

손상 치유 능력을 가지는 탄화규소의 강도 특성과 탄성파 특성

김미경 · 안병건* · 김진욱** · 박인덕 · 안석환 · 남기우***

*부경대학교 대학원

**한국기계연구원

***부경대학교 공과대학

Strength Properties and Elastic Waves Characteristics of Silicon Carbide with Damage-Healing Ability

MI-KYUNG KIM · BYUNG-GUN AHN* · JIN-WOOK KIM** · IN-DUCK PARK · SEOK-HWAN AHN · AND KI-WOO NAM***

*Graduate School, Pukyong National University, Busan, 608-739, Korea

**Korea Institute of Machinery & Materials, Changwon, Kyungnam, 641-010, Korea

***College of Engineering, Pukyong National University, Busan, 608-739, Korea

KEY WORDS: SiC 탄화규소, Damage-Healing 손상치유, Vickers Indentation 비커스 압입, Bending Strength 굽힘강도, Residual Stress, 잔류응력, Elastic Wave 탄성파, Nondestructive Evaluation, 비파괴평가

ABSTRACT: Engineering ceramics have superior heat resistance, corrosion resistance, and wear resistance. Consequently, these are significant candidates for hot-section structural components of heat engine and the inner containment of nuclear fusion reactor. Besides, some of them have the ability to heal cracks and great benefit can be anticipated with great benefit the structural engineering field. Especially, low fracture toughness of ceramics supplement with self-healing ability. In the present study, we have been noticed some practically important points for the healing behavior of silicon nitride, alumina, mullite with SiC particle and whisker. The presence of silicon carbide (SiC) in ceramic compound is very important for crack-healing behavior. However, self-healing of SiC has not been investigated well in detail yet. In this study, commercial SiC was selected as sample, which can be anticipated in the excellent crack healing ability. The specimens were produced three-point bending specimen with a critical semi-circular crack of which size that is about 50-700 μ m. Three-point bending test and static fatigue test were performed cracked and healed SiC specimens. A monotonic bending load was applied to cracked specimens by three-point loading at different temperature. The purpose of this paper is to report Strength Properties and Elastic Waves Characteristics of Silicon Carbide with Crack Healing Ability.

1. 서 론

세라믹소재는 주로 원자간 결합력이 강한 공유결합으로 구성되어 있고, 이러한 강한 원자간 결합을 하고 있기 때문에 금속재료에 비하여 내열성, 내마모성, 내식성, 비강도 등이 우수하다. 특히, 고온에서 고강도를 요구하는 가스터빈, 배어링, 노즐, 고온절삭공구 등 엔지니어링 영역을 포함하는 다양한 분야에서 각광을 받고 있다(Hasegawa et al, 1999; Kurihara et al, 2001). 그러나 세라믹스는 전형적인 취성재료의 특성을 나타내며, 금속에 비하여 인성이 매우 낮다. 따라서, 가공이 어려운 것은 물론이고, 가공 시 결합 발생률이 높은 단점이 있다. 또한 이와 더불어 소결 중 생성된 내부결합 때문에 세라믹스의 신뢰성이 떨어지고, 실제의 이용에는 한계가 있다. 이러한 문제를 극복하기 위한 수단으로 최근에는 치유(Crack Healing)능력을 세라믹스의 균열 치유하는 방법이 제안되어 있다. 일반적으로 구조용 세라믹스는 균열의 발생이 가공 및 제조 시 뿐만

