한국공작기계공학학회지 제7권 제4호 pp.55~60 2003년 11월

플라즈마 용사코팅강재의 피로균열성장에 미치는 강화열처리의 영향
Effect of Heat Treatment on Fatigue Crack Growth of Plasma-Sprayed Coating Steels

김귀식 · 현창해 · 김영식
G. S. Kim, C. H. Hyun and Y. S. Kim

Key Words : Plasma Spray(플라즈마 용사), Bond Coating(중간층 코팅), Fractography(파단면 관찰), Fatigue Crack Growth(피로균열성장), Heat Treatment(열처리), Ceramic Coating(세라믹 코팅)

Abstract : This paper is to investigate the fatigue crack growth of plasma-sprayed coating steels according to heat treatments. The experimental materials are carbon steels(substrate: S45C) with plasma-sprayed coating layers of Ni-4.5%Al and TiO_2. The fatigue test is conducted on compact tension specimen by a servo-hydraulic fatigue testing machine. The specimens are heat-treated at 400℃ and 800℃, respectively. Loading condition is a constant amplitude sinusoidal wave with a frequency of 10Hz and a load ratio of 0.1. The fatigue crack growth length is automatically measured by a compliance method. In the case of non-heat treated specimens, the fatigue crack growth rates of both substrate and coating specimen are almost same. The crack growth rates of substrates and coating steels by heat treatment are larger than those of the non-heat treated one, because the ductile property increase by heat treatment. In $\Delta K < 18MPa \cdot m^{1/2}$, the crack growth rates of the heat-treated specimens are slightly faster than non-heat treated one. But the both heated and non-heated one are almost same in $\Delta K > 18MPa \cdot m^{1/2}$.

1. 서 론

용사법은 소재형상의 제약이 적고, 두꺼운 피막형성이 용이하며, 설비 구성이 간단하고, 모재의 형상이나 치수에 크게 제약을 받지 않으며, 용사열에 의한 모재의 변형이 적고, 설비 및 공정이 간단한 장점을 가지고 있으므로 공업적으로 폭넓게 응용이 가능한 방법이다.

그러나, 용사재는 용사열의 영향으로 모재에 열응력이 발생할 수 있고, 코팅재와 기재의 물성차로 인한 낮은 결합력에 의해 기계적 특성이 저하될 수 있다[1]. 특히 고온에서 작동되는 기계 및 설비부분에서는, 열변형이 생겨 코팅층의 개면박리가 일어날 수 있다[2]. 이러한 결합력의 저하와 열응력의 감소를 위하여 중간층(bond coating)을 삽입하거나 강화열처리를 하여 결합력을 향상시키는 방법이 연구되고 있다[3].

기계구조용 부재에 용사코팅을 실시한 경우 필연적으로 피로하중을 받게 되므로 코팅재의 신뢰성 및 내구성 평가를 위해 그 피로특성의 파악이 절실히 요구된다. 그러나 현재로서는 용사코팅재의 강도설계에 반영할 수 있는 피로특성에 대한 연구는 충분하지 않은 상황이다[4,5].

이에 본 연구에서는 중간층 삽입과 강화열처리를 행한 용사재의 피로특성을 파악하기 위하여, 기계구조용 탄소강 S45C를 기재(substrate)로 하여 중간층 삽입용 분말 Ni-4.5%Al과 산화물계 세라믹 TiO_2를 상압 플라즈마 용사법에 의해 코팅을 하고, 400℃와 800℃로 열처리한 코팅강재의 피로균열성장 특성을 검토하였다.

접수일 : 2003년 7월 21일
김귀식(책임저자) : 제주대학교 기계에너지생산공학부
E-mail : kimgusi@cheju.ac.kr
현창해 : 제주관광대학 메카트로닉스 계열
김영식 : 부경대학교 기계공학부

