

알루미나 세라믹스의 열피로 거동

정우찬 · 한봉석 · 이홍립 · 이형직*

연세대학교 세라믹공학과

*강릉대학교 세라믹공학과

(1998년 7월 30일 접수)

Thermal Fatigue Behavior of Alumina Ceramics

Woo Chan Jung, Bong Seok Hahn, Hong Lim Lee and Hyung Jik Lee

Department of Ceranic Engineering, Yonsei University, Seoul, 120-749 Korea

*Department of Ceramic Engineering, Kangnung University

(Received July 30, 1998)

요 약

알루미나 세라믹스의 열피로 거동을 관찰하기 위하여, 고온의 시편을 40°C의 증류수에 급냉시키는 방법으로 반복 열충격 실험을 행하였다. 실험에 사용한 알루미나 세라믹스의 열충격 특성 평가를 위하여 175, 200, 225, 250°C의 4가지 열충격 온도차(ΔT)로써 단일 열충격 실험을 행하고, 꺾임 강도 시험법과 염료 침투에 의한 균열 관찰법의 두가지 시험 방법으로 열충격 거동을 관찰하였다. 두가지 시험 방법에서 관찰된 임계 열충격 온도차(ΔT_c)는 225°C였다. 임계 열충격 온도차 이하에서의 반복 열충격 실험을 위하여 임계 열충격 온도차 보다 낮은 온도차인 175, 187, 200°C의 3가지 온도차를 이용하여 열피로(반복 열충격) 실험을 행하고 꺾임 강도 시험법과 염료 침투법을 이용하여 열피로 거동을 관찰하였다. 꺾임 강도 시험법으로 관찰한 임계 반복 열충격 횟수(N_c)는 열충격 온도차 175, 187, 200°C에 대하여 각각 180, 35, 7회로 측정되었으며, 염료 침투법으로 관찰한 임계 반복 열충격 횟수는 열충격 온도차 175, 187, 200°C에 대하여 각각 150, 20, 5회로 측정되었다. 꺾임 강도 시험법으로 관찰한 임계 반복 열충격 횟수와 염료 침투법으로 관찰한 임계 반복 열충격 횟수의 차이는 4점 꺾임강도에 영향을 미치지 않는 시편 길이에 평행한 균열 때문인 것으로 판명되었다. 따라서, 열피로 수명의 관찰은 꺾임 강도 시험법 보다 염료 침투에 의한 균열 관찰법을 이용해서 관찰하는 것이 보다 정확하다고 할 수 있다.

ABSTRACT

The thermal fatigue behavior of alumina ceramics was investigated by water quenching method. Single-quench thermal shock tests were performed to decide the critical thermal shock temperature difference (ΔT_c), which was found to be 225°C. Cyclic thermal shock fatigue tests were performed at temperature differences of 175°C, 187°C and 200°C, respectively. After cyclic thermal shock fatigue test, the distributions of retained strength and crack were observed. Retained strength was measured by four point bending method and crack observation method by dye penetration. In terms of the retained strength distribution, the critical number of thermal shock cycles(N_c) were 7 for $\Delta T=200^\circ\text{C}$, 35 for $\Delta T=187^\circ\text{C}$ and 180 for $\Delta T=175^\circ\text{C}$, respectively. In terms of the crack observation, the critical number of thermal shock cycles were 5 for $\Delta T=200^\circ\text{C}$, 20 for $\Delta T=187^\circ\text{C}$ and 150 for $\Delta T=175^\circ\text{C}$, respectively. The difference of N_c investigated by two different methods is due to the formation of the longitudinal cracks which had no effect on the four point bending strength. Therefore, the thermal fatigue behavior of alumina ceramics could be more accurately described by the crack observation method than the retained strength measurement method.

Key words : Thermal shock, Critical temperature difference, Thermal fatigue, Critical number of cycles

1. 서 론

세라믹스의 열충격 특성은 고온의 시편을 액체 냉매에 급냉시키는 급냉법으로 관찰할 수 있으며 이때 열충격 온도차에 대한 파괴 저항성을 열충격 저항성(thermal shock resistance)이라고 한다. 일반적인 세라믹스의 열충격 시험에서 열충격 저항성은 세라믹스가 단일 열충격을 받았을 때 파괴를 일으키는 열충격 온도차를 나타내며 이것을 임계 열충격 온도차(ΔT_c) R로 나타낸다.¹⁾ 또한, 일정한 열전도도나 냉각 속도를 유지하며 냉각되는 열충격 조건에 대해서는 R', R'' 이용하여 시편의 열충격 저항성을 나타낼 수도 있다.^{2,3)}

그러나, 실제 사용 환경에서 세라믹스의 열충격 손상은 임계 열충격 온도차 이상의 단일 열충격보다는 임계 열충격 온도차 이하에서 반복 열충격을 겪는 열피로 형태로 발생하는 경우가 많으므로 세라믹스의 열충격 특성을 단일 열충격에 의한 임계 열충격 온도차만으로 평가하기는 어렵다. 따라서, 반복 열충격에 있어서의 열피로 현상을 표현하는 임계 열피로 수명의 개념이 도입되어야 한다.

