

알루미나에서의 파괴인성 측정

윤경진 · 박성길 · 김종집 · 조성재

한국표준과학연구원 소재평가센터

(1992년 6월 5일 접수)

Fracture Toughness Testing in Alumina

Kyung-Jin Yoon, Seong-Khil Park, Jong-Jip Kim and Seong-Jai Cho

Korea Research Institute of Standards and Science

(Received June 5, 1992)

요 약

Indentation fracture(IF), indentation strength(IS), double torsion(DT), single edge precracked beam(SEPB) 법을 택하여 알루미나의 파괴인성을 측정하고, 얻어진 파괴인성값들을 비교하였다. IF, IS, DT법으로 측정한 값들은 비슷하였으며, SEPB법으로 측정한 값은 이들보다 작게 나타났다. 또, IS법으로 98 N의 압입하중을 사용하여 측정한 파괴인성값의 분산이 다른 방법들로 측정한 것들에 비하여 현저히 작았다. IF, IS법을 택하여 국내 4~5개 기관의 참여하에 round robin test를 실시하였다. Round robin test 결과, IF법으로 측정한 파괴인성값은 기관마다 상당한 차이를 보였으나, IS법으로 측정한 값들은 잘 일치하였다. 따라서, IS법으로 파괴인성을 측정하면, 파괴인성값에 대한 각 기관에서의 상호 신뢰성이 확보될 수 있을 것임을 제안하였다.

ABSTRACT

Fracture toughness of alumina was determined by IF, IS, DT, SEPB methods, and the data were inter-compared. Round robin test on IF and IS methods was also conducted under the participation of 4~5 domestic institutes. Fracture toughness data determined by IF, IS, DT methods were similar, while those by SEPB method were smaller. Variation of toughness data determined by IS method using 98 N of indentation load was significantly small compared to those determined by any other methods. Round robin test results showed that toughness data determined by IF method at various institutes do not coincide each other, while those by IS method do well coincide. Thus, it was concluded that inter-confidence on fracture toughness data, if determined by IS method at all institute, can be established between institutes.

1. 서 론

파괴인성은 파괴에 대한 저항을 나타내는 물성으로써 세라믹 재료에서는 굽힘강도와 함께 가장 자주 측정되는 기계적 성질이다. 세라믹 재료의 파괴인성을 측정하는 방법으로는, 압자압입을 이용하여 파괴인성을 구하는 이른바 indentation fracture(IF)법, indentation strength (IS)법과, 시편에 예비균열 또는 notch를 만든 다음 파괴시켜 파괴하중으로부터 파괴인성을 구하는 double torsion(DT)법, double cantilever beam(DCB)법, single edge notched beam(SENB)법, chevron notch(CN)법, single edge precracked beam(SEPB)법 등이 사용되고

있다. 파괴인성값은 측정방법이 다르면 일반적으로 서로 일치하지 않을 뿐 아니라, 측정치의 분산도 다르다. 따라서, 다른 측정방법을 사용하는 실험실간에는 물론, 같은 방법을 사용하는 실험실간에도 파괴인성값의 분산이 크기 때문에, 파괴인성값을 서로 믿지 못하는 매우 심각한 문제가 생긴다. 파괴인성 측정값에 대한 신뢰성을 확보하기 위해서는 분산이 작은 측정방법을 찾아내어, 모든 실험실에서 이 방법을 사용하도록 하여야 할 것이다.

본 연구에서는, 알루미나를 모델재료로 택하여, 여러 가지의 파괴인성 측정방법 중에서 비교적 많이 사용되고 있는 IF법, IS법, DT법 및 최근에 일본에서 처음으로

표준화된 SEPB법으로 파괴인성을 측정하고 측정값을 비교하였다. 또, 우리나라에서 주로 사용되고 있는 IF법과, 본 연구결과 측정치의 분산이 가장 작은 것으로 밝혀진 IS법에 대하여, 대한중석광업(주) 기술연구소, 산업과학기술연구소, 쌍용 중앙연구소, 한국과학기술연구원 및 한국표준과학연구원의 참여하에 round robin test를 실시하였다.

2. 사용재료

본 연구에서 사용한 재료는 알루미늄(대한중석광업(주), AW20)이다. 파괴인성을 곧바로 측정할 수 있는 형태로 가공된 시편을 구입하였다. 모든 시편들은 한번의 공정으로 동시에 만들어진 것이다. 제조회사측에 의하면, 원료분말로는 순도 99.8% 이상, 평균입도 0.3 μm인 Sumitomo AS-11을 사용하였고, 1630°C에서 60분간 상압 소결 후, 1450°C, 150 MPa에서 30분간 등방가압소결하였다 한다. 시편가공시, 모든 표면은 grit 200의 diamond로 연삭하였고, 최종적으로 1~1.5 μm 크기의 B₄C로 연마하였다 한다.

Fig. 1(a) 및 1(b)는 각각 이 알루미늄의 polishing 후 1450°C에서 10분간 thermal grooving한 표면 및 파단면을 보여주는 미세조직 사진이다. 10 μm 이상의 큰 입자들과 2~5 μm의 비교적 작은 입자들이 공존한다. 또, 등방가압처리되었음에도 불구하고, 일부 입자들의 내부에 기공들이 존재하고 있다.

3. 파괴인성 측정

본 연구에서는 IF, IS, DT, SEPB법을 이용하여 알루미늄의 파괴인성을 측정하였다. 다음은 각 방법의 설명과 실험방법들이다.