2. 재료 및 방법

2.1 시험편

본 실험에 사용한 기재는 기계구조용 탄소강 S45C

이며 그 화학 성분을 Table 1에 나타낸다. 시험편은 Fig. 1에 나타낸 ASTM E647-91의 표준 CT시험편이다. 코팅은 기재의 표면을 블라스팅을 한후 플라즈마 용사장치를 이용하여 Table 3의 용사조건으로 실시하였다. 코팅재료는 Table 4에 나타낸 TiO_2와 Ni-4.5Al을 사용하였다. 코팅층의 두께는 본드코팅은 약 100㎛, 세라믹코팅은 약 150㎛로 하였다. 중간층의 유무와 열처리조건에 따라 Table 2에 나타낸 12종류의 시험편을 제작하였다. Fig. 2는 상온과 800℃ 열처리시의 응력-변형률선도를 나타낸 것이다. 상온에서 항복응력은 400MPa, 연신율은 약 27%이며, 열처리시의 항복응력은 280MPa이며 연신율은 약 33%이다. 열처리 하였을 때 극한강도가 저하되고 연신율은 증가하고 있다.

Table 1 Chemical composition of S45C (wt.%)

C	Si	Mn	P	S
0.464 ~0.470	0.246 ~0.251	0.770 ~0.774	0.0154 ~0.0162	0.00693 ~0.00835

Table 2 Test specimens

Specimens	Coating materials	Heat temp.(℃)	Heat treatment
SUB	Substrate	Room temp.	As received
SUB400		400	Annealing
SUB800		800	Annealing
SUB800F		800	Normalizing
BOND	Ni-4.5%Al	Room temp.	As received
BOND400		400	Annealing
BOND800		800	Annealing
BOND800F		800	Normalizing
TOP	Ni-4.5%Al & TiO_2	Room temp.	As received
TOP400		400	Annealing
TOP800		800	Annealing
TOP800F		800	Normalizing

Table 3 Plasma spraying conditions

Condition / Powder	Powder feed unit		Plasma gas (MPa)		DC (A)	DC (V)	Spray dis. (mm)
	Flow meter (m^3/h)	Feed rate (g/min)	Ar	H_2			
TiO_2	0.38	53	0.55	0.10	500	70	100
Ni-4.5wt.%Al	0.38	68	0.55	0.10	500	70	150

Table 4 Spraying powders

Powder	Typical composition	Typical size range	Melting point
Ni-4.5wt.%Al	Aluminum 4.5% Nickel balance	170 ~ 325 mesh	660℃
TiO_2	Titanium dioxide 99% minimum	10 ~ 270 mesh	1920℃

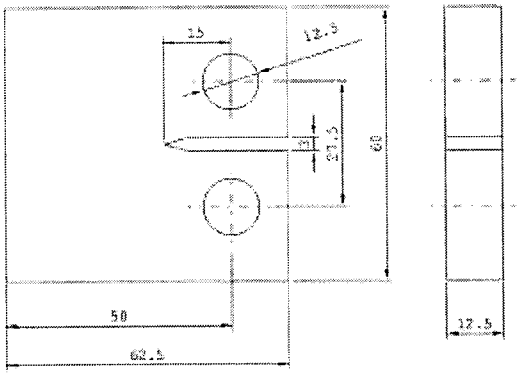


Fig. 1 CT specimen (unit : mm)

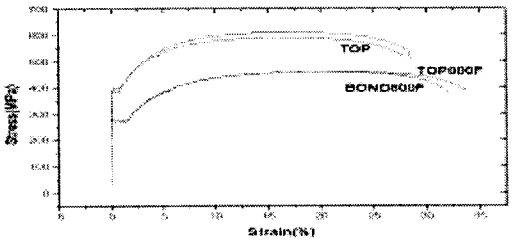
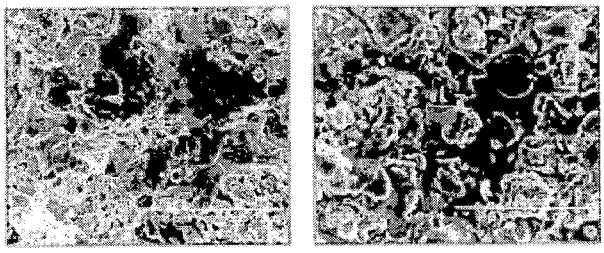


