

알루미나의 고온 굽힘 크리프 및 크리프 파괴

김 지환, 권 영삼, 김 기태

포항공과대학교 기계공학과

Bending Creep and Creep Fracture of Alumina under High-Temperature

Ji-Hwan Kim, Young-Sam Kwon and Ki-Tae Kim

Department of Mechanical Engineering
Pohang University of Science and Technology

Abstract

The creep behavior and creep fracture of alumina at high temperature were investigated under four point flexural test. The steady-state creep behavior was observed at low bending stress and the primary creep until fracture was observed at high bending stress. The loading history of bending stress did not affect on the steady-state creep rate. Intergranular fracture was dominant for fracture of alumina at room and high temperature. However, transgranular fracture was dominant on creep fracture of alumina under high temperature by nucleation and growth of microcracks due to residual flaws or cavities in the material.

1. 서론

구조용 세라믹은 산화 및 부식에 대한 저항, 경도, 고온 강도등이 우수하고 낮은 열팽창 계수와 낮은 밀도를 가지므로 여러 고온 구조용 합금의 대체 소재로 사용하기 위한 많은 연구가 되고 있다.^{1,2)} 고온 구조용 소재들은 용융점의 1/2를 상회하는 온도에서 사용되며 이러한 고온에서 소재들은 크리프 거동을 하게 되므로 세라믹 소재의 크리프 특성에 대한 고려는 중요하다.³⁾

Robertson 등⁴⁾은 고온 가압소결에 의하여 제작한 알루미나로 굽힘 크리프 실험과 인장 크리프 실험을 하여 크리프 및 크리프 파괴거동을 조사하였으며 가하여진 응력의 크기에 따라 파괴기구가 다름을 보였다. Chokshi와 Porter⁵⁾는 1350°C-1450°C 사이의 온도에서 알루미나의 정상상태의 크리프 거동은 확산 크리프 기구에 의하여 일어나기 보다는 계면 제어의 확산 크리프 기구에 의하여 일어남을 보였다. 또한, Chokshi와 Langdon⁶⁾은 세라믹의 고온 크리프 거동을 해석하기 위하여 문헌상의 여러 크리프 모델과 알루미나등 여러 세라믹 소재의 실험치들을 비교 검토하였다. Ferber 등⁷⁾은 실험을 통하여 알루미나와 질화규소의 고온 인장 크리프와 압축 크리프 거동에 차이가 있음을 보였으며 이러한 크리프 거동의 차이는 인장 크리프중 크리프 공동(cavitation)의 생성에 기인함을 확인하였다. Chuang과 그의 공동 연구자들^{8,9,10)}은 세라믹의 인장 크리프와 압축 크리프 거동이 서로 다르므로 굽힘하중이 가해진 직후의 시편의 중립축은 도심(centroid)에 위치하나 굽힘 크리프중 시편의 중립축이 도심에 있지 않고 굽힘하중의 크기에 의존하여 압축영역으로 이동함을 이론적으로 보였다. Robertson과 Wilkinson¹¹⁾은 알루미나의 굽힘 크리프 실험후 단면의 관찰을 통하여 굽힘 시편의 인장영역과 압축영역 및 중립영역의 크리프 손상정도를 정량적으로 나타내었다.

세라믹에 일축 크리프 하중을 줄 수 있는 인장, 압축 및 굽힘 등 여러가지 실험방법중 고온 굽힘 실험은 인장 실험과 압축 실험에 비하여 가장 널리 사용되는 방법이다.¹²⁾ 고온 인장 크리프 실험은 인장을 가하는 동안 시편에 굽힘이 생기는 것을 방지할 수 있는 그립(grip)과 시편의 제작이 필요하며 압축 크리프 실험은 가장 간단한 구조의 장비로 실험이 가능하나 시편과 하중을 가하는 램사이의 정렬이 어려우므로 큰 굽힘응력을 야기시킬 수 있다. 반면에 굽힘 크리프 실험은 비교적 간단한 구조의 장치를 이용할 수 있으며, 시편의 내부에 인장 및 압축영역이 함께 존재하므로 인장 및 압축 크리프 거동의 미세구조를 굽힘 크리프 시편을 통하여 동시에 관찰할 수 있다.^{13,14)}

본 연구에서는 일정한 온도와 다양한 굽힘 하중하의 굽힘 크리프 실험에 의하여 알루미늄의 크리프 거동 및 크리프 파괴를 조사하였다.

