〈 논문 〉

박막시험편용 고온 크리프 시험기의 설계 및 제작

고경득* · 이상신** · 강기주†

(2006년 10월 23일 접수, 2007년 1월 10일 심사완료)

Design and Construction of a High Temperature Creep Tester for Thin Film Specimens

Gyoung-Dek Ko, Sang-Shin Lee and Ki-Ju Kang

Key Words: Thin Film(박막), Joule Heating(저항열), Infrared Rays Thermometer(적외선 온도계), Emissivity(방사율), Laser Reflection Interferometer(레이저 반사 간섭계)

Abstract

A new material tester has been developed to measure mechanical properties of thin film specimens at high temperature. It is useful for observing oxide film growth or local deformation on the surface, and for measuring creep strength. Main characteristics of the tester is as follows; First, high temperature is achieved by Joule heating generated by electricity passing through the specimen, which does not need to enclose the specimen by a furnace or a heating chamber. The exposed specimen enables one to observe the surface during the test. Because the overall size of the test rig is compact, the whole test rig can be placed in a chamber for environmental controlled tests. The loading device is from a level scales. Not only static load with fixed counter weight, but also variable load by moving counter weight controlled remotely can be applied for an ordinary creep test and creep-fatigue test, respectively. The detail of the construction, operation principle, and the specification are described. And also, an example of test result obtained using the creep tester is presented.

1. 서 론

최근 MEMS, Nano 소재 등의 발전과 반도체 산업의 기술적 진보에 따라 박막의 기계적 물성을 실험적으로 측정하는 방법과 시험기의 개발이 큰 관심을 받고 있다.[1,2] 또한 벌크(bulk) 구조 체의 표면에 생성된 박막은 내마모성, 타 물체와의 친화성, 광학적 특성, 내산화성 등의 측면에서 중요한 역할을 하지만 박막 자체의 기계적 물성을 측정하는 것은 용이하지 않다. 특히, 고온 크리프 특성을 측정하려는 시도는 거의 없었다.

가스 터빈 엔진 내의 터빈 블레이드와 연소실 내벽에는 고온에서 재료의 표면을 보호하기 위한 열차단코팅(TBC ; Thermal Barrier Coating)이 입혀져 있다. 이러한 열차단코팅의 내구성은 하부의 내열 합금 또는 접합층, 접합층(BC ; Bond Coat)과 열차단코팅(TBC) 사이에 생성되는 열성장산화물(TGO ; Thermally Grown Oxide)의 불안정성에 영향을 받는다.[3~5] TGO의 불안정성은 열적, 기계적 반복 하중 및 기하학적 현상 그리고 산화막 성장과 열팽창 계수 차이에 의한 변형률의 불일치에 기인한다. 이러한 TGO의 고온에서의 생성과 거동을 관찰하기 위해서는 박막형태의

† 책임저자, 회원, 전남대학교 기계시스템 공학부
E-mail : kjkang@chonnam.ac.kr
TEL : (062)530-1668 FAX : (062)530-1689
* 전남대학교 대학원 기계공학과
** (주) POSCO 광양제철소

시험편에 하중을 가하고 고온을 유지하면서 산화막의 생성과 두께증가, 전반적/국부적 변형을 실시간으로 측정할 수 있는 시험장치가 필요하다. 또한 고온 산화과정은 습도와 산소농도, 불활성가스 존재여부 등 주위환경에 민감하게 반응하므로 이의 영향을 조사할 수 있는 기능이 필요하다. 이상의 필요를 충족하기 위해서는 다음과 같은 요구조건을 만족해야 한다.