Fig. 2 Stress-strain curves

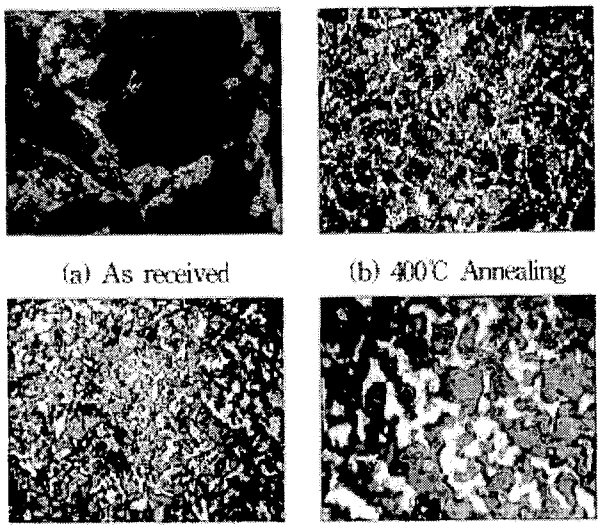


(a) BOND (b) TOP

Fig. 3 SEM images of coated surface

Fig. 3은 용사층 표면의 SEM사진을 나타낸다. (a)는 BOND코팅 표면을 나타내고 (b)는 TOP코팅 표면을 나타낸다. 코팅면은 기공 혹은 결함이 없이 양호한 코팅상태를 나타낸다. Fig. 4는 기재의 열처리온도에 따른 조직을 나타낸다. (a)는 상온에서의 조직으로 퍼얼라이트 조직이 페라이트보다 많다. (b)는 400℃

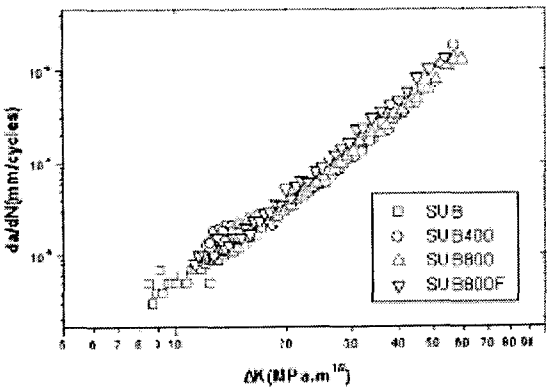
Annealing의 경우로 상온의 경우에 비해 페라이트가 증가하고 있다. (c)는 800℃ Annealing경우인데 페라이트가 (a), (b)에 비해 증가하고 있다. (d)는 800℃ Normalizing경우로 페라이트와 퍼얼라이트 조직이 조대화 함을 보인다. 따라서 열처리 온도가 높아지면 페라이트 생성량이 많아지므로 기재는 연성이 증가함을 알 수 있다.



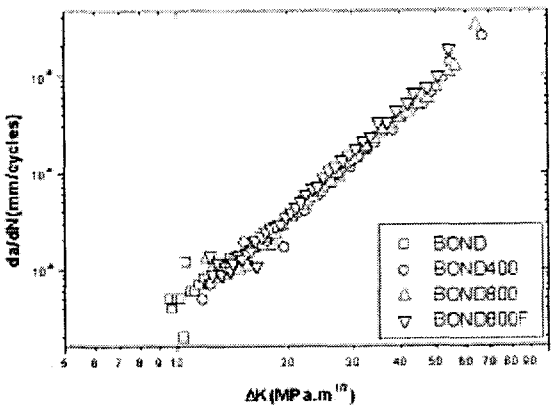
(a) As received (b) 400℃ Annealing

(c) 800℃ Annealing (d) 800℃ Normalizing

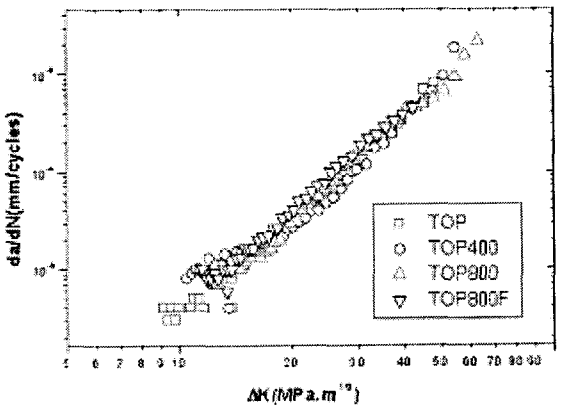
Fig. 4 Microstructures of S45C steels



(a) SUB



(b) BOND



(c) TOP

Fig. 5 Relationships between crack propagation rate and stress intensity factor range

2.2 실험방법

시험기는 전기유압식 피로시험기(Shimatsu Co.)를 사용하였다. 피로균열 길이는 제하탄성 컴플라이언스 법에 의하여 자동 측정하였다. CT시험편의 노치부는 방전가공하였으며, 노치형상이 균열성장에 미치는 영향을 제거하기 위하여 노치선단에서 5mm 예비균열을 생성시켰다.