3.1. IF법

세라믹 재료의 표면에 경도기의 압자를 어느 이상의 하중으로 압입하면 재료표면과 수직인 방향으로 radial crack이 생성된다. Evans 등¹⁾ 및 Anstis 등은²⁾ 파괴인성(K_c)이, Vickers 경도기 압자의 압입으로 형성된 crack의 길이(c)와, 다음의 식 (1) 및 식 (2)와 같은 관계가 있음을 각각 보였다.

$$K_c = AE^{0.4}H^{-0.4}P \cdot c^{-1.5} \\ = 1.36AE^{0.4}P^{0.6}a^{-0.7}(c/a)^{-1.5} \quad (1)$$

$$K_c = A'E^{0.5}H^{-0.5}P \cdot c^{-1.5} \\ = 1.47A'E^{0.5}a^{-0.5}P^{0.5}(c/a)^{-1.5} \quad (2)$$

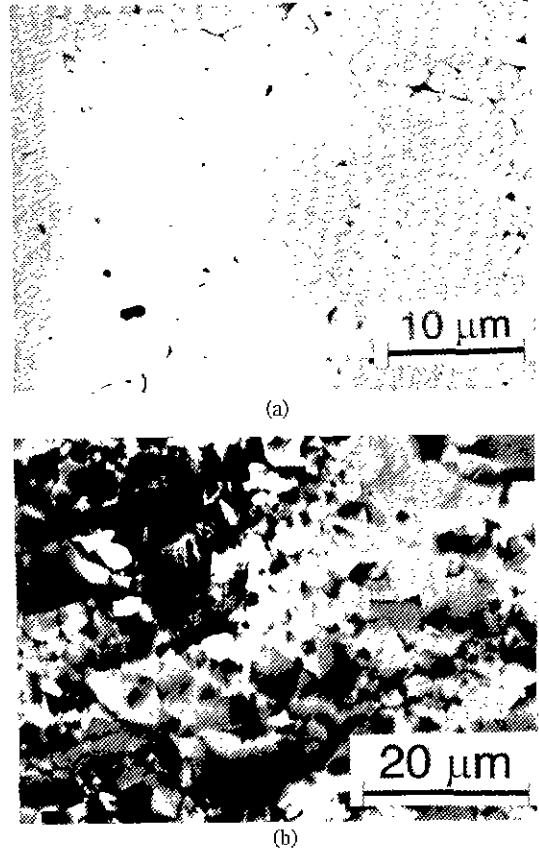


Fig. 1. Microstructure of alumina used in this study; (a) polished and thermally grooved surface, and (b) fracture surface.

E 및 H는 각각 재료의 Young's modulus 및 경도이고, P는 압입하중, a는 압입자극의 크기로 대각선 길이의 반이며, A와 A'은 보정상수이다. Evans 등 및 Anstis 등은 각각 DT법이나 DCB법으로 구한 파괴인성과 비교함으로써, 보정상수인 A와 A'을 각각 0.013, 0.026이라고 결정하였다. 한편 일본공업규격인 JIS에서는³⁾ 최근 SEPB법으로 구한 파괴인성과 비교하여 A와 A'을 각각 0.018, 0.025로 결정하였다. 또 JIS에서는 식 (1)보다는 식 (2)를 사용하기를 권장하고 있다. 따라서, 보정상수를 대입하면, Evans 등 및 Anstis 등이 개발한 식과 JIS에서 수정한 식은 각각 다음의 식 (3), (4), (5)와 같이 된다.

$$K_c = 0.026E^{0.4}H^{-0.4}P \cdot c^{-1.5} \\ = 0.035E^{0.4}P^{0.6}a^{-0.7}(c/a)^{-1.5} \quad (3)$$

$$K_c = 0.013E^{0.5}H^{-0.5}P \cdot c^{-1.5} \\ = 0.019E^{0.5}a^{-0.5}P^{0.5}(c/a)^{-1.5} \quad (4)$$

$$K_{Ic} = 0.018E^{0.5}H^{-0.5}P \cdot c^{-1.5} = 0.026E_{0.5a}^{-0.5}P^{0.5}(c/a)^{-1.5} \quad (5)$$

IF법의 장점은 시험방법이 간단하다는 것이다. 시편의 특별한 형태가 필요하지 않고 단지 잘 연마된 표면만 있으면 파괴인성을 구할 수 있다. 간편함 때문에 이 방법이 여러가지의 파괴인성 측정방법 중에서 가장 널리 사용되고 있다. 그러나, 다른 방법에 의하여 결정된 보정상수를 포함하는 식을 사용하여 파괴인성을 계산하기 때문에, 정확한 방법이라고는 볼 수 없다.

본 연구에서는 시편의 표면을 diamond 1µm까지 사용하여 연마 후, Vickers 압자를 15초 동안 압입하였다. 압입하중은 29.4 N에서 294 N까지 변화시켰다. 압입하중을 제거한 후에도 crack이 성장하는 이른 바 subcritical crack growth가¹⁾ 염려되어, crack 길이는 압입하중을 제거한 후 곧바로 측정하였다. 실제로 압입하중을 제거한 후의 시간경과에 따른 crack 길이의 변화는 무시할 수 있을 정도로 작게 관찰되었다. 본 연구에서는 subcritical crack growth가 거의 일어나지 않는 것으로 보여진다. Crack 길이 및 압입자크기의 크기는 200배로 확대된 현미경상에서 1µm까지 직접 측정하였으며, 각 하중조건에서 10번씩 측정하였다. 한국표준과학연구원 비파괴평가연구소에서 초음파속도법으로 실험에 사용한 알루미늄의 Young's modulus(402.1 GPa)를 측정하여 이를 파괴인성 계산에 사용하였다.

