삭법을 검토하였다. 소둔처리법에서는 파괴인성에 미치는 소둔온도의 영향을 조사하기 위해 시험편을 1000°, 1100°, 1200°, 1300°C, 질소중에서 2 hr간 소둔하였다. 또 표면연삭법에서는 균열길이(2c)의 10%(약 60 μm)를 연삭제거하였다.

혼합모드조건은 Fig.2(a)에 나타낸것 같이 누프 압흔의 방향과 부하방향과의 각도 θ 를

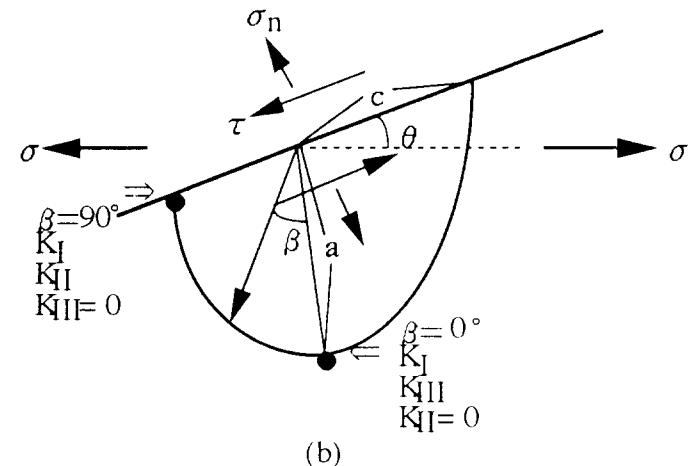
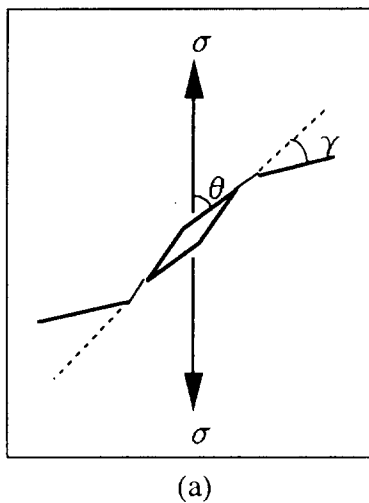


Fig. 2. The Schematic of surface flow oriented at angle θ with respect to applied bending tensile stress.

변화시키는 것에 의해 조정하였다.

또, Fig. 2(b)는 균열의 표면점($\beta=90^\circ$)과 최심점($\beta=0^\circ$)의 응력상태를 나타낸 것으로, 급회회 굽힘시험에서는 표면점이 보다 결정적인 역할을 하기 때문에 파괴의 모드는 모드 I, II의 혼합모드로 파괴하는 상태로 되고 있다.

또 광학현미경 및 SEM에 의해 균열진전상황, 표면의 균열길이 c와, 후술하는 균열의 aspect비 a/c로 계산한 균열깊이 a를 이용하였다.

한편, K_I 의 값은 유한평판중의 반타원상표면균열에 관한 Raju-Newman의 근사식¹⁰⁾을 K_{II} 는 Petrovic 등^{10,11)}의 식을 이용하여 계산하였다. 즉,

$$K_I = \left[\frac{2M}{\sqrt{\pi}} \right] \sigma \sqrt{c} \sin^2 \theta$$

$$K_{II} = \left[\frac{4}{\sqrt{\pi(2-\nu)}} \right] \sigma \sqrt{c} \sin \theta \cos \theta$$

여기에는 M는 형상계수로 1.21이고, ν 는 poisson 비이다.

그리고 θ 가 90° 에 있어서 결과를 K_{IC} 값으로 하고, 다음에 K_I, K_{II} 를 K_{IC} 로 규격화한 값($K_I/K_{IC}, K_{II}/K_{IC}$)를 구하고 각 기준과 대비시켜 최적기준을 검토하였다.

3. 결과 및 고찰

잔류응력제거

잔류응력제거는 잔류응력을 완전히 제거하는 것과 제거 후 균열길이 c , 균열깊이 a 를 정확히 알 수 있는 것이 필요하다.

Fig. 3은 잔류응력제거후의 파단면의 상황을 SEM으로 관찰한 결과이다.

