

질화규소의 피로균열진전과 입자가교효과

유 성 근

나고야대학 재료기능공학과
(1996년 6월 19일 접수)

Bridging Effect and Fatigue Crack Growth of Silicon Nitride

Sung-Keun Yoo

Dept. of Mater. Sci. Eng., Nagoya Univ.

(Received June 19, 1996)

요 약

질화규소의 균열진전시험은 정적 및 반복하중하의 균열진전특성을 명확히 밝혔다. 일정 K값의 정적하중에서 균열진전속도는 균열진전증가와 더불어 감소하고 최종적으로는 정지하였다. 또 균열진전저항은 응력반복에 의해 크게 감소하였다. 특히 균열진전저항은 균열진전증가와 더불어 증가하였고, 증가속도는 정적하중보다 반복하중 하에서 훨씬 작았다.

ABSTRACT

Crack growth tests on silicon nitride have been made to clarify the crack growth characteristics under static and cyclic loading. Under constant K (K : stress intensity factor) static loading, the crack growth rate in silicon nitride decreases with increasing crack extension and is finally arrested. The crack growth resistance is largely reduced by the application of stress cycling and, though the crack growth resistance increases with increasing of crack extension, the increasing rate is much smaller under cyclic loading than under static loading.

Key words: Silicon nitride, Cyclic fatigue, Static fatigue, Bridging effect, Fatigue crack growth

1. 서 론

세라믹스의 피로현상에 관해서는 여러가지 연구^{1)~7)}가 되고 있고 피로거동은 금속과는 기본적으로 다른 시간 의존형 피로현상을 일으키는 것으로 알려져 있다. 그러나 균열진전거동에 관한 연구는 비교적 적고 일정응력하에서의 정적피로와 반복피로의 비교나 균열진전 때의 균열진전저항, 이를테면 Bridging 효과등 아직 통일된 견해가 얻어지지 않고 있다. 또 세라믹스의 균열선단 부근에는 Process zone(비선형탄성계수)이 생성되고 이것이 균열선단근방의 응력상태를 외부부하응력으로부터 차단하기 때문에 균열선단의 응력확대계수가 저하하고 세라믹스의 인성을 향상시키는 원인이 되는 것으로 보고⁸⁾되고 있다.

본 연구에서는 이 점에 주목하여 질화규소의 균열진전특성에 미치는 균열길이, 응력반복 등의 영향 등을 검토하고, 전보⁹⁾의 질화규소시험결과와 비교하였다. 또

세라믹스의 균열진전에 큰영향을 미친다고 생각되는 균열면간의 상호작용에 대하여 조사하기 위하여 SEM에 의한 균열진전경로의 관찰 및 균열열림하중의 부가시 및 제거시에 있어서 균열열림상태를 측정하여 Process zone의 존재 유무를 검토하였다.

2. 실험방법

실험에 사용한 재료는 질화규소2종류 및 glass로 그 특성값을 Table 1에 나타내었다. 가스압소결의 질화규소(질화규소 A)는 파괴원인이 되는 결함이 거의 없는 재료로 강도는 880 MPa 정도로 비교적 고강도이다. 상압소결의 질화규소(질화규소 B)는 평균 60 μm 정도의 Pore 형태의 결함을 다수 포함하고 있는 재료로 파괴는 통상이 결함으로부터 발생하고 있고 강도는 690~780 MPa 정도이다. 또 Glass는 일반적으로 이화학용으로 사용되고 있는 재료이다.

Table 1. Mechanical Properties of Materials

Material	Density (g/cm ³)	Young's Modulus (MPa)	Fracture Toughness (MPa√m)	Hardness	Bending Strength (MPa)
Borosilicate glass IWAKI 7740	2.23	6.3×10^4	0.77	418 (Knoop)	40~70
Silicon nitride-A EC 141	3.22	3.1×10^5	6.0	1530 (Vickers)	880
Silicon nitride-B SN 602	3.25	$2.8 \sim 3.0 \times 10^5$	6.4	1200 ~1600 (Vickers)	690~780

