

# 압광 재료를 이용한 구조용 Y-TZP 소재의 고속 파괴현상 가시화 연구

김지식<sup>1</sup> · 손기선<sup>#</sup>

## Visualization of High Speed Fracture Behavior in Y-TZP by using Mechano-luminescence

J. S. Kim, K.-S. Sohn

(Received April 28, 2007)

### Abstract

The propagation of a macro-scale crack and the accompanying transformation zone around it was visualized in an Y-TZP ceramic using a mechano-luminescence (ML) technique. The technique allows realistic fractures that take place catastrophically in actual applications to be realistically stimulated. Unlike conventional quasi-static R-curves, the ML technique on a relatively fast time frame permitted a so-called quasi-dynamic R-curve in the crack speed range from 50 to 140 m/sec. to be measured. Effective toughening then commenced and the applied stress intensity factor increased to  $27 \text{ MPa}\sqrt{m}$ . The transformation zone height obtained from the ML observations was in good agreement with that predicted by the Marshall model, and coincided with previously observed results for quasi-static conditions by Raman spectroscopy and x-ray analysis.

**Key Words** : Mechanoluminescence, Y-TZP Ceramic, R-curve, High Speed Fracture

### 1. 서 론

일반적으로 급작스러운 파괴현상을 일으키는 구조용 세라믹 재료는 통상 파괴과정 중에 균열 전진에 따라 파괴인성이 증가되는 R-곡선 거동을 보이게 된다. 상술한 인성 증가는 파인 세라믹 소재의 파괴 특성 개선에 대한 해결책으로 주목받아, 지난 30 년 이상 준-정적 파괴 조건하에서 실험 및 이론적으로 매우 심도 있게 연구되어 왔다. 특히 본 연구에 사용된 Y-TZP(Yttria-tetragonal zirconia polycrystal) 소재의 경우 변태에 의한 인성 강화를 통해 파괴 시 최대  $30 \text{ MPa}\sqrt{m}$  정도의 인성 증가를 가능하게 하는 것으로 알려져 있다[1]. 이러한 변태에 의한 인성 증가는, 균열의 전진에

따라 파괴 시 균열 첨단에서 촉발되는 마르텐 사이트 변태가 변태유기 변형율을 발생시킴으로써 변태에 의한 부피 팽창을 스스로 수용하는 과정에서 균열 활동 영역(wake zone)에 일정 정도의 차폐 효과를 가져오기 때문으로 보고 되어 있다. 따라서 학문적인 관점에서 변태에 의해 발생된 균열 활동부의 형성과 균열 전진에 의한 점진적 변화가 R-곡선 거동에 미치는 영향을 밝혀내는 것은 명확한 기구 규명에 필수적이라 할 수 있다. 하지만 초기의 연구 결과들은 대개 준-정적 상태에서의 단 균열 시스템 하에서 주로 이용되는 하중 부가 및 해제 기법을 적용하여, 임계조건 이하에서의 매우 느린 균열 전파 상황 하에서 이동식 광학 현미경 또는 광학 간섭(optical interference)

1. 상주대학교 신소재공학과

# 교신저자: 순천대학교 신소재공학과,

E-mail: kssohn@sunchon.ac.kr

측정과 같은 방법으로 변태 영역의 형상 및 R-곡선 거동 측정을 시도 하였다[1]. 보다 심각한 문제는 상술한 문제점을 인식하여, 효과적으로 균열 및 응력에 의해 발생된 변태 영역을 추적하기 위해 도입된 레이저 광탄성(laser-photoelasticity), 레이저 초음파(laser-ultrasound), 라만 분광(Raman spectroscopy), X-선 분석(X-ray analysis), 전기 저항 측정(electrical resistance measurement), 및 변형 게이지 부착 기법(strain gauge(or wire) attachment technique)과 같은 고가의 복잡한 기기를 수반하는 방법들도 근본적으로 모두 느린 균열 전진 하에서의 변태 영역을 간접적으로 관찰한 결과들이라는 점이다[1]. 그러므로 현재까지 실시간으로 전파되는 급작스러운 파괴 현상을 모사할 수 있을 정도의 준-동적 균열을 가시화하거나 이를 이용하여 준-동적 상태에서의 R-곡선을 측정 또는 모사하려는 시도는 이루어지지 못한 상황이다.