우선 Fig. 3(a)는 표면연삭제거에 의한 것으로, 연삭에 의해 균열이 작게 되기 때문에 균열부분을 나타내는 요철의 정보가 적어 균열전체의 윤곽이 확실하지 않고, 균열끝단을 단정하기 어렵다.

이것에 반하여, Fig. 3(b)는 소둔처리제거에 의한 것으로, 압흔에 의한 균열중심도 추정가능하고, 또 요철의 상태로 부터 균열끝단을 추정하는 것도 용이함을 알 수 있다.

또 소둔처리법에 있어서, 균열길이 c 와 깊이 a 의 비를 측정한 결과, a/c 는 5개의 시편에서 대략 0.85로 일정한 것을 알았다.

따라서, 소둔처리법은 각 시편의 균열깊이를 매번 측정하지 않아도 균열길이 a 를 추정할 수 있다.

Fig. 4는 누프압흔의 균열끝단에 있어서 소둔온도의 영향을 나타낸 것으로, 1200°C까지는 소둔에 의한 균열끝단의 변화, 즉, healing

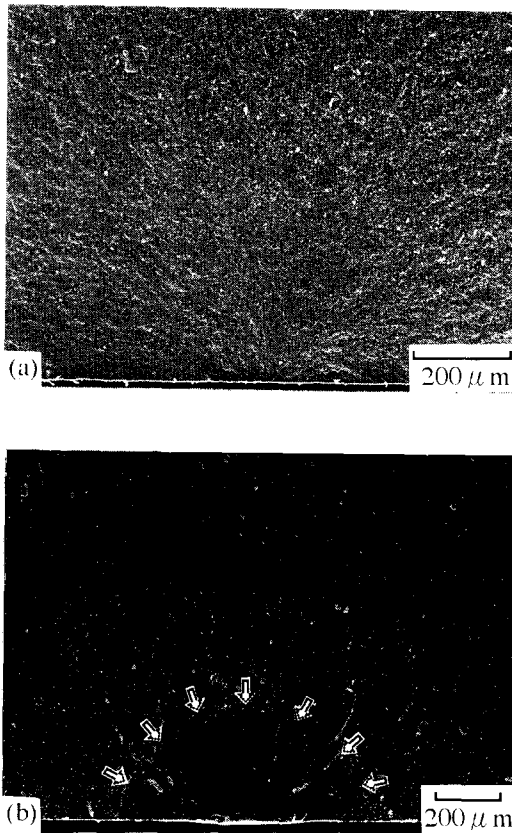


Fig. 3. Photographs of fracture surface after residual stress removal. (a) after surface removal (b) after anneal removal

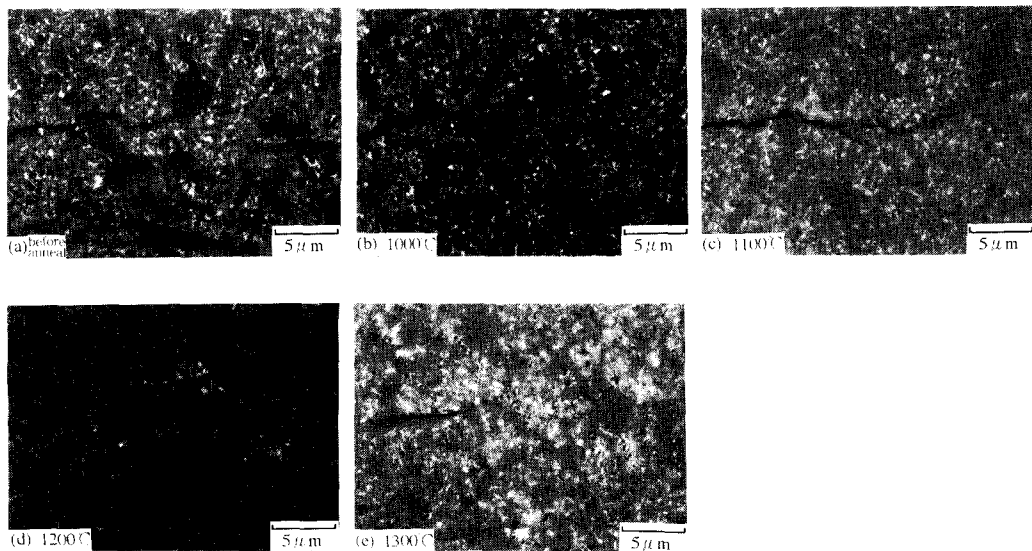


Fig. 4. Effect of annealing temperature on the crack tip after knoop indentation.