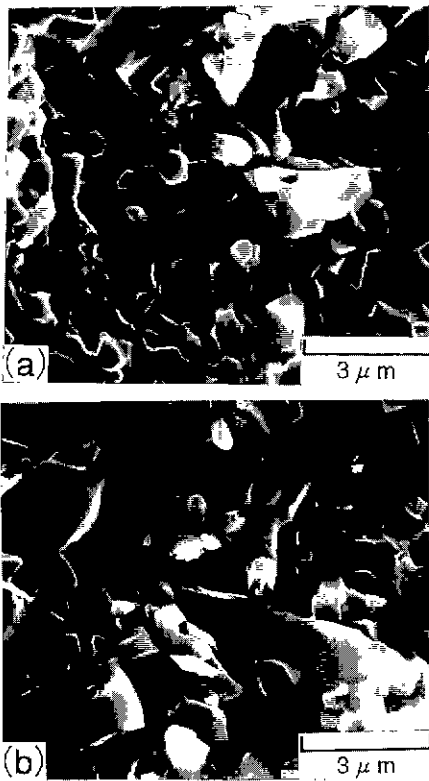


Fig. 1. Fractographs of the silicon nitride-A and B fractured under static loading.
(a) Silicon nitride-A (b) Silicon nitride-B

Fig. 1에 나타난 것과 같이 파면으로 관찰된 입경은 질화규소 A에서 1~2 μm, 질화규소 B에서 2~3 μm으로 질화규소 B가 질화규소 A보다 크고, 질화규소 B에는 길이가 15 μm 정도의 현저하게 조대한 결정립이 관찰되었다.

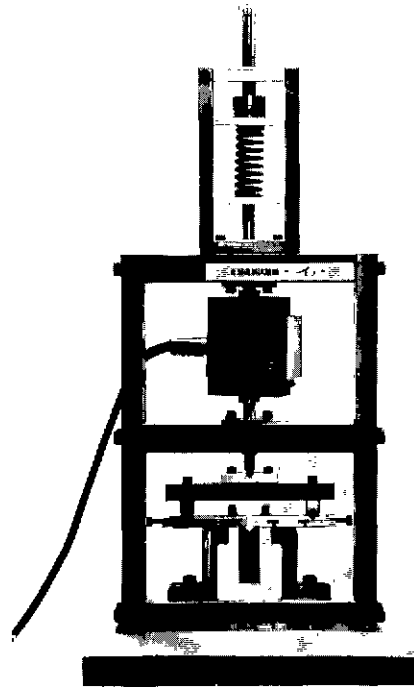


Fig. 2. Appearance of the test apparatus.

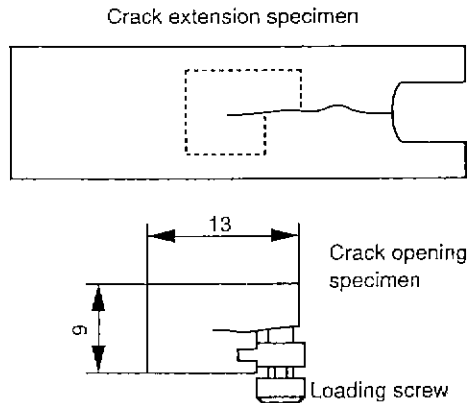


Fig. 3. Specimen for crack opening measurements.

균열진전시험은 Freiman¹⁰⁾에 의하여 제안된 CM (Constant Moment)법을 이용하였다. 이 장치의 외관을 Fig. 2에 나타내었고 하중부하의 모식도 및 예균열의 도입방법 등은 전보⁹⁾와 동일하므로 생략하였다.

균열선단의 관찰과 열림량의 측정을 위해 정적하중에 의해 균열진전시킨 시험편을 파단전에 시험장치에서 분리시키고 다이아몬드호일 저속절단기를 사용하여 Fig. 3과 같이 균열선단부근을 13 mm×9 mm 정도의 작은 시편으로 절단하였다. 균열열림상태의 측정은 먼저 하

중을 제거한 후 균열선단 0~2.5 mm 범위의 각 지점에서 고배율로 균열의 관찰 및 열림량을 측정하고, 다음에 작은 나사로 균열의 열림하중을 부가하고 재차 균열선단에서 부터 각지점의 열림량을 측정하였다.

