

섬유기기용 Al₂O₃계 세라믹스의 균열치유거동 Crack-Healing Behavior of Al₂O₃ Ceramics for Textile Machinery

안병건 · 김미경 · 안석환 · 김진욱 · 박인덕 · 남기우

B. G. An, M. K. Kim, S. H. Ahn, J. W. Kim, I. D. Park and K. W. Nam

Key Words : Al₂O₃(알루미나), Bending Strength(굽힘강도), Crack Healing(균열치유), Strength Recovery by Heat Treatment(열처리에 의한 강도회복), Sintering(소결), Textile Machinery(섬유기기)

Abstract : Alumina ceramic for textile machinery was sintered and subjected to three-point bending. A semicircular surface crack was made on each sample. Crack-healing behavior was systematically studied, as a function of crack-healing temperature and crack size. The bending strength and fracture toughness of the crack-healed sample from 1200 °C to 1400 °C were investigated. A statistical approach based on Weibull distribution was applied to the test data to evaluate the dispersion in the fracture toughness. Alumina ceramic for textile machinery have the ability to heal after cracking, from over 1300 °C. The material can completely heal a 65 μm diameter semielliptical crack. The fracture toughness could be explained by 2-parameter Weibull distribution.

1. 서 론

세라믹스는 경도, 내열성 및 내식성이 뛰어나므로 옛날부터 내화물, 도자기, 타일, 벽돌 등에 폭넓게 사용되었다. 그러나 상기와 같은 제품의 경우에는 세라믹스의 특성 중에서도 경도, 내열성, 내식성 등 극히 일부분의 특성만이 이용되고 있다. 이것은 종래의 세라믹스가 천연자원을 주원료로 한 것과 관계가 깊다. 천연자원은 불순물이 많고, 생산지가 다르면 성질이 다르기 때문에 일정한 특성을 가지는 세라믹스 제품을 제조하는 기술이 필요하다.

더구나 통상 알루미나의 강도, 파괴인성 및 강도에 대한 내열한계는 각각 400 MPa, 약 3~6 MPa√m 및 900 °C이고, 아직까지 충분하지 않다. 특히 파괴인성이 낮기 때문에 결함감수성이 높다. 그 때문에 가공 후에 균열이 존재하면, 신뢰성이 큰 폭으로 떨어질 가능성이 있다. 따라서 균열이 존재하지 않도록 극소량씩 가공할 필요가 있고, 가공·검사비가 비싸다. 이상과 같은 이유로 알루미나의

중요 기기 이용은 늦어지는 감이 있다. 그런데 알루미나는 가열처리에 의하여 강도 회복 기능이 있다는 것이 오래전부터 알려져 있다^(1,4). 즉, 기계가공 후에 적당한 온도 영역에서 일정 시간 가열함으로써 강도가 상당한 정도 회복한다는 것이 알려져 있다. 이러한 현상을 균열치유라고 부르고 있다^(5,6).

산화물계에서 가장 일반적인 알루미나는 고온강도가 질화규소나 탄화규소에 비하여 매우 낮지만, 화학적으로 안정되어 있고, 경도도 높으므로 반도체 공정부품, 내열 및 내마모 기계 부품, 절연제품, 섬유기기부품 등에 사용되고 있다. 오늘날 섬유기구는 기술혁신에 의하여 많은 변화를 가져오고 있으며, 주로 자동화·고속화·공정의 연속화·대용량화와 전자유압·공기기관의 응용·측정기의 진보에 따른 이용·컴퓨터에 의한 자동제어 등 새로운 기술을 많이 도입하여 섬유공업의 발전을 촉진하고 있다. 그러나 섬유기구에 사용되는 각종 부품 및 가이드는 아직까지도 소규모 공장에서 전승되고 있는 재래적인 방법으로 생산되고 있고, 이들 섬유기구에 사용되는 각종 부품 및 가이드에 관한 체계적인 연구가 이루어지지 않고 있기 때문에⁽⁷⁾, 이에 관련된 연구가 필요한 실정이다.