아니라, 사용 중에도 발생가능하며 결합부에 응력이 작용하기 때문에 부재가 파괴할 가능성이 높아 건전성에 큰 문제가 된다. 그러나 균열치유를 이용하면 사용 중에 발생한 균열을 사용 중에 치유하는 것이 가능하고, 더욱이 치유한 온도에서 충분한 강도로 회복하는 것이 가능하다면 사용 전부터 사용 중에 이르는 신뢰성 향상을 기대할 수 있을 것이다. 지금까지 많은 연구에서 세라믹스의 표면균열은 치유에 의하여 실온 및 고온에서 강도 회복이 가능하였다(Kim et al, 2003; Korous et al, 2000). 이와 같은 세라믹스는 첨가된 SiC에 의하여 치유현상이 나타났다. SiC는 구조용 세라믹스분야에서 중요한 재료이며, 또한 우수한 치유능력을 가진 것으로 예상된다. 그러나 SiC의 치유능력에 관해서는 연구가 거의 진행되어 있지 않기 때문에, 이에 관한 검토가 이루어져야 필요하다(Korous et al, 2000). 또한 재료 중에 미소균열이나 변형이 발생하면 탄성파가 방출되고, 이 탄성파를 표면에 부착시킨 센서로 검출하여, 이 탄성파의 신호처리를 함으로서 재료내의 미소균열발생이나 성장을 검출하여 치유할 수 있다(남기우 외, 2003; Ahn et al, 2004).

따라서, 본 연구는 탄화규소(SiC)에 비커스 경도기를 이용하여 균열을 도입하고, 치유능력을 가지는 탄화규소의 강도특성

제1저자 남기우 연락처: 부산시 남구 용당동 100

051-620-4124 namkw@pknu.ac.kr

과 균열 도입시에 발생하는 탄성파의 특성에 관하여 연구하였다.

2. 재료 및 실험 방법

2.1 재료

본 실험에서 사용한 시험편은 시판중인 $100 \times 100 \times 5$ mm 규격의 판재형 탄화규소(SiC, SC-221)이다. 본 실험에서 사용한 시험편의 기계적 특성을 Table. 1에 나타내며, 시험편의 형상은 Fig. 1에 나타낸다. 시험편의 규격은 $3 \times 4 \times 22$ mm로 제작하였고, 굽힘 시험시의 스패 길이는 16 mm로 하였다.

Table. 1 Mechanical properties of SiC

Young's modulus (GPa)	Fracture toughness (MPa · m ^{1/25})	Density (g · cm ⁻³)
390	2.89	3.18

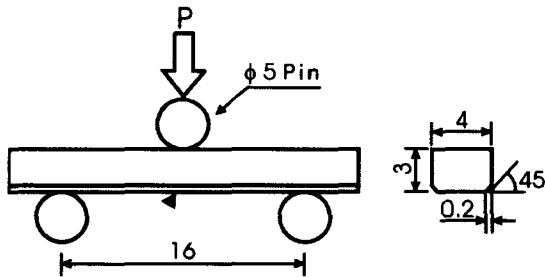


Fig. 1 Three point bending specimen and test system (all dimension in mm)

2.2 균열 도입

시험편은 표면 연삭 및 경면 연마를 실시한 후, 시험편의 균열 치유현상, 강도 및 탄성파 특성을 조사하기 위하여 시험편 표면에 비커스 경도기를 이용한 압입법으로 균열을 도입하였다. 표면 균열은 압입 하중 9.8 N, 24.5 N, 49.0 N, 98.0 N, 196.0 N, 294.0 N의 5종류로, 하중 부하시간 5초와 유지시간 10초 후에 하중을 제거하였다.

비커스 경도기의 압자 압입에 따라 압축하중에 의한 메디안 균열형성과정을 Fig. 2에 나타낸다. 비커스 압자가 시험편의 표면에 접촉하게 되면 그 표면직하에 메디안 균열의 핵이 생성되고(Fig. 2(a)), 비커스 압자 압입의 압축하중의 증가와 함께 이 메디안 균열이 점점 성장하게 된다(Fig. 2(b)). 그리고, 이 메디안 균열은 비커스 압자의 압입하중 제거로 잔류응력의 에너지가 해방되므로서 표면방향으로 더욱 성장하게 되며, 최종적으로 반원 또는 반타원 균열(Fig. 2(c))을 형성한다[9]. 이러한 상태의 median crack은 제하 시에도 표면 부근에 발생하는 잔류 인장응력장에 의하여 성장한다.