2. 실험

2.1 시편

본 실험에 사용된 알루미늄 시편은 정수압 성형후 진공소결하여 균일한 밀도와 등방성을 갖도록 주문제작(미국 Insaco Inc.)되었다. 시편의 재료는 Wesgo AL-995이며 그 물리적 성질과 화학적 성분은 각각 Table 1과 Table 2에 나타나 있다. 시편의 표면은 가공 결함을 최대한 줄이기 위해 다이아몬드 휠(Grit number : 220, 320)로 표면 연마되었다. 시편의 길이는 45 mm이며 시편의 단면은 폭 3 mm, 높이 4 mm이다.

2.2 실험장치 및 방법

본 연구에서는 고온 굽힘 크리프 실험을 위하여 재료시험기 (MTS axial-torsional servohydraulic tester)에 진공로와 고온 굽힘 변위 측정기를 부착하여 사용하였다. 고온 굽힘 실험은 흑연으로 제작된 4점 굽힘 장치를 사용하였으며 Fig. 1에서 L₁과 L₂로 각각 나타낸 내부 하중점 사이의 길이와 외부 하중 지지점 사이의 길이는 각각 20 mm와 40 mm이다.

4점 굽힘 크리프 실험에서 최대 변형률은 Fig. 1에 나타낸 바와 같이 굽힘시험중 시편 중심에 위치한 단자와 그 양쪽에 위치한 단자 사이의 상대 변위를 측정하¹⁵⁾ 시편의 내부 하중점 사이의 곡률과 상대변위의 관계를 이용하여 다음과 같이 구할 수 있다.

$$\epsilon_{\max} = \frac{H\Delta}{(\Delta^2 + s^2)} \quad (1)$$

여기서 H는 시편의 높이를, Δ는 양쪽단자에 대한 시편중앙의 상대변위를, s는 단자 사이의 간격을 나타낸다.

본 연구에서 사용된 고온 굽힘 변위 측정장치는 3개의 단자(probe)들을 이용하여 시편에서 굽힘이 발생할 경우, 시편 중심에 위치한 단자와 그 양쪽에 위치한 단자 사이의 상대 변위를 측정할 수 있으므로 식(1)을 이용하여 최대 변형률을 계산하였다. 실험에 사용된 단자들은 흑연으로 제작되었으며 단자 사이의 간격은 7.91 mm이다. 단자들의 상대 변위는 LVDT (Linear Voltage Displacement Transducer)를 이용하여 측정되었으며 측정된 변위는 Data Aquisition System에 의해 연속적으로 컴퓨터에 입력되었다.

굽힘 크리프 실험 온도는 1200°C이며 승온 속도는 10°C/min로 하였다. 실험시 1200°C의 온도에 도달한 후 시편의 열적 평형을 위하여 1시간 경과후 굽힘 하중을 가하였으며 초기 굽힘응력은 각각 20, 30 및 40 MPa을 가하였다.

3. 실험결과 및 고찰

3.1 크리프 거동

Fig. 2는 1200°C의 온도에서 초기에 가해진 굽힘응력이 각각 20 MPa, 30 MPa 및 40 MPa인 경우 시간에 따른 시편의 최대 굽힘 변형률의 실험값을 나타낸다. 여기서 실험중 시편들의 최대 변형률은 0.004미만이며 초기 굽힘응력이 20 MPa인 경우 90시간까지의

크리프 실험중 파괴가 발생하지 않았다. 또한, 초기 굽힘응력이 30 MPa과 40 MPa인 경우 각각 46.5시간과 8.3시간이 경과한 후 파괴되었으며 최대 파괴 변형률은 각각 0.0026과 0.0021이다.