본 연구에서는 균열치유 특성을 가지는 산화물 세라믹스인 Al₂O₃계를 소결하여, 균열 치유부의 강도와 치유 조건의 관계, 균열 치유 과정의 관찰 및

접수일 : 2005년 6월 16일
남기우(책임저자) : 부경대학교 신소재공학부
E-mail : namkw@pknu.ac.kr Tel. 051-620-1640
안병건, 김미경 : 부경대학교 대학원
안석환, 박인덕 : 부경대학교
김진욱 : 한국기계연구원

강도의 통계적 특성을 조사하였다.

2. 실험방법

2.1 시험편

본 연구에 사용된 시료의 분말 조성은 90% Al_2O_3 -4% CaF_2 -clay이며, 상압소결 성형기를 사용하여 3×4×30 mm의 시험편을 제작하였다. 시험편의 형상과 치수를 Fig. 1에 나타내었다.

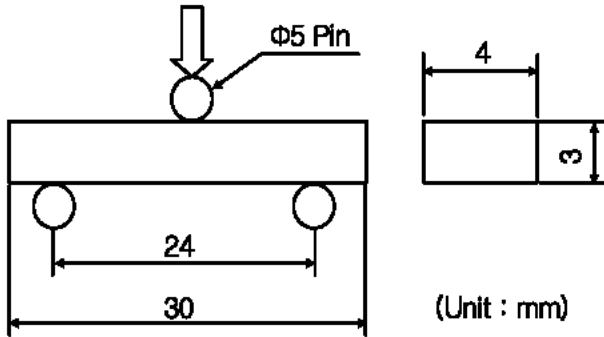


Fig. 1 Three-point bend specimen and loading system

2.2 예균열의 도입

시험편의 균열 치유 거동과 치유부의 강도 특성을 조사하기 위하여 시험편에 비커스압자로 표면균열을 도입하였다. 비커스 하중은 24.5, 49, 196, 294 N으로 하였다.

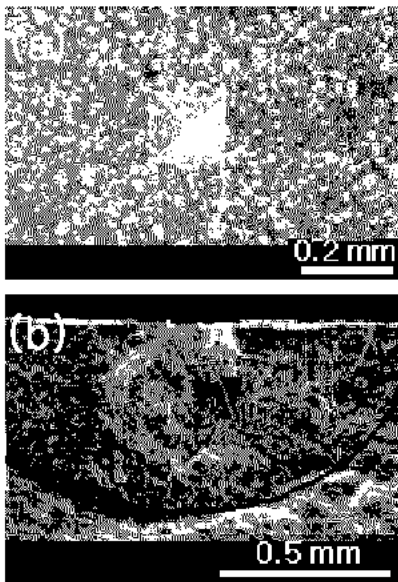


Fig. 2 SEM photographs of (a) Vickers indentation and crack, (b) median crack shape

이와 같이 표면균열을 도입한 시험편은 다양한 온도 조건에서 균열 치유 처리를 실시 한 후 굽힘 시험을 하였다. Fig. 2(a)는 294 N의 비커스 압자에 의하여 도입한 표면균열의 SEM사진이다. Fig. 2(b)는 파단 후의 파면으로 대략 반타원형을 나타낸다.

2.3 상압소결과 균열 치유 온도 조건

상압소결과 균열 치유 온도 조건은 Fig. 3에 나타낸다. 상압소결의 최적 온도조건은 전보에서 1600 °C, 80분~100분임을 알 수 있었다. 이 때 최종온도에 도달할 때까지 1200 °C까지는 20 °C/min으로 승온하였고, 1200 °C 이상에서는 10 °C/min으로 승온하였다. 이와 같은 결과에 의하여 본 연구에서는 최적소결온도를 1600 °C, 90분으로 하였다.

균열 치유를 위한 열처리조건은 알루미늄의 균열 치유에서 얻어진 조건을 근거로 1200, 1300, 1400 °C, 1시간으로 대기중에서 승온속도는 10 °C/min으로 하였다.

소결 및 균열 치유한 시험편은 실온 대기중에서 크로스헤드 속도 0.2mm/min으로 3점 굽힘시험을 실시하였다.

