

## 질화규소의 고온정피로거동

최 건 · 최배호 · 김기영\*

한국생산기술연구원 생산기반기술개발센터

\*한국기술교육대학 재료금속공학과

(1998년 9월 9일 접수)

## Elevated Temperature Static Fatigue in Silicon Nitride

Guen Choi, Bae-Ho Choi and Ki-Yong Kim\*

Materials Process Technology R&D Center, Korea Institute of Industrial Technology

\*Department of Metals and Materials Engineering, Korea Institute of Industrial Technology and Education

(Received September 9, 1998)

### 초 록

상압소결 질화규소에 대한 고온정피로 거동을 K-t(stress intensity/life test)법에 의해 조사하였다. 정피로 크랙 성장속도는 온도의 증가와 함께 증가한다. 온도의 증가에 따라 크랙성장속도가 증가하는 이유는 온도 증가에 따라 파괴인성치가 감소하기 때문으로 판명되었다. 즉, 정피로 크랙성장속도  $da/dt$ 를  $da/dt=AK_I^m$ 로 나타내면, 이 식의 정수 A는 파괴인성치의 함수이고, 지수 m은 온도나 파괴인성치에 관계없이 일정한 상수이다. 그러나 글래스상의 연화가 일어나는 고온의 경우 크랙성장속도는 이상의 관계로부터 벗어남을 발견하고, 그 이유에 대하여 고찰하였다.

### ABSTRACT

Elevated temperature static fatigue behavior of silicon nitride has been investigated by stress intensity/life test method. Static fatigue crack growth rate increases with the increase of temperature. Such tendency is found to be mainly related to the decrease of fracture toughness with the increase of temperature. That is, when static fatigue crack growth rate,  $da/dt$  is expressed by  $da/dt=AK_I^m$ , a constant A is a function of fracture toughness  $K_c$  and the exponent m is a constant which is independent of temperature or  $K_c$ . However, in the case of high temperature that glass phase is softened, the crack growth rate is found to be deviated from the above relation. This reason is, thus, discussed.

**Key words :** Static fatigue, Elevated temperatures, Silicon nitride, Fracture toughness, Stress intensity/life test

### 1. 서 론

정적하중 하에서 환경의 도움을 수반하는 시간에 따른 재료의 누적손상을 정피로라고 한다. 세라믹스의 경우 상온 대기 중에서의 정피로는 대기 중의 수분의 영향에 의해 일어나는 것으로 알려져 있다.<sup>1)</sup> 세라믹스의 정피로에 대해서는 오래 전부터 많은 연구가 행해지고 있지만, 세라믹스가 고온구조용재료로서 유력시되고 있음에도 불구하고, 정피로에 대한 연구는 주로 상온을 중심으로 행해지고 있고, 고온에서의 정피로거동을 조사한 보고는 그다지 많지 않다. 그것도 평활재나 압흔재를 이용한 수명시험이 주류를 이루고 있으며,<sup>2,3)</sup> 크랙성장거동을 파악할 수 있는 판통크랙재에 대한 연구는 매우 적

은 실정이다. 소수의 판통크랙재에 대한 연구는 정피로 거동을 이해하기 위한 것이라고 보다는 사이클피로를 이해하기 위한 보조적인 데이터를 얻기 위해 행해진 것이 대부분이다.<sup>4)</sup> 따라서 세라믹스가 고온구조용 재료로서 신뢰성을 확보하기 위해서는 고온에서의 정피로 크랙성장거동에 대한 체계적인 연구가 시급한 실정이다.

고온정피로 크랙성장거동에 대한 이해의 중요성에도 불구하고 이에 대한 연구가 적은 주된 이유 중의 하나는 실험상의 어려움이 크기 때문이라고 생각된다. 지금까지의 실험방법에 의하면 크랙성장거동을 파악하기 위해서는 크랙성장 길이를 측정할 필요가 있으나, 상온에서와 달리 고온에서 크랙성장 길이를 비교적 정확하게 측정한다는 것은 지극히 어려운 문제로 알려지고 있다. 이

리한 문제점을 해결하기 위하여 저자들은 크랙성장 길이를 측정하지 않고도 크랙성장거동을 파악할 수 있는 새로운 방법을 제안했다.<sup>5)</sup> 이 방법은 종전의 수명시험법을 응용하여 평활재 대신에 관통크랙재를 사용하여 응력과 파단수명과의 관계 대신에 응력확대계수와 파단수명과의 관계로부터 크랙성장속도를 구하는 방법으로 K-t(stress intensity/life test)법이라 명명하였다.