3. 실험결과 및 고찰

3.1. 정적 및 반복하중에 의한 균열진전특성

질화규소 A 및 Glass에 대한 결과는 전보⁹⁾에 보고하였다.

Fig. 4는 질화규소 B에 있어서 일정 K값이 정적하중 때의 균열진전길이와 진전속도의 관계를 나타낸 것이다.

이 결과를 보면 균열이 진전하는 데 따라 진전속도가 저하하고, 어떤 길이만큼 진전한 후 최종적으로는 정지하는 경향을 보였고, 또 K값이 어떤 값 이상의 경우 균열은 최종파괴까지 진전을 계속하였다.

Fig. 5는 질화규소 B에 있어서 일정 K값이 반복하중 때의 균열길이와 균열진전속도와의 관계를 나타낸 것이다. 정적하중시험의 경우에는 균열이 진전하는 데 따라 균열진전속도가 저하하여 가고 어떤 길이만큼 진전한 후에 정지하는 경향을 보였으나, 반복하중시험의 경우 균열은 정지하지 않고 진전하고 있다. 이러한 정적 및 반복하중에 균열진전특성은 전보⁹⁾에 보고한 질화규소 A와 더불어 동일한 현상을 보였다.

이 같이 정적하중시험의 경우, 균열이 진전하는 데 따라서 진전속도가 저하하여 가고 최종적으로 정지해 버리는 것은 균열면간의 상호작용 등에 의해 균열진전과 더불어 균열진전저항이 증대해 가기 때문이며 또 반복하중시험의 경우는 이러한 균열면간의 상호작용이 감소하기 때문이라 생각된다.

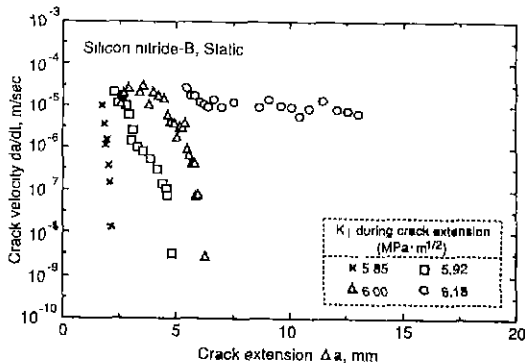


Fig. 4. Crack velocity as a function of crack extension in silicon nitride-B obtained from K_I constant crack growth tests.

질화규소 A, B의 평활시험편에 있어서 정적 및 반복하중시험결과를 이전¹⁰⁾에 보고하였다. 이 결과에 의하면 평활시험편에 있어서 질화규소 A의 피로강도는 응력반복의 영향을 받지 않음을 나타내었고, 질화규소 B는 응력반복에 의해 현저한 강도저하를 나타내었다. 이러한 결과는 질화규소 A의 경우 파괴발생부에는 특히 파괴발생원이라 생각되는 결함은 보이지 않았고, 파괴는 표면층의 입계 Glass의 응력부식균열에 의한 SCG에 의해 균열이 발생, 성장하여 파괴에 이른 것이라 생각되었다. 이것에 비해 질화규소 B의 경우 파괴는 보통 Pore 형태의 초기결합에서 균열이 진전되었을 것으로 추측할 수 있었다. 이같은 양자에 있어서 파괴발생기구의 차이가 질화규소 A, B에 보이는 응력반복의 영향이라 생각된다. 또 이같이 평활재시험편에서는 응력반복영향이 보이지 않던 질화규소 A의 거시균열진전특성은 Fig. 5에 나타낸 것같이 반복응력부하에 의해 현저하게 가속되는 것은 주목해야 할 것이라 생각된다. 이것은 질화규소 A와 같이 균열진전원으로부터는 초기결합이 없는 평활재의 수명추정은 거시균열의 진전거동으로는 불가능하고, 평활재의 한계균열길이 이하의 미소균열진전거동의 데이터가 불가결한 것을 나타내고 있다.