부하방식은 하중일정 방식으로 하였으며 주파수 f=10Hz, 응력비 R=0.1의 정현파형으로 피로균열성장 시험을 행하였다. 응력확대계수범위 ΔK는 아래의 식을 이용하여 구하였다.

$$\Delta K=\frac{\Delta P}{B\sqrt{W}}\frac{(2+\alpha)}{(1-\alpha)^{3/2}}(0.886+4.64\alpha-13.32\alpha^2+14.72\alpha^3-5.6\alpha^4)$$

3. 결과 및 고찰

3.1 강화열처리 온도에 따른 균열 성장 특성

Fig. 5에 동일 재료에 대한 강화열처리의 영향을 비교하기 위해 열처리온도에 따른 균열성장속도 da/dN과 응력확대계수범위 ΔK와의 관계를 나타낸다.

우선 Fig. 5(a)는 기재에 대한 비교로서 열처리를 하지 않은 시험편은 $\Delta K>8MPa\cdot m^{1/2}$ 에서 균일이 성장하지만, 열처리시험편들은 $\Delta K<12MPa\cdot m^{1/2}$ 에서 균열성장이 나타난다. 열처리 시험편들의 균열성장속도는 열처리온도가 높을수록 빠르다. 즉, SUB400보다 SUB800와 SUB800F의 균일 성장속도가 빠르며,

Normalizing한 SUB800F가 Annealing한 SUB800보다 빠르다. 이것은 SUB800F재가 SUB800에 비하여 인성이 감소되기 때문으로 생각된다. Fig. 5(b)는 BOND재를 열처리한 것과 열처리하지 않은 것을 비교한 것이다. 이것은 Fig. 5(a)의 기재들의 결과와 비슷한 양상을 보인다. Fig. 5(c)는 TOP재에 대한 열처리유무에 따른 균열성장속도를 비교한 것으로 이것은 기재와 본드재의 결과와 유사하다. 이상의 결과에서 코팅층의 종류별로 열처리 조건에 따른 균열성장속도는 열처리조건에 따라 열처리온도가 높은 편이 가속되나 그 정도는 크지 않다. 이는 용사코팅층의 두께가 150㎛ 이내이므로 균열성장에 미치는 영향이 작고 주로 기재의 균열성장속도에 따르는 것으로 판단된다.

3.2 동일 열처리온도에서 이종재의 균열성장 특성

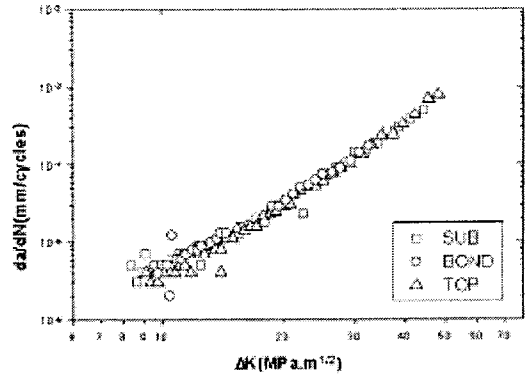
Fig. 6는 400℃, 800℃에서 열처리하여 공냉한 시험편과 800℃에서 열처리하여 노냉한 시험편들의 균열성장속도 da/dN과 응력확대계수범위 ΔK와의 관계를 도시하고 있다.

우선 Fig. 6(a)의 열처리를 하지 않은 시험편들에서는 $\Delta K<12MPa \cdot m^{1/2}$ 에서 3시험편 모두 균열성장속도들의 편차가 크게 나타난다. $\Delta K>12MPa \cdot m^{1/2}$ 부터는 SUB재, BOND재, TOP재의 균열성장속도가 거의 일정하여 da/dN-ΔK 관계는 선형적으로 나타난다. 이것은 균열발생 초기단계에서는 표면의 경한 세라믹 박막이 피로균열성장을 억제하다가 균열이 성장되면서는 코팅재가 코팅층의 영향보다는 모재의 파괴인성에 주로 기인하고 있는 것으로 판단된다.