반복 열충격에 의한 세라믹스의 열피로 특성은 Hasselman⁵⁾ 등에 의해 보고된 바와 같이 열충격 온도차, 시편의 열팽창계수, 균열 성장 속도 등에 의해 결정되며 반복 열충격 횟수(N)로 표현된다. 열피로 수명은 반복 열충격을 가한 후 시편의 꺾임 강도를 측정하여 시편의 강도가 저하되기 시작하는 반복 열충격 횟수로 정하며 이를 임계 반복 열충격 횟수라고 한다. 열피로에서 나타나는 시편의 강도 저하는 임계 열충격 온도차 이하에서 발생하는 느린 균열 성장이 원인이나 지금까지 대부분의 열피로 특성에 관한 연구는 이와 같은 시편의 강도 변화 관찰에 집중되어 왔다.^{6,7)} 그러나, 정확한 열피로 거동을 관찰하기 위해서는 열피로 과정에서의 균열 발생 및 그 성장 양상에 대한 검토가 필요하다. 따라서, 본 연구에서는 기존의 연구 방법인 꺾임 강도 시험법과 병행하여 염료 침투법을 이용하여 알루미나 세라믹스의 열피로 거동과 피로 수명에 대하여 관찰하였다.

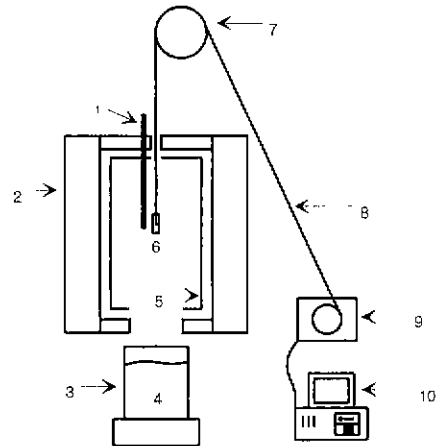
2. 실험방법

열피로 시험에 사용한 시편은 상용 알루미나 분말(AES-11, Sumitomo, Japan)을 이용하여 4 mm×4 mm×35 mm 크기로 제작하였으며 시편의 특성을 Table 1에 나타내었다.

시편을 고온으로 가열하고 액체 냉매로 급냉하는 열충격 시험은 자체 제작한 열충격 시험 장치를 사용하였다. 이 장치는 시편의 냉각과 가열을 ±2°C의 작은 오차

Table 1. Properties of Alumina Ceramics

Property	Mean value
4-Point bending strength	355±41 MPa
K_{Ic}	3.91±0.15 MPa·m ^{1/2}
Density	3.91±0.01 g/cm ³ (98.2%)
Grain size	3 μm
Elastic modulus	162.3±17.0 GPa



- 1 thermocouple
- 2 refractory wall
- 3 bath
- 4. quenching medium
- 5. steel wall
- 6. specimen
- 7. pully
- 8. steel wire
- 9 pully controller
- 10. control computer

Fig. 1. Schematic diagram of the thermal shock test system.

범위 내에서 제어할 수 있으며 자동으로 단일 열충격과 반복 열충격 실험을 행할 수 있도록 제작하였다. Fig. 1에 실험에 사용한 열충격 시험 장치의 개략도를 나타내었다. 급냉을 위한 냉매로는 40°C의 증류수를 사용하였다(냉매의 온도를 40°C로 유지한 것은 반복 열충격에 의한 냉매 온도의 상승을 막기 위한 것이다).

각 열충격 실험에서 시편의 가열 시간은 15분, 냉각 시간은 2분으로 하였다. 열충격을 가한 시편은 열풍 건조기를 이용하여 수분을 건조한 후 단능 재료 시험기(H10K-C, Hounsfield, U.K.)를 이용하여 4점 꺾임 강도를 측정하였다. 꺾임 강도 측정시의 crosshead speed는 0.5 mm/min. 외부 지지점간 거리는 30 mm, 내부 지지점간 거리는 10 mm이다.

