

압자압입시험에 의한 이종재료 접착층간의 계면 인성에 관한 연구

A study on the interface toughness of FGM layers by indentation test

임재규*, 송준희**, 김학근***, 박찬경***, 김진홍****

*전북대학교 기계공학부, 자동차신기술연구소 **전북대학교 공업기술연구소,

전북대학교 대학원, *포항공대 재료금속공학과

1. 서론

천연산과 인공적인 세라믹 성분으로 금속기지 위에 적층된 구조는 열적, 전기적 단열성뿐만 아니라 고경도와 강도가 요구되는 것에 큰 잠재력을 가지고 있다. 이러한 적층구조는 우주항공기술 분야에서 고온사용을 목적으로 개발되어졌고, 절삭공구와 엔진 부품에서 기계적 열적 보호를 위해 현재 사용되고 있다. 그러나 TBC(Thermal Barrier Coating)는 세라믹 코팅층과 금속 모재의 열팽창 계수 및 탄성계수등의 차이로 인해 고온과 저온의 가혹한 환경에서 열응력으로 인한 균열발생 및 코팅층 박리 파괴가 일어난다. 적층간의 박리현상은 재료의 건전성에 심각한 문제를 야기시키고, 금속/세라믹의 복합구조를 조기에 파괴시킬 수 있다.

따라서 본 연구에서는 접착층 계면의 접착특성을 파악하고, 기계적 특성치를 결정하기 위해서 압자압입시험을 통해 크랙을 개시시키는 임계하중을 인자로 하여 이종재료 계면에서의 인성값을 구하고 그에 대한 경향을 분석하였다.

2. 시험편

본 연구에서 사용된 시험편은 고온용 구조재료로 사용되는 니켈기 초합금(Ni-based superalloy) Inconel HX을 기재(3 mm)로 하고 부분안정화 지르코니아(PSZ; partially stabilized zirconia) 분말을 세라믹 단열 코팅층으로 하였다. 또한 기재와 단열 코팅층 사이의 물성치 차이를 줄이기 위해 NiCrAlY을 bond coat로 사용하였다. 기재위의 단열 코팅층은 폭발용사법(detonation gun spraying methods)을 사용하여 적층 시켰다. 시험편은 총 세종류로, 첫 번째는 Duplex 시험편으로 NiCrAlY bond coat층이 약 80-100 μm , PSZ 코팅층이 약 100 μm 정도로 제작되었다. 두 번째 시험편은 NiCrAlY bond coat층(약 50 μm)위에 PSZ 분율이 각각 22.7, 30.6, 46.9, 63.8, 72.6, 77.9 vol%의 분포로 혼합 코팅층을 차례로 약 90-110 μm 정도씩 쌓고 top coat로서 PSZ 코팅층을 약 100-150 μm 정도 적층하여 제작하였다. 세 번째 시험편은 두 번째 시험편과 동일한 방법으로 제작하였으나 PSZ 코팅층을 제외한 모든 코팅층의 두께를 두배로 하여 제작하였다.

3. 실험방법

3.1 경도시험

본 연구에서 사용된 시험기는 하중을 100g 에서 1000g 까지 가할 수 있는 마이크로 비커스 경도시험기이고, 경도 시험절차는 ASTM E 103-84, KS L 1603, KS B 5538 의 시험 절차에 따라 수행되어졌다. 이러한 절차에 의해 경도 시험은 각각의 시험편에 대하여 두께방향으로 일정간격씩 측정하였으며, 각 위치의 경도 평균값을 구하기 위해서 기준점으로부터 각각 동일 거리에서 500g의 하중으로 5회 반복하여 조사하였다.

3.2 계면 압자압입 시험

계면에서 크랙을 발생시키고 증식시키기 위하여 압입압자가 코팅두께면에 수직하게 작용하도록 하였으며 Fig 1.과 같이 diamond cone 형태의 Vicker,s 압자를 작용시켰다. 이때 크랙 반지름(a)은 image analyzer를 사용하여 측정하였으며, 각각의 코팅층 계면에서의 작용하중과 크랙길이는 5점 이상을 구하여 평균값을 사용하였다. 여기서 구해진 하중(P)과 크랙길이(a) 사이의 관계는 bilogarithmic coordinates($\log(F)$ 대 $\log(a)$)을 이용하면 주어진 기재와 코팅에 대하여 직선으로 나타난다. 이것은 이