2.3 치유 조건 및 굽힘 시험

균열 치유의 승온 속도제어는 $10 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ 로 하였으며, 치유온도 1573 K와 1773 K에서 치유시간을 40분에서 100시간까지

변화시켜 치유시간이 균열치유재의 실온에서 3점 굽힘 강도에 미치는 영향을 조사하였다. 굽힘 시험의 cross head 속도는 $0.5 \text{ mm}/\text{min}$ 이었다. 그리고 치유부의 표면의 상태는 EPMA에 의하여 조사하였다.

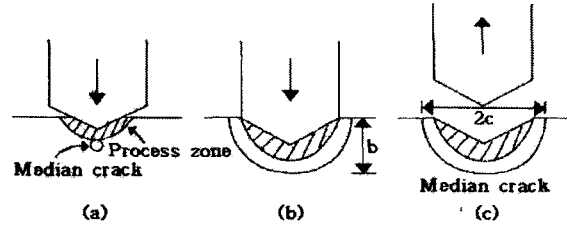


Fig. 2 Formation mechanism of median crack

2.4 탄성파 검출

치유 전과 1773 K에서 1시간 치유한 세라믹스에 Indentation 법으로 압입시 발생하는 탄성파의 검출은 최대 16채널까지 지원되는 Fracture Wave Detector (FWD; Model FM-1, Digital Wave Corp., Englewood, Co.)를 사용하여 실시하였다. FWD는 실시간에 전 과정을 디지털화하여 저장한다. 디지털화 속도는 각 채널에 대하여 1024 point gate length를 갖는 12.5 MHz 로 하였다. 센서(DWC B1025)는 Fig. 3과 같이 시험편 아래에 설치하였다. 센서에서 검출된 신호는 pre-amp에서 30dB증폭시킨 후 main-amp에서 다시 18dB증폭시켜 wave explorer 프로그램으로 분석하였다. 실험 중 하한계값은 10 mV 로 설정하였다.

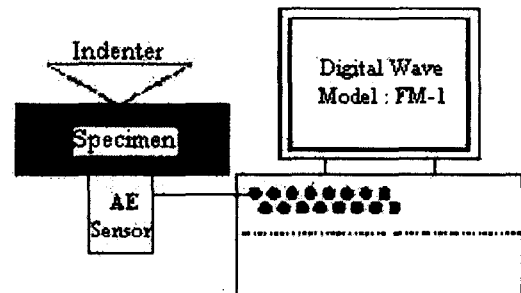


Fig. 3 Schematic diagram of the elastic wave detection system

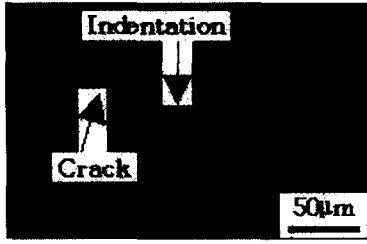
3. 실험 결과 및 고찰

3.1 균열 및 파면관찰

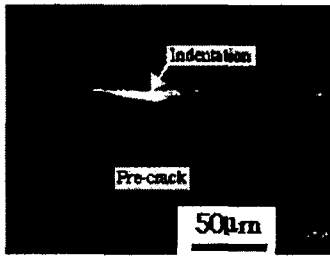
Fig. 4는 24.5 N의 하중으로 압입한 후의 압흔과 $2c \approx 200 \text{ } \mu\text{m}$ 인 표면균열 (Fig. 4(a))과 반타원형(종횡비: 약 0.9)으로 형성된 파단면(Fig. 4(b))을 나타낸다. Fig. 4는 메디안 균열을 나타내고 있으며, 잔류응력의 에너지 해방에 의하여 균열이 전파되었음을 나타내고 있다.

Fig. 5는 압입 하중에 대한 균열 길이의 관계를 나타낸다. 이 그림에서 9.8 N을 제외하고는 하중 크기에 비례하여 균열 길이는 선형적으로 증가하고 있다. 여기서 9.8 N은 압입시의 하중에 의해서만 균열이 진전하고, 잔류응력에 의하여 균열의 진전이 거의 없다는 것을 의미한다. 그러나 24.5 N-294.0 N의 경우는 압입 하중에 비례하여 압축 잔류응력의 크기가 비례함을

의미한다.