열충격을 가한 시편에 발생한 균열을 관찰하기 위하여 700 kgf/cm²(10000 psi) 압력의 냉간 정수압 성형법으로 시편에 염료를 침투시켜 광학 현미경으로 관찰하는 염료 침투법을 사용하였다. 염료 침투법을 택한 이유는 주사 전자 현미경이나 광학 현미경의 직접 관찰과 같

은 기존의 균열 관찰법에서 균열의 발생 및 성장 양상을 확인할 수 없었기 때문이다.

열피로 실험은 단일 열충격 실험과 같은 방법으로 정해진 가열, 냉각 과정을 정해진 횟수까지 반복하여 실시하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1. 단일 열충격 실험

각각의 열충격 온도차에 대한 시편의 강도 변화를 Fig. 2에 나타내었다. 이 결과 열충격 온도차가 각각 175, 200°C일 때에는 시편이 초기강도를 유지하고 있음이 관찰되었으며 열충격 온도차가 225°C일 때에 강도가 저하되는 시편이 관찰되었다. 따라서 쥐임 강도의 관점에서는 시편의 강도가 저하되기 시작하는 225°C를 임계 열충격 온도차로 정의할 수 있다.

Fig. 3은 단일 열충격을 가한 다음 강도를 측정 한 이후에 시편에 염료를 침투시켜 균열 발생을 관찰한 사진이다. 열충격 온도차가 각각 175, 200°C일 때에는 균열이 발견되지 않았다. 그러나 열충격 온도차가 225°C일 때 균열이 관찰되기 시작하였다. 관찰된 균열은 광학 현미경의 도움 없이 관찰 가능한 수mm 이상으로 성장해 있었다. 그러나, 염료 침투법에 의해서 균열이 관찰되지 않은 시편의 경우에는 주사 전자 현미경이나 광학 현미경의 관찰에 의해서도 균열의 발생을 발견할 수 없었다.

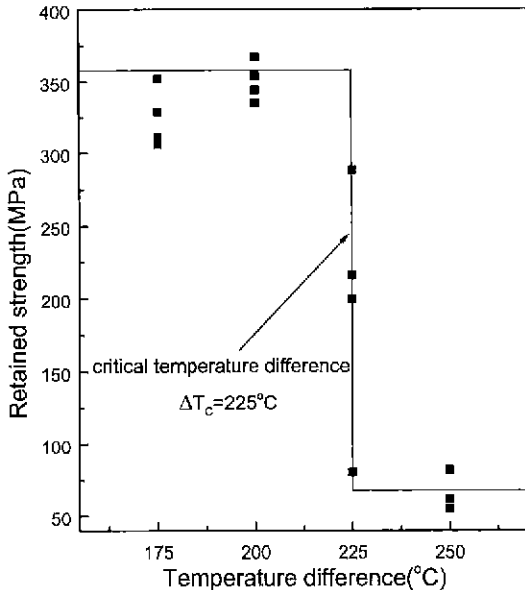


Fig. 2. Retained strength of the specimens after single cycle thermal shock test.

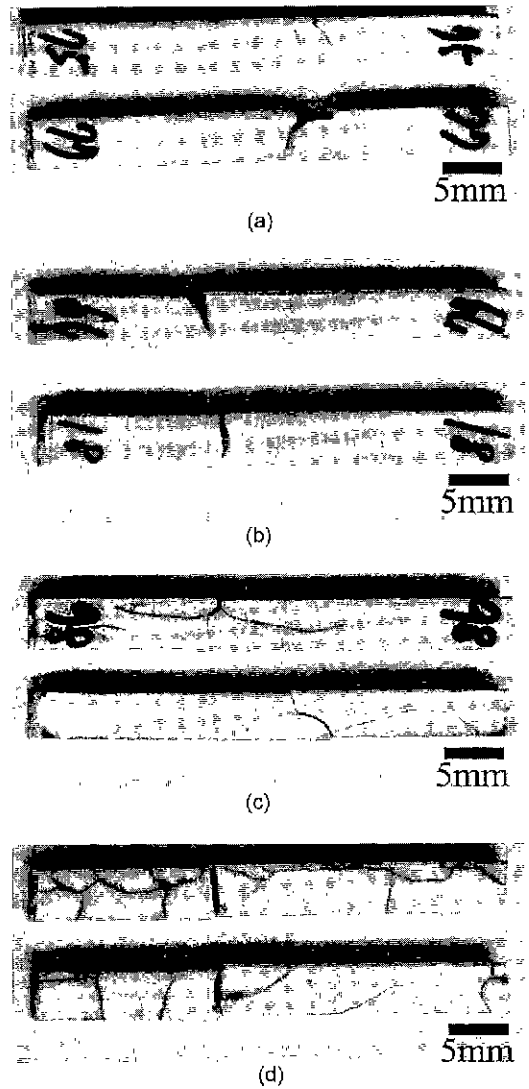


Fig. 3. Optical photographs of the specimens which were fractured by 4-point bending test after single cycle thermal shock. (a) $\Delta T=175^\circ\text{C}$, (b) $\Delta T=200^\circ\text{C}$, (c) $\Delta T=225^\circ\text{C}$, (d) $\Delta T=250^\circ\text{C}$

이것은 열충격에 의해서 발생하는 균열이 매우 급격하게 성장한다는 것을 나타낸다.