Fig. 3은 1200°C의 온도에서 초기에 가해진 굽힘응력이 각각 20 MPa, 30 MPa 및 40 MPa인 경우 시편의 최대 변형률과 최대 변형률 속도사이의 관계를 나타낸다. 여기서 초기 굽힘응력이 20 MPa인 경우 약 0.002의 최대 변형률까지 변형률 속도가 변형률이 증가함에 따라 계속 감소하는 1차 크리프 (primary creep)의 특성을 보이며, 그 이후의 최대 변형률에서는 변형률 속도가 거의 일정해지는 정상상태 크리프 (steady state creep) 거동을 보이며 이때의 최대 변형률 속도는 6×10^{-9} /sec이다.

Fig. 4는 1200°C의 온도에서 굽힘 응력을 변화시켜가며 관찰한 시간에 따른 시편의 최대 변형률을 나타낸다. 초기에 20 MPa의 굽힘 응력을 가하여 10시간 유지한 후 40 MPa의 굽힘응력을 1시간 유지하였으며 이어서 다시 20 MPa의 굽힘응력을 20시간 유지한 후 파괴가 일어날때까지 40 MPa의 굽힘응력을 유지하였다. 두번째 20 MPa의 굽힘응력 유지구간에서 초기의 4.4 시간 동안 굽힘 응력의 순간적 감소로 인해 최대 변형률이 감소하여 증가가 멈추게 되는 크리프 회복 (creep recovery) 현상을 보였다. 4.4 시간이 경과한 후 최대 변형률은 다시 증가하여 초기 20 MPa의 굽힘 응력 유지구간에서 관찰되는 최대 변형률의 연속선(점선)위에 있으며 중간에 가해진 40 MPa의 굽힘응력 유지 구간에 의하여 영향을 거의 받지 않음을 알 수 있다.

Fig. 5는 Fig. 4의 굽힘 응력 변화 경로에서 구한 시편의 최대 변형률과 최대 변형률 속도사이의 관계를 나타낸다. 여기서 두번째 20 MPa의 굽힘응력 유지구간에서 정상 상태의 최대 변형률 속도는 Fig. 4에서와 유사하게 초기 20 MPa의 굽힘 응력 유지구간에서 관찰되는 크리프 변형률 속도의 연속선(점선)위에 있으며 중간에 가해진 40 MPa의 굽힘응력 유지 구간에 의하여 영향을 거의 받지 않음을 알 수 있다. 고온 크리프에 의한 손상으로 인하여 두번째 40 MPa의 굽힘 응력에서의 최대 변형률 속도가 첫번째 40 MPa의 경우에 비하여 좀 더 빠른 상태에서 유지되다가 시편이 파괴되었다. Jou와 Virkar등¹⁶⁾은 질화 알루미늄 (AlN)에 대하여 하중경로와 온도경로에 따른 크리프 실험을 수행하여 Fig. 5와 유사하게 정상상태에서 최대 크리프 변형률 속도는 하중 경로에 무관하며 가하여진 굽힘 응력에 대한 크리프 변형률 속도의 의존성은 온도의 함수가 아님을 보였다.