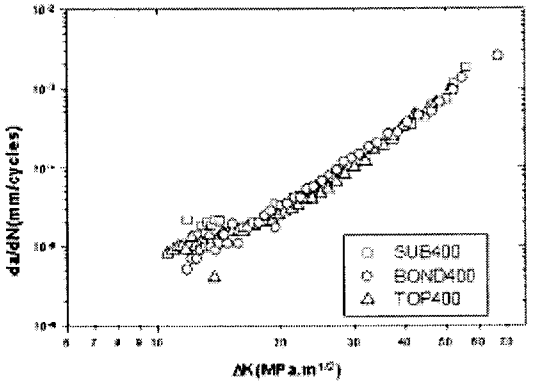
두 번째로 Fig. 6(b)는 400℃에서 공냉한 결과를 나타낸 것으로 $\Delta K<18MPa \cdot m^{1/2}$ 에서 시험편들의 균열성장속도들의 편차가 나타난다. $\Delta K<18MPa \cdot m^{1/2}$에서는 SUB재가 BOND재와 TOP재에 비해서 상대적으로 균열성장속도(da/dN)가 빠르게 나타나고, BOND와 TOP재는 비슷한 경향을 보이고 있으나 그 차는 작다.

Fig. 6(c)는 800℃에서 공냉한 결과를 나타낸 것으로 Fig. 6(b)와 같은 양상을 보이고 있다. 그러나, ΔK가 $20MPa \cdot m^{1/2}$~$40MPa \cdot m^{1/2}$에서 Fig. 6(b)와 달리 TOP재와 SUB재 BOND재의 균일성장속도가 거의 같은 비율로 증가하고 있어 코팅강재에 있어서 코팅층의 영향이 거의 없는 것으로 나타나고 있다.

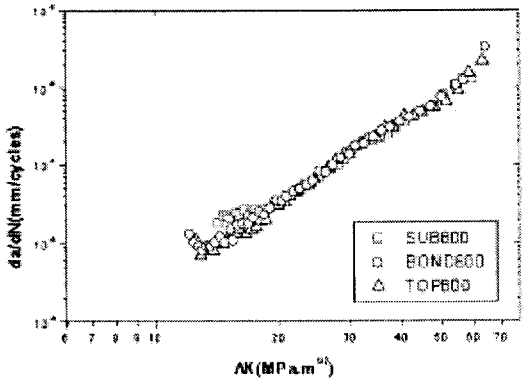
Fig. 6(d)는 800℃에서 노냉한 결과를 나타낸 것으로, 응력확대계수범위 ΔK가 낮은 영역에서는 앞의 (a), (b), (c)보다 균일성장속도들의 편차가 작으며, Δ



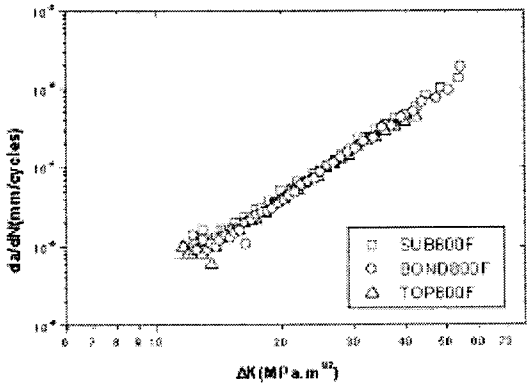
(a) As received



(b) 400℃ Annealing



(c) 800℃ Annealing



(d) 800℃ Normalizing

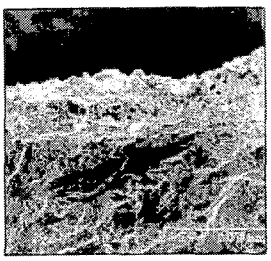
Fig. 6 Relationships between crack propagation rate and ress intensity factor range

$K>18MPa \cdot m^{1/2}$ 에서는 3시험편 모두 동일한 균열성장속도를 보이고 있다. 이상의 결과는 용사코팅재들의 피로 균열성장속도와 피로수명의 평가는 기재의 균열성장속도로 평가하는 것이 가능함을 나타낸다.