(a)



(b)

Fig. 4 (a) Vickers indents and cracks on the surface, (b) fracture surface under $P_v=24.5\text{ N}$

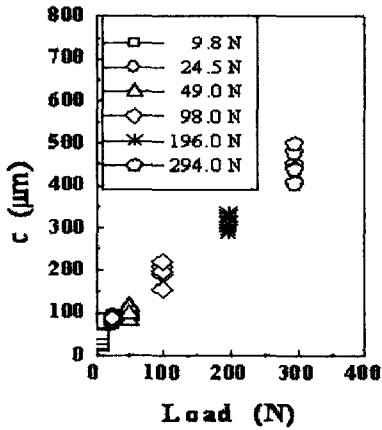


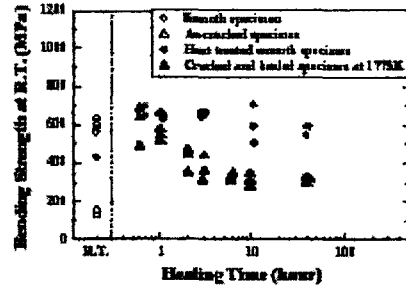
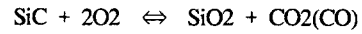
Fig. 5 Relationship between crack length and indentation load

3.2 굽힘 강도에 대한 온도와 시간 영향

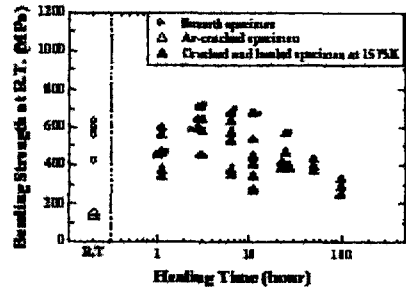
Fig. 6은 실온에서 굽힘 강도에 대한 치유 처리 시간의 영향을 나타낸다(Lee et al, 2004). Fig. 6(a)는 1773 K에서 치유된 시험편의 결과이다. 평활시험편의 평균강도는 560 MPa이고, 균열 시험편의 평균강도는 180 MPa이다. 그리고, 치유시간 40분과 60분에서 치유된 시험편의 평균강도는 585 MPa이다. 치유된 균열 시험편(▲)은 평활시험편의 굽힘 강도보다 약간 더 높으며, 60분에서 평활시험편(●)의 강도 증가는 미세한 표면 균열이 치유되었기 때문이다. 40분과 60분 치유된 7개의 시험편 중 2개(▲*)는 치유부 이외의 곳에서 파괴하였으며, 굽힘강도는 약간 분산을 나타내지만, 균열은 대체적으로 치유되었다고 판단된다. 또한, 40시간까지 열처리된 평활시험편의 굽힘강도는 평활시험편과 거의 비슷하지만, 균열 치유된 시험편은 2시

간부터 강도값이 저하하고 있다. Fig. 6(b)는 1573 K에서 치유된 시험편의 결과이다. 1시간에서 25시간까지 치유한 시험편에서 굽힘 강도는 분산이 크다. 이 중 6개는 치유부 이외에서 파단 하였으며, 9개는 치유되지 않았음을 의미하는 400 MPa이하 값을 나타낸다. 50시간 이상은 분산이 적으며, 상당히 낮은 강도값을 나타낸다. 이것은 장시간 균열을 치유함으로써 열화가 발생한 것을 의미하며, 1773 K에서는 2시간, 1573 K에서는 50시간이 열화의 시작 시간이라고 판단된다. Fig. 6(a)와 (b)에서 최적의 균열 치유시간은 1773 K에서 공기중 1시간이라고 판단된다.