- 시험편을 충분한 고온(1300℃)까지 가열/유지
- 시험편 가열상태에서 부하가 가능
- 시험편 표면이 노출되어 외부 관찰 가능
- 시험편 표면의 산화 막의 두께 측정 가능
- 환경조절 챔버에 수납이 가능한 소형 시험장치

본 연구팀은 2003년 직류전기를 시편에 흐르도록 하여 시편에서 방생하는 저항열(Joule Heat)로 고온을 유지하면서 스텝 모터로 구동하는 시험장치를 개발한바 있다.[6] 이 장치는 고온에서도 시편이 노출되어 표면관찰이 용이하며 높이가 약 300㎜에 불과하여 환경조절 챔버에 넣을 수 있다. 적외선 방사율(Emissivity)이 파장 및 산화막 두께에 따라 달라지는 현상을 응용한 EDM (Emissivity Difference Method)으로 산화막 두께도 측정할 수 있는 등 위의 모든 요구조건을 만족한다.[7] 그러나 이 실험 장치에서는 스텝 모터를 구동원(actuator)으로 사용함으로 변위제어에 의한 인장 실험만 가능하며 크리프나 피로, 열 피로, 크리프 피로실험과 같이 하중제어에 의한 일정/변동 하중제어가 불가능하다.

본 연구에서는 2003년 제작한 박막용 고온 마이크로 인장 시험기를 참고하여 일정/변동 하중제어가 가능한 새로운 박막용 고온 크리프 시험기를 설계하고 제작하였다. 설계의 시행착오 과정과 구조, 각 부분의 작동원리, 시스템 계측/제어 및 샘플실험 및 교정 결과를 기술하였다.

2. 시험기의 구조 및 작동방식

2.1 설계의 시행착오 과정

Joule Heat 방식으로 시편을 가열하면서 하중을 가하기 위해서 처음 고려한 설계안(type-I)은 Fig. 1(a)과 같다. 두 개의 실린더(주사기) *A*, *B*를 호스로 연결하고 실린더 *A*는 추 *W*하부에 테프론 접촉자를 통하여 시험편을 지지하고 실린더 B는 별도의 작은 추 *w*를 지지하여 서로 힘의 평형을 이룬다. 시편에 가해지는 하중(*W*-*w*)은 작은 추 *w*를 달리하여 조절한다. Fig. 1(b)은 실제 제작된 장치 사진이다. 이 방식은 실린더의 호스를 통하여 힘을 전달하는 매체인 유체의 누설 때문에 실패하였다. 특히 장시간 일정하중을 가해야 하는 creep 시험의 경우 유압유를 비롯한 여러 유체를 시도해 보았으나 모두 누설이 발생하였다.

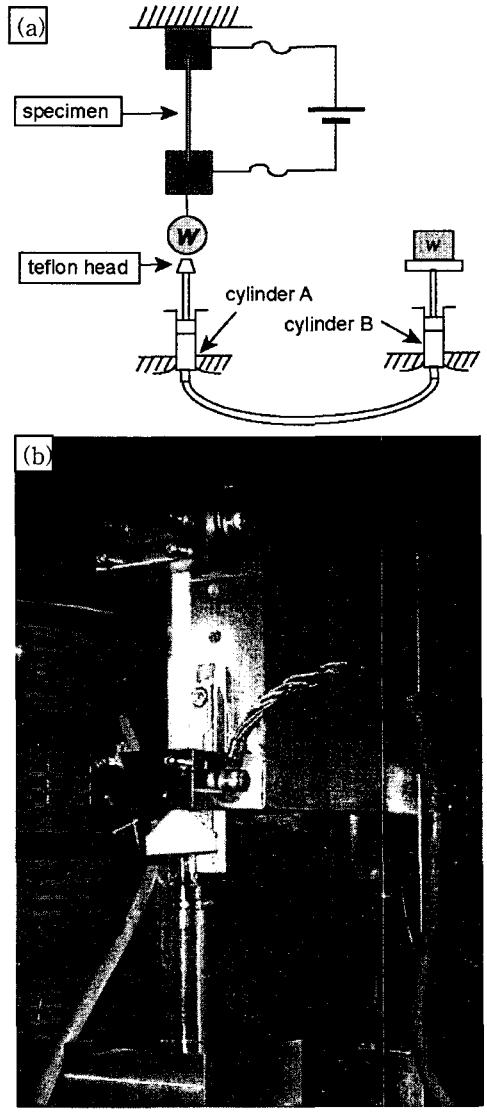

Fig. 1 Micro-creep tester (type-I), (a) the schematic diagram and (b) the prototype