본 연구에서는 K-t법을 이용하여 구조용 세라믹스 재료로서 가장 유통시되는 질화규소를 사용하여 온도에 따른 정피로거동을 조사하였다. 또한 파괴인성치의 온도의존성을 조사하고 파면관찰을 행하여, 이들 결과와 정피로거동과의 상호관련성을 조사하였다. 이와 같이 관통크랙재를 사용하여 고온정피로 거동을 체계적으로 조사한 예는 찾아볼 수 없으며, 이런 의미에서 본 연구의 의의는 크다고 생각된다.

## 2. 실험방법

### 2.1. K-t법

일반적으로 정피로 크랙성장속도  $da/dt$ 는 다음과 같은 식으로 나타낼 수 있다.

$$da/dt = AK_I^m \quad (1)$$

여기서, A와 m은 정수이고, 식 (1)에서 응력확대계수  $K_I$ 는 다음과 같이 주어진다.

$$K_I = Y\sigma a^{1/2} \quad (2)$$

여기서, Y는 형상계수,  $\sigma$ 는 외부응력, a는 크랙길이이다. 식 (1)을 적분하면, 다음과 같은 식이 얻어진다.

$$a_f^{(2-m)/2} - a_i^{(2-m)/2} = [(2-m)/2][BY^m\sigma^m]t_f \quad (3)$$

여기서,  $a_f$ 는 파단 시의 크랙길이,  $a_i$ 는 초기크랙길이,  $t_f$ 는 파단수명이다. 일반적으로 세라믹스의 경우, m은 50보다 크기 때문에,  $a_i^{(2-m)/2} \ll a_f^{(2-m)/2}$  이다. 따라서, 식 (3)은 다음과 같이 쓸 수 있다.

$$t_f = B\sigma^{-m} \\ B = \frac{2a_f^{(2-m)/2}}{A(m-2)Y^m} \quad (4)$$

식 (4)는 일반적으로 평활재의 피로강도를 구하는데 이용되고 있다. 이 식으로부터 크랙성장속도를 구하기 위해서는 초기크랙길이와 일정해야 하고, 그 길이를 알 수 있어야 한다. 그러나, 현재까지 다수의 시험편에 대하여 일정한 길이의 초기크랙을 도입하기 위해서는 많은 시간과 노력이 요구되고 있다. 따라서 초기크랙길이

가 다른 경우에도 수명시험에 의해 크랙성장거동을 평가할 수 있는 시험법의 필요성이 제기된다.

식 (4)에서 응력대신에 응력확대계수를 도입하고 정리하면, 식 (4)는 다음과 같이 고쳐 쓸 수 있다.

$$t_f/a_i = CK_I^{-m} \quad (5)$$

여기서,  $C=2/[A(m-2)]$ 이다. 이 식으로부터,  $t_f/a_i$ 와  $K_I$ 의 관계를 알 수 있다면, 식 (1)에서의 정수m 값과 A 값을 구할 수 있다. 따라서 식 (5)를 이용하면, 크랙성장길이를 측정하지 않고도 수명시험으로부터 크랙성장거동을 파악할 수 있게 된다. 이와 같은 방법을 저자들은 K-t법이라고 부르고 있다. K-t법의 타당성은 실험적으로 증명되고 있다.<sup>5)</sup> 이상과 같은 이론적 실험적 결과를 바탕으로 본 연구에서는 고온정피로 거동을 K-t법에 의해 조사하였다.

### 2.2. 재료 및 시험편

본 연구에 사용된 재료는 소결조제로서 9몰%의  $Y_2O_3$ 와 3몰%의  $MgAl_2O_4$ 가 첨가된 상압소결 질화규소이다. 소결은 1750°C에서 행하였다(시료에 대한 자세한 사항은 참고문헌(1)과 (6)의 SSN-1재를 참조할 것). 시험편은 제작 코스트 및 크랙도입의 용이성을 고려하여, SEPB(single edge precracked beam)시험편을 사용했다. 시험편 사이즈는  $3 \times 7 \times 40$  mm이다. SEPB시험편에서의 크랙은 BI법(bridge-indentation method)에 의해 도입했다.<sup>7)</sup> BI법에 의해 도입된 크랙은 양면의 크랙길이의 차가 심하게 나는 경우가 많으나, 피로에 의해 크랙을 성장시키면, 양면의 크랙길이가 거의 같은 크랙을 얻을 수 있다. 본 연구에서는 BI법에 의해 도입된 크랙을 사이클 피로에 의해 성장시켜, 총 길이 2~3.5 mm의 크랙을 가진 시험편을 정피로 및 파괴인성 시험편으로 하였다.