염료 침투법으로 관찰했을 때 시편에 균열이 발생했다는 것은 시편이 열충격 손상을 받았다는 것을 의미하며 균열이 발견되기 시작한 225°C가 임계 열충격 온도 차임을 알 수 있다. 따라서 알루미늄 세라믹스의 단일 열충격 실험 시에 시편의 강도 변화와 균열을 관찰한 결과 본 시편의 임계 열충격 온도차는 225°C로 정의할 수 있다.

3.2. 열피로 실험

본 실험에 사용한 알루미나 세라믹스 시편의 임계 열충격 온도차가 225°C이므로 반복 열충격에 의한 열피로 시험에 적용할 수 있는 열충격 온도차는 225°C 이하여야 한다. 반복 열충격에 의한 열피로 실험에서는 임계 열충격 온도차 보다 낮은 175, 187, 200°C의 세 가지 열충격 온도차를 설정하여 열피로 거동을 관찰하였다.

Fig. 4에는 열충격 온도차가 175°C일 때 반복 열충격 횟수에 따른 시편의 강도 변화를 나타내었다. 반복 열충격 횟수가 180회 이전까지는 시편의 초기 강도가 유지되며 180회에서 강도가 저하되는 시편이 발견되었다. 따라서 임계 반복 열충격 횟수는 180회로 정의할 수 있다.

열충격 온도차가 187°C일 때 반복 열충격 횟수에 따른 시편의 강도 변화와 열충격 온도차가 200°C일 때 반복 열충격 횟수에 따른 시편의 강도 변화를 각각 Fig. 5와 6에 나타내었다. Fig. 5와 6에서 알 수 있듯이 열충격 온도차가 187°C의 경우에는 반복 열충격 횟수가 35회에서, 그리고, 열충격 온도차가 200°C일 때에는 반복 열충격 횟수가 7회에서 강도가 저하되는 시편이 발견되기 시작했다. 따라서 열충격 온도차가 각각 187°C, 200°C일 경우에 임계 반복 열충격 횟수는 각각 35, 7회임을 알 수 있다. 이상과 같은 실험 결과로부터 열충격 온도차가 클수록 임계 반복 열충격 횟수가 감소한다는 사실을 확인할 수 있다. 또한 Fig. 4, 5, 6에서 임계 반복 열충격 횟수 이상의 반복 열충격 조건에서도 초기강도

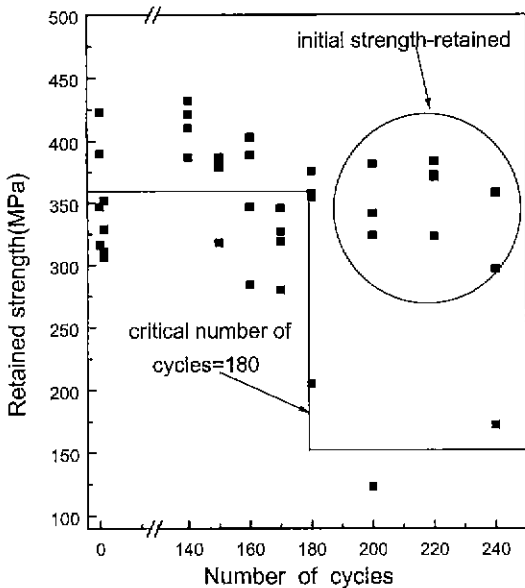


Fig. 4. Retained strength of the specimens as a function of the number of cycles($\Delta T=175^\circ\text{C}$).

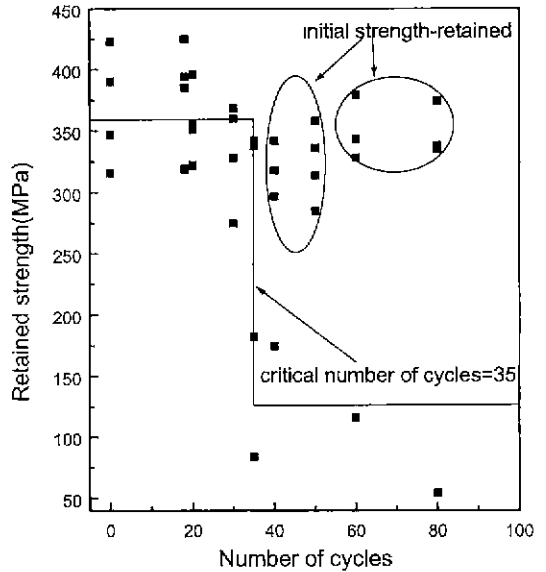


Fig. 5. Retained strength of the specimens as a function of the number of cycles($\Delta T=187^\circ\text{C}$).