두 번째 시도된 설계안(type-II)는 두 개의 추를 도르래와 유리 섬유 실을 통하여 연결하는 방식이었다. Fig. 2(a)는 작동방식을 나타낸 개략도이다. 시편이 수직방향으로만 움직일 수 있도록 하부그림이 리니어 베어링 위에서 미끄러지며 시편에 가해지는 하중은 역시 작은 추 w를 가감하여 조절된다. Fig. 2(b)는 실제 제작된 장치 사진이다. 마찰에 의한 하중 오차가 예상되어 상부 그립 위에 로드셀(Load cell)을 부착하였으며 그립과 로드셀 사이에 열전달을 줄이기 위해 공랭 팬 및 핀(fan/fin)이 설치되었다. 또한 시편을 대폭 소형화하였으며 비접촉 변위센서를 부착하였다. 그러나 대류에 의하여 상부로 전달되는 열이 많아 로드 셀의 온도가 크게(ΔT~30℃)상승하였고 하부그립의 열이 리니어 베어링으로 전달되어 베어링의 작동이 원활하지 않는 등 문제가 있었다.

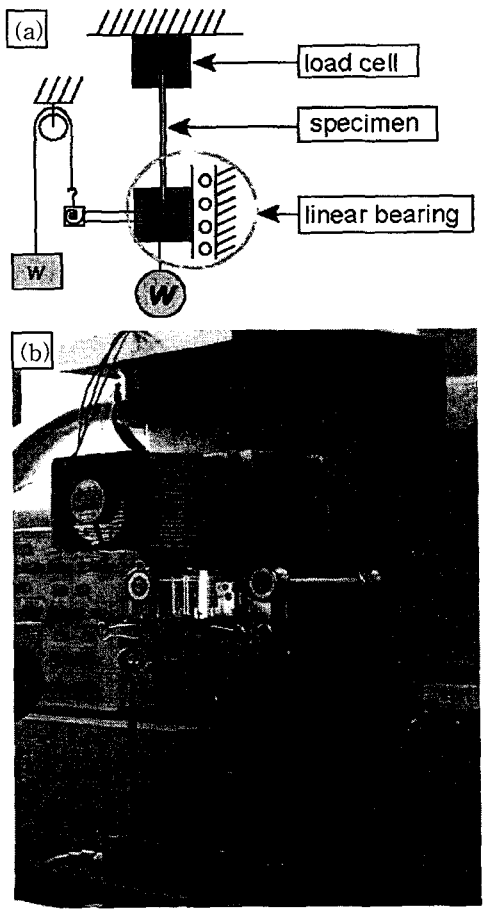

Fig. 2 Micro-creep tester (type-II), (a) the schematic diagram and (b) the prototype

2.2 시험기의 구조

Fig. 3(a)은 최종적으로 선택된 설계안(type-III)을 나타내고 있다. 부하 장치로서 지렛대/고정추/이동추를 사용하였다. 시편 상하 이동에 대한 저항을 최소화하기 위하여 공기베어링이 사용되고 있다. 대류열전달을 회피하기 위해서 로드셀을 시편의 하부에 설치하고 냉각 fan을 두 개 추가하였다. Fig. 3(b)은 실제 제작된 실험장치의 사진이다. 다음은 미소 박막 creep 시험기의 세부 구조에 대한 기술이다.