3.2 중립축의 이동

식(1)은 굽힘 시편의 인장과 압축거동의 중립축이 도심에 위치한다고 가정한 경우의 관계식이다. 그러나, 세라믹의 고온 크리프 거동은 인장과 압축하중하에서 실제로 일치하지 않으며 굽힘 크리프 실험시 인장하중을 받는 영역에서는 미소균열이나 기공에 의한 손상으로 인해 압축하중을 받는 영역보다 빠른 변형률 속도를 갖게 된다.⁷⁾ 따라서, 세라믹의 고온 굽힘 실험시 정상상태에서의 인장 및 압축응력 분포는 중립축에 대하여 비대칭이 되며 굽힘하중이 클수록 중립축의 위치는 압축응력을 받는 영역으로 이동하게 된다.^{8,9,10)}

Fig. 6은 실험후 시편의 단면을 관찰하기 위하여 절단한 단면이다. 절단면은 다이아몬드 페이스트(1- μm)로 표면 연마를 한 다음, 1550°C에서 1 시간동안 열적 에칭 (thermal etching)을 하였다. 열적 에칭을 한 절단면과 시편의 파단면을 금으로 코팅한 후 주사 전자 현미경으로 관찰하였다. Fig. 6에서 a, b 및 c로 표시된 부위는 각각 시편의 압축영역, 중립축 및 인장영역에 해당한다.

Fig. 7은 1200°C의 온도에서, 굽힘 하중을 가하지 않은 시편의 절단면을 나타내는 주사 전자 현미경 사진이며 Fig. 8은 1200°C의 온도에서 20 MPa의 굽힘응력을 96시간 동안 지속시킨 시편의 절단면을 나타내는 주사 전자 현미경 사진이다. Fig. 7과 Fig. 8의 절단면은 Fig. 6과 같이 절단하였다. Fig. 8의 (a), (b) 및 (c)는 각각 굽힘응력 작용시 압축 영역, 중립축 영역 및 인장 영역을 나타낸다. 본 굽힘 크리프 실험중 시편의 굽힘 변형량이 매우 작아 시편의 인장 영역과 압축 영역 및 중립축 영역의 크리프 변형에 의한 공동의 분포 정도에 큰 차이가 없어서 전자 현미경을 이용한 관찰로는 중립축의 위치와 이동을 확인하기 어려웠다.

3.3 크리프 파괴

상온이나 용융점의 중간온도 부근에서 세라믹 재료는 일반적으로 취성파괴 양상을 보이며 이때 파괴는 재료의 성형이나 표면 연마중 생긴 결함이 가해진 하중에 의하여 순간적으로 진전되어 파괴에 도달하게 된다.^{13,17)} 고온에서 세라믹의 크리프 변형 기구는 일반적으로 온도, 응력상태 및 미세구조등에 의하여 영향을 받는다. 고온에서 세라믹은 가해진 하중하에서 입계에 생성된 크리프 손상에 의한 공동(cavitation)이나 세라믹 성형중 발생한 결함이 국부적으로 혹은 전 영역에 걸쳐서 성장하다가 합체되어 미세균열을 형성하며 이러한 미세균열이 시간의 경과에 따라 계속적으로 성장하여 파괴를 일으킨다.¹⁸⁾

Fig. 9는 상온에서 굽힘 응력에 의하여 파괴된 알루미늄 시편의 파단면으로 입계를 따라 파괴가 일어나는 입계파괴의 경향을 주로 보인다.

Fig. 10은 1200°C의 온도에서 일정속도로 증가하는 굽힘응력에 의하여 크리프 변형없이 파괴된 알루미늄 시편의 파단면을 나타낸다. 여기서 Fig. 10(a)와 (b)는 압축영역과 인장영역의 파단면을 나타낸다. 압축영역의 파단면인 Fig. 10(a)는 상온 파단면인 Fig. 9와 비교하여 유사한 입계파괴의 경향을 주로 보이고 있으나 인장영역의 파단면인 Fig. 10(b)에서는 상온 파단면에 비하여 입계에 따라 파괴가 일어나는 입계파괴(intergranular fracture)와 함께 입자를 가로질러 파괴가 일어나는 입내파괴(transgranular fracture)도 많이 관찰된다.