### 2.3. 실험방법

정피로 시험은 외부스판 30 mm, 내부스판 10 mm의 4점 굽힘방식으로 행하였다. 피로시험기는 슈퍼칸탈로가 부착된 전기유압서보 피로시험기를 사용했다. 시험 온도범위는 상온에서부터 최고 1460 K였다. 응력확대계수  $K_I$ 는 다음 식으로부터 구하였다.

$$K_I = Y \frac{3P(L_1 - L_2)}{2BW^2} a^{3/2} \quad (6)$$

여기서,  $Y=1.99-2.4\alpha+12.97\alpha^2-23.17\alpha^3+24.80\alpha^4$ , P는 하중,  $L_1$ 는 외부스판,  $L_2$ 는 내부스판, a는 크랙길이, W는 시험편 두께, B는 시험편 폭,  $\alpha=a/W$  이다. 크랙길이는 광학현미경에 의해 양면의 크랙길이를 측정하여, 그 평

균치로 했다. 파괴인성시험에서의 하중속도는 2 MPa/sec이고, 파괴인성치는 식 (6)에 의해 구하였다. 각 온도에서 실험 후 파단면을 SEM에 의해 관찰하였다.

### 3. 실험결과

#### 3.1. 고온정피로 크랙성장거동

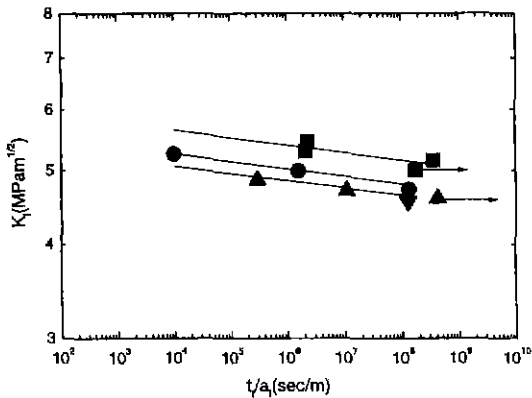


Fig. 1. Static fatigue lives at elevated temperatures obtained by stress intensity/life test method (equation 5): (■) room temperature; (●) 873K; (▲) 1073K; (▼) 1460K.

Fig. 1은 식 (5)에 근거하여, 상온, 873 K, 1073 K, 1460 K에서의 정피로크랙성장 거동을 나타낸 것이다. 그림에서 화살표는 시험편이 시험시간 내에 파단되지 않았음을 나타낸다. 그림으로부터 각 온도에서의 데이터는 직선관계에 있음을 알 수 있다. 이는 식 (5)의 타당성을 뒷받침한다. 각 온도에서의 직선의 기울기로부터 식 (5)의 지수 m 값을 얻을 수 있고, 따라서 각 온도에서의 정피로 크랙성장속도식을 구할 수 있다. 식 (1)과 (5)로부터 알 수 있듯이 직선이 저용력확대계수 측에 위치할수록 정피로 크랙성장속도가 빠름을 나타낸다. 따라서 이 그림으로부터 정피로 크랙성장속도는 온도의 증가에 따라 증가함을 알 수 있다. 1073 K 이하의 온도의 경우, 각 온도에서의 직선들은 거의 평행하다. 이는 온도에 따른 지수 m 값이 거의 같음을 의미한다. 그러나 1460 K에서 파괴인성치가 4.9 MPam<sup>1/2</sup>임을 감안하면 정피로에 의한 손상정도는 작음을 알 수 있고 다른 온도에서 보다 m 값이 클 것으로 생각된다.