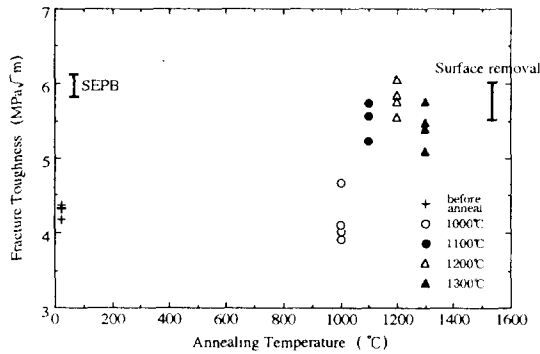


Fig. 5. Fracture toughness K_{IC} versus annealing temperature.

이 일어날 가능성은 보이지 않았다. 또한, 산화에 의한 중량변화도 보이지 않았다.

한편, 1100 °C, 1200 °C, 1300 °C의 경우는 표면에 흑점이 생기고, 이것은 온도 변화에 따라 증가하였다.

이 흑점은 본재료가 가스압소성품이기 때문에 소둔처리에 의해서 유리중에 들어있던 가스(대개 N_2)가 휘발한 것 때문에 생긴 미소 pore라고 생각된다.

또, 이러한 미소 pore가 재료에 미치는 영향을 조사할 필요가 있으나, 금회는 확인을 하지 않았다. 그러나, 다음에 나타내는 Fig.5

의 결과로 부터, K_{IC} 에 미치는 영향은 1300 °C를 제외하면 작다고 판단되었다.

Fig. 5는 소둔온도와 파괴인성의 관계를 나타낸 것이다.

전체적으로 소둔처리한 쪽이 소둔처리를 하지 않은 쪽 보다 K_{IC} 가 높게 나타났다. 이것은 누프압흔도입시에 압흔주변에 소성변형이 생기고, 시험편표면부근에서 인장잔류응력이 생겼기 때문이라 생각된다.

따라서 잔류응력제거의 상황은 인성의 회복량으로 판단 가능하다.

Fig. 5에 나타낸 것과 같이, 1200 °C에서 소둔한 경우의 K_{IC} 의 값은, 압흔부를 표면연삭으로 제거한 경우의 파괴인성값 및 SEPB에 의한 파괴인성값과 거의 일치하고 있다.

이것에 의해 1200 °C에서는 균열 끝단부분의 잔류응력이 거의 완전히 해방되었다고 생각된다.

한편, 1300°C에서는 1200 °C에서 일단 회복된 인성값이 다시 저하하는 경향을 보였다.

이것은 앞서 설명한 것 같이, 소둔에 의한 흑점의 발생 및 입계상의 변화에 의해서 재료가 열화된 때문이라 생각된다.

본 결과로 부터 소둔온도는 1200 °C가 가장 적당하다고 판단되었다.