현재까지 실시된 연구에서 세라믹스 재료는 대기 중에서 적당한 열처리를 실시함으로써 균열이 치유되어 강도를 회복하였다. 이에 따라 균열치유기구는 주로 산소와 SiC와의 반응에 기인한다고 판단된다. 따라서 본 연구에서 사용한 SiC의 경우, 균열치유기구는 다음 식과 같은 반응이 발생하여 표면 및 산소와 접하는 균열에 산화물을 형성하여 균열이 치유된다고 판단된다.



(a) Crack-healed at 1773K



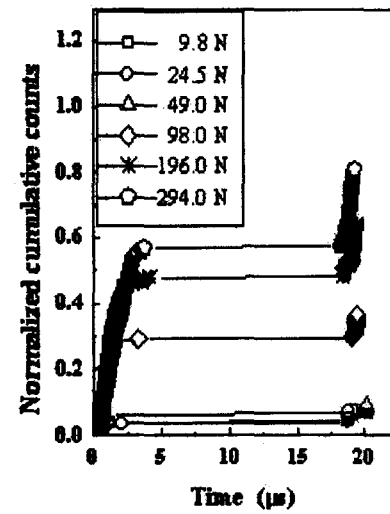
(b) Crack-healed at 1573K

Fig. 6 Relationship between crack healing time and bending strength at room temperature.

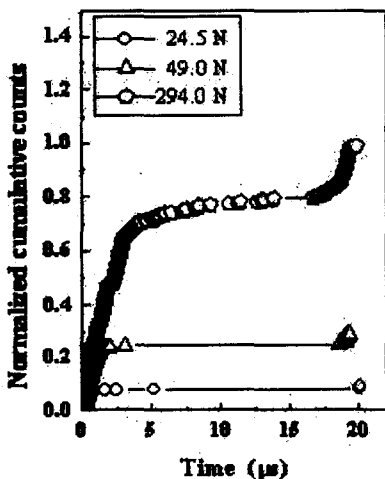
3.3 균열의 신호 특성

Fig. 7은 하중 부하구간을 5sec(I 단계), 유지구간을 10sec(II 단계) 및 제거구간(III단계)에서 얻어진 음향방출 신호의 누적 값을 나타낸다. Fig. 7(a)는 비커스 압자로 치유전의 평활 시험편에 균열을 도입할 때 얻어진 것이고, Fig. 7(b)는 균열 치유 후 균열부에서 얻어진 것이다. Fig. 7(a)는 하중에 의한 영향을

알아보기 위하여 평활시험편에 9.8 N, 24.5 N, 49.0 N, 98.0 N, 196.0 N, 294.0 N의 압입하중으로 균열 도입시 얻어진 음향방출을 나타낸다. I 단계는 많은 음향방출 신호가 검출되었지만, II 단계는 신호가 전혀 검출되지 않았다. 그리고 III 단계는 하중제거 후 약 3초 후에 잔류응력에 의하여 균열이 진전하면서 신호가 검출되었다. 이 그림에서 음향방출 신호는 압입하중의 증가에 따라서 증가하였다. Fig. 7(b)는 24.5 N, 49.0 N, 294.0 N으로 만들어진 균열을 치유한 후, 치유부에 같은 하중을 부하하여 얻은 음향방출을 나타낸다. Fig. 7(a)와 같이 I 단계와 III 단계는 음향방출의 발생이 비슷한 경향을 나타내었지만, 294.0 N의 II 단계는 많은 신호가 발생하였다. 이것은 앞에서 설명하였듯이 균열은 산화물(SiO₂)에 의하여 치유되지만, 긴 균열은 완전한 치유가 되지 못하기 때문에 압입에 의하여 산화물의 파괴 또는 균열이 진전하기 때문이라 판단된다.