따라서 본 연구에서는 최근에 저자들에 의해 새롭게 개발된 압광 기술을 Y-TZP 소재에 적용함으로써, 동 재료의 급작스럽게 전파되는 준-동적 영역에서의 매크로 스케일 균열을 실시간으로 검출하고 동시에 변태에 의한 R-곡선 거동을 정량적으로 모사하고자 하였다[2~3].

## 2. 실험방법

본 연구에 사용된 시편(Fig. 1)은 선행 연구[2]에서 사용한 시편과 동일한 치수의 것으로 압광 페인트 도포 등의 방법 역시 동일한 방법으로 준비하였다. 녹색 압광 특성을 나타내는  $\text{SrAl}_2\text{O}_4\text{:Eu,Dy}$  분말을 중량비 15% 함유하고 혼합 에폭시의 연질 및 경질 특성에 따라 0.8에서 2.6GPa의 영률(Young's modulus)을 가지는 페인트들을 알루미늄 CT(compact tension) 시편 위에 100 $\mu\text{m}$  내외의 두께로 도포하였다(Fig. 1 (a)). 압광 페인트가 육성된 CT 시편은 봉상의 알루미늄 소재는 ASTM E399 규격에[4] 따라 가공하였다(Fig. 1 (b)).

파괴 시험을 위해 압광 페인트가 도포된 CT 시편은 인장시험기의 하중 부가 장치에 장착 후, 압실조건에서 365nm 파장의 자외선에 10분 간에 걸쳐 여기(excitation) 및 장 잔광(long phosphorescence) 현상을 감소시키기 위한 5분 간의 완화(relaxation) 전처리 과정을 거쳤다. 균열 전파속도를 구조용 세라믹 재료의 급작스러운 파괴 수준으로 높이기 위하여, 크로스헤드(cross head) 속도는 기존의 R-

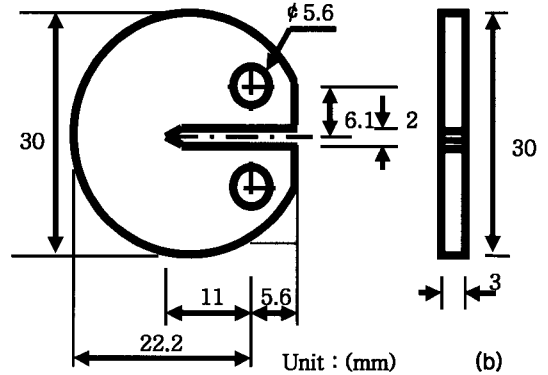
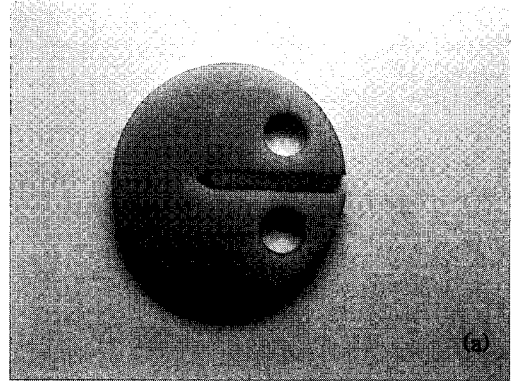


Fig. 1 Schematic drawing of a disc type compact tension specimen showing (a) shape and (b) dimension

곡선 측정에 사용된 값보다 증가된 10mm/min.의 조건하에서 파괴 시험을 진행하였다. 이는 일반적인 R-곡선 측정에 사용되는 최대 하중 부가 속도의 100배 이상에 해당된다. 파괴 도중 발생하는 균열 침단 및 흔적 영역을 포함하는 전체 균열 경로는 초고속 화상 기록 시스템을 이용하여 초당 24000프레임의 속도 하에서 거시적 규모(macro scale)로 기록, 디지털 그림 파일 형태로 저장 하였다.

실험에 사용된 화상기록 시스템은 일반 초고속 카메라에 다채널 데이터 연결방식을 채택하여 해당 화상 기록 순간에서의 압전 로드셀로부터 얻어지는 하중 값을 화상결과와 실시간으로 연동함으로써 균열길이에 따른 응력 확대 계수 값의 정확한 측정을 가능케 하였다. 즉, 기계적 특성 분석에 있어 인장곡선으로부터 얻어진 응력값의 변

화로부터 응력확대 계수값을 ASTM E399[4]에 따라 디지털 카메라로 측정된 각 균열길이에 대해 정량적으로 계산하는 것이 가능하도록 설계하였다. 최종적으로는 동 결과를 바탕으로 장-균열/고속 파괴시의 R-곡선 거동을 수치 해석적 방법으로 모사한 후 화상 기록 측정치와 비교 하였다.