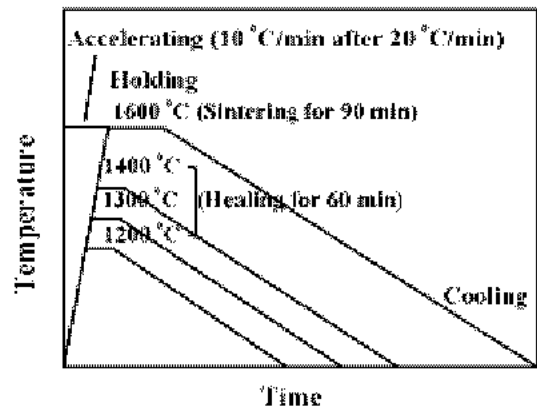


Fig. 3 Schematic illustration of sintering and healing

3. 실험 결과 및 고찰

3.1 균열 형상과 IF법에 의한 파괴인성

세라믹스에 비커스 압자로 부하하면, Fig. 2와 같은 메디안 균열이 형성된다. 이 때, 균열 길이 2c는 압입하중 P_v 에 따라서 변한다. Fig. 4에 균열길이의 절반c와 압입하중 P_v 의 관계를 나타낸다. 이 그림에서는 $P_v \propto 2c$ 의 관계가 성립한다. 따라서 이들 균열은 palmqvist형 표면균열⁽⁸⁾이 아니고, 충분히 성장한 메디안 균열이라고 할 수 있다.

비커스 압자에 의하여 세라믹스 표면에 형성된 압흔 주위의 균열 길이에서 파괴인성을 평가하는 간편한 방법이 많은 연구자들에 의하여 제안되어 있다. 이러한 방법을 IF(Indentation Fracture)법이라 부르며, 파괴인성의 상대적인 평가방법에 적용된다⁽⁹⁾. 본 연구에서 사용된 IF법의 식을 다음에 나타낸다⁽¹⁰⁾.

$$K_c = 0.018E^{1/2} \cdot P \cdot H_v^{-1/2} \cdot c^{-3/2} \cdot 10^{-6} \quad (1)$$

여기서 E : 종탄성계수(GPa)

P : 압입하중(N)

c : 평균 균열길이의 절반(m)

H_v : 비커스경도(GPa)

식 (1)을 사용하여 평가한 K_c와 P_v와의 관계를 Fig. 5에 나타낸다. 이 그림에서 IF법에 의한 파괴인성은 압입하중이 증가함에 따라 파괴인성이 점차 감소하여 압입하중에 의존하는 것을 알 수 있다. 그림에서 3~6은 Al₂O₃ 단상재의 파괴인성을 나타낸다.