Fig. 11은 1200°C의 온도에서 30 MPa의 하중을 가하여 46시간동안 굽힘 크리프 변형후 파괴된 시편의 파단면이며 Fig. 11(a)와 (b)는 압축영역과 인장영역의 파단면을 각각 나타낸다. Fig. 11을 Fig. 9 및 10과 비교하면 고온 크리프 파단면에서는 상온 및 고온파괴에 의한 파단면에 비하여 입내파괴의 경향이 뚜렷하다. 입내파괴의 경우에도 고온 크리프 파단면에서 결정립의 파괴정도가 더 심하여 결정립이 잘게 부서져 있음을 알 수 있다. 또한, 시편의 인장영역의 파단면이 압축영역의 파단면에 비하여 결정립내의 파괴 정도가 심하다.

Fig. 12는 고온에서 크리프 변형에 의하여 파괴가 발생하였을 때 파단면에서 관찰되는 입내파괴에 의한 결정립의 파괴형상이다. Fig. 12의 (a)와 (b)에서 결정립 내부의 여러방향으로 균열이 생성되며 지속적인 크리프 변형이 균열의 성장을 촉진시켜 시편의 파괴시 결정립이 여러 조각으로 파괴됨을 알 수 있다.

4. 결론

상압 소결된 알루미늄 시편의 고온 4점 굽힘 크리프 실험을 통하여 다음과 같은 결론을 얻을 수 있었다.

(1) 1200°C에서의 굽힘 크리프 시험중 굽힘응력이 30 MPa이상인 경우 정상상태 크리프 거동을 보이기 전에 크리프 파괴가 일어났다.

(2) 알루미늄의 고온 굽힘 크리프 시험시 정상상태의 크리프 변형률 속도는 굽힘하중의 경로에 영향을 받지 않았다.

(3) 알루미늄의 상온 및 고온 파괴 실험에서는 입계파괴의 경향을 주로 보이지만 장시간의 고온 크리프에 의한 파괴에서는 입내파괴의 경향을 주로 보였다.

(4) 고온 굽힘 시험시 시편 내부의 결함이나 작용 응력에 의하여 생성된 공동들은 크리프 변형시 결정립내에 여러방향으로 균열을 생성 및 성장시켜서 시편의 파괴시 결정립 내부를 여러 조각으로 파괴시켜 파단면의 결정립들은 실제 결정립 크기에 비하여 상당히 작은 크기로 존재하였다.

5. 참고 문헌

1. E. Dörre and H. Hübnner, Alumina, Springer-Verlag, New York (1984)

2. R.N. Katz, Mater. Sci. and Eng., vol.71 (1985) 227
3. H.J. Frost and M.F. Ashby, Deformation-Mechanism Maps, The Plasticity and Creep of Metals and Ceramics, Pergamon Press (1982)
4. A.G. Robertson, D.S. Wilkinson, and C.H. Cáceres, J. Am. Ceram. Soc., vol.74 (1991) 915
5. A.H. Chokshi and J.R. Porter, J. Mater. Sci., vol.21 (1986) 705
6. A.H. Chokshi and T.G. Langdon, Mater. Sci. and Technol., vol.7 (1991) 577
7. M.K. Ferber, M.G. Jenkins, and V.J. Tennery, Ceram. Eng. Sci. Proc., vol.11 (1990) 1028
8. T.J. Chuang, J. Mater. Sci., vol.21 (1986) 165
9. C.F. Chen and T.J. Chuang, J. Am. Ceram. Soc., vol.73 (1990) 2366
10. R.F. Krause and T.J. Chuang, Ceramic Today - Tomorrow's Ceramics. Edited by P. Vincenzini. Elsevier Science Publishers B. V., (1991) 1865
11. A.G. Robertson and D.S. Wilkinson, Fracture Mechanics of Ceramics, Vol. 7, Edited by R.C. Bradt, A.G. Evans, D.P.H. Hasselman and F.F. Lange. Plenum Press, New York, (1986) 311
12. G.D. Quinn and R. Morrell, J. Am. Ceram. Soc., vol.74 (1991) 2037
13. B.J. Dalgleish, S.M. Johnson and A.G. Evans, J. Am. Ceram. Soc., vol.67 (1984) 741
14. S.M. Wiederhorn, B.J. Hockey, R.F. Krause, Jr. and K. Kajus, J. Mater. Sci., vol.21 (1986) 810
15. T. Fett, K. Keller, G. Martin, and O. Rosenfelder, J. of Test. and Eval., vol.19 (1991) 334
16. Z.C. Jou and A.V. Virkar, J. Am. Ceram. Soc., vol.73 (1990) 1928
17. D.S. Wilkinson, C.H. Cáceres, and A.G. Robertson, J. Am. Ceram. Soc., vol.74 (1991) 922
18. K.S. Chan and R.A. Page, J. Am. Ceram. Soc., vol.76 (1993) 803