3.2. 균열열림거동과 Bridging

균열진전의 증가와 더불어 균열진전 저항의 증가와 반복부하에 있어서 균열진전속도의 증가는 Fairbank, Swanson, Lawn등^{11,12)}이 제안한 균열 Wake의 Bridging zone에 의한 것이다.

전보⁹⁾의 질화규소 A와 이번의 질화규소 B의 정적부하시험결과에서 알 수 있듯이 균열진전에 따른 균열진전저항이 증대하였다. 또 반복부하에서는 균열진전저항

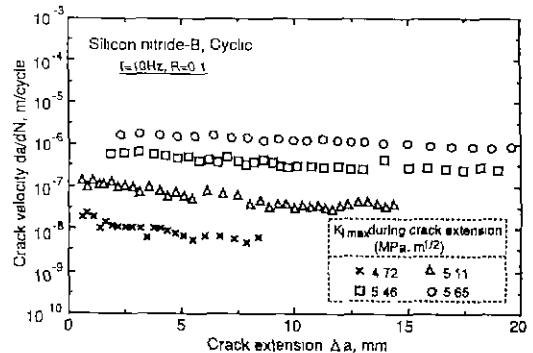


Fig. 5. Crack velocity as a function of crack extension in silicon nitride obtained from ΔK constant ($R=0.1$) cyclic crack growth tests.

이 저하하였고, 정적부하에서와 같이 균열진전과 더불어 균열진전저항이 증대하는 현상은 보이지 않았다. 한편 Glass의 경우도 정적부하에 있어서는 균열진전에 따른 균열진전저항의 증대는 보이지 않았고, 또 응력반복에 의한 진전가속현상도 보이지 않았다. 이 같이 질화규소 및 Glass의 균열진전특성과 부가하중을 제거했을 때 및 재부하시 균열열림, 균열단형상상황과의 관련에 대하여 조사할 목적으로 균열열림량을 측정된 결과를 Fig. 6~10에 나타내었다. 이 결과 Fig. 6에 나타낸 Glass의 경우 하중을 제거했을 때는 균열선단까지 완전히 닫히고, 재부하 때에는 균열선단에서부터 열려있는 것을 알 수 있다. Fig. 7은 질화규소 A의 정적하중에 의해서 진전된 균열열림상태의 측정결과이다. 질화규소 A의 균열은 하중을 제거한 상태에 있어서도 열려있고, 그 크기는 균

열선단으로부터 1 mm 정도의 위치에서 0.2~0.3 μm 정도이다. 열림하중을 부가하면 균열이 열리지만 하중부가에 의한 열림량을 보면 균열선단에서 0.2 mm 정도 열림량이 증가하지 않는 부분이 있다. 이 영역에서는 열림방향의 하중을 부가한 경우에 매우 큰 단형방향의 하중이 작용한다고 생각된다. Fig. 8은 질화규소 A의 반복하중에 의해서 진전된 균열의 열림상태의 측정결과이며 정적하중시험에서와 같이 균열선단부근에 열림량이 증가하지 않는 영역이 있다. Fig. 9, 10은 질화규소 B의 정적 및 반복하중에 의해 진전된 균열열림상태의 측정결과이다. 질화규소 B에 있어서의 균열도 질화규소 A의 균열과 같은 거동을 나타내고 있다. Fig. 7~10의 그림에서 하중 제거시 균열이 완전히 닫히지 않고, 재부하시에는 그대로 움직이지 않는 영역이 존재한다. 균열진

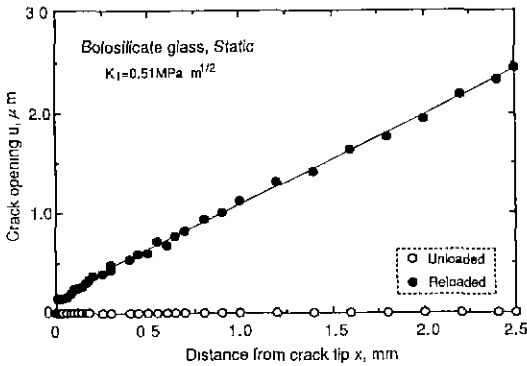


Fig. 6. Crack opening displacement at various distances from the crack tip under unloaded and reloaded conditions for a crack formed by a static load in bolosilicate glass.