관계가 선형적이고 방정식 $a = \alpha P^n$ 으로 나타낼 수 있다. 여기서 n 은 코팅두께의 함수이다. 또한 측정된 크랙길이(a)는 계면 indent diagonal의 절반을 포함하고 있기 때문에 가해진 하중이 계면에서 크랙을 증식 시키기에 충분하지 않을 때 크랙길이(a)는 단지 계면 indent diagonal의 절반이다. 바꿔 말하면, 크랙이 발생하지 않는 다른 하중으로 수행된 계면 경도시험으로부터 평균 diagonal을 계산하는 것은 가능하며, 이것을 bilogarithmic coordinates로 나타내면 겹보기 경도선(apparent hardness line)이라고 부르는 직선을 구할 수 있다. 이때 크랙이 발생할 경우의 직선과 겹보기 경도선이 교차하는 점은 크랙이 형성되지 않는 한계, 즉 임계점(P_C, a_C)으로 정의 할 수 있다. 또한 이 점은 계면에서 코팅의 접착특성을 나타내는 기준으로써 고려되어진다.

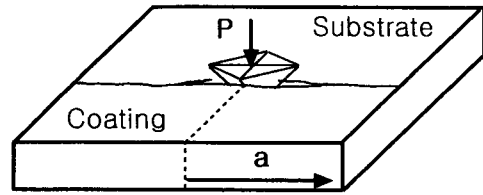


Fig 1. Principle of the interface indentation test

4. 실험결과

4.1 경도시험 결과

마이크로 비커스 경도 시험기로 측정한 각시편의 코팅층내 경도 분포를 Fig 2.에 나타내었다. (a)와 (b)는 혼합코팅층(FGM; Functionally graded materials)을 적용한 시편이고, (c)는 Duplex 시편이다. 기재의 최하부 경도는 250-260 MHV 0.5로 일정하였으나 계면부근에서는 약간의 차이를 보이고 있다. 그리고 기재와 bond coat층에서는 경도 scatter가 적은 반면 FGM층과 세라믹층내에서는 큰 경도 scatter를 보이고 있다. 이것은 코팅층 적층시 발생한 기공에 기인한 것이며 FGM2가 FGM1에 비해 더욱 산만한 것은 시편 제조시 두께증가에 의해 FGM 각 코팅층 계면의 표면 조도의 증가로 인하여 더 많은 기공이 형성되었기 때문이다. 또한 기재와 bond coat층간 계면에서의 경도는 이웃한 층의 경도값들의 거의 평균값을 보이고있다.

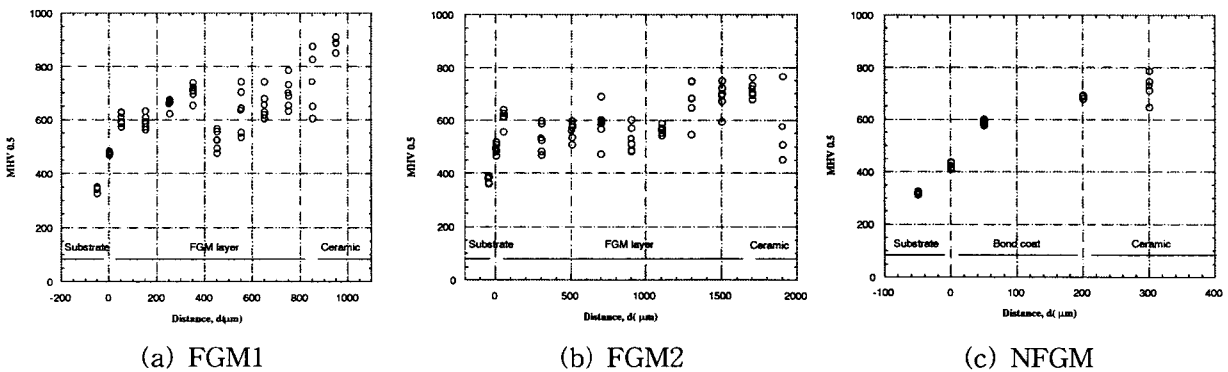


Fig 2. Hardness distribution

4.2 계면 압자압입시험 결과

Fig 3.은 FGM1 시편의 계면에서 수행된 압자압입 시험으로 증식된 크랙길이와 계면경도에 해당하는 half diagonal를 보여준다. Fig 4.는 임계하중과 임계크랙을 구하기 위하여 Fig 3.를 bilogarithmic coordinates로 변환한 그래프이다. 크래킹 직선(cracking straight line)과 겹보기 경도선(apparent hardness line)이 교차하고, 이 교차점은 계면에서 크랙 개시의 한계이다. 즉, 교차점이 임계하중(P_C)과 임계크랙(a_C)이다. 이러한 절차를 수행함으로써 FGM1의 경우 15.39N(log1.19)정도에서 크랙이 개시됨을 알 수 있었다. 이와 동일한 절차로 구해진 FGM2와 NFGM의 시험결과는 Table 1에 나타내었다.