Table 1. Physical Properties of Wesgo AL-995 Alumina

Property	Value
Flexural Strength (MPa)	310
Compressive Strength (MPa)	> 2070
Hardness (Rockwell 45N)	81

Table 2. Typical Chemical Analysis of Wesgo AL-995 Alumina

Al ₂ O ₃	SiO ₂	MgO	Fe ₂ O ₃	Na ₂ O	Grain Size
99.46%	0.20%	0.30%	0.02%	0.02%	16 - 22 μm

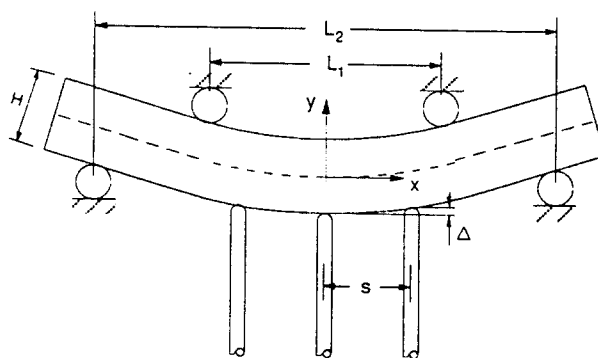


Fig. 1 A schematic drawing of 4-point bending creep test

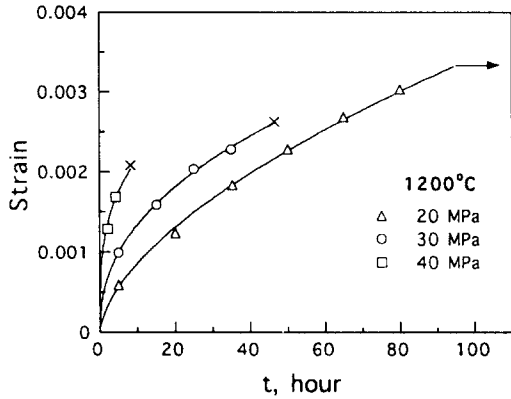


Fig. 2 Creep curves of alumina under various flexural stresses at 1200°C (x denotes fracture point).

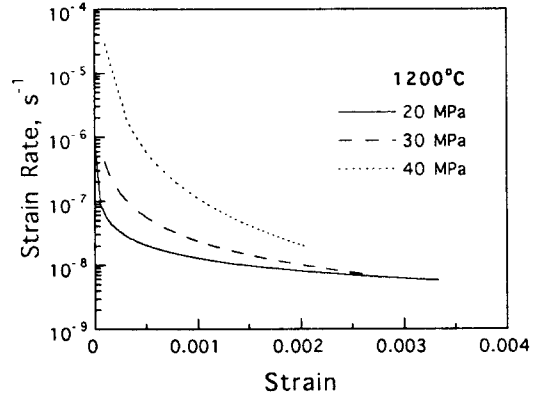


Fig. 3 Strain rate vs. strain of alumina under various flexural stresses at 1200°C.