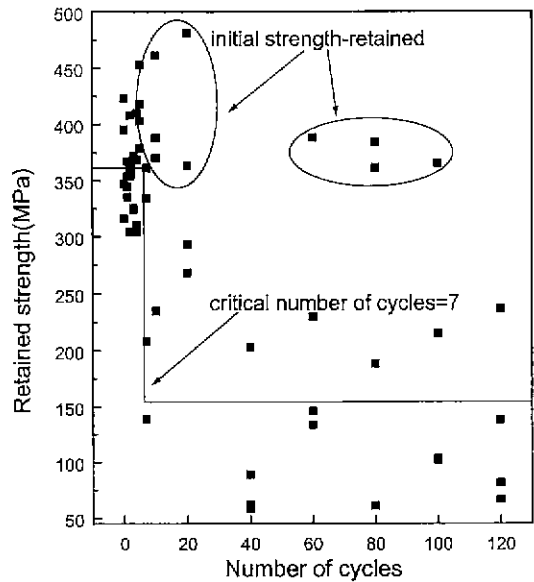


Fig. 6. Retained strength of the specimens as a function of the number of cycles($\Delta T=200^\circ\text{C}$).

를 유지하고 있는 시편들이 존재하고 있음이 관찰되었다. 이와 같은 시편들은 강도 변화 관찰만으로는 열충격 손상의 여부를 판단하기 어렵다고 생각된다.

Fig. 7의 (a), (b), (c)는 염료 침투법으로 각각의 열충격 온도차에서 균열이 처음 발생한 반복 열충격 횟수에서 관찰한 시편의 균열 사진이다. 열피로를 가한 시편의

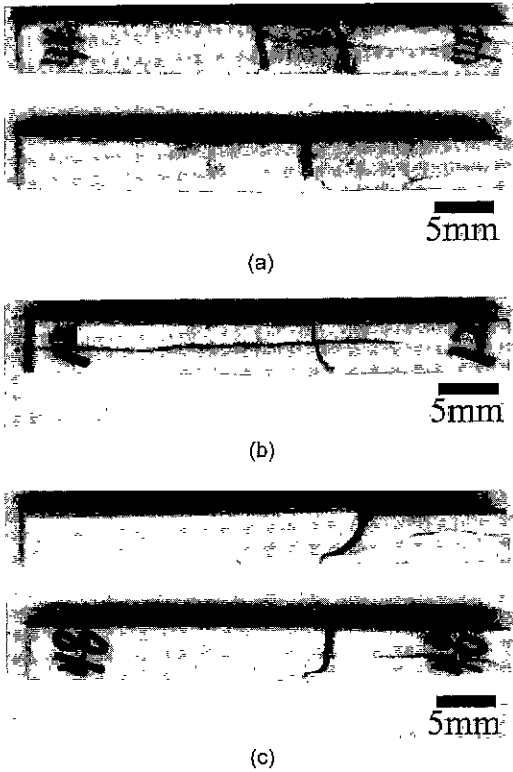


Fig. 7. Optical photographs of the specimens which were fractured by 4-point bending test after single cycle thermal shock. (a) 150 cycles for $\Delta T=175^\circ\text{C}$, (b) 20 cycles for $\Delta T=187^\circ\text{C}$ and (c) 5 cycles for $\Delta T=200^\circ\text{C}$

경우에도 단일 열충격의 관찰에서와 마찬가지로 염료 침투법에 의해 균열이 관찰되기 이전에는 주사 전자 현미경이나 광학 현미경으로 균열의 성장을 관찰할 수 없었다. 이것은 열피로에 의한 균열 성장 기구 역시 단일 열충격에서와 마찬가지로 임계 열피로 횟수에서 매우 급격히 성장한다는 것을 나타낸다.