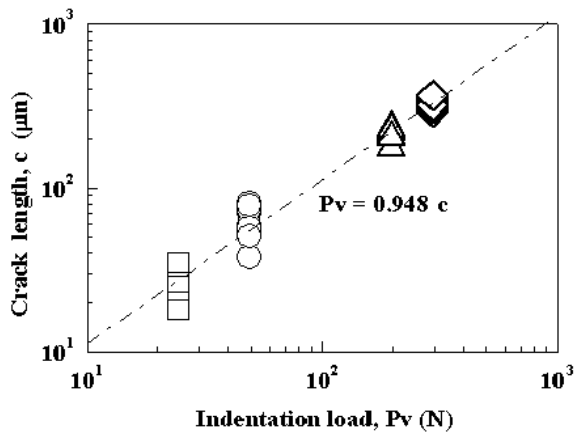


Fig. 4 Relationship between crack length and indentation load

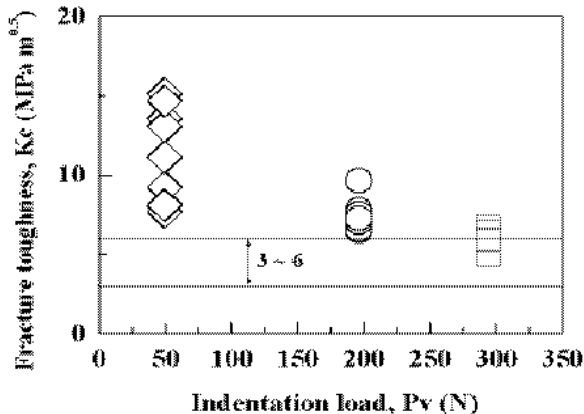


Fig. 5 Relationship between fracture toughness and indentation load

3.2 균열 치유재 굽힘 강도의 온도의존성

Fig. 6에 압입 하중, 즉 균열 길이 변화에 따른 굽힘 강도를 나타낸다. 균열이 없는 평활재(●)의 경우 평균 굽힘응력(σ)은 약 371 MPa이고, 균열재(■)는 압입 하중의 증가에 따라서 굽힘응력이 저하하여 294 N의 압입하중에서는 평균 굽힘응력(σ)이 약 292 MPa이었다.

알루미나 단상재 시험편에서 치유거동을 완전하게 보이기 시작하는 치유온도는 1400 °C, 1시간이었다⁽¹¹⁾. 그러나 본 연구에서와 같은 Al₂O₃-CaF₂-clay 복합체에 대한 치유거동의 관계를 명확히 할 필요가 있어 치유재의 공기중 강도 특성을 조사하였다. 그 결과를 Fig. 7에 나타낸다. Fig. 7에서 0 N은 평활재를 나타내고, □, ○ 및 △은 1200, 1300, 1400 °C 균열치유재의 굽힘강도(σ_B)를 나타낸다. 또한, Fig. 7의 그림 속의 파선은 Fig. 6에 나타낸 치유전의 평활재의 굽힘강도의 평균값을 나타내며, 점선은 Fig. 6에 나타낸 균열재 중 294 N의 압입하중 하에서 얻은 치유전의 굽힘강도 평균값을 나타낸다. 이 때 각 온도에서 치유시간은 1시간이었다. 24.5, 49 N에서 얻어진 균열재를 대기 중 1300, 1400 °C에서 치유처리 한 치유재의 굽힘응력은 강도가 회복하여, 평활재의 굽힘강도(371 MPa)보다 큰 것을 알 수 있었다. 그러나 1200 °C의 치유재 굽힘강도는 평균하여 320 MPa정도로써 평활재의 굽힘강도보다 낮았다. 그리고 1300 및 1400 °C에서 196 및 294 N의 균열치유재는 그림에서 알 수 있듯이 Fig. 6의 균열재보다 강도의 회복은 있었지만, 완전한 회복은 이루어지지 않았다. 이것으로 보아 본 연구에서 사용한 세라믹스의 치유 가능한 균열길이는 극히 제한적이고, 최적의 온도 범위는 1300 °C 이상이라고 판단된다.

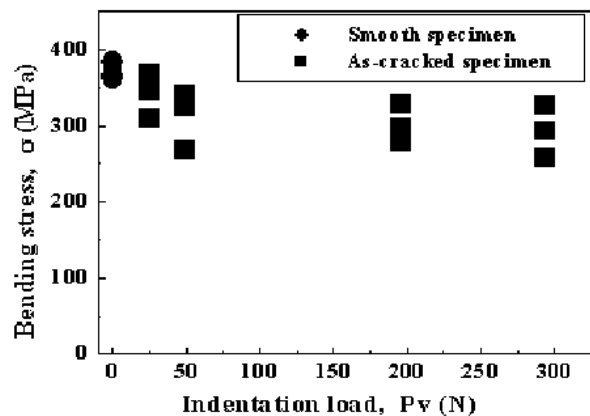


Fig. 6 Relationship between bending stress and indentation load

균열 치유재의 굽힘 실험에서 얻어진 대표적인 파괴양상을 Fig. 8에 나타낸다. Fig. 8(a)는 치유된 균열부가 파괴된 것이고, Fig. 8(b)는 균열 치유부 이외에서 파괴된 양상을 나타낸다. (a)는 균열부의 치유가 완전하게 회복하지 않은 것이고, (b)는 균열부의 치유가 완전하여 굽힘강도가 모재 이상으로 회복한 경우이다. 이와 같은 알루미늄 단상재의 균열치유기구는 고온영역에서는 확산접합 또는 소결과 유사한 현상이고, 저온영역의 불완전한 균열치유(강도회복)은 균열선단부의 인장잔류응력의 제거에 의한 것이다⁽¹¹⁾.