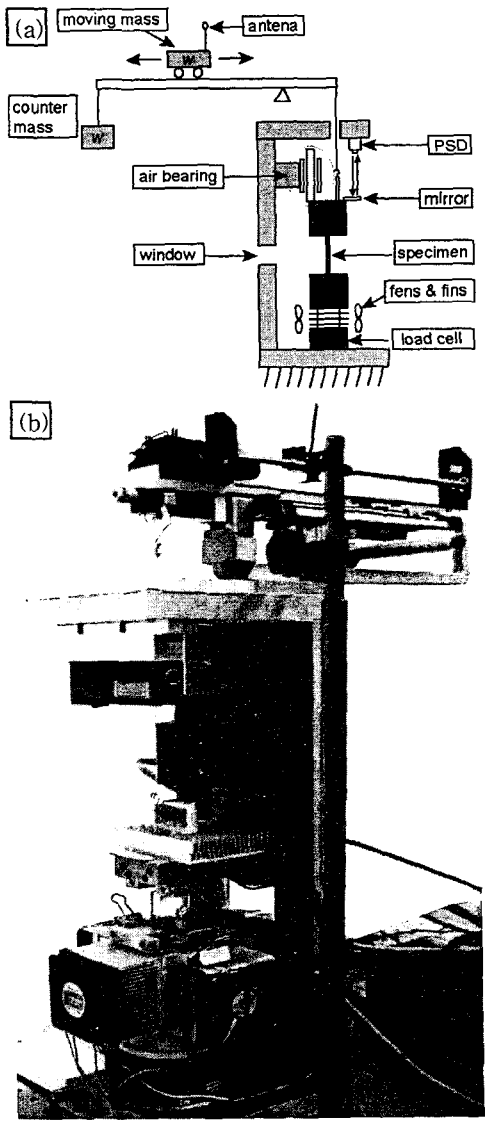

Fig. 3 Micro-creep tester (type-III), (a) the schematic diagram and (b) the final product

부하 장치로서 실험용 기계식 저울(linear scale)인 OHAUS 2389를 일부 개조하여 사용하였다. Fig. 4(a)는 이 부분의 사진이다. 일정 하중은 저울추를 좌우로 이동함으로써 조절된다. 잉크젯 프린터에서 떼어낸 가로이송(feed)장치를 저울의 상부에 부착하고 프린터 헤드가 위치했던 부분에 소형 추를 설치하여 그 것의 위치를 변화시키는 방법으로 변동하중을 가하였다. 하중 분해능은 10^{-4}N (0.01g)이다. 이송장치와 이를 구동하기 위한 직류 모터, 건전지와 무선 신호수신장치가 함께 기계식 저울 상부에 설치/부착 되어 있다.

지렛대에 의한 하중은 몇 가닥의 케블러(Kevlar) 섬유를 거쳐 상부 그립으로 전달된다. 상부 그립은 공기 베어링(Dover, CS-600-T-250)으로 지지되어 있어 수직 이동에 대한 저항이 없이 수평이동은 제한된다. 공기 베어링에서 빠져나온 공기가 그립에 부착된 알루미늄 방열 핀의 냉각 효율을 역할도 한다. Fig. 4(b)는 이 부분의 형상을 나타내고 있다.

상부 그립과 하부 그립 상에 시험편이 위치하며 상부 그립에서는 두 개의 볼트로 하부 그립에서는 두 개의 집게(clip)로 시편을 고정한다. 시편에서 고온이 발생하기 때문에 근처에서는 활발한 대류가 발생하게 되어 시험편을 외부에서 관찰할 때 이미지의 왜곡(아지랑이)이 생기게 된다. 또한 주변 공기의 유동에 쉽게 온도 변화가 발생할 수 있다. 따라서 시편 주위를 내경 50㎜의 유리관으로 감싸고 상하부 그립과의 사이에 대략 3㎜정도의 틈을 두어 유리관 내부에 대류유동이 층류(laminar flow)가 되도록 유도하고 외부 공기에 의한 교란을 억제한다. 이 유리관은 투명하며 앞에 온도를 측정하는 적외선 카메라와 시편사이에 간섭이 없게 하기위해서 앞 부분이 터진 C자 형상으로 제작되었다. 상, 하부 그립에는 직류전기를 공급하는 전선이 연결되어 있다. 전선은 직경 96 ㎛(약 0.1㎜) 미세선 2275개로 구성되어 있어 그립(특히 상부그립)의 이동에 거의 저항 없이 (0.01N이하) 변형한다. Fig. 4(c)는 그립 및 시험편의 형상을 나타내고 있다.