### 3. 실험결과

#### 3.1 초고속 화상 분석

Fig. 2는 전체 11.2mm 폭의 CT 시편에서 약0.2  $\mu$ sec.만에 균열이 완전히 전파되는 과정을 거시적 규모로 가시화한 결과이다. Fig. 2의 압광 사진으로부터 균열 후방부에 마르텐 사이트 변태에 의해 형성된 영향부가 명확히 관찰되며, 이러한 변태 영역이 균열 전진에 따라 형태 및 분포의 연속적인 변화를 일으킴을 알 수 있다. 가장 두드러진 결과는 균열 후방의 변태 영향부가 완전한 형태로 형성되는 두번째 사진과, 변태 영향부가 전진하면서 후방의 균열 영향부가 소멸되어 가는 일련의 과정을 가시화한 것이라 할 수 있으며, 이러한 결과로부터 Fig. 3의 파괴 모식도에서와 같이 파면 수직방향으로의 변태 높이( $h_0$ )에 대한 실측이 가능하였다. 또한 동 결과로부터 초당 수 십 m의 전진 속도를 가지는 고속 파괴 조건 하에서도 비교적 정확한 균열 길이(a)를 결정할 수 있었다. 즉, 통상 균열 침단에서의 변태 영역 형상은 Fig. 3에서와 같이 반원 형태로 알려져 있으므로, 압광 침단 부위로부터 전통적인 변태 모식도에서 주장하는 변태 반경  $r=(8/3\sqrt{3})h_0\cos^2(\theta/2)$  값을 상쇄시킬 경우 비교적 정확한 균열 위치 선정이 가능하다. 여기서 r은 균열 침단에 형성되는 반원 변태 영역의 반경을,  $\theta$ 는 균열 표면으로부터의 각도, 그리고  $h_0$ 는 변태에 의해 형성된 영향부의 높이를 나타낸다.

#### 3.2 기계적 특성 분석

본 연구에서는 가시화된 압광 화상 결과로부터 균열의 위치를 결정할 수 있게 됨에 따라, 다채널 데이터 링크 시스템 (multi channel data link system)을 이용한 압전 로드셀과 화상 카메라의 연동 결과 각 균열 길이에서의 응력 값을 측정 할 수 있었다. Fig. 4는 이러한 결과를 이용하여 급작스러운 파괴를 일으키는 조건임에도 불구하고 각 균열 길이에서의 부가 응력 확대 계수(applied stress

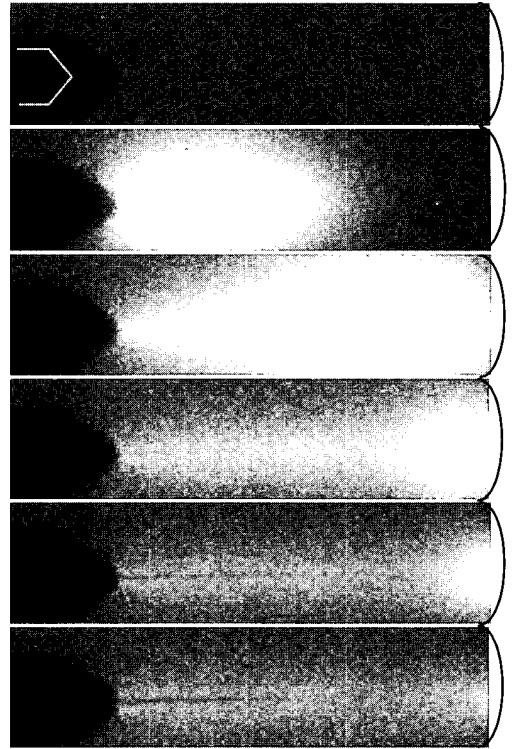
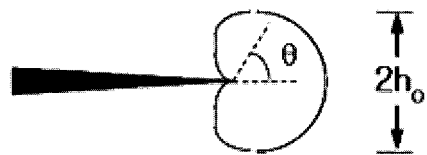


Fig. 2 Sequence of high-speed ML images at a frame speed of 24,000 frame/sec.