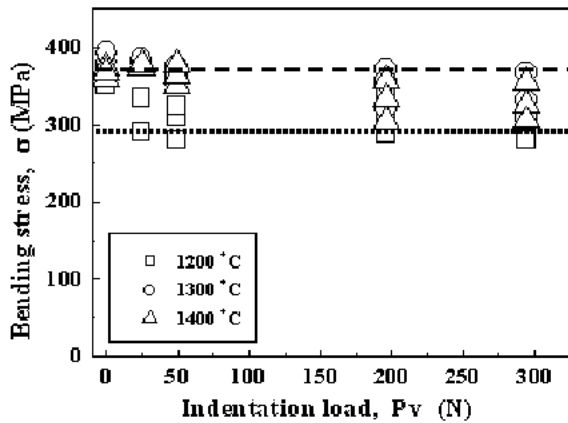


Fig. 7 Relationship between bending stress and indentation load after crack-healing

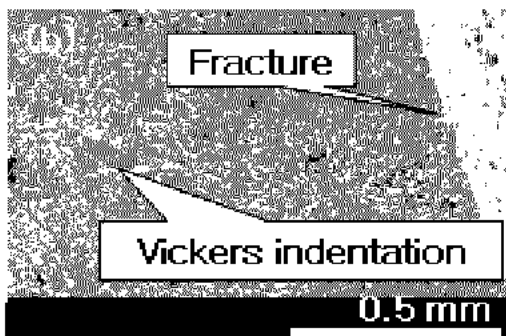
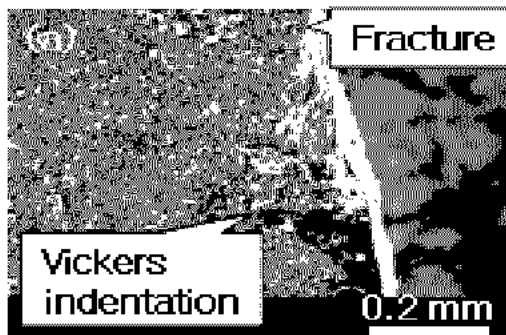


Fig. 8 Photographs of fracture patterns.
(a)specimen fractured across the healed zone,
(b)specimen occurred outside the healed zone

3.3 파괴인성의 통계적 특성

파괴인성에 대한 산포는 2-parameter Weibull 분포⁽¹²⁾를 이용하여 해석하였다. 확률분포 함수는 다음과 같다.

$$F(x) = 1 - \exp \left[- \left(\frac{x}{\beta} \right)^\alpha \right] \quad (2)$$

여기서 α, β 는 각각 형상계수(shape parameter)와 척도계수(scale parameter)를 나타낸다.

Fig. 9는 각 압입하중에서 얻어진 균열길이를 사용하여 계산한 파괴인성을 식 (2)의 2-parameter Weibull 분포로 나타낸 것이다. 분포의 누적확률은 평균순위법으로 구하였다. 이들 파괴인성의 분포는 2-parameter Weibull 분포를 잘 따르고 있음을 알 수 있다. 그러나 압입하중이 적은 것은 균열 발생의 부정확함으로 인하여 2-parameter Weibull 분포의 적용에 검토가 필요하다고 판단된다.

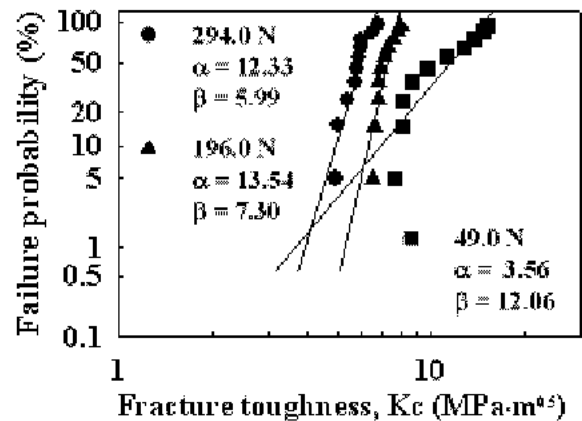


Fig. 9 Weibull plots of fracture toughness

5. 결 론

본 연구에서는 섬유기공에 사용되는 Al_2O_3 계 세라믹스의 최적 상압소결 조건을 찾기 위하여 굽힘 시험과 밀도 측정을 실시한 결과, 다음과 같은 결론을 얻었다.