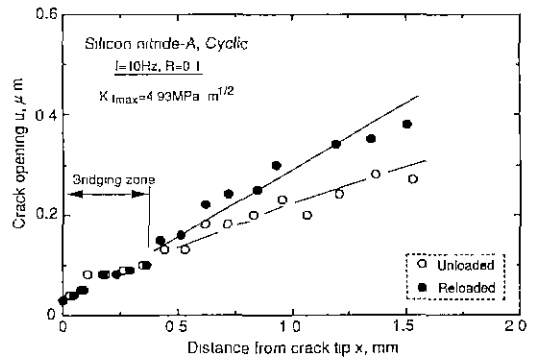


Fig. 8. Crack opening displacement at various distances from the crack tip under unloaded and reloaded conditions for a cyclic crack growth test on silicon nitride-A.

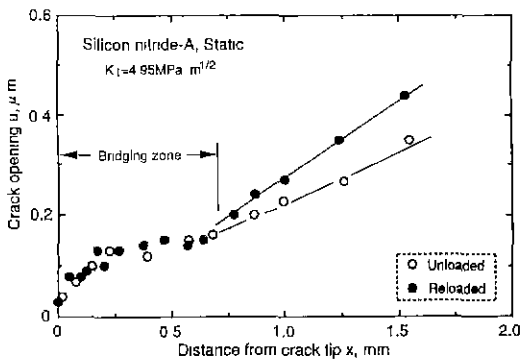


Fig. 7. Crack opening displacement at various distances from the crack tip under unloaded and reloaded conditions for a static crack growth test on silicon nitride-A.

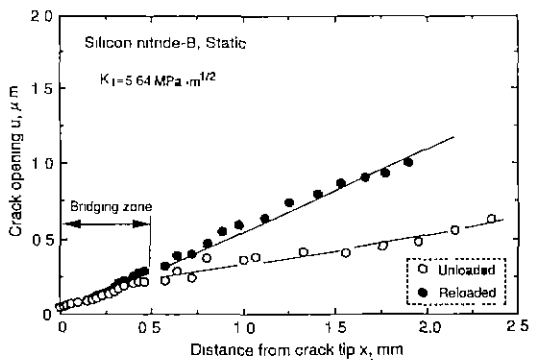


Fig. 9. Crack opening displacement at various distances from the crack tip under unloaded and reloaded conditions for a static crack growth test on silicon nitride-B.

전에 따른 균열진전저항의 증가는 입자의 Bridging 효과에 의한 것이라 생각된다. 이러한 저항력은 Bridging을 일으키고 있는 결정의 이탈을 가속하는 반복부하에 의해 감소한다고 생각된다. Fig. 7, 8 및 9, 10을 각각 비교하면 반복부하중의 경우 Bridging 영역의 크기가 정적부하중의 경우보다 작다. 이것은 균열진전에 있어서 균열진전저항은 정적부하중보다 반복부하중 때가 작고, 이 결과 균열진전속도는 정적부하중보다 반복부하중 때가 큰 것임을 알 수 있다. Fig. 11에 질화규소 A의 정적피로부하중에 있어서 균열선단부근의 SEM 관찰결과를 나타낸 것이다. 균열선단부근은 여러군데에서 균열면이 파단되지 않은 결정립에 의해 연결되어 있음을 알 수 있다. 균열선단부근의 재부하에 의해 열림량이 증가하지 않은 부분은 이 같은 상태로 되어 있는 것이라 생각된다. 이 같은 곳에는 Fig.

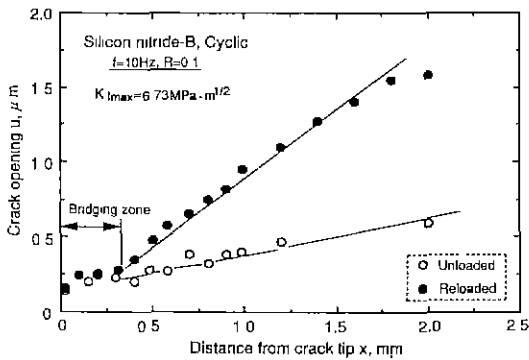


Fig. 10. Crack opening displacement at various distances from the crack tip under unloaded and reloaded conditions for a cyclic crack growth test on silicon nitride-B.