3.2. IS법

이 방법은 굽힘시험시편의 한 면에 Vickers 압자를 압입하여 crack을 발생시킨 다음, 이 시편을 4점 굽힘 시험하여 파괴인성을 구한다. Chanticle 등은²⁾ 파괴인성이 압자압입하중(P) 및 4점 굽힘시험시의 파괴장도(σ)와 다음의 관계가 있음을 보였다.

$$K_{Ic} = \eta(E/H)^{1/8}(P^{1/3}\sigma)^{3/4} \quad (6)$$

여기서 η는 보정상수이다. 이를 역시 DT법이나 DCB법으로 측정된 파괴인성과 비교하여 보정상수 η를 0.59라고 결정하였다.

IS법은 crack의 길이를 측정할 필요가 없으므로 crack의 길이를 측정하면서 발생할 수 있는 오차를 제거할 수 있다. 또, IF법보다는 못하지만 시편의 준비가 용이하고 시험절차도 간단하다. 그러나 이 방법도, IF법과 마찬가지로, 다른 방법에 의하여 결정된 보정상수를 포함하는 식으로 파괴인성을 계산하기 때문에, 정확한 방법이라고는 볼 수 없다.

본 연구에서는 입자의 압입하중을 2.94 N에서 392 N

까지 변화시켰다. 압자의 압입은 IF법에서와 마찬가지로 15초 동안 유지하였다. Inner span 10 mm, outer span 30 mm의 fixture를 사용하여 cross head speed 0.5 mm/min로 4점 굽힘시험하였다. 굽힘시험시의 파괴가 압자압입에 의하여 형성된 crack으로부터 일어났는지를 광학현미경으로 항상 확인하였다. 압자압입 하중이 9.8 N 미만일 때는 굽힘시험시의 파괴가 압자압입에 의하여 형성된 crack으로부터 시작되지 않는 경우가 있었다. 이 경우는 파괴인성 계산에서 제외하였다.

3.3 DT법

이 방법은 4각형의 평판형 시편을 한 쪽에서 굽힘 시험하여 파괴인성을 구하는 것³⁾으로 파괴인성 뿐만 아니라, subcritical crack growth rate를 측정하기 위해서도 많이 사용되고 있다. 통상 시편의 한 면 중앙에 crack이 직선으로 진행할 수 있도록, groove를 만들어 준다. Pre-crack은 notch를 만든 다음, 이른 바 pop-in에 의하여 형성되도록 한다. Pre-crack을 만든 다음 일정한 속도로 하중을 증가시켜, 시편이 파괴될 때의 하중(P)로부터 다음의 식 (7)에 의하여 파괴인성을 계산한다⁴⁾.

$$K_{Ic} = PW_m(3(1+\nu)/(Wd^3d_n(1-1.25d/W)))^{1/2} \quad (7)$$

여기서 ν는 Poisson's ratio이고, W_m, W, d, d_n는 각각 시편의 형태를 나타내는 것이다.

본 연구에서는 길이가 약 51 mm, 너비가 약 19.5 mm, 두께가 1.3~1.6 mm인 평판을 시편으로 사용하였다. Groove는 너비가 약 1.2 mm, 깊이는 두께의 약 45%가 되도록 만들었다. Notch는 diamond blade로 그 길이가 약 7 mm가 되도록 만들었는데, 이 notch로부터 pop-in이 잘 일어날 수 있도록 경사를 주었다. 이 시편을 inner span 6 mm, outer span 18 mm인 DT fixture에 장착하고, 재료시험기의 cross head speed 0.05 mm/min로 하중을 가하여 pop-in precrack을 만들었다 이 precrack의 길이는 염료침투방법에 의하여 측정하였다. Pop-in은 대략 110 N 전후의 하중에서 일어났다.

예비균열을 만든 다음의 파괴시험은, 준임계균열성장을 억제하기 위하여 20 mm/min의 빠른 cross head speed로 시행하였다. 시편의 두께에 따라 6~30번 파괴인성을 측정하였다.

3.4. SEPB법

이 방법은 굽힘시험시편에 예비균열을 만든 다음 굽힘장도를 측정하여 파괴인성을 구하는 것으로 일본에서 처음으로 규격화한 방법이다⁵⁾. 3 mm×4 mm×40 mm

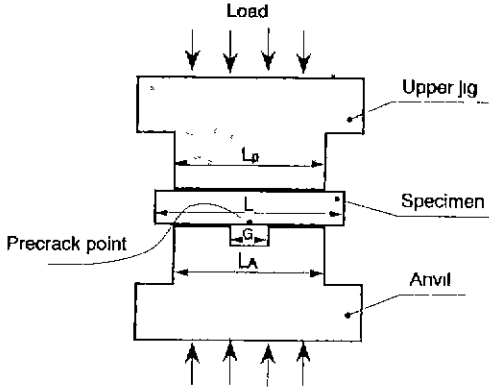


Fig. 2. Schematic of bridge indentation precracking technique.

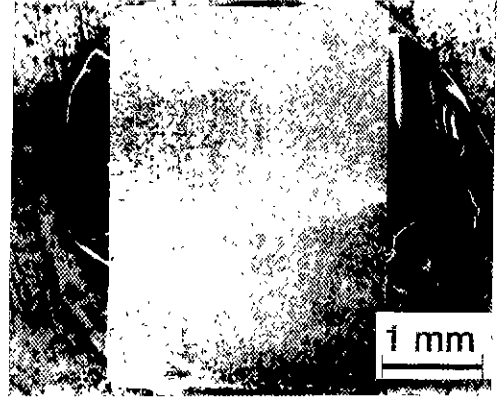


Fig. 3. Fracture surface of the SEPb specimen after flexure.