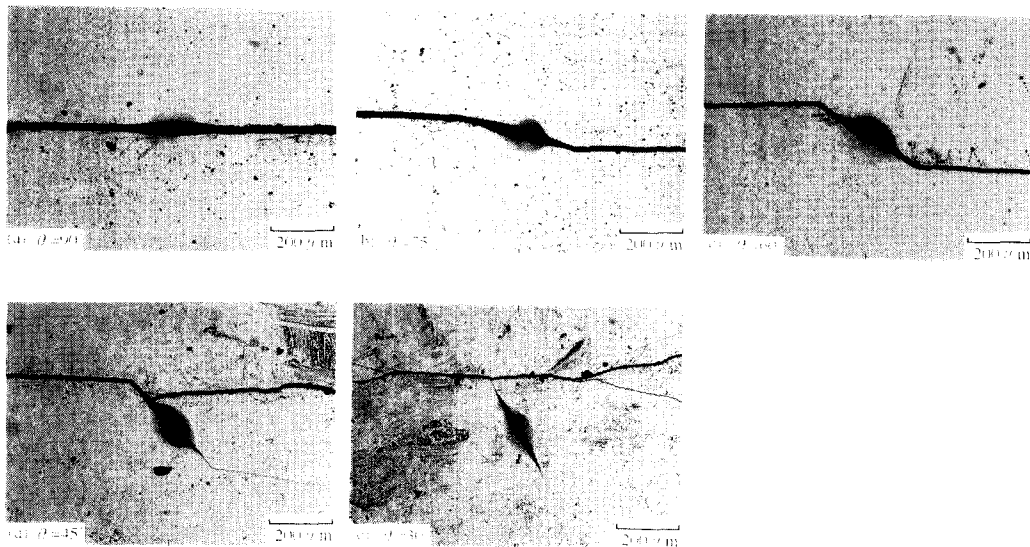


Fig. 6. Macroscopic fracture appearance as a function of angle θ .

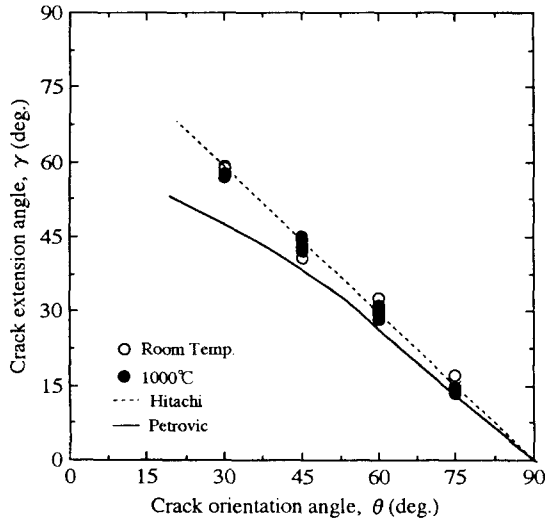


Fig. 7. Plot of crack extension angle versus orientation angle for mixed-mode fracture.

이상의 결과, 소둔처리법은 균열길이 c 를 잔류응력제거후도 정밀하게 측정가능하고, 또, 균열끝단부분에 healing 현상이 발생하지 않는다는 점, 균열길이 a 를 c 와의 비로 용이하게 예측할 수 있다는 것 등의 많은 이점이 있어 잔류응력제거법으로서 채용하였다.

혼합모드 파괴시험

K_I/K_{Ic} vs K_{II}/K_{Ic} 에 의한 정리

Fig. 6은 실온에서의 혼합모드 파괴에 의한 균열전진상황을 나타낸 것이다.

θ 가 90-45° 사이에 있어서는 예비균열전체를 기점으로 파괴하고 있고, 이 범위에서는 이상적인 파괴모드를 실현하고 있다고 생각된다.

그러나, θ 가 30°의 경우는 예균열전체에서 파괴되지 않아 데이터의 유효성이 문제가 된다. 그래서 이 경우 혼합모드파괴가 유효한가를 검토하기 위해 균열전진각도 γ 를 측정하고 θ 에 대하여 Fig. 7과 같이 plot하였다.

Fig. 7에 있어서 환원은 실온, 검정원은 1000°C에서의 결과이며, 점선이 이전의 결과^{6, 11)}를 나타낸다. 금회 및 이전시험결과를 비교하면 거의 직선관계를 나타내고 있고, θ 가 30°에서 있어서도 특히 파괴의 양상이 크게 변화한 것으로는 보이지 않았다.

따라서 금회의 혼합모드시험에서는 $\theta=30^\circ$ 의 파괴데이터도 유효성이 있다고 판단하였

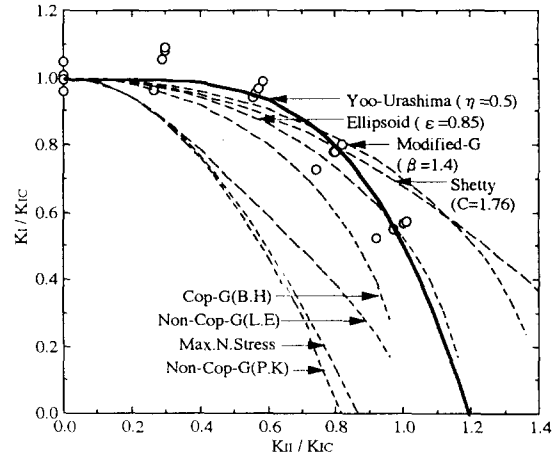


Fig. 8. Plot of K_I/K_{Ic} for Silicon nitride and the predicted lines based on some theories(at room temperature).