12와 같이 가늘고 긴 결정립이 상하의 균열면을 연결하고 있는 상태, 즉 Bridging를 일으키고 있다. 균열에 열림 방향의 하중이 작용하면 이러한 Bridging 상태의 결정립은 균열면을 닫힘방향으로 당겨 Bridging 응력이 발생하고 이것이 균열진전에 대한 저항으로 된다. Bridging 응력은 균열선단에서 후방으로 어떤 분포를 가지고 퍼져있고, 균열이 길수록 Bridging 응력의 총화가 크게 되어 균열진전저항이 크게 되는 것이라 생각된다. 이 같은 상태를 모식적으로 나타낸 것이 Fig. 13이다. Fig. 13 (a)가 Glass의 경우로 이것은 SEM 관찰에 의해서도 파면은 완전히 평탄하고 평활하여 파면간의 간섭은 전혀 없었다. 이것에 비하여 질화규소의 경우는 Fig. 13(b)의 모식도로 나타낸 것같이 균열선단부에는 상하파면이 다수의 결정립에 의해 연결된 영역이 있다. 이같은 부분은 한번 부하한 것만으로는 거의 움직이지 않으나, 반복부하를 받으면 차례로 결정립이 빠져나오고, 균열이 진전하지 않는 정도의 낮은 응력에서도 진전한다. 또 균열



Fig. 11. SEM photograph of the crack tip in silicon nitride-A.

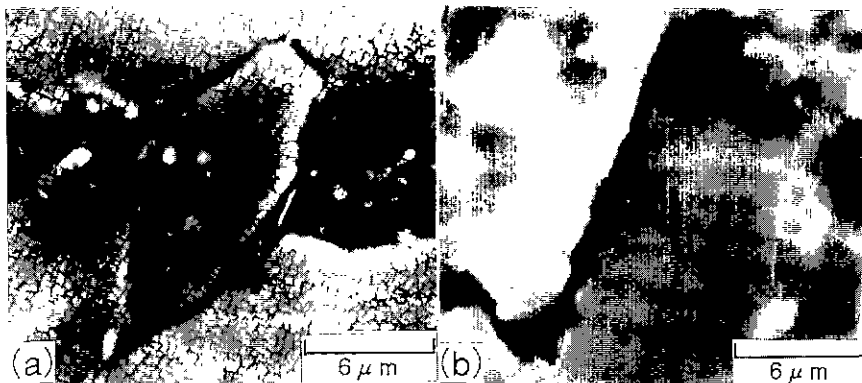


Fig. 12. Fractograph of the bridging in silicon nitride. (a) Silicon nitride-A (b) Silicon nitride-B

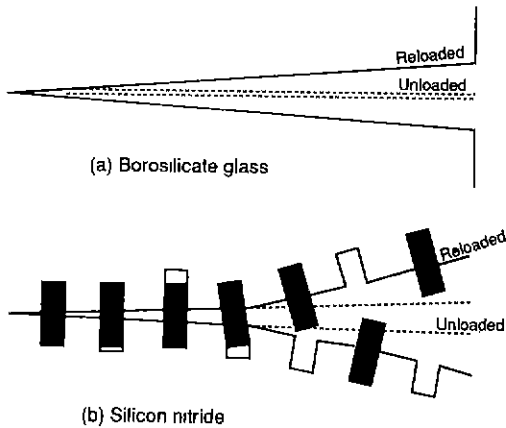


Fig. 13. Schematic illustrations of crack opening under unloaded and reloaded states.

진전에 따른 진전속도의 저하(진전저항의 증가)도 보이지 않으며 반복부하에 의해 진전이 가속되는 것은 이같은 기구에 의한 것이라 생각된다.

4. 결 론

1. 균열진전경로의 관찰결과, 질화규소의 균열은 복잡한 진전경로를 나타내고 있고, 가늘고 긴 형상의 결정립의 돌출 등에 의한 Bridging 현상을 보였다.