굽힘시험시편의 한 3 mm×40 mm 면에, Vickers 압자로 세 개 정도의 압입자국을 만들거나 또는 diamond blade로 notch를 만든 다음, Fig.2에서 보는 바와 같은 이른 바 bridge indentation에 의하여 예비균열을 만든다. 즉, 압입자국 또는 notch가 있는 부분을 anvil의 홈에 위치하도록 bridge indentation 지그에 시편을 배치한 후, 느린 속도로 하중을 가한다. 하중이 어느 이상으로 가해지면, 압입자국 또는 notch로부터, 음향방출(acoustic emission)과 함께 순간적으로 예비균열이 형성된다. 따라서, 예비균열의 형성 여부는 방출되는 소리를 듣거나, 이 소리가 작을 때에는 acoustic emission을 감지할 수 있는 센서를 지그에 부착하여 판단한다.

예비균열이 형성되면, 염료를 이 균열에 침투시켜 건조한 후, 예비균열이 형성된 면을 인장면이 되도록 배치하여 3점 굽힘시험을 한다. 파괴인성은 다음의 식 (8)에 의하여 구한다.

$$K_{IC} = (3PL / (2wt^2)) a^{1/2} Y(a/w) \quad (8)$$

여기서 P는 3점굽힘시험시의 파괴하중, L은 굽힘시험시의 span, w 및 t는 시편의 너비 및 두께, a는 예비균열의 길이이다. 굽힘시험시의 span이 30 mm, 시편의 너비가 3 mm인 경우, 0 < a/w < 0.6인 범위에서

$$Y(a/w) = 1.964 - 2.837(a/w) + 13.711(a/w)^2 - 23.25(a/w)^3 + 24.129(a/w)^4 \quad (9)$$

로 표시된다. 굽힘시험 후 파단면을 현미경으로 20배 이상 확대하여 관찰하면, Fig.3에 나타낸 것과 같이, 균열선단이 쉽게 구별된다. 예비균열의 길이(a)는 세 균대를 측정하여, 그 평균치를 취함으로써 구한다. Bridge indentation 후, 염료를 침투시키는 이유는 바로 예비균

열의 길이측정을 용이하게 하기 위한 것이다.

본 연구에서는 JIS R 1607에 준하여 파괴인성을 측정하였다. Bridge indentation을 위한 지그는 anvil의 홈(Fig.2에서 G)의 폭이 약 5 mm가 되도록 제작되었다. 굽힘시험 시편의 한 3 mm×40 mm 면의 중앙과 그 양 옆에 약 0.75 mm의 간격으로 세개의 Vickers 압입자국을 만들었다. 이때의 하중은 98 N으로 하였다. 이 시편을 bridge indentation 지그에 배치한 후, 0.05 mm/min의 cross head speed로 하중을 가하였으며, 980~1960 N의 하중에서 예비균열이 형성되었다. 예비균열의 형성은 소리를 감지하여 알아내었다. 예비균열의 형성여부를 귀로 들어 쉽게 알 수 있을 정도로 소리가 충분히 컸다. 염료를 침투시켜 건조한 후, span 30 mm의 fixture에 장착하여, 0.5 mm/min의 cross head speed로 3점 굽힘 시험하였다. 예비균열의 길이를 측정하기 위해서 파면을 SEM 관찰하였다.

3.5. Round robin test

쌍용중앙연구소, 한국과학기술연구원, 산업과학기술연구소, 대한중석광업(주) 기술연구원, 한국표준과학연구원의 참여하에 IF법과 IS법에 대하여 round robin test를 실시하였다. IF법은 현재 국내 대부분의 기관에서 파괴인성을 측정하기 위해서 사용하고 있는 방법으로, 이 방법으로 각 기관에서 측정하는 파괴인성 데이터들이 어느 정도의 서로 일치함을 보이는지를 평가하기 위하여 이 방법을 택하였다. IS법도 비교적 간편한 측정방법으로 IF법에 비해 각 기관에서 측정하는 파괴인성 데이터들도 서로 잘 일치할 가능성이 있어, 이를 확인하기 이 방법에 대한 실험을 하였다

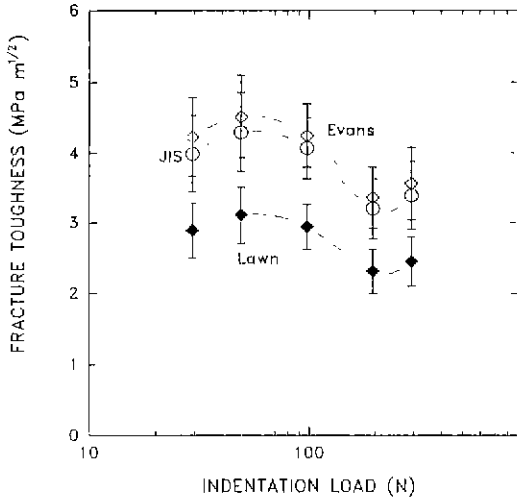


Fig. 4. Change of indentation fracture toughness as a function of indentation load.