다. 단, Petrovic 등의 결과에서는 45° 이하에서 비선형의 데이터를 나타내고 있고, θ vs γ 의 plot만으로 데이터의 유효성을 판단하는 것이 적절한가의 문제는 남아있다.

Fig. 8은 실온에서의 K_I/K_{Ic} - K_{II}/K_{Ic} 관계에 대해서 각 기준의 이론 곡선과 실험값과를 비교한 것이다.

이 그림에서 보면, K_I/K_{Ic} 가 0.7이하에서는 Shetty 혹은 수정 G기준의 곡선보다 높은 경향을 나타내고 있고, 또, 0.7이상에서는 반대로 이러한 곡선보다 낮게 되어 있어 어느 곡선도 시험결과와는 일치하지 않는다.

더욱 K_{II}/K_{Ic} 가 0.7이상에서는 Shetty 혹은 수정 G기준은 모드 II의 기여를 낮게 평가하고 있고, 이것은 재료설계에 있어서 불안전한 예측으로 되는 것을 나타내고 있다.

그래서, 보다 가까운 근사실험식을 검토하고, 4차관수인 이하의 실험식(Yoo-Urashima 실험식이라고 부르기로 함)을 검토하였다.

$$\frac{K_I}{K_{Ic}} + \eta \left(\frac{K_{II}}{K_{Ic}} \right)^4 = 1$$

여기서 η 는 상수이다.

이 실험식의 η 가 0.5의 경우, 실온의 실험결과와 잘 일치하고 혼합모드 기준으로서 최적이라고 생각된다.

또, 본재료는 K_{II}/K_{Ic} 가 0.7이하 범위에서는 모드II파괴에 대한 저항성이 강한 것을 확

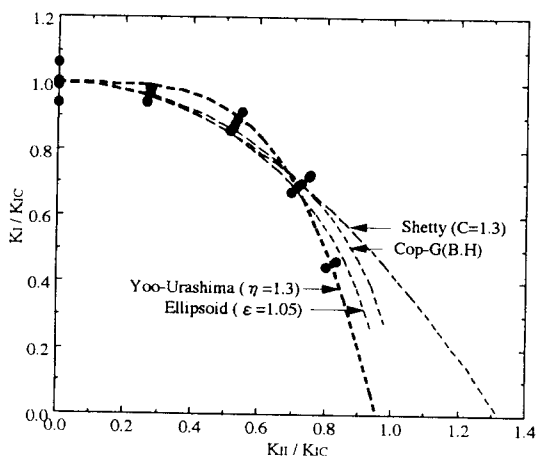


Fig. 9. Plot of K_I/K_{Ic} for Silicon nitride and the predicted lines based on some theories(at 1000 °C)

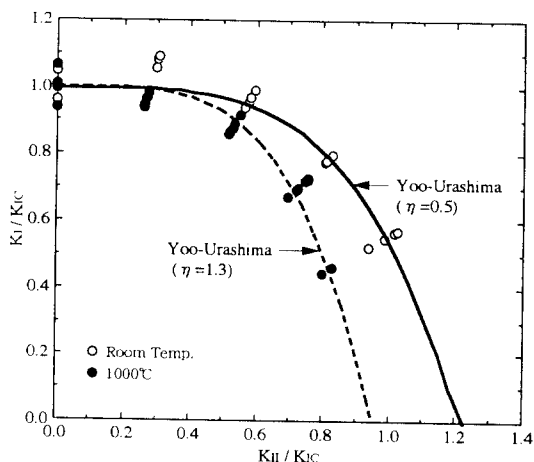


Fig. 10. Plot of K_I/K_{Ic} for Silicon nitride at room temperature and 1000 °C

인하였다.