#### 3.2. 파면

Fig. 2는 SEM에 의해 관찰된 각 온도에서의 정피로 파면을 나타낸 것이다. 1073 K 이하의 온도에서 파면은 주로 입계파괴형이고, 파면들 간에 큰 차가 없음을 알 수 있다. 이에 반하여 1460 K에서의 파면은 다른 온도

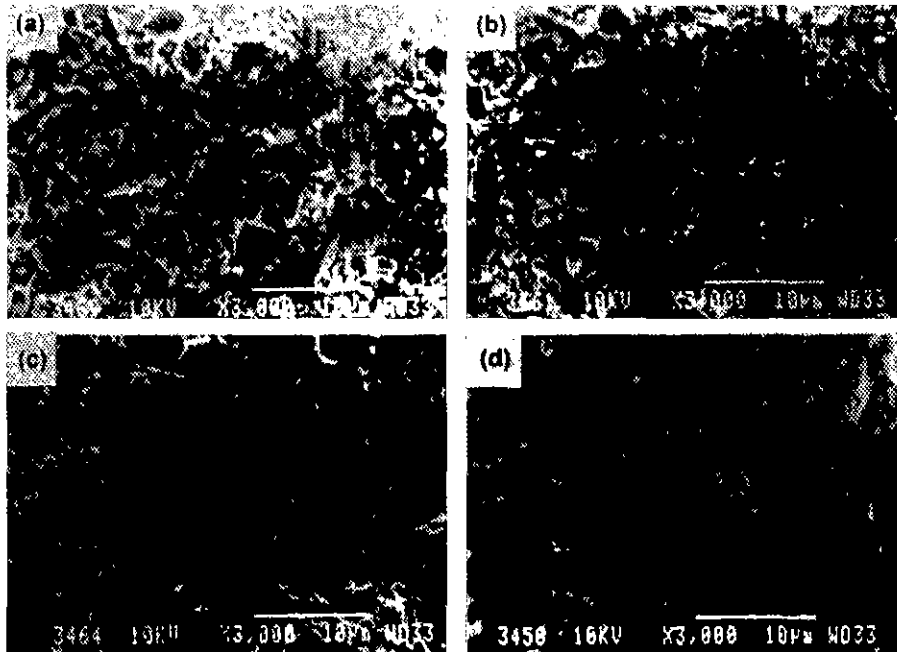


Fig. 2. Scanning electron micrographs of static fatigue fracture surfaces at elevated temperatures: (a) room temperature, (b) 873K, (c) 1073K and (d) 1460K.

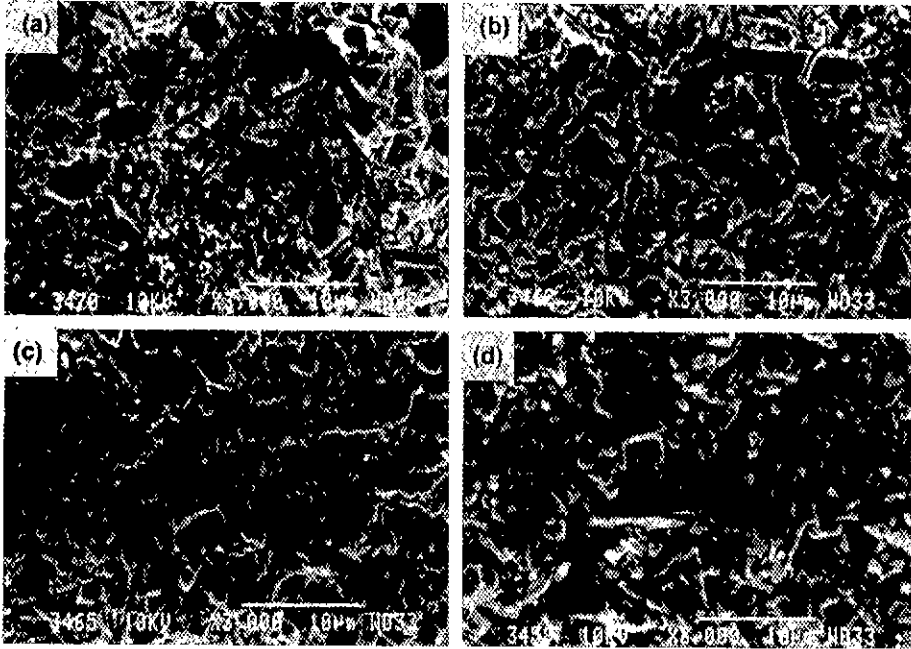


Fig. 3. Scanning electron micrographs of monotonic fracture surfaces at elevated temperatures: (a) room temperature, (b) 873K, (c) 1073K and (d) 1460K.