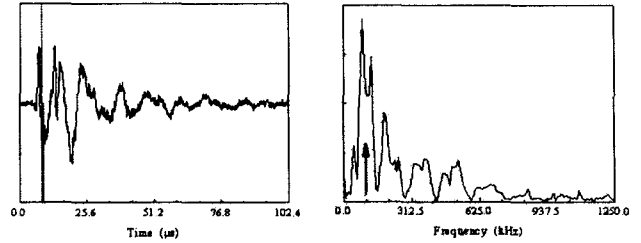
(a) before crack-healing



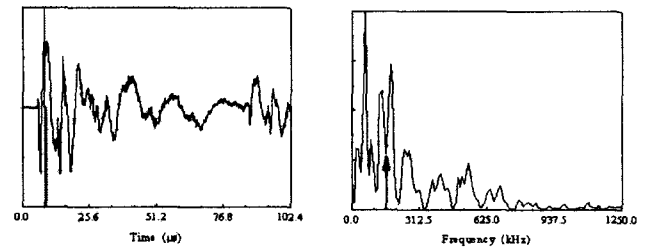
(b) after crack-healing

Fig. 7 Relationship of acoustic emission counts and indentation load.

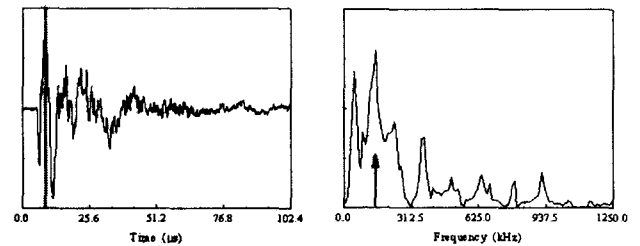
대표적으로 압입하중 24.5 N에서 얻어진 열처리 전후의 파형과 주파수를 Fig. 8에 나타낸다. 열처리 전후의 중심 주파수는 III 단계가 I 단계보다 높게 나타나고 있다. 이것은 잔류응력이 일시에 해방됨으로서 나타나는 현상이라 판단된다.



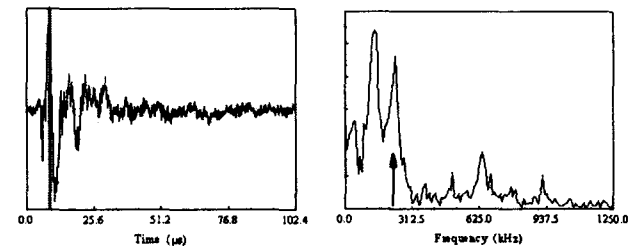
(a)



(b)



(c)



(d)

(a) stage I, (b) stage III before crack-healing

(c) stage I, (d) stage III after crack-healing

Fig. 8 Elastic wave detected under indentation load 24.5 N. Vertical scale is arbitrary

열처리 후에 294 N에서 나타나는 신호특성을 규명하기 위하여 I, II, III 단계를 비교하여 Fig. 9에 나타낸다. 중심주파수는

I 단계보다 II, III 단계에서 높은 값을 나타내고 있다. 이것은 하중이 일정한 II 단계는 치유된 산화물의 파괴에 의하여, III 단계는 치유되지 않은 균열이 잔류응력에 의하여 재차 진전하기 때문이라 판단된다.