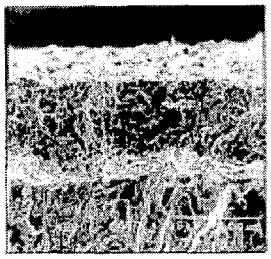
3.3 파단면 관찰

3.3.1 플라즈마 용사층 파단면 관찰

Fig. 7은 피로시험 종료후 SEM을 이용하여 관찰한 용사층 파단면의 형상으로서, (a)와 (b)는 실온, (c)와 (d)는 400℃에서, (e)와 (f)는 800℃에서 열처리한 것이다.

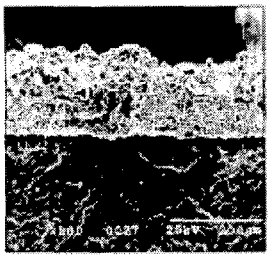


(a) BOND
(As received)

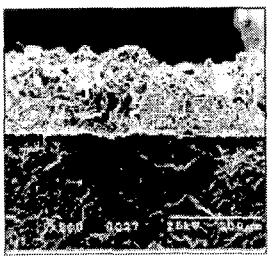


(b) TOP
(As received)

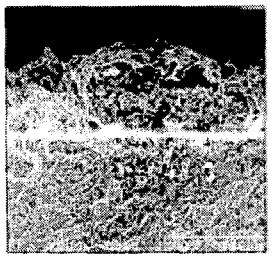
(c) BOND
(400℃ Annealing)



(d) TOP
(400℃ Annealing)

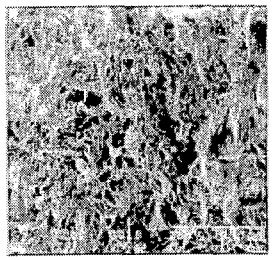


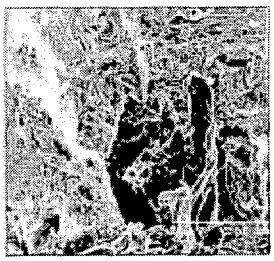
(e) BOND
(800℃ Annealing)



(f) TOP
(800℃ Annealing)