하부 그립은 3개의 방열 핀/팬(직경60㎜, 0.2W)으로 둘러싸여 냉각되며 그 아래에 테프론(teflon) 실린더를 거쳐 로드셀(Kyowa LC-5kA)로 연결되어 있다. Fig. 4(d)는 냉각장치와 로드셀의 형상을 나타내고 있다.

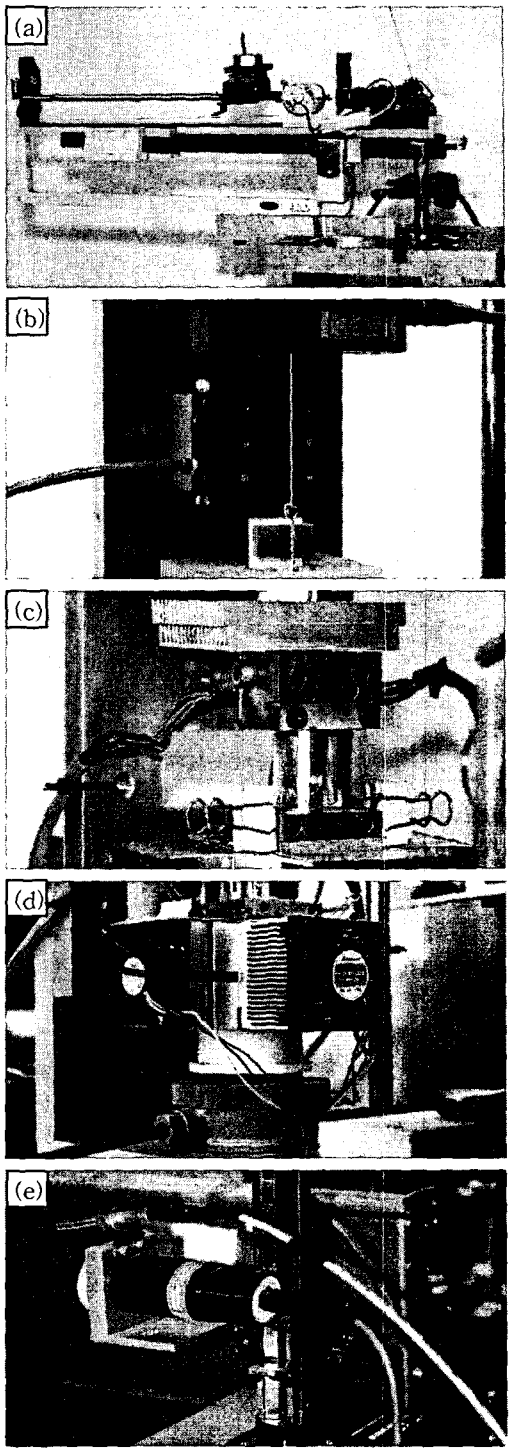

Fig. 4 Close-ups of detailed parts of the micro-creep tester, (a) load controller, (b) air bearing, (c) grips & specimen, (d) cooling fin/fans & loadcell and (e) infrared thermometer