열충격 온도차가 175°C 인 경우에는 반복 열충격 횟수가 150회에서부터 균열이 관찰되기 시작하였으며 열충격 온도차가 각각 187, 200°C 인 경우에는 반복 열충격 횟수가 각각 20, 5회에서부터 균열이 관찰되기 시작했다. 시편에 균열이 발생했다는 것은 시편이 열충격 손상을 받았다는 것을 의미한다. 따라서 염료 침투법으로 관찰했을 때에는 균열이 발생하기 시작하는 반복 열충격 횟수가 임계 반복 열충격 횟수라고 할 수 있으며 열충격 온도차가 각각 175, 187, 200°C 일 때 임계 반복 열충격 횟수는 각각 150, 20, 5회이다.

Fig. 8에 4점 꺾임 강도와 균열 발생으로써 관찰한 시편의 임계 반복 열충격 횟수를 비교하였다. 균열 발생

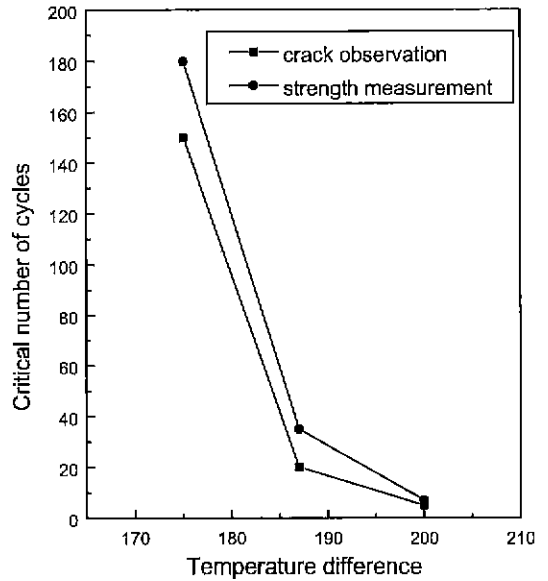


Fig. 8. Variation of the critical number of cycles as a function of the temperature difference.

여부로 정의된 임계 반복 열충격 횟수는 4점 꺾임 강도 관찰로 정의된 임계 반복 열충격 횟수보다 적게 나타났으며, 이것은 4점 꺾임 강도를 측정했을 때 강도 저하가 일어나지 않은 시편들 중에서 균열이 발생한 시편이 있음을 의미한다.

Fig. 9에 4점 꺾임 강도 시험법으로 결정한 임계 반복 열충격 횟수 이상의 반복 열충격을 가한 조건에서 초기 강도를 유지하였던 시편들을 염료 침투법으로 조사한 사진을 나타내었다. 이 시편들은 열피로를 받은 이후에도 초기 강도를 유지하고 있었지만 모두 균열이 발생했음을 알 수 있으며 이 균열들은 모두 꺾임 강도에 의해 발생한 파단면에 수직하게 성장되어 있다. 이것은 꺾임 강도 시험 과정에서 시편에 작용하는 꺾임 모멘트에 수직 방향으로 성장한 균열은 꺾임 강도의 저하에 기여하지 않을 수도 있다는 것을 나타낸다. 이 결과를 강도 관찰법으로 결정한 임계 열피로 수명과 염료 침투법으로 결정한 임계 열피로 수명이 서로 다르다는 사실에 적용해 보면 다음과 같이 생각할 수 있다.

시편의 열피로 과정에서 발생하는 균열은 시편의 형상에 따라 다를 수 있지만 막대 형상의 시편의 경우 시편의 양쪽 끝에서 중심 방향으로 발생하기 시작한다. 이 균열은 꺾임 강도 시험법에 의한 꺾임 모멘트의 방향과는 수직이므로 모멘트의 영향을 직접 받지 않아 강도의 저하에는 기여하지 않는다. 이후 반복 열충격 횟수가 증가하면 이 균열이 계속 성장하며 일부 균열은 다시 꺾임 모멘트와 같은 방향으로 성장하여 꺾임 강도 시험에 의