Fig.9는 고온에서의 $K_I/K_{Ic}-K_{II}/K_{Ic}$ 관계에 대하여 각기준의 이론곡선과 실험값을 비교한 것이다. 이 경우도 Shetty실험식이나 수정 G 기준과는 일치하지 않아 실온과 같이 4차관수의 실험식을 적용하였고, η 가 1.3의 경우 일치하고 있다. 따라서 금회 창출해낸 실험식은 실온 뿐만아니라 고온에 있어서도 예측이 가능한 식이며, η 가 혼합모드에 대한 유용한 파라메타인 것을 확인할 수 있었다. Fig. 10은 실온 및 고온에서의 $K_I/K_{Ic}-K_{II}/K_{Ic}$ 의 관계를 비교한 것이다. 본 재료의 고온거동은 800 °C 까지는 실온과 거의 같으나, 1,000 °C 부터

는 피로열화가 시작되어 입계가 연화하고 있다. 일반적으로 세라믹스는 다결정체이며 입계에 불순물을 주성분으로 한 glass층이 존재하는 경우가 많다. 온도의 상승에 따라 이 glass 층의 점성이 감소한다. 이것에 의해 고온에서는 부하에 의해 입계가 미끄러지기 쉽게 된다. 따라서, 1000 °C에 있어서 모드 II 저항성이 저하하는 것도, 이 입계의 연화¹²⁾가 원인이라 생각된다. 금회 새롭게 창출해낸 실험식의 타당성에 대해서는 보다 K_{II} 모드에 가까운 측(K_I/K_{II} 가 0.8이하)에서의 데이터를 취할 필요가 있고, 본 실험식의 유효성을 확인할 필요가 있다. 또, 이 유효성을 확인하는 시험방법으로서는 균열형상에 차이가 있으나 4점전단법이 간편하고 유효하다고 생각된다.

4. 결 론

다축응력하에서 파괴기준을 결정하기 위해 질화규소에 대하여 실온과 1000 °C에 있어서 모드 I - II 의 혼합모드파괴시험을 실시하고 이하의 결론을 얻었다.

1) $K_I/K_{Ic}-K_{II}/K_{Ic}$ 의 plot에서 혼합모드에 있어서 파괴기준은 종래 나타내지고 있는 어느기준과도 일치하지 않은 것이 확인되었다. 특히 Shetty나 수정G기준에서는 K_{II}/K_{Ic} 가 0.7이상의 영역에서 K_{II} 의 기여를 과소평가하고 있는 것이 지적되었다.

2) 금회 얻어진 실험값은 종래부터 제창되고 있는 기준과 일치하지 않아 새롭게 최적의 기준으로서 4차관수의 근사식(Yoo-Urushima 실험식)을 제안하였다.

3) 잔류응력제거의 방법으로서 소둔처리법이 유효적이다.

4) 인장, 비틀림응력파괴에 대한 간편한 시험방법으로서 누프시험법을 확립하였다.

참 고 문 헌

1. D. Singh and D. K. Shetty, J. Am. Ceram. Soc., **72**, (1), 78 (1989)
2. H. Tsuruta, N. Yamada, Y. Nakasui, M. Masuda and M. Matsui, J. Ceram. Soc. Japan, **99**, (7), 574 (1991)
3. S. W. Freiman, A. C. Gonzalez and J. J. Mecholski, J. Am. Ceram. Soc., **62**, (3-4), 206 (1979)

4. D. B. Marshall, J. Am. Ceram. Soc., **67**, (2), 110 (1984)
5. A. Kokaji, H. Uchimura and M. Kaji, J. Ceram. Soc. Japan, **100**, (11), 1304 (1992)
6. T. Machida, H. Miyata, K. Nakakado, Journal of J. S. M. E. (A), **60**, (571), 138 (1994)
7. V. Tikare, S. R. Choi, J. Am. Ceram. Soc. **76**, (9), 2265 (1993)
8. I. Oda, M. Matsui, T. Soma, M. Masuda, and M. Yamada, J. Ceram. Soc. Japan, **96**, (5), 539 (1988)
9. S. Hayashi, A. Suzuki and S. Sugiyama, Journal of J.S.M.E, (A), **57**, (534), 78 (1991)
10. J. Petrovic, J. Am. Ceram. Soc., **68**, (6), 348 (1985)
11. J. J. Petrovic and M. G. Mendiratta, J. Am. Ceram. Soc., **59**, (3-4), 163 (1976)
12. T. Iseki, M. Mori and H. Suzuki, Yogyo-kyokai-shi, **86**, (12), 597 (1978)