에서의 파면과 비교할 때 현저한 차가 있음을 알 수 있다. 파면은 글래스상으로 덮혀 있고, 조대입자 또는 파면에 수직에 가까운 입자들이 돌출된 형태를 취하고 있음을 알 수 있다. 돌출부의 선단은 1073 K이하의 경우 각진 모서리를 나타내지만, 1460 K의 경우에는 둥글거나 끝이 뾰족한 것도 관찰되었다. 이러한 결과들은 1460 K에서 글래스상의 연화가 일어남을 나타내고 있다.

Fig. 3은 SEM에 의해 관찰된 각 온도에서의 단순 파단면을 나타낸 것이다. 1073 K이하의 파면은 정피로 파면과 큰 차이가 인지되지 않는다. 그러나 1460 K에서의 파면은 조대결정립을 제외한 대부분의 결정립은 글래스상으로 둘러싸여 있음을 알 수 있다. 정피로 파면과 비교하면 정피로 파면의 경우 결정립의 상당수가 글래스상으로 덮여 결정립의 존재를 확인할 수 없는데 반하여, 단순 파단면은 대부분의 결정립의 존재가 확인되는 점에서 차이가 있다.

### 3.3. 파괴인성의 온도의존성

Fig. 4는 온도에 따른 파괴인성치의 변화를 나타낸 것이다. 파괴인성치는 온도의 증가와 함께 감소함을 알 수 있다. 파괴인성치는 온도에 따라 감소하는 경향이 있으나, 고온에서 파괴인성치가 증가한다는 보고도 있다. 고온에서의 파괴인성치는 하중속도에 따라 달라지며, 하중속도가 빠를 경우에는 파괴인성치가 증가하는 경향이

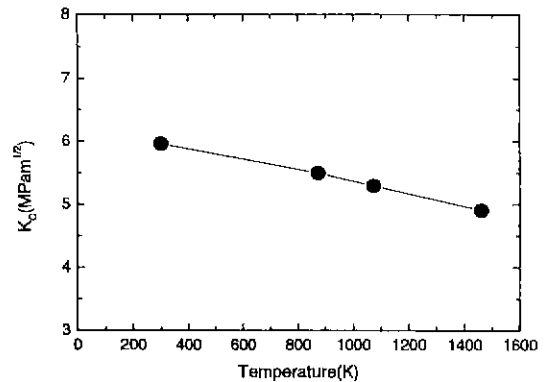


Fig. 4. Variation of fracture toughness with temperature.

있고 하중속도가 낮을 때는 온도에 따라 감소하는 경향을 나타낸다고 알려져 있다.<sup>8)</sup> Fig. 4로부터 본 연구에서와 같은 하중속도에서는 고온에서의 파괴인성의 증가는 일어나지 않음을 알 수 있다. 고온에서 파괴인성이 하중속도의 의존성을 나타내는 원인은 명확하지 않지만, 하중속도의존성이 고온에서만 나타나는 것으로 미루어 글래스상의 연화와 깊은 관련이 있는 것으로 생각된다.

## 4. 고 찰

크랙선단에서의 크랙의 실질적인 응력확대계수  $K_{Ic,mp}$ 은

주어진 하중 하에서 다음과 같이 주어진다.

$$K_{ip} = K_s - K_c \quad (7)$$

여기서  $K_s$ 는 응력차폐효과 성분이다. 온도상승에 따라  $K_s$ 가 감소한다면 온도증가에 따라 정피로속도가 커질 수 있다. 세라믹스에 있어서  $K_s$ 는 크랙편향, 마이크로 크랙, 입자가교 등에 의해 유발된다. 온도의 증가에 따라  $K_s$ 가 감소한다면, 정피로 크랙성장속도는 다음과 같은 식으로 나타낼 수 있다.

$$da/dt = B(K_{ip})^m = B(K_s - K_c)^m \quad (8)$$

Fig. 1에서 보았듯이  $da/dt$ 와  $K_I$ 의 대수관계는 직선관계이고,  $m$ 은 온도에 관계없이 거의 동일하므로,  $K_s = \beta K_I$ 의 관계가 성립될 것으로 기대된다. 여기서  $\beta$ 는 재료에 의존하는 상수이다. Dauskardt 등은 부분안정화 지르코니아에서 이와 같은 관계가 성립됨을 보고하고 있다.<sup>9)</sup> 따라서 식 (8)은 다음과 같이 고쳐 쓸 수 있다.