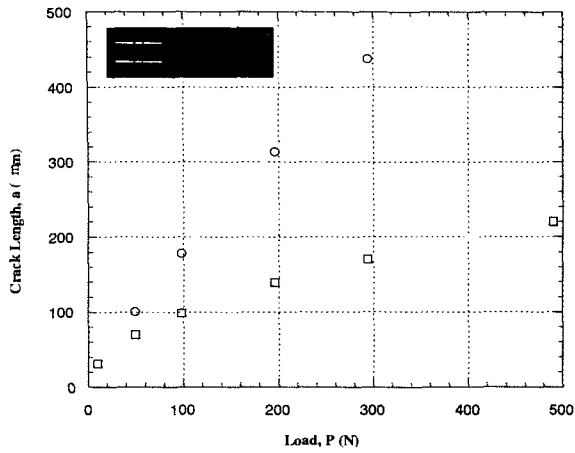


Fig 3. Experimental datas of indentation load(P) corresponding crack length(a) for FGM1

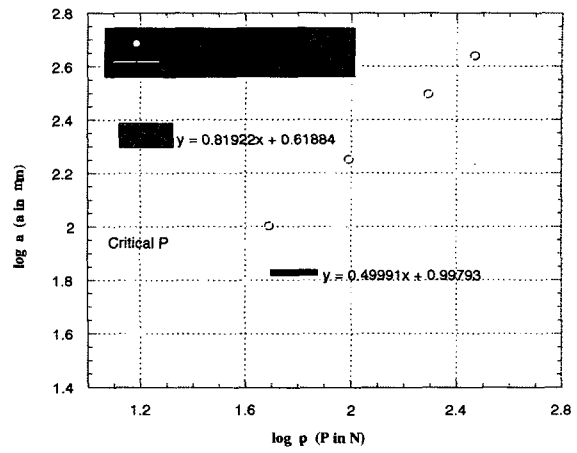


Fig 4. Relation between experimental datas in bilogarithmic coordinates

4.3 결보기 계면인성

압자압입시험은 재료의 경도값에 많은 영향을 받기 때문에 임계하중만으로 접촉 특성을 정의하는데에는 무리가 있다. 즉, 동일재료에 대하여는 임계하중만으로 접촉 특성을 나타낼 수 있지만, 경도값이 다른 재료에서 구해진 임계하중과 직접 비교하는 것은 어려움이 있다. 그래서 이를 일반화하기 위해서는 영계수와 vicker's 경도율 (E/H)을 고려해야만 한다. Fig 4.는 접촉 특성의 일반화를 위한 모델의 기하학적인 특성을 도식적으로 나타낸 것이다. 이러한 모델을 적용함으로써 실제 indent의 모양을 균질 재료에서의 거동으로 표현할 수 있다. 기재와 코팅층의 평균 기하학적인 특성을 고려함으로써, 계면의 indent diagonal(d_I)과 소성역 반지름(b_I)은 다음과 같이 표현할 수 있다.

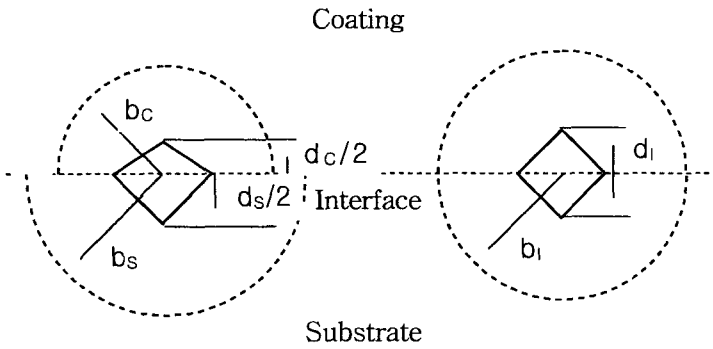


Fig 4. Geometrical schematization of an indent at the surface

$$d_I = \frac{d_C + d_S}{2} \quad \text{and} \quad b_I = \frac{b_C + b_S}{2} \quad (1) \quad H = C \frac{P}{d^2} \quad (2)$$

여기서, d_I 는 일반적인 경도 관계로부터 감소되어진다.