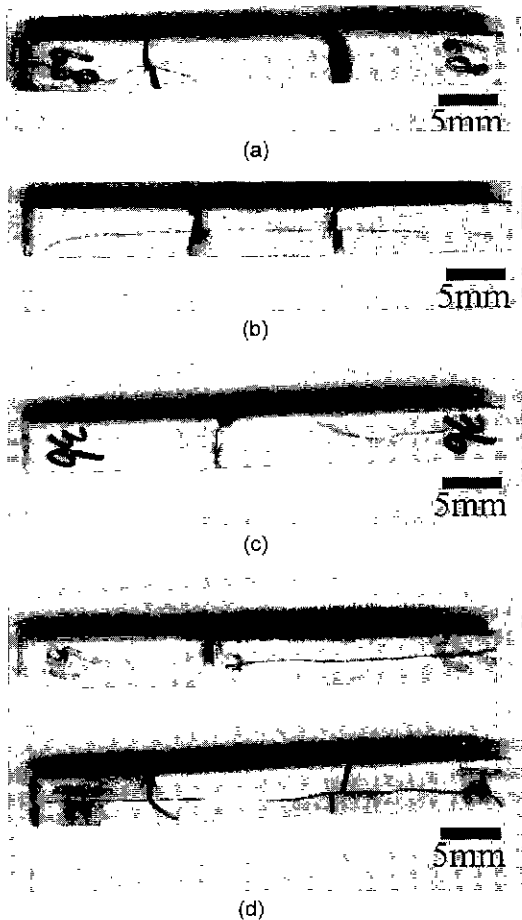


Fig. 9. Optical photographs of the specimens which were fractured by 4-point bending test after single cycle thermal shock. (a) 160 cycles for $\Delta T=175^\circ\text{C}$, (b) 80 cycles for $\Delta T=187^\circ\text{C}$, (c) 20 cycles for $\Delta T=200^\circ\text{C}$ and (d) 80 cycles for $\Delta T=200^\circ\text{C}$

한 강도 저하에 기여한다. 그러므로, 균열의 발생을 직접 관찰하는 염료 침투법에서는 시편의 강도 저하만을 관찰하는 꺾임 강도 시험법에 비하여 임계 열피로 횟수가 작게 관찰된다. 그러나, 시편의 손상은 강도 저하 이전에 균열의 형태로 발생하는 것이므로 염료 침투법에 의한 관찰이 보다 중요하다고 말할 수 있다.

Fig. 10에 이와 같은 관찰 결과를 바탕으로 작성한 반복 열피로 실험에서의 균열 성장 모델을 나타내었다. 임계 반복 열충격 횟수 이전에는 step 1에서와 같이 균열이 발생하지 않으며 임계 반복 열충격 횟수가 되면 step 2와 같이 시편의 가장자리에서부터 균열이 발생하기 시작한다. 이후 열충격 횟수가 증가할수록 step 3과 같이 꺾임 모멘트에 수직인 균열의 길이가 증가하며 균열 밀

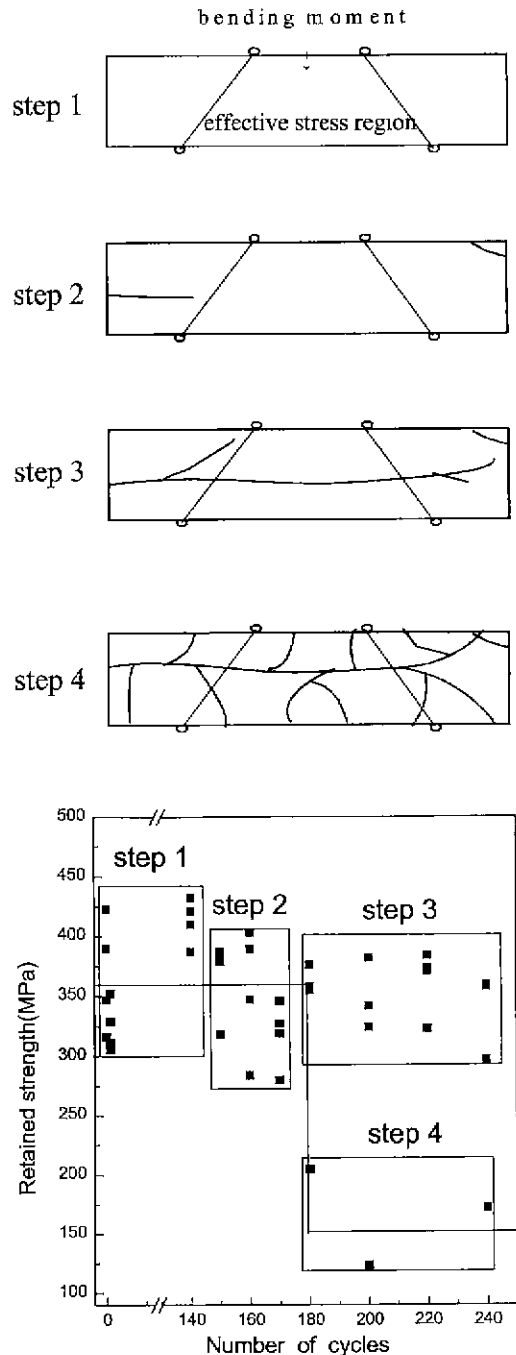


Fig. 10. Model of crack growth of the thermally fatigued specimens.

도가 증가하기 시작하며 step 4에서는 꺾임 모멘트와 같은 방향의 균열도 함께 발생시킨다. 4점 꺾임법으로 측정했을 때 강도 저하를 일으키지 않은 시편들은 모두

step 2와 step 3과 같이 시편 길이에 평행한 형태의 균열만을 가지고 있었으며 강도가 저하된 시편들은 모두 step 4와 같은 균열을 가지고 있음이 관찰되었다.