2. 균열열림상황의 측정결과, Glass의 균열은 하중을 제거한 상태에 있어서는 완전히 닫히고 균열열림방향으로 하중을 가하면 균열선단에서부터 열린다. 이것에 비하여 질화규소의 균열은 하중을 제거한 상태에 있어도 약간 열려있고 균열선단에서 0.2~0.5 mm 정도의 영역은 열림하중을 부가하여도 열림량이 증가하지 않는다. 이 영역에서는 열림방향의 하중을 부가한 경우 꽤 큰 단립방향의 하중이 작용하고 있다고 생각된다.

3. 1, 2의 결과로부터 Glass에서는 균열면간의 상호작용이 일어나지 않으나, 질화규소에서는 균열선단부근에 큰 Bridging 응력이 작용하는 영역이 있다고 생각된다. 반복응력이 작용하면 접촉면의 마찰에 의해 Bridging에서 벗어나기 쉽게 되고 이것이 반복응력에 의한 균열진전의 가속원인이라고 생각된다.

REFERENCES

1. A. Otsuka and H. Sugawara, "A Fractographic Study

on Glass and Silicon Nitride Fractured under Monotonic Tensile and Cyclic Tension-Compression Tests," *The Soc. of Mater. Sci. Japan*, **40**(453), 700 (1991).

2. H. Sugawara, A. Otsuka, Y. Ishihara, and T. Amano, "Static and Cyclic Fatigue Characteristics of Glass, Glass Ceramics and Silicon Nitride under Tensile and Tension-Compression Tests," *The Soc. of Mater. Sci. Japan*, **40**(454), 914 (1991).

3. T. Niwa, K. Urashima, Y. Tazima and M. Watanabe, "Effect of Crack Size on Fatigue Behavior in Silicon Nitride," *J. of the Ceramic Society of Japan*, **99**(4), 296 (1991).

4. S. Iio, T. Niwa, Y. Tazima and M. Watanabe, "Crack Propagation Behavior in Gas Pressure Sintered Silicon Nitride," *J. of the Ceramic Society of Japan*, **100**(2), 117 (1992).

5. H. Kishimoto, A. Ueno and H. Kawamoto, "Crack Propagation Characteristics of Sintered Silicon Nitride under Static and Cyclic Loads," *The Soc. of Mater. Sci. Japan*, **36**(409), 1122 (1987).

6. H. Kishimoto, A. Ueno and H. Kawamoto, "Influence of Wave Form and Compressive Loads on the Crack Propagation Behavior of Silicon Nitride under Cyclic Loads," *The Soc. of Mater. Sci. Japan*, **38**(433), 1212 (1986).

7. M. Takahashi, Y. Mutoh, H. Okamoto and T. Oikawa, "Long and Short Fatigue Crack Growth Behavior in Silicon Nitride," *The Soc. of Mater. Sci. Japan*, **40**(452), 588 (1991).

8. M. Sakai and R.C. Bradt, "The Crack Growth Resistance Curve of Non-Phase-Transforming Ceramics," *J. of Ceram. Soc. Japan*, **96**(8), 801 (1988).

9. 유성근, 오츠카 아끼오, "질화규소의 정적 및 반복하중에 있어서 균열진전특성," *한국요업학회지*, **33**(10), 1095 (1996).

10. S.W. Freiman, D.R. Mulville and P.W. Mast, "Crack Propagation Studies in Brittle Materials," *J. Mater. Sci.*, **8**, 1527 (1973).

11. P.L. Swanson, C.J. Fairbanks, B.R. Lawn, Y.W. Mai and B.J. Hockey, "Crack-Interface Grain Bridging as a Fracture Resistance Mechanism in Ceramics: I, -Experimental Study on Alumina-," *J. Am. Ceram. Soc.*, **70**, 279 (1987).

12. Y.W. Mai and B.R. Lawn, "Crack-Interface Grain Bridging as a Fracture Resistance Mechanism in Ceramics: II, -Theoretical Fracture Mechanics Model-," *J. Am. Ceram. Soc.*, **70**, 289 (1987).