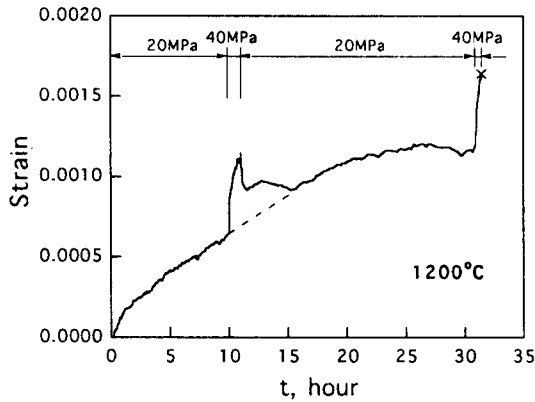


Fig. 4 Creep curves of alumina under various loading paths at 1200°C.

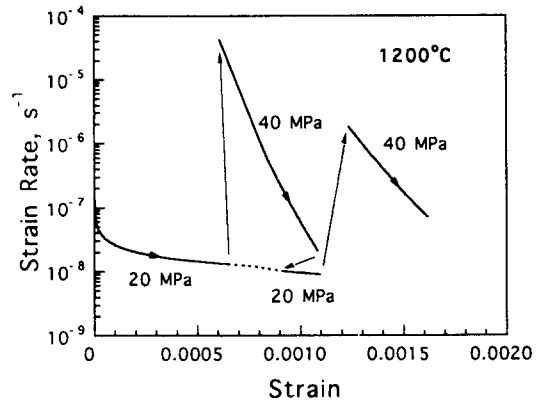


Fig. 5 Strain rate vs. cumulative strain of alumina under various loading paths at 1200°C.

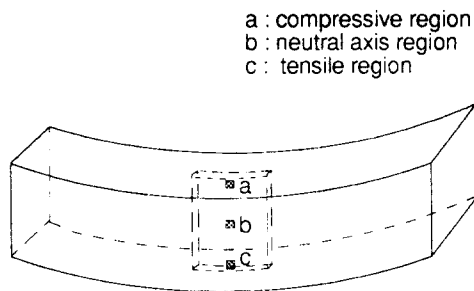


Fig. 6 A schematic drawing of a bending sample showing regions polished and etched for scanning electron microscopy.

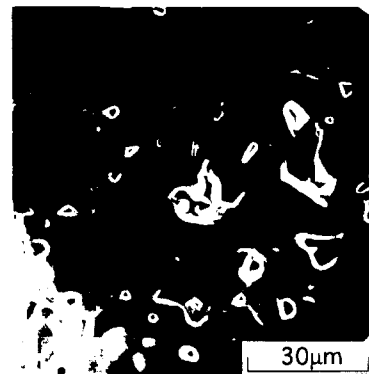


Fig. 7 Scanning electron micrograph of polished and etched cut section of alumina specimen without flexural stress.

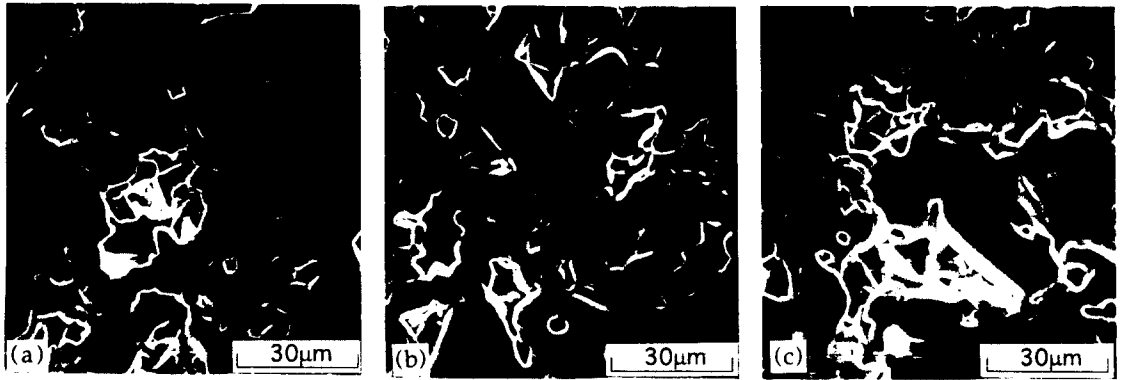


Fig. 8 Scanning electron micrographs of polished and etched cut section of alumina specimen under 20 MPa at 1200°C during 96 hours; (a) the compressive region (b) neutral axis region (c) the tensile region.