- 1) 비커스 압자에 의하여 형성되는 메디안 균열길이는 압입하중과 비례관계가 성립하였다. IF법에 의한 파괴인성은 압입하중에 의존하였다.
- 2) 알루미늄 단상재는 균열치유거동을 나타내었다. 균열이 완전하게 치유 되는 것은 49 N에서 얻어진 균열재($c \approx 65 \mu m$)를 1300 °C 이상 대기 중에서 1시간이었다.
- 3) 알루미늄 단상재의 균열치유기구는, 고온영역은

확산접합 또는 소결과 유사한 현상이고, 저온영역의 불완전한 균열치유(강도회복)은 균열선단부의 인장잔류응력의 제거에 의한 것이다.

- 4) 파괴인성의 산포는 2-parameter Weibull 분포를 잘 따랐다. 그러나 압입하중이 적은 49 N은 Weibull 분포의 적용에 검토가 필요하다고 판단된다.

참고 문헌

1. F. F. Lange and K. C. Radford, 1970, "Healing of Surface Cracks in polycrystalline Al₂O₃," *Journal of the American Ceramic Society*, Vol. 53, pp. 420-421.
2. T. K. Gupta, 1976, "Crack Healing and Strengthening of Thermally Shocked Alumina," *Journal of the American Ceramic Society*, Vol. 59, pp. 259-262.
3. S. R. Choi and V. Tikare, 1992, "Crack Healing Behavior of Hot Pressed Silicon Nitride Due to Oxidation," *Scripta Metallurgica et Materialia*, Vol. 26, pp. 1263-1268.
4. J. E. Moffatt, W. J. Plumbridge and R. Hermann, 1996, "High Temperature Crack Annealing Effect on Fracture Toughness of Alumina and Alumina-SiC Composite," *British Ceramic Transactions*, Vol. 95, pp. 23-29.
5. M. C. Chu, S. Sato, Y. Kobayashi and K. Ando, 1995, "Damage Healing and Strengthening Behavior in Intelligent Mullite/SiC Ceramics," *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.*, Vol. 18, pp. 1019-1029.
6. K. Ando, T. Ikeda, S. Sato, F. Yao and Y. Kobayashi, 1998, "A Preliminary Study on Crack Healing Behavior of Si₃N₄/SiC Composite Ceramics," *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.*, Vol. 21, pp. 119-122.
7. B. G. Ahn, S. H. Ahn, I. D. Park and K. W. Nam, 2004, "Strength Properties of Al₂O₃ Ceramics with Textile Machinery," *The Korean Society for Power System Engineering*, Vol. 8, No. 4, pp. 44~48.
8. W. Kreher and W. Pompe, 1981, "Increased Fracture Toughness of Ceramics by Energy-Dissipative Mechanism," *Journal of the Materials Science*, Vol. 16, pp. 694-706.
9. N. Miyata and H. Jinno, 1982, *Journal of Materials Science Letters*, Vol. 1, pp. 156.
10. G. R. Anstis, P. Chantkul, B. R. Lawn and D. B. Marshall, 1981, *Journal of the American Ceramic Society*, Vol. 64, pp. 553.
11. B. S. Kim, K. Ando, M. C. Chu and S. Saito, 2003, "Crack-Healing Behavior of Monolithic Alumina and Strength of Crack-Healed Member," Vol. 52, pp. 667-673.
12. S. Nishijima, T. Sakai and K. Tokaji, 1993, "Statistical Property of Material Strength," *J. Soc. Mat. Sci., Japan*, Vol. 42, pp. 888-895.