재료의 기계적인 성질에 소성역 반지름을 관련시키는 Lawn relation으로부터 b_I , b_S , b_C 는 다음과 같이 표현된다.

$$b = \frac{d}{2} \left(\frac{E}{H} \right)^{1/2} \cot^{1/3} \xi \quad (3)$$

여기서 ξ 는 indent의 ridges 사이의 각도의 절반이다. (1)과 (3)식으로부터

$$\left(\frac{E}{H} \right)_I^{1/2} = \frac{2}{\cot^{1/3} \xi} \frac{b_I}{d_I} = \frac{2}{\cot^{1/3} \xi} \frac{b_C + b_S}{d_C + d_S} \quad (4)$$

여기서, I, C, S는 계면, 코팅, substrate을 각각 지시한다. 식 (2), (3)식으로부터 (4)식의 d_C , d_S 과 b_C , b_S 을 대체하면,

$$\left(\frac{E}{H} \right)_I^{1/2} = \frac{\left(\frac{E}{H} \right)_S^{1/2}}{1 + \left(\frac{H_S}{H_R} \right)^{1/2}} + \frac{\left(\frac{E}{H} \right)_C^{1/2}}{1 + \left(\frac{H_C}{H_S} \right)^{1/2}} \quad (5)$$

이 관계는 어떻게 substrate와 코팅이 코팅-substrate 시스템의 전체적인 거동에 포함되는지를 보여준다. 본 연구에서는 (5)식에 의해서 감소되어진 (E/H)을 보상해서 K_{ea} 을 계산한 다음의 관계를 이용하였다.

$$K_{ea} = 0.015 \frac{P_c}{a_c^{3/2}} \left(\frac{E}{H} \right)_I^{1/2} \quad (6)$$

각 시편에 대하여 식(6)로 계산된 겉보기 파괴인성값은 Table 1에 나타내었다.

	FGM 1	FGM 2	NFGM
P_c (N)	15.39	17.61	19.82
a_c (μ m)	39.033	41.087	47.013
H_s (MPa)	344.39	381.43	319.07
H_c (MPa)	611.79	611.05	589.54
E_s (GPa)	150.4	150.4	150.4
E_c (GPa)	121.4	121.4	121.4
$(E/H)^{1/2}$	17.98	17.31	18.59
Kat (MPa $m^{1/2}$)	17.02	17.36	17.15

Table 1. Results of apparent interface toughness calculation

5. 결론

실험 결과 크랙 개시시키는 임계하중은 NFGM, FGM2, FGM1 순으로 컷지만 크래킹에 대한 저항을 나타내는 겉보기 계면 인성은 FGM2, NFGM, FGM1 순으로 나타났다.

본 연구에서는 겉보기 계면 인성 값으로 코팅의 접착력을 계산하였다. 임계하중 PC는 기재와 코팅 사이의 결합을 파괴시키는 가능성을 설명하고, 결합력을 나타내는 의미로써 고려되어졌다. 즉, 임계하중 PC는 그 자체만으로 계면의 크래킹 능력을 특징 짓는다. 그러나 임계하중은 재료에 독립적이기 때문에 이를 일반화하기 위하여 겉보기 계면 인성에 연계되어졌다. 실제로 Table 1에서 보여지듯이, NFGM의 임계하중이 가장 크지만 겉보기 계면 인성은 FGM2가 더 크다. 이것은 FGM2가 NFGM보다 먼저 크랙이 발생하지만 크랙의 진전속도는 더 낮다는 것을 의미한다.

참고문헌

1. X.Z. Hu, H. Wang, "Fracture and damage at interfaces of ceramic laminates", Key engineering materials Vol. 145-149(1998) pp. 901-906
2. D. Chicot, P. Demarecaux, J. Lesage, "Apparent interface toughness of substrate and coating couples from indentation tests" Thin solid films Vol. 283(1996) pp.151-157
4. B.R. Lawn, A.G. Evans, D.B. Marshall, J. Am. Ceram Soc Vol. 64(1980) pp.533
5. Marry S. Kaliszewski, Gesa Behrens, Arthur H. Heuer, "Indentation studies on Y_2O_3 -stabilized ZrO_2 : Development of indentation-induced cracks" J. Am. Ceram Soc Vol. 77(1994) pp.1185-93
6. 임재규, 김연직, 송준희, "경사기능성 세라믹/금속 복합재료" 요업기술 제10권, 제1호(1995), pp48-67
7. ASTM Designation: E 103-84, "Standard test method for rapid indentation hardness testing of metallic materials"
8. ASTM Designation: C-633-79, "Standard test method for adhesion or cohesive strength of flame-sprayed coating"
9. 한국공업규격(KS): L 1603 "고성능 요업 재료의 비커스 경도 시험 방법"