$$da/dt = B(1 - \beta)^m (K_c)^m \quad (9)$$

정상상태에서의 파괴인성치  $K_{c0}$ 는

$$K_c = K_0 + K_s = K_0 + \beta K_c \quad (10)$$

여기서  $K_0$ 는 응력차폐효과가 0인 경우의 파괴인성치이다. 식 (10)으로부터  $(1 - \beta) = K_0 / K_c$  이므로, 식 (9)는 다음과 같이 쓸 수 있다.

$$da/dt = B(K_0)^m (K_c / K_0)^m \quad (11)$$

이상과 같은 관계가 성립된다면  $da/dt$ 와  $K_I / K_c$ 의 관

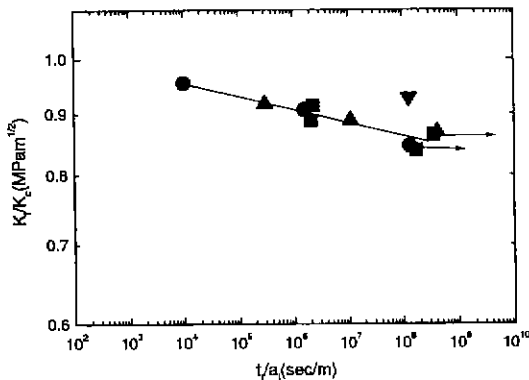


Fig. 5. Static fatigue lives at elevated temperatures plotted as a function of the normalized stress intensity from equation 11: (■) room temperature; (●) 873K; (▲) 1073K; (▼) 1460K.

계로 정리할 때 Fig. 1에서의 각 온도에 따른 데이터들은 하나의 곡선 상에 놓여야 한다. Fig. 5는 식 (5)와 (11)에 근거하여,  $t/a$ 와  $K_I / K_c$ 와의 대수관계를 나타낸 것이다. 그림으로부터 1073 K 이하의 정피로 데이터는 거의 하나의 직선 상에 놓임을 알 수 있다. 이상으로부터 1073 K이하의 온도에서 온도에 따른 정피로 크랙성장속도의 증가는 온도의 증가에 따른  $K_c$ 의 감소에 기인한다고 결론지을 수 있다.

이에 반하여, 1460 K와 같은 고온에서의 정피로 크랙성장 데이터는 동일 직선 상에 놓이지 않음을 알 수 있다. 1460 K에서의 데이터가 직선 상부에 놓인다는 것은 이 온도에서 정피로 크랙성장속도를 지체시키는 기구가 존재함을 의미한다. Fig. 2와 3으로부터 1460 K에서는 1073 K이하의 온도에서와 달리 글래스상의 연화가 일어나고, 파면사이에도 상당한 차이가 있음을 알 수 있다. 뿐만 아니라 1460 K에서의 정피로파면과 단순파면 사이에도 차이가 존재한다. 이는 1460 K에서의 정피로 기구가 단순파피 기구 뿐만 아니라 상온정피로 기구와도 다름을 시사한다.

글래스상의 연화가 일어나는 고온에서는 글래스상에 의한 크랙수복(crack healing)현상이 일어나고, 크랙수복에 의해 사이클피로 수명의 증가 또는 사이클피로 크랙성장속도의 감소가 일어난다고 보고되고 있다.<sup>310)</sup> 정피로에 대한 크랙수복효과는 명확하지 않지만, 크랙수복 속도가 크랙성장 속도보다 큰 경우 정피로 크랙성장속도가 작아질 가능성이 있다. 한편, Ogawa 등은 글래스상의 연화와 관련된 고온정피로크랙성장기구를 제안하고 있다.<sup>10)</sup> 즉 글래스상을 포함하는 세라믹스의 경우 특정 온도 이상에서 우선 글래스상의 연화에 의해 입계공공이 발생하고 이들이 성장하여 미소크랙이 형성되고, 주크랙은 이들 미소크랙의 합체에 의해 성장한다. 크랙성장이 이러한 기구에 의해 일어난다면 온도의 증가와 함께 미소크랙 발생영역의 확대가 예상되고, 그 결과 크랙경로는 온도의 증가에 따라 구불구불해지는 정도가 심해질 수 있다. 크랙의 성장경로가 구불구불해질수록 크랙선단에서의 유효응력확대계수가 증가하게 되고 그 결과 결보기 응력확대계수가 증가할 수 있다. 이러한 크랙성장거동의 증거로 파면의 요철이 온도의 증가와 함께 현저해 짐을 제시하였다.<sup>10)</sup> 이상의 보고들은 고온에서 글래스상의 연화가 일어나면 고온정피로 거동이 달라질 수 있음을 나타내고 있다.