시편을 각 기관에 각각 10개씩 배분하여 먼저 IS법에 의하여 파괴인성을 10번 측정하도록 하였다. 그 후, 부러진 시편조각을 이용하여 다시 IF법으로 10회 측정하도록 하였다. Vickers 압자의 압입은, IF법이나 IS법에서 모두 98 N의 하중으로 15초간 하도록 하였다. IF법으로 파괴인성을 측정하기 위한 시편의 연마는 diamond paste 1 μm까지 사용하여 하도록 하였다.

4. 결과 및 고찰

4.1. IF법

Fig. 4는 Vickers 압자의 압입에 의하여 형성된 균열의 길이로부터, 식 (3), (4), (5)에 의하여 계산한 파괴인성값을, 압입하중에 따라 나타낸 것이다. 사용한 식에 따라 파괴인성값이 상당히 다르게 구해지며 그 중에서도, Anstis 등의 식 (2)를 사용하여 계산한 값이 다른 두 식을 사용하여 계산한 값보다 현저히 작다.

이 결과는 균열의 길이가 같아도, 즉 파괴인성이 같아도, 계산된 값은 사용한 계산식에 따라서 서로 다를 수 있음을 보여준다. 따라서, 실험실간에 서로 다른 계산식을 사용할 경우, 얻어지는 파괴인성 데이터에 대한 신뢰성이 결여된다. IF법으로 측정하는 파괴인성 데이터에 대한 실험실간의 신뢰성을 확보하기 위해서는, 계산식을 서로 일치시켜야 한다. 앞서 설명한 바와 같이, Evans 등의 식이나 Anstis 등의 식은 DT법이나 DCB법에 의하여 보정된 상수를 포함하고 있다. 이에 비하여, JIS식에서는 이 보정상수를, 이론적 근거가 보다 명확한

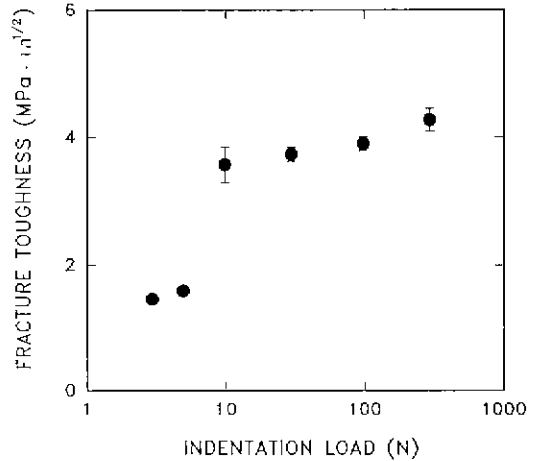


Fig. 5. Change of fracture toughness measured by indentation strength method as a function of indentation load.

SEP법에 의하여 보정하였다. 따라서 Anstis 등의 식보다는 JIS식을 사용하는 것이 파괴인성을 더 올바르게 측정할 수 있다고 본다.

Fig. 4에 파괴인성값과 함께 각 경우의 표준편차를 나타내었다. 이를 분산계수(표준편차/평균)로 나타내면 10.8~14.5%의 값을 가져 분산이 비교적 큰 것을 알 수 있다. 각각의 압입하중에서 구한 평균 파괴인성값으로 구한 전체평균은 3.79 MPa·m^{1/2}이고, 이때의 표준편차는 0.47 MPa·m^{1/2}, 분산계수는 약 12.4%이다. 즉 파괴인성값은 압입하중에 따라서도 비교적 큰 분산을 보인다. 이러한 결과들은 다른 압입하중을 사용할 때는 물론, 같은 압입하중을 사용하더라도, 측정된 파괴인성 데이터는 상당히 큰 분산을 보일 수 있음을 보여주고 있다. 따라서 이 IF법으로 측정된 파괴인성 데이터에 대한 신뢰도는 좋지 않다고 볼 수 있다.

4.2. IS법

Fig. 5는 IS법에 의하여 구한 파괴인성값과 표준편차를 압입하중에 따라 나타낸 것이다. 2.94 N 및 4.9 N에서는 각각 2번, 98 N에서는 10번, 그외의 압입하중에서는 5번씩 측정하여 나타낸 것이다. 압입하중이 9.8 N 이하일 때는 압입하중이 증가함에 따라 파괴인성값이 급격히 증가하였으며, 9.8 N 이상의 압입하중에서는 크게 증가하지 않았다. 압입하중이 증가함에 따라 균열의 길이가 증가하므로, 이 결과는 균열의 길이가 증가함에 따라 파괴인성이 증가하는 이른 바 R-curve 거동을 보여주는 것이다. 따라서 재료의 파괴인성특성을 평가하기 위해

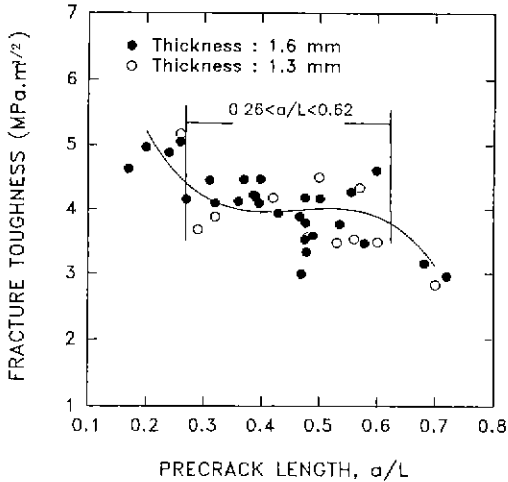


Fig. 6. Change of fracture toughness data determined by double torsion method with precrack length.

서는 파괴인성값이 포화되는 9.8 N 이상의 압입하중을 사용해야 할 것이다.