이 밖에 적외선 레이저 비접촉 센서인 PSD (EM4SYS TBMPH-1)이 최상부의 기계식 저울 받침대 하부에 부착되어 상부 그립에 부착된 거울의 상하 변위를 감지하여 시험기 전방에 두 개의 적외선 온도계(OMEGA OS544-V-6, Chino IR-Fa1NN)가 2축 이송대(NOW. NIPPON OPTICAL WORKS. LTD, NRM-2XZ)에 설치되어 시험편의 온도와 표면에 생성되는 산화막(TGO)의 두께를 EDM으로 감지한다. EDM의 자세한 원리는 참고문헌[7]에 기술되어 있다. 또한 시편 후방의 시험기 주지지판(main support plate)에는 80㎜x 50㎜ 크기의 창(window)이 뚫려 있다. 시험편 표면의 형상을 직접 촬영하거나 레이저를 입사하여 반사되어 생기는 스페클 무늬를 촬영하여 디지털 화상 관련법(digital image correlation)[8,9]으로 표면의 국부적인 변형 분포를 측정할 수 있다.

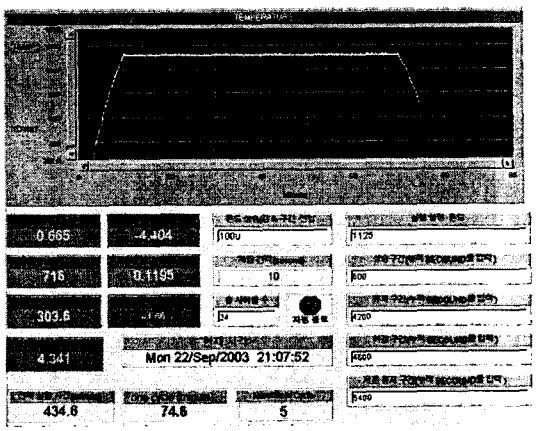

Fig. 5 A screen view of control software

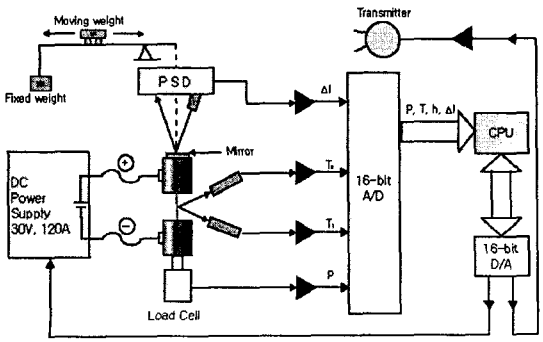

Fig. 6 Block diagram for measurement and control of the micro-creep tester

2.3 데이터 취득 및 제어 시스템

시험기에 부착된 로드셀, PSD 변위센서, 두 적외선 온도계로 부터의 전기 신호는 DAQ 보드 (Data Translation DT 322)의 A/D 변환기를 통하여 PC에 입력되며, 원하는 온도를 얻기 위하여 오차의 부호에 따라 전압 신호를 D/A 변환기를 통하여 직류전원장치(HP 6753A)의 외부 제어 단자에 출력한다. 또한 변동하중 제어를 위하여 별도의 신호를 D/A를 통하여 무선송신기로 출력한다. 이 신호에 따라 기계식 저울 상부에 설치된 소형 추가 이동함으로써 하중이 변동하게 된다. Fig. 5는 이 시스템의 제어/계측도 개략도이다.

Fig. 6은 Agilent VEE 프로그램으로 작성된 제어 및 계측용 소프트웨어의 작동화면을 나타내고 있다.

3. 실험 예

전기저항 발열체 소재인 Fecralloy 박막을 길이 50㎜ x 폭5㎜ x 두께 100㎛의 직사각형으로 절단하여 시험편으로 사용하였다. 진공 처리된 석영관에 밀봉하여 1000℃에서 17시간 동안 풀림처리한 후 샌드페이퍼와 3㎛, 1㎛ 다이아몬드 분말로 표면을 연마하였다. 시험편은 시험기에 설치 한 후 온도를 1150℃-상온 범위에서, 하중은 1N~0N 범위에서 각각 사다리꼴 파형(최대값 지속시간 60분 / 중간+최저 지속시간 30분)으로 변동시켰다.