Fig. 7 SEM images of coating layer

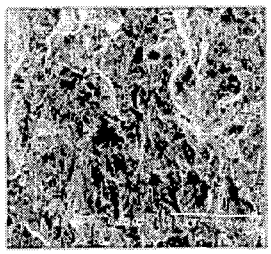


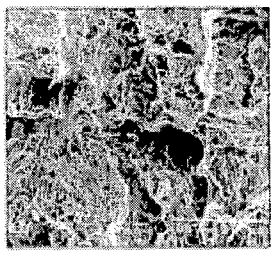


a=27.1mm, $\triangle K=14.9MPa \cdot m^{1/2}$

a=30.6mm, $\triangle K=19.2MPa \cdot m^{1/2}$

(a) 25℃ As received

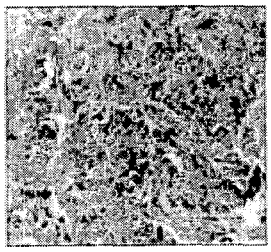


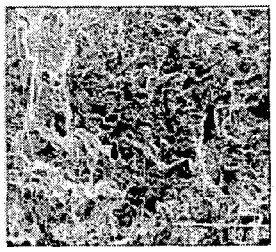


a=27.0mm, $\triangle K=19.4MPa \cdot m^{1/2}$

a=33mm, $\triangle K=31.1MPa \cdot m^{1/2}$

(b) 400℃ Annealing

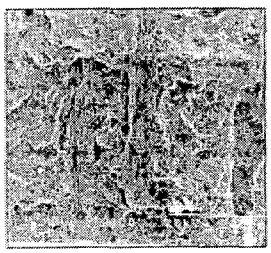


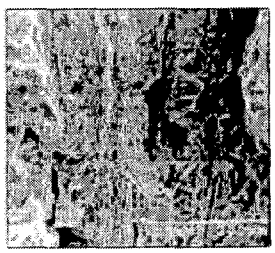


a=29.3mm, $\triangle K=29MPa \cdot m^{1/2}$

a=30.3mm, $\triangle K=31.3MPa \cdot m^{1/2}$

(c) 800℃ Annealing





a=25.5mm, $\triangle K=19.0MPa \cdot m^{1/2}$

a=28.5mm, $\triangle K=23.2MPa \cdot m^{1/2}$

(d) 800℃ Normalizing

Fig. 8 SEM images of fatigue fracture surface

그림에 도시된 바와 같이 열처리한 시험편은 기재와 코팅층 사이에 명확한 계면이 관찰된다. 축인장 하중제어 피로시험의 경우, 거시적으로 큰 변형이 수반되지 않고, 탄성거동 하에서 코팅층 및 기재와의 계면에 기공 혹은 개재물 등이 존재할 시 변형이 축적되어 미소균열이 발생하고 또한 이를 기점으로 응

력이 집중됨으로서 박리현상이 생기는 것으로 사료된다.

3.3.2 도재의 파단면 관찰

SEM으로 관찰한 저응력역과 고응력역의 파단면 사진을 Fig. 8에 나타내었다. Fig. 8 (a)는 열처리를 하지 않은 시험편 (25℃ 실온), (b)는 400℃ 열처리 공냉, (c)는 800℃ 열처리 공냉, (d)는 800℃ 열처리 노냉한 시험편의 파단면이다. 파단면들은 어느 경우도 입내연성 파단면을 보이며, 부분적으로 편석에 의한 취성파단면이 보인다.

4. 결 론

플라즈마 용사재의 피로균열성장에 미치는 중간층 삽입과 강화열처리의 영향을 조사하기 위하여, 기계구조용 탄소강 S45C를 기재로 하여 중간층 삽입용의 금속분말 Ni-4.5%Al과 산화물계 세라믹 TiO_2를 상압 플라즈마 용사법에 의해 코팅을 하고, 400℃와 800℃의 강화열처리한 코팅강재의 피로균열성장특성을 검토한 결과는 다음과 같다.

1. 코팅의 종류별로 열처리 조건에 따른 균열성장속도는 열처리조건에 따라 열처리온도가 높은 편이 가속되나 그 정도는 크지 않다. 이는 용사코팅층의 두께가 150㎛ 이내이므로 균열성장에 미치는 영향이 작고 주로 기재의 균일성장속도에 따른다.
2. 코팅층 유무에 따른 da/dN-ΔK의 관계는 ΔK가 18MPa·$m^{1/2}$ 이상에서는 코팅유무에 관계없이 유사한 균열성장속도를 나타낸다. 용사코팅재들의 피로 균열성장속도와 피로수명의 평가는 기재의 균열성장속도로 평가하는 것이 가능하다.
3. 강화 열처리재들의 기재와 코팅층의 계면에 박리현상 이 관찰되었다. 이는 계면에 기공 혹은 개재물 등이 존재할 시 변형이 축적되어 미소균열이 발생하고 또한 이를 기점으로 응력이 집중됨으로서 박리현상이 생기는 것으로 사료된다.
4. 용사코팅재의 밀착성을 개선하기 위하여 강화열처리를 실시한 경우 열처리온도의 증가에 따라 정적강도는 저하하지만 피로균열성장 특성은 유사하다.

참고 문헌

1. 오맹종, 오창배, 김귀식, 1998, "세라믹 용사된 S45C강재의 기계적 특성 및 피로강도", 한국해양공학회지, 제12권, 제1호, pp. 32~38.
2. 정동원, 김귀식, 오맹종, 조종래, 1998, "세라믹 용사시의 열응력해석에 관한 연구", 한국정밀공학회, 제15권, 제11호, pp. 227~228.
3. M. K. Hobbs, and H. Reiter, 1998, "Residual stresses in ZrO_2-8%Y_2O_3 Plasma-sprayed thermal barrier coatings", Surface and Coating Technology, Vol. 34, pp. 33~42.
4. J. U. Hwang, T. Ogawa and K. Tokaji, 1993, "Fatigue Strength and Fracture Mechanism of Ceramic-Sprayed Steel", Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers(A), Vol. 59, No. 563, pp. 89~94.
5. J. U. Hwang, T. Ogawa and K. Tokaji, 1994, "Fatigue Strength and Fracture Mechanism of Ceramic-Sprayed Steel in Corrosive Enviroment", Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers(A), Vol. 60, No. 570, pp. 90~94.