Fig. 5에 표시한 표준편차에서 분산계수를 계산하면 모든 하중에서 8% 미만이다. 특히 29.4 N 이상의 압입하중을 사용하는 경우에는, 분산계수가 5% 미만으로, 분산이 작은 데이터를 얻을 수 있다. 또, 9.8 N 이상의 4개 압입하중에 대한 평균파괴인성 데이터의 평균은 3.87 MPa·m^{1/2}, 그 표준편차는 0.3 MPa·m^{1/2}, 분산계수는 약 7.8%로 압입하중에 따른 파괴인성 데이터의 분산도 비교적 크지 않다.

4.3. DT법

Fig. 6은 두께가 각각 1.3 mm, 1.6 mm인 시편에 대하여 DT법으로 측정된 파괴인성 데이터를, 시편 길이(L)에 대한 예비균열길이(a)의 비, a/L에 따라 나타낸 것이다. 먼저, 시편의 두께에 따른 파괴인성 데이터는 큰 차이가 없다. 또, a/L이 약 0.26보다 작을 때에는 파괴인성값이 크게 나타났고, 약 0.62보다 클 때에는 반대로 파괴인성값이 작게 나타났다. 이와 같이 예비균열의 길이가 어느 값보다 작을 때 파괴인성값이 크게 측정되고, 어느 값보다 클 때 작게 측정되는 것은 이미 보고된 바와 일치한다^{6,7)}. 0.26 < a/L < 0.62인 범위에서 측정된 파괴인성 데이터의 평균은 3.95 MPa·m^{1/2}, 그 표준편차는 0.40 MPa·m^{1/2}, 분산계수는 약 10.2%이었다.

4.4. SEPB법

열개의 시편에 대하여 bridge indentation으로 예비균

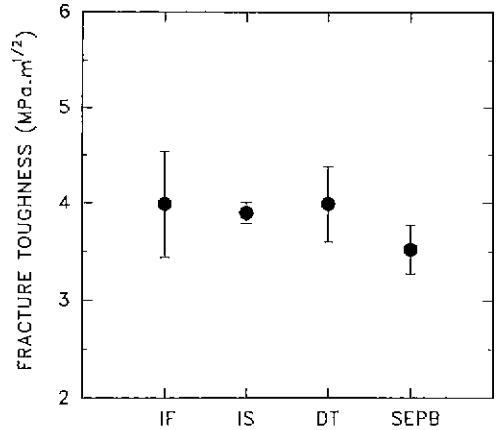


Fig. 7. Comparison of fracture toughness data determined by various methods. Data of IF and IS are for 98 N of indentation load.

열을 만들었다. 이 중 2개의 시편에서는 예비균열이 너무 길게 형성되었다. 즉, 이 두 시편에서는 시편의 두께에 대한 예비균열길이의 비(a/t)가 0.6보다 컸다. 이 시편들에 대하여는 식 (9)를 적용할 수 없기 때문에 식 (8)에 의하여 파괴인성을 계산할 수 없다. 이 두 시편을 제외한 나머지 시편들에 있어서는 a/t가 0.5~0.6이었다. a/t가 0.6보다 큰 두 시편을 제외한 나머지 8개의 시편들을 3점 굽힘시험하여 구한 파괴인성 데이터의 평균은 3.52 MPa·m^{1/2}, 그 표준편차는 0.25 MPa·m^{1/2}, 분산계수는 약 7.1%이었다.

4.5. 측정법에 따른 파괴인성값의 비교

Fig. 7은 각 방법으로 측정된 파괴인성값과 분산계수를 나타낸 것이다. IF, IS법의 값은 압입하중이 98 N일 때의 값이다. IF, IS, DT법으로 측정된 파괴인성 데이터는 서로 비슷한 반면, SEPB법으로 구한 파괴인성값은 이들보다 작다. 파괴인성 데이터의 분산은 IS법이 가장 작고, 그 다음이 SEPB법이며, IF법과 DT법은 서로 비슷하게 크다.

파괴인성을 측정하는 여러가지 방법 중에서 어느 것이 우수한지를 평가하는 기준은 정확성과 정밀성이다. 즉, 참값에 가까운 정확한 값을 얻을 수 있으면서도, 분산이 작은 값을 얻을 수 있는 방법을 우수하다고 할 수 있다. 파괴인성의 참값을 알 수 없기 때문에 어느 방법이 가장 참값에 가까운 측정치를 내는 방법인지는 알 수 없다. 다만, IF법 및 IS법은 이론적 근거가 미약한 경험적인 방법이기 때문에 정확하게 측정할 수 있는 방법이라고

Table 1. Round Robin Indentation Test Data

Institute	KRISS	A	B	C
2a (μm)	108.1 \pm 1.4	105.3 \pm 2.8	110.4 \pm 1.7	252.2 \pm 40.8
2c (μm)	340.8 \pm 22.7	373.3 \pm 13.7	405.4 \pm 15.5	358.0 \pm 43.3
Fracture toughness ($\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$)	4.07 \pm 0.44	3.44 \pm 0.24	3.18 \pm 0.21	8.72 \pm 0.23
Coefficient of variation (%)	10.8	7.0	6.6	2.6

Table 2. Round Robin Test Results for Fracture Toughness by Indentation Strength Method