(a) Nucleation



(b) Transformed Wake

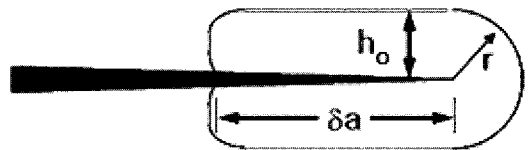


Fig. 3 (a) Cardioid shaped nucleation region and (b) transformed wake region at the tip and behind of a stationary crack

intensity factor) 값 즉, 준-동적 상태에서의 실 시간 R-곡선을 측정한 결과이다. 그림에서 알 수 있듯이

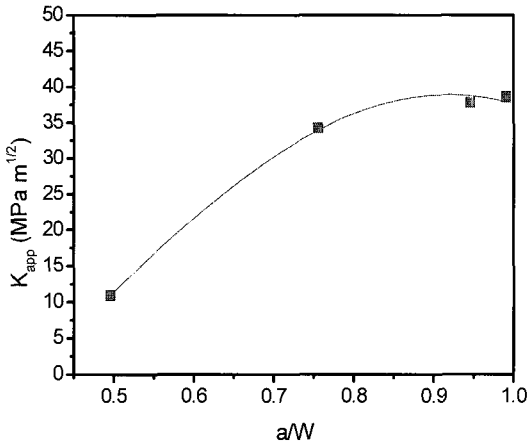


Fig. 4 Quasi-dynamic R-curve of Mg-PSZ

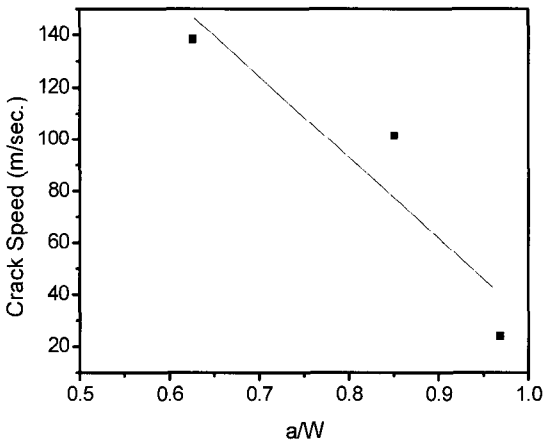


Fig. 5 Crack speed vs. a/W for Mg-PSZ

응력 확대 계수는 기계가공 노치 상태에서 약  $11\text{MPa}\sqrt{m}$  을 나타냈으며, 균열 전진에 따라 파괴 직전까지 대략  $30\text{MPa}\sqrt{m}$  정도 상승하는 전형적인 R-곡선 거동을 나타내었다. 다만, 동 결과에서 시편 형상 효과를 고려하여 a/W 가 0.95 수준까지 측정된 변태에 의한 K 값 증가 효과는  $27\text{MPa}\sqrt{m}$  정도로 추정할 수 있다. 한편, 그래프 곡선의 형태는 위로 볼록한(convex) 형태를 나타내었는데 이는 CT 시편을 사용하는 경우에 나타나는 R-곡선의 전형적 형태라 할 수 있다[5].

상술한 응력 확대 계수의 변화와 함께 균열 전파 속도(crack speed)를 Fig. 5에 나타내었는데, 균열 전진에 따라 전파속도가 급격히 감소함을 알 수 있다. 이는 외부 부가 응력에 의해 축적된 탄성 에너지가 파괴에 의한 파면 형성과, 파면 상하

영역의 마르텐 사이트 변태에 의해 급속히 소모되기 때문으로 판단된다. 또한, 평균 균열 전진 속도는 대략 수십 m/sec. 수준으로 통상 동 재료에서 기존에 주로 보고되고 있는 준-정적 균열전파 속도 영역( $10^3\sim 10^2\text{m/sec.}$ )에 비해 매우 빠른 준-동적 파괴 영역에 포함됨을 알 수 있다. 그러나 본 연구에서는 이러한 전파 속도가 소위 완전한 동적 파괴 영역( $\sim 10^4\text{m/sec.}$ )까지 증가된 것은 아니므로, 응력 확대 계수 값 측정에 있어 동적 효과를 포함시켜 계산하지는 않았다. 결과적으로 Fig. 2와 Fig. 4는 실 구조물에서 통상적으로 적용될 경우 발생하는 준-동적 상태에서의 급작스러운 파괴 현상을 Y-TZP 에서 직접적으로 측정된 최초의 결과라 할 수 있다.