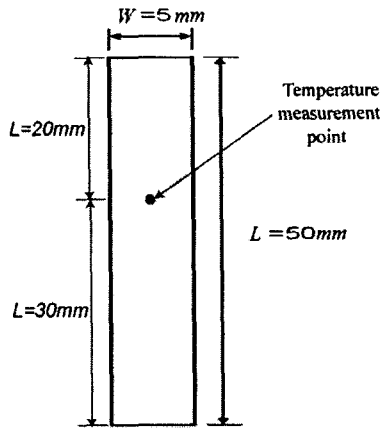

Fig. 7 Configuration of a creep test specimen

Fig. 8(a)는 실험결과로서 시간에 따른 하중, 변위, 온도, TGO 두께의 변화를 보여준다. 전반적으로 의도된 대로 제어가 잘 이루어지고 있음을 알 수 있다. TGO두께 데이터가 최대온도 지속구간의 끝과 중간 + 최저구간을 거쳐 최대 온도 지속구간의 시작사이에서 갑자기 증가하거나 영이 되는 현상은 TGO 두께 측정법인 EDM 자체가 특정온도 범위(1000℃~1250℃)에서만 유효하기 때문이며 이 온도를 벗어나서 측정된 값은 흰색 바탕 삼각형으로 표시되었다.

Fig. 8(b)는 Fig. 8(a)의 데이터 중 하중, 변위 데이터를 각각 x, y 축에 나타낸 것이다. 변동하중에 대한 전형적인 이력(hysteresis)이 사이클 반복에 따라 x축의 양(+) 방향으로 이동하는 현상을 볼 수 있다. 이것은 고온에서 변동하중이 작용할 때 재료에 크리프가 발생하는 것을 명백하게 보여준다.

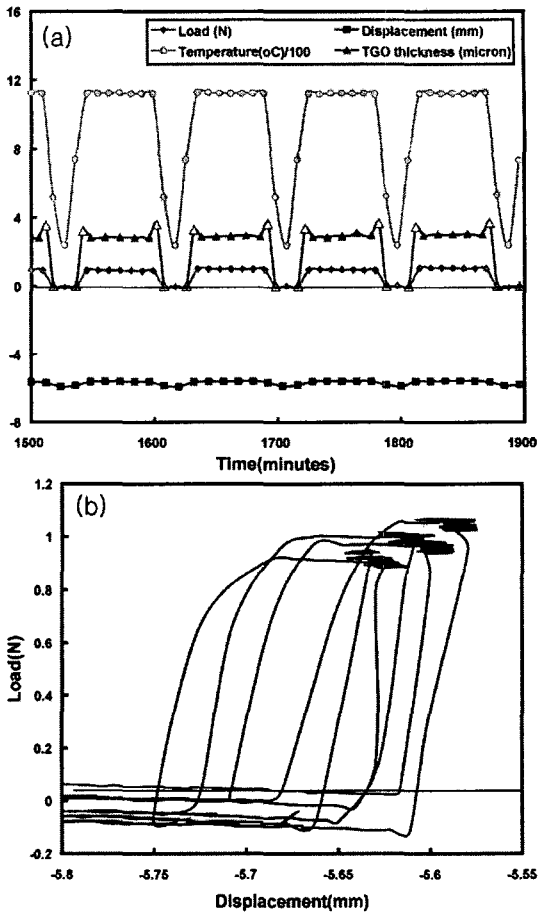

Fig. 8 Examples of data measured during a cyclic creep test of Fecralloy, (a) variation of load, displacement, temperature and TGO thickness with time and (b) load - displacement hysteresis