Institute	KRISS	A	B	C	D
Specimen width (mm)	3.90 \pm 0.05	3.92 \pm 0.02	3.9*	3.97 \pm 0.02	3.97 \pm 0.01
Specimen thickness (mm)	2.92 \pm 0.05	2.93 \pm 0.01	2.9**	2.97 \pm 0.02	2.96 \pm 0.02
Fracture toughness ($\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$)	3.90 \pm 0.11	4.09 \pm 0.17	4.30 \pm 0.30	3.94 \pm 0.09	5.74 \pm 0.23
Coefficient of variation (%)	2.8	4.2	7.0	2.3	4.0

*Specimen width is assumed to be 3.0 mm for all specimens

**Specimen thickness is assumed to be 2.9 mm for all specimens

볼 수 없다. 또, DT칩도, 하중 모드가 순수한 인장 모드가 아니기 때문에 K_{Ic} 를 정확하게 측정할 수 있는 방법이라고 할 수 없을 것이다. 이러한 관점에서 볼 때, 이론적 근거가 명확하고, 하중이 인장 모드인 SEPB법이 가장 정확하게 파괴인성을 측정할 수 있는 방법이라고 볼 수 있다.

측정치의 분산정도를 나타내는 정밀성면에서 볼 때는 IS법을 가장 우수한 방법이라고 볼 수 있다. Fig. 7에서 보듯이 IS법으로 측정된 파괴인성 데이터의 분산계수는 불과 약 2.8%로 다른 방법에 비하여 현저히 작다. 측정치의 정밀성이 좋다는 것은 아주 큰 장점이다. 작은 수의 측정만 하여도, 그 측정값을 신뢰할 수 있기 때문이다.

4.6. 파괴인성 round robin test

Table 1은 먼저 IF법에 대한 round robin test 데이터이다. 압자압입자국의 대각선길이(2a)의 평균, 균열길이(2c)의 평균 및 이들로부터 식 (4)에 의하여 계산한 파괴인성의 평균값과 이들의 표준편차 및 분산계수를 나타내었다. 요청한 5개 기관 중 4개 기관이 round robin test에 참여하였다. KRISS 및 C 기관의 경우에는 원래 요청한 대로 10번 측정하여 얻어진 값들이며, A기관 및 B기관의 경우에는 원래 요청한 것보다 훨씬 많은 각각 40번 및 80번 측정하여 얻어진 값들이다.

KRISS와 A, B기관의 측정치는 비교적 비슷한 값을 보이나, C기관의 파괴인성치는 아주 높게 측정되었다. Table 1에 나타낸 각 기관별 압자압입 후의 균열크기를 보면 C기관의 측정치만이 다른 기관의 측정치보다 커,

2배 정도의 값을 보이고 있다. 다른 기관의 측정치와 비교하여 보면, 이는 압입자국의 대각선길이를 측정할 때, 현미경의 배율을 잘못 계산하였기 때문으로 보인다. C기관의 균열측정치를 반으로 하여 계산하면 다른 기관의 결과들과 일치한다.

C기관을 제외한 나머지 세 기관의 파괴인성 측정치들도 서로 상당한 차이를 보이고 있다. A, B기관의 측정치는 측정횟수가 각각 40, 80으로 요구한 10회보다 많았으며 그 결과 측정치의 분산계수가 다소 감소하였다. 세 기관에서의 평균파괴인성의 평균치는 $3.56 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 이고, 표준편차는 $0.46 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 이었고, 분산계수는 약 12.9%로 상당히 컸다.

기관마다 파괴인성의 측정치가 다른 이유는, 압입자국의 길이를 다르게 측정하거나, 균열의 길이를 다르게 측정하기 때문이다. Table 1에 나타낸 세 기관의 평균 압입자국의 길이에 대한 분산계수는 약 2.4%로 비교적 작다. 그러나 균열길이에 대한 분산계수는 약 8.7%로 이보다 훨씬 크다 따라서 각 기관에서 파괴인성이 다르게 측정된 주된 이유는 각 기관마다 균열의 길이를 다르게 측정하였기 때문이라고 볼 수 있다. 이는 현미경이나 사진상으로 균열의 끝을 판단하기가 어렵기 때문에, 측정하는 사람에 따라서 균열의 길이를 상당히 다르게 측정할 수 있기 때문이다.

Table 2는 IS법에 대한 round robin test 데이터이다. 모두 10개의 시험 데이터로부터 얻은 평균값, 그 표준편차 및 파괴인성값에 대한 분산계수이다. KRISS, A, C, D기관에서는 시편의 너비 및 두께를 소수점 미만 두

자리까지 측정하였으나, B기관에서는 이들을 각각 3.9 mm, 2.9 mm라고 가정하였다고 한다.

참여한 모든 기관에서 측정된 파괴인성에 대한 분산계수는 7% 이하로, IF법으로 round robin test하였을 때보다 데이터의 분산이 작다. 한편, D기관에서 측정된 파괴인성값은 다른 기관에서 측정된 값에 비하여 매우 컸다. 이는 압자압입 후의 굽힘강도 측정치가 타기관보다 높기 때문이다. 재료강도가 다른 기관에 비하여 비정상적으로 크게 나타나는 것은 재료시험기의 교정상태가 좋지 않기 때문인 것으로 생각된다.