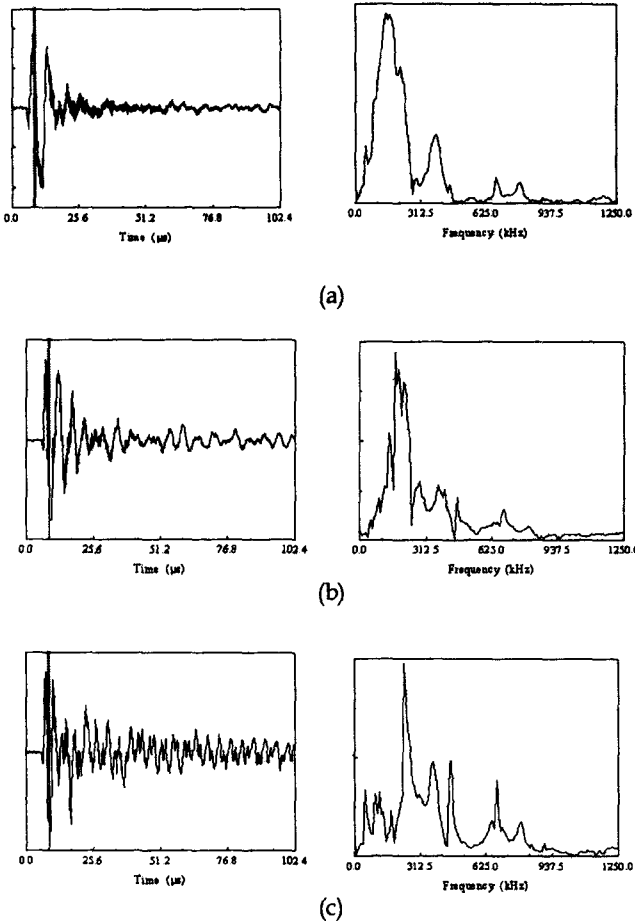


Fig. 9 Elastic wave detected at (a) stage I, (b) stage II and stage III after crack-healing under indentation load 294 N. Vertical scale is arbitrary.

4. 결 론

본 연구는 탄화규소(SiC)에 비커스 경도기를 이용하여 균열을 도입하고, 치유능력을 가지는 탄화규소의 강도특성과 균열 도입시에 발생하는 탄성파의 특성에 관하여 연구하여, 다음과 같은 결론을 얻었다.

- (1) 균열 길이는 압축 잔류응력의 크기가 비례하여 선형적으로 증가하였다.
- (2) 탄화규소의 최적 균열 치유시간은 1773 K에서 공기중 1시간이고, 그 이상 치유한 경우는 강도가 저하 하였다.

- (3) 균열치유기구는 산소와 SiC의 산화반응[SiC + 2O₂ ⇌ SiO₂ + CO₂(CO)]에 의하여 표면 및 산소와 접하는 균열에 산화물을 형성하여 치유하였다.
- (4) 하중부하 단계는 많은 음향방출 신호가 검출 되었지만, 하중유지 단계는 신호가 전혀 검출되지 않았다. 그리고 하중 제거 단계는 하중제거 후 약 3초 후에 잔류응력에 의하여 균열이 진전하면서 신호가 검출되었다.
- (5) 열처리 전후의 중심 주파수는 각 단계별로 다르게 나타났다.

참 고 문 헌

남기우, 이건찬 (2003), "시간-주파수 해석법에 의한 5083 알루미늄의 피로균열 진전에 의한 음향방출 신호의 주파수특성", 한국해양공학회지, 제17권, 제3호, pp 46~51.

Ahn, S. H., Nam, K. W. and Ando, K. (2004), "The Bending Strength of Brittle Materials and The Characteristics of the Elastic Wave Signal by Vickers Indentation", Key Engineering Materials, Vol 261-263, pp 1635~1640.

Hasegawa, A., Saito, M., Nogami, S., Abe, K., Jones, R. H. and Takahashi, H. (1999). "Helium-bubble formation behavior of SiCf/SiC composites after helium implantation", J. Nuclear Materials, Vol 264, pp 355~358.

Kim, Y. W., Ando, K. and Chu, M. C. (2003), "Crack-healing behavior of liquid-phase-sintered silicon carbide ceramics", J. Am. Ceram. Soc., Vol 86, pp 465~70.

Korous, Y., Chu, M. C., Nakatani, M., and Ando, K. (2000), "Crack healing behavior of SiC ceramics", J. Am. Ceram. Soc., Vol 83, pp 2788~2792.

Kurihara, R., Ueda, S., Nishio, S. and Seki, Y. (2001). "Fracture mechanics evaluation of a crack generated in SiC/SiC composite first wall", Fusion Engineering and Design, Vol 54, pp 456~471.

Lee, S. K., Ishida, W., Lee, S. Y., Nam, K. W. and Ando, K. (2004), "Crack-Healing Behavior and Resultant Strength Properties of Silicon Carbide Ceramic", Journal of the European Ceramic Society (In print)