#### 4. 고찰

일반적으로 균열 첨단에서의 차폐효과는 아래와 같은 응력 확대 균형 식으로 표현 될 수 있으며,

$$K_{\text{Tip}} = K_{\text{app}} - \Delta K \quad (1)$$

여기서  $K_{\text{Tip}}$  은 균열첨단에서의 응력 확대 계수로서 균열 성장의 주 동력원으로 작용한다. 또한,  $K_{\text{app}}$  는 외부로부터 시편에 부가된 응력 확대 계수 값을,  $\Delta K$  는 균열부 상하의 변태에 의한 웨이크 영역 기여 분을 나타낸다. 만약 균열이 임계 상태에 있다고 가정하면, (1)식은 다음과 같은 식으로 대체 가능한데

$$K_R = K_0 + \Delta K \quad (2)$$

여기서  $K_R$  은 균열 저항을,  $K_0$  는 웨이크(wake) 효과를 제외한 재료의 순수 내부 인성을,  $\Delta K$  는 웨이크 (wake) 효과를 나타낸다[1].

본 실험에서 사용된 Mg-PSZ 세라믹의 경우, 균열 면 상하의 마르텐사이트 변태에 의한 균열 차폐 현상이 주요 인성 강화기구 라는 가정 하에 R-곡선 거동을 보이는 것으로 이해되어 왔다[1]. 이러한 형태의 차폐 효과를 성공적으로 기술한 최초의 결과인 McMeeking-Evans 모델에[6] 따르면, Fig. 3의 모식도 (a)에서 살펴 볼 수 있듯이 우선, 파괴의 초기 단계에서는 균열 첨단에서의 응력 집중으로 인해 반경 r, 높이 2h<sub>0</sub>의 반원 형상을 가지는 영역에서 정방정이 단사정으로의 응력 유

기 마르텐 사이트 변태를 일으키며 균열 영향부의 핵 생성을 유발시키게 된다. 이후 균열이 변태 영역을 지나 전진하게 되면 반원 형상의 변태 영역이 균열의 첨단으로 진전됨에 따라 균열 후방부에 Fig. 3(b)와 같은 높이  $h_0$ 의 변태 영향부가 균열면 상하에 형성된다. 그런데 균열 상하에 발생된 변태 영역의 경우 마르텐 사이트 변태에 의한 부피 팽창으로 인하여 균열을 누르는 차폐 효과가 발생되므로 결국 시편 파괴 과정에서 변태 영역의 절반 높이( $h_0$ )에 비례하는 추가적인 인성 증가( $\Delta K$ )를 가져오게 된다. 따라서 기존의 연구들은 대부분 McMeeking-Evans 등이 정수압에 의한 변형유기 마르텐사이트 변태 현상을 이용하여 유도한 아래와 같은 형태의 정적 상태에서의 인성 증가 예측 식을 주로 사용하여 왔다[6].

$$\Delta K = X E e_T V_f \sqrt{h_0} \quad (3)$$

윗 식에서 X는 임계 핵 생성에 있어서의 전단/팽창 변태 특성을 규정하는 재료 상수(0.27/(1- $\nu$ ) for Y-TZP ;  $\nu$ , 포아송 비), E는 재료의 영률(220 GPa for Y-TZP),  $e_T$ 는 변태 변형률(0.05 for Y-TZP),  $V_f$ 는 변태 상분율(0.55 for Y-TZP),  $h_0$ 는 변태에 의해 형성된 웨이크 높이의 절반을 나타낸다[1,7]. 그러나  $V_f$ 의 경우 파괴에 의해 형성된 균열 표면으로부터 높이 방향으로(여기서는 x 방향으로 표시) 멀어 질수록 변태 진행 분율이 감소하는 분포 곡선을 나타내게 된다. 따라서 보다 정확한 예측을 위해서는 인성 증가 항  $\Delta K$ 를 Marshall 등이 제안한 아래 (2) 식으로 변경할 필요가 있다[8].

$$\Delta K = X E e_T \int_0^{h_0} V_f(x) / 2 \sqrt{x} dx \quad (4)$$

본 연구에서는 우선 식 (1)과 압광 실험에 의해 정확히 측정된 변태에 의한 인성증가 값  $\Delta K$ (27  $\text{MPa}\sqrt{m}$  for Y-TZP)을 이용하여,  $h_0$  값을 계산하여 보았다. 그 결과 변태 웨이크 높이의 절반에 해당되는  $h_0$ 가 약 320 $\mu\text{m}$  수준인 것으로 얻어졌다. 그런데 이러한 변태 영역의 높이는 본 연구에서 화상 촬영으로부터 얻어진 변태 영역의 절반 높이와(약 1200-1600 $\mu\text{m}$ ) 비교해 볼 때 수분의 1 수준에 불과함을 알 수 있다. 따라서 본 연구에서는 계산상의 오차를 줄이고 보다 정밀한 계산을 위해 식 (2)의  $V_f(x)$ 를 지수 함수로 가정하여 수치 해석적인 방법으로 추가적인 계산