D기관을 제외한 나머지 4개 기관중, B기관에서 측정된 파괴인성값은 다른 기관에서 측정된 것들보다 약간 크다. 이는 시편의 너비 및 두께를 각각 3.9 mm 및 2.9 mm라고 실제 크기보다 약간 작게 가정하였기 때문이다. B기관에서 사용한 시편의 너비 및 두께를 다른 기관들에서 사용한 시편에서와 같다고 볼 경우, 즉, 전체 시편의 평균 너비인 3.94 mm 및 2.95 mm와 각각 같다고 보는 경우, 평균 파괴인성값은 $4.14 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$, 표준편차는 $0.29 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 로, 다른 기관에서 구한 파괴인성 데이터와 일치정도가 향상된다. KRIS, A, B, C기관에서 측정된 평균파괴인성값의 평균은 $4.02 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$, 표준편차는 $0.12 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 이다. 평균파괴인성값의 분산계수는 약 3%로 각 기관에서 측정된 파괴인성값이 잘 일치한다.

5. 결 론

여러가지의 파괴인성 측정방법중에서 IF, IS, DT, SEPB법을 택하여 알루미늄의 파괴인성을 측정하고, 일어진 파괴인성 데이터들을 비교하였다. 네 방법중에서 IS법, DT법, JIS에 준한 IF법으로 측정된 파괴인성값들은 비슷하였으며, SEPB법으로 구한 파괴인성값은 이들보다 작았다. 또, IS법으로 98 N의 압입하중을 사용하여 측정된 파괴인성값의 분산계수는 약 2.8%로, 다른 방법으로 측정된 파괴인성값의 분산계수들 7.2~10.8%에 비하여 현저히 작았다.

또, IF법과 IS법을 택하여 국내 4~5개 기관의 참여하에 round robin test를 실시하였다. IF법과 IS법의 경우 모두 각각 어느 한 기관에서는 실험절차상의 오류로 인하여 나머지 다른 기관들에 비하여 턱없이 큰 파괴인성값을 보였다. 이 기관을 제외하는 경우에도, IF법으로 구한 나머지 기관의 파괴인성값의 분산계수는 약 12.7%로 비교적 컸다. 반면에 IS법으로 구한 각 기관의 파괴인성값의 분산계수는 약 3%로 매우 작았다. 이는 IF법으로 측정하는 경우 파괴인성값은 기관마다 상당한

차이를 보일 수 있고, 반면에 IS법으로 측정된 경우에는 파괴인성값이 각 기관에서 잘 일치할 수 있음을 의미하는 것이다.

현재 국내에서는 주로 IF법에 의하여 파괴인성이 측정되고 있다. 그 이유는 시험방법이 간단하기 때문이다. 그러나, IF법으로 측정하는 파괴인성값은 측정기관 사이에 큰 분산을 보이므로, 각 기관에서 구하는 파괴인성값에 대한 신뢰성 문제가 항상 제기될 수밖에 없다. 각 기관에서 IS법으로 파괴인성을 측정한다면, 이 IS법은 측정치의 분산계수가 작은 방법이기 때문에, 각 기관에서 구하는 파괴인성값들이 잘 일치할 것이다. 따라서 신뢰성이 확보될 수 있다. 더구나 이 IS법도, 물론 IF법보다는 덜 하지만, 비교적 시험방법이 간단하므로, 국내 각 기관에서 구하는 파괴인성의 상호 신뢰성을 위하여, 파괴인성을 IS법으로 측정할 것을 권장한다. 물론 이 IS법은, DT, SEPB, 혹은 DCB법에 의하여 보정된 보정상수를 포함하는 식을 사용하여 파괴인성을 구하는 반경험적인 방법이기 때문에, 이론적 근거가 명확한 SEPB법에 비하여 정확한 방법이라고는 할 수 없다. 이 IS법의 정확성을 향상시키기 위하여는, DT법이나 DCB법 대신, 보다 정확한 방법으로 알려져 있는 SEPB법을 사용하여 보정계수를 수정할 필요가 있다고 본다.

감사의 글

본 논문은 과학기술처 시행 1991년도 출연연구 및 특정연구의 결과의 일부이며, 연구비 지원에 감사를 드립니다.

REFERENCES

1. A.G. Evans and E.A. Charles, "Fracture Toughness Determined by Indentation," *J. Am. Ceram. Soc.*, **59**, 371 (1976).
2. G.R. Anstis, P. Chantikul, B.R. Lawn and D.B. Marshall, "A Critical Evaluation of Indentation Techniques for Measuring Fracture Toughness: I. Direct Crack Measurement," *J. A. Ceram. Soc.*, **64**, 533 (1981).
3. Testing Methods for Fracture Toughness of High Performance Ceramics, Japanese Industrial Standards, JIS R 1607, investigated by Japanese Industrial Standards Committee, 1990
4. S.M. Wiederhorn, "Subcritical Crack Growth in Ceramics," pp. 613-643 in *Fracture Mechanics of Ceramics*, Vol. 2, Ed. by R.C. Bradt, D.P.H. Hasselman and F.F. Lange, Plenum Press, New York, 1974.

5. P. Chanticul, G.R. Anstis, B.R. Lawn and D.B. Marshall, "A Critical Evaluation of Indentation Techniques for Measuring Fracture Toughness: II. Strength Methods," *J. Am. Ceram. Soc.*, **64**, 539 (1981).
6. B.J. Pletka, E.R. Fuller, Jr. and B.G. Koepke, "An Evaluation of double-torsion testing-Experimental," pp. 19-37 in *Fracture mechanics applied to brittle materials*, Ed. by S.W. Freiman, ASTM STP 678, 1979.
7. M.H. Leiwis and B.S.B. Karunarante, "Determination of High Temperature K_I-v data for Si-Al-O-N ceramics," pp. 13-32 in *Fracture Mechanics for Ceramics, Rocks, and Concrete*. Ed. by S.W. Freiman and E.R. Fuller, STP 745, ASTM, 1981.