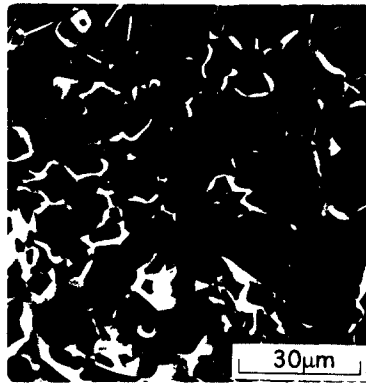


Fig. 9 Scanning electron micrograph of fracture surface of alumina under flexural test at room temperature.

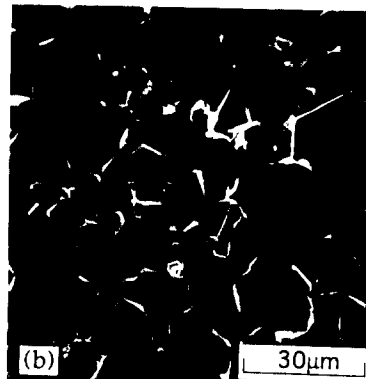
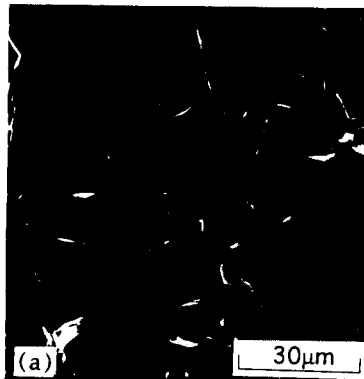


Fig.10 Scanning electron micrographs of fracture surface of alumina under flexural test at 1200°C; (a) the compressive region (b) the tensile region.

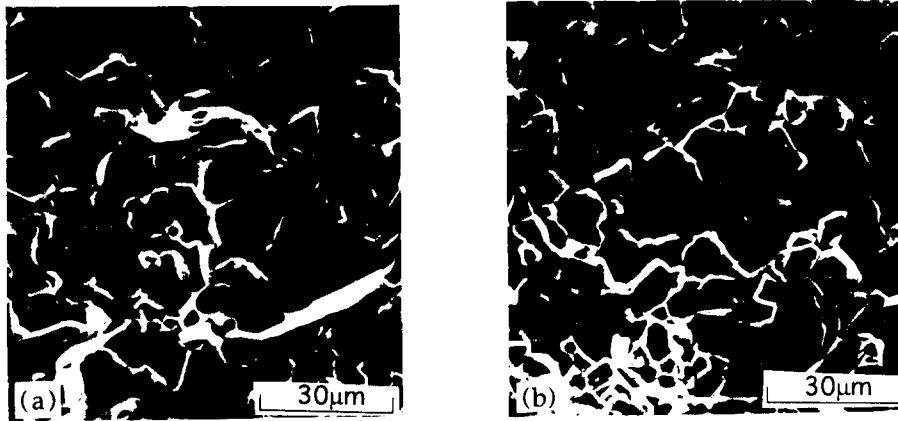


Fig.11 Scanning electron micrographs of fracture surface of alumina under flexural stress of 30 MPa at 1200°C for 46 hours; (a) the compressive region (b) the tensile region.



Fig.12 Scanning electron micrographs of fracture surface for alumina crept under flexural stress of 30 MPa at 1200°C; (a) occurrence of fracture through the grain (b) existence of pores in the fractured grain.