위와 같은 사실을 종합하면 반복 열충격 피로 시에 열충격 손상은 균열의 형태로 나타나며 4점 꺾임강도에 영향을 미치는 시편 길이에 수직인 균열(vertical crack)과 영향을 미치지 않는 시편 길이에 평행한 균열(longitudinal crack)이 있음을 알 수 있다. 이러한 시편의 균열 방향은 열충격 시험에 사용한 시편의 형상에 영향을 받는 것으로 생각되며 정확한 균열 발생 방향에 대해서는 열충격 과정에서 발생하는 열응력의 분포에 대한 연구를 통해서 알 수 있을 것이다. 그러므로, 세라믹스의 열피로 특성의 관찰에는 직접적인 균열 성장의 관찰이 보다 유효하다고 말할 수 있다.

4. 결 론

40°C 물을 냉매로 이용하여 단일 열충격 실험을 행하고 동일한 조건에서 열충격 온도차를 각각 175, 187, 200°C로 조절하여 열피로 실험을 행한 후 4점 꺾임 강도 시험법과 염료 침투법으로 세라믹스의 열피로 거동을 관찰한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

단일 열충격 실험을 행한 후 꺾임 강도 시험법 및 염료 침투법으로 관찰한 임계 열충격 온도차는 225°C이었다. 열피로는 임계 열충격 온도차 이하의 온도차에서의 반복 열충격을 의미하며 꺾임 강도 시험법으로 관찰한 임계 반복 열충격 횟수는 열충격 온도차가 각각 175, 187, 200°C일 때 각각 180, 35, 7회이었고 염료 침투법으로 관찰한 임계 반복 열충격 횟수는 열충격 온도차가 각각 175, 187, 200°C일 때 각각 150, 20, 5회이었다.

꺾임 강도 시험법으로 관찰한 임계 반복 열충격 횟수보다 염료 침투법으로 관찰한 임계 반복 열충격 횟수가 작게 관찰되는 것은 열충격 손상의 결과로 나타난 균열 중에서 4점 꺾임강도에 영향을 미치지 못하는 시편 길이에 평행한 균열(longitudinal crack)이 존재하기 때문이다. 또한, 임계 반복 열충격 횟수보다 더 많은 반복 열

충격 횟수를 가했을 때 초기강도를 유지하고 있는 시편(열충격 손상을 받지 않은 것처럼 보이는 시편)들도 시편 길이에 평행하게 균열이 성장하여 열충격 손상을 받았음을 관찰하였다.

그러므로, 세라믹스의 열피로 수명의 관찰은 열피로를 가한 후 꺾임 강도를 측정하는 방법 보다 염료 침투법과 같은 균열의 직접 관찰법을 이용하는 것이 보다 유효한 결과를 얻을 수 있다고 말할 수 있다.

감사의 글

이 논문은 1997년도 연세대학교 학술연구비의 지원에 의하여 이루어진 것임.

REFERENCES

1. D. Lewis, "Comparison of Critical ΔT_c Values in Thermal Shock with the R Parameter," *J. Am. Ceram. Soc.*, **63**, 713-714 (1980).
2. D. P. H. Hasselman, "Thermal Stress Resistance Parameters for Brittle Refractory Ceramics," *Am. Ceram. Soc. Bull.*, **49**, 1033-1037 (1970).
3. W. D. Kingery, "Factors Affecting Thermal Shock Resistance of Ceramic Materials," *J. Am. Ceram. Soc.*, **38**(1), 3-15 (1955).
4. H. Wang and R. N. Singh, "Thermal Shock Behaviour of Ceramics and Ceramic Composite," *Int. Mater. Reviews.*, **39**, 228-244 (1994).
5. J. P. Singh, K. Niihara and D. P. H. Hasselman, "Analysis of Thermal Fatigue Behaviour of Brittle Structural Materials," *J. Mater. Sci.*, **16**, 2789-2797 (1981).
6. C. C. Chiu and E. D. Case, "Statistical Study of the Effect of Subcritical Crack Growth on Thermal Shock Resistance," *J. Mater. Sci.*, **27**, 6707-6714 (1992).
7. R. Badalian, D. A. Krohn and D. P. H. Hasselman, "Effect of Slow Crack Growth on the Thermal-Stress Resistance of an $\text{Na}_2\text{O}-\text{CaO}-\text{SiO}_2$ Glass," *J. Am. Ceram. Soc.*, **57**(10), 432-436 (1974).