을 수행하였다. Table 1은 Marshall 식을 이용하여, 추가 계산에 사용된 지수 함수의 감쇠 특성을 결정하는 n 값을 0-3로 변화 시킨 결과로써  $h_0$ 가 대략 320-1600 $\mu\text{m}$  수준에서 변화되었음을 알 수 있다. 따라서 감쇠 지수 3을 가지는 Marshall 식의 경우 본 연구에서의 압광 실측 결과를 일정 수준 모사 가능한 것으로 판단되며, 이는 기존의 정적 균열에 대해 비교적 균열 영역에서의 변태에 의한 파괴 인성 증가 효과가 실재함을 성공적으로 증명한 라만 및 X-선 분석보고와도 일치하는 결과라 할 수 있다[6, 8].

**Table 1** Wake heights obtained from Eqn. (1) by assuming  $V_f(x)$  to be power law function

$V_f(x) = V_f \left(1 - \frac{x}{h}\right)^n$	n	$h_0 (\mu\text{m})$
$\Delta K = 27 \text{ MPa}\sqrt{m}$	0	320
$E = 220 \text{ GPa}, e_T = 0.05$	1	768
$V_f = 0.35, X = 0.391$	2	1,215
	3	1,652

## 5. 결론

본 연구에서는 압광 기술을 이용하여 Y-TZP의 장-균열 시스템 조건하에서 발생하는 급작스러운 준-동적 균열 전파현상을 매크로 영역에서 측정하고, 동시에 파괴 시 수반되는 변태 영역의 발생을 연속적으로 촬영하여 가시화하였다. 압광 화상에 대한 적분 분석으로부터 정확한 균열 위치를 선정하여, 준-동적 상태에서 수십 m/sec. 수준으로 전파되는 고속 균열의 R-곡선 거동을 정량적으로 제시하였다. 특히, 기계 가공 노치 상태에서 Y-TZP 소재 시편의 응력 확대 계수는 약 11  $\text{MPa}\sqrt{m}$ 로 측정되었으며, 균열 전진에 따라 수십  $\text{MPa}\sqrt{m}$  정도의 상승을 나타내는 전형적인 R-곡선 거동이 측정되었다. 또한 상변태 유기에 의한 인성증가를 나타내는 R-곡선 거동 모사에 사용되어온 Marshall 식의 경우 압광 실측 결과를 비교적 성공적으로 예측하였다.

## 후 기

본 연구는 국립 상주대학교 2006년도 연구비 지원에 의해 수행되었으므로 이에 감사 드립니다.

## 참 고 문 헌

- [1] P. M. Kelly, L. R. F. Rose, 2002, The martensitic transformation in ceramics its role in transformation toughening, *Prog. Mater. Sci.*, Vol. 47, 463~557.
- [2] J. S. Kim, Y. N. Kwon, N. Shin, K. S. Sohn, 2005, Visualization of fractures in alumina ceramics by mechano-luminescence, *Acta Mater.* Vol. 53, pp. 4337~4343.
- [3] 김지식, 손기선, 2003, SrAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>(Eu,Dy,Nd) 압광체를 이용한 균열첨단에서의 응력장 가시화 연구, *한국소성가공학회지*, 제 12 권, 제 5 호, pp. 493~497.
- [4] ASTM Standard Test Method for Plane-Strain Fracture Toughness of Metallic Materials, ASTM E399-83.
- [5] D. Teirlinck, F. Zok, J. D. Embury, M. F. Ashby, 1988, Fracture mechanism maps in stress space, *Acta Mater.*, Vol. 36, pp. 1213~1228.
- [6] R. M. McMeeking, A. G. Evans, 1982, Mechanics of transformation-toughening in brittle materials, *J. Am. Ceram. Soc.*, Vol. 65, pp. 242~246.
- [7] B. Basu, J. Vleugels, O. V. D. Biest, 2004, Toughness tailoring of yttria-doped zirconia ceramics, *Mat. Sci. and Eng. A*, Vol. 380, pp. 215~221.
- [8] D. B. Marshall, M. C. Shaw, R. H. Dauskardt, R. O. Ritchie, M. J. Readey, A. H. Heuer, 1990, Crack-tip transformation zones in toughened zirconia, *J Am. Ceram. Soc.*, Vol. 73, pp. 2659~2666.