이상으로부터 Fig. 5에서와 같이 1460 K에서의 정피로 데이터가 직선으로부터 벗어나는 이유는, 1460 K에서는 1073 K 이하의 온도에서와 달리 글래스상의 연화가 일어나고 이것이 정피로에 영향을 미치기 때문으로 생각된다.

## 5. 결 론

상압소결 질화규소에 있어서의 고온정피로크랙성장 거동, 고온파괴인성을 조사하고 파면관찰을 행하여 이들의 상호관련성을 조사한 결과는 다음과 같다.

1. 정피로 크랙성장속도는 온도의 증가와 함께 증가하는 경향이 있다.

2. 파괴인성치는 온도의 증가와 함께 감소하는 경향이 있다.

3. 1073 K이하의 온도에서의 정피로 파면은 주로 입계파괴형이고, 글래스상의 연화흔적이 발견되지않지만, 1460 K에서의 정피로 파면은 글래스상으로 덮혀 있는 것으로 미루어 이 온도에서 글래스상의 연화가 일어남을 뒷받침한다.

4. 1073 K이하의 온도에서 온도 증가에 따른 정피로 크랙성장속도의 증가는 온도 증가에 따른 파괴인성치의 감소에 기인함이 발견되었다. 그러나 1460 K에서의 정피로 거동은 온도의 증가에 따른 파괴인성치의 감소만으로는 설명되지 않았다. 이는 1073 K 이하의 온도에서와는 달리 1460 K에서는 글래스상의 연화가 일어나고, 이것이 정피로에 영향을 미치기 때문으로 생각된다.

## REFERENCES

1. G. Choi and S. Horibe, "Static Fatigue in Ceramic Materials: Influences of an Intergranular Glassy Phase and Fracture Toughness," *J. Mater. Sci.*, **28**, 5931-5936(1993).
2. Y. Kubota, M. Ashizuka and E. Ishida, "Static Fatigue and Fracture Toughness of Mullite Ceramics at 1200°C," *J. Ceram. Soc. Japan*, **102**(9), 805-809(1994).
3. H. Hohjo, A. Yamada and K. Saruki, "Fatigue Strength of Silicon Nitride Ceramics at High Temperatures," *J. Soc. Mat. Sci. Japan*, **44**(496), 129-132(1995).
4. L. Ewart and S. Suresh, "Elevated-Temperature Crack Growth in Polycrystalline Alumina under Static and Cyclic Loads," *J. Mater. Sci.*, **27**, 5181-5191(1992).
5. G. Choi, S. Horibe, B. H. Choi and K. Y. Kim, "The Evaluation of Cyclic Fatigue Crack Growth Rate by Stress Intensity/Life Test in Silicon Nitride," *J. Mater. Sci. Lett.*, **17**, 797-799(1998).
6. G. Choi, S. Horibe and Y. Kawabe, "Cyclic Fatigue in Silicon Nitride Ceramics," *Acta metall. mater.*, **42**(4), 1407-1412(1994).
7. T. Nose and T. Fujii, "Evaluation of Fracture Toughness for Ceramic Materials by a Single-Edge-Pre-cracked-Beam Method," *J. Am. Ceram. Soc.*, **71**, 328-333(1988).
8. Japanese Industrial Standards Committee, "Testing Method for Fracture Toughness of Fine Ceramics at Elevated Temperatures (JIS R 1617)," Published by Japanese Standards Association, Tokyo(1994).
9. R. H. Dauskardt, D. B. Marshall, and R. O. Ritchie, "Cyclic Fatigue-Crack Propagation in Magnesia-Partially-Stabilized Zirconia Ceramics," *J. Am. Ceram. Soc.*, **73**(4), 893-903(1990).
10. T. Ogawa, M. Hirose and K. Tokaji, "Behavior and Test Method of Subcritical Crack Growth at Elevated Temperature in Ceramics," *J. Ceram. Soc. Japan*, **102**(5), 494-498(1994).