4. 결 어

본 연구에서는 박막의 고온 크리프 및 피로 특성을 측정할 목적으로 일정/변동하중 제어가 가능한 박막용 고온 미소 크립시험기를 개발하였다. 부하장치로서 지렛대/고정추/이동추를 사용하였고 시편 상하이동에 대한 저항을 최소화하기 위해 공기베어링을 사용, 제작하였다. 이 장치는 고온에서도 시편이 노출되어 표면 관찰이 용이하며 높이가 약 300mm에 불과하여 환경조절 챔버에 넣을 수 있는 장점이 있다. 이 시험기는 특히 고온 산화현상을 외부에서 직접 관찰 가능함으로 박막 금속(substrate) 및 그 표면에 생성되는 산화박막(TGO)의 크리프 거동 및 산화막 파손, 열 및 기계적 피로에 대한 표면결함의 변형 현상[10]의 연구에 적합할 것으로 기대된다. 이 시험기의 사양은 Table 1과 같다.

Table 1 Specification

	Range	Precision
Load	0~20 N	0.02 N
Displacement	-10~+10 ㎜	0.001 ㎜
TGO thickness	0~5 ㎛	0.1 ㎛
Temperature	RT~1300 ℃	3 ℃
Specimen Size	length 40 ~100 ㎜, thickness 0.05~1 ㎜, width 4~10㎜	
Temperature Slew Rate	50 ℃/sec	
Minimum period of load cycles	20 sec	

후 기

이 연구는 대한민국정부(과학기술부)의 재원으로 한국과학재단의 2005년 원자력연구기반확충사업(BAERI)의 지원을 받아 수행되었습니다. 이에 관계자 분들과 데이터 정리에 협조해준 이봉훈씨에게 감사의 뜻을 표합니다.

참고문헌

(1) Vinci, R. P., and Baker, S. P., 2002, "Mechanical Properties in Small Dimensions," *MBS Bulletin*, pp. 12~51.

(2) Kim, Y. M., 1997, "Elastic Modulus Measurement of Thin Film Using a Dynamic Method," *J. Electronic Materials*, Vol. 26, pp. 1002~1008.

(3) Evans, A. G., Mumm, D. R., Hutchison, J. W., Meier, G. H., and Pettit, F. S., 2001, "Mecphanisms Controlling the Durability of Thermal Barrier Coatings," *Progress in Material Science*, Vol. 46, pp. 505~553.

(4) Clarke, D. R., Pompe, W., 1999, "Critical Radius for Interface Separation of a Compressively Stressed Film form a Rough Surface," *Acta Materialia*, Vol. 47, pp. 1749~1756.

(5) Tolpygo, V. K., Dryden, J. R. and Clarke, D. R., 2000, "Determination of the Growth Stress and Strain in $\alpha - Al_2O_3$ Scales During the Oxidation of Fe-22Cr-4.8Al-0.3Y Alloy," *Acta Materialia*, 46, pp. 923~937.

(6) Lim, S. C., Joo, J. H. and Kang, K. J., 2003, "Method for Measuring Mechanical Behaviors of Thin Films at High Temperature," *Transactions of the Korea Society of Mechanical Engineers A*, Vol. 27, No.1, pp. 102~108,(in Korean)

(7) Lee, S. S., Sun, S. K., Kang, K. J., 2005, "In-situ Measurement of the Thickness of Aluminum Oxide Scales at High Temperature," *Oxidation of Metals*, Vol 63, pp. 73~85.

(8) Lim, S. C., Kang, K. J., 2002, "Method for Measuring Mechanical Behaviors of Thin Films at High Temperature," *Proceeding of the Korean Welding Society Autumn Annual Meeting*, Vol. 38, pp. 225~228.

(9) Sutton, M. A., chae, T. L., Turner, T. J., & Bruck, N. A., 1990, " Developement of a Computer Vision Methodology for the Analysis of Surface Deformations in Magnified Images," *ASTM STM 1094*, pp. 109~132.

(10) Karlsson, A. M., Levi, C. G., Evans, A. G., 2002, "A Model Study of Displacement Instabilities During Cyclic Oxidation," *Acta Materialia*, Vol. 50, pp. 1263~1273.