

SCS6/Si₃N₄ 연속섬유강화 세라믹 복합재료의 기계적 거동 및 파괴저항평가

윤유성* · 권오현** · M.G.Jenkins***

Mechanical Behavior and Fracture Resistance of SCS6/Si₃N₄ CFCCs

Yu Sung Yoon, Oh Heon Kwon and Michael G. Jenkins

Key Words: Mechanical Property(재료특성), Fracture Resistance(파괴저항), CFCC(연속섬유강화세라믹복합재료), First Matrix Cracking(초기 기지균열), Compliance Curve(컴플라이언스곡선), Work of Fracture(파괴일), Toughness(인성)

Abstract

Continuous fiber ceramic composites(CFCCs) having the advantages of ceramics resistance to heat, erosion can be applied in chemical reactors and engine. CFCCs has relatively high stiffness in spite of low weight. In particular, it exhibits greatly increased toughness, which serves to decrease its inherent damage characteristics of the brittle nature of monolithic ceramics. In this work, tensile and flexural test for SCS6 fiber/ Si₃N₄ matrix composites were studied. An objective of this study is to obtain the basic quantities of mechanical properties for tension and flexural test and link these to the fracture resistance behavior. Then, we showed that work of fracture concept was useful as a method for describing fracture resistance behavior of CFCCs.

1. 서론

최근 선진 세라믹복합재료가 산업현장에 사용이 급속히 증가하고 있다. 일반적으로 세라믹재료는 고온강도, 내식성, 고탄성계수 등의 기계적 특성이 우수하여 그 제조법이 활발히 연구되고 있다. 그러나 세라믹의 사용에 대하여 제한적 어려움은 취약한 성질로 인한 신뢰성 결여를 나타낸다. 금속에서의 수백MPa^{1/2}의 파괴인성이 SiC, Si₃N₄ 등의 세라믹에서는 현저히 낮아서 겨우 3 내지 5MPa^{1/2}정도에 지나지 않아 산업제품 적용

에 제약이 발생된다. 따라서 세라믹의 파괴인성과 강도를 향상시키는 많은 연구가 행하여져 오고 있다. 특히 연속섬유 세라믹복합재료는 단결정 세라믹의 취성을 극복하는 성질과 열저항성 및 높은 비강성으로 인하여 화학반응로, 엔진 등에서 널리 적용되고 있다. 파괴인성이 강화된 연속섬유강화 세라믹복합재(CFCC)는 일련의 급작스런 파괴를 방지해 주며 이러한 인성의 증가는 재료의 특성과 파괴저항을 나타내기 위한 주요한 구성요소로 주어진다.

Danforth⁽¹⁾는 RBSN의 파괴저항에 대하여 조사하였고 Nair⁽²⁾는 RBSN의 고온에서의 R-곡선 거동에 대하여 조사하였다. 저자중 Jenkins⁽³⁾는 CFCC에서 음향방출을 이용하여 측정된 일차 균열 응력과 인장하중과의 관계를 조사하였다. 한편 VanLandehen와 Jenkins⁽⁴⁾는 Nicalon/ Syramic CFCC를 사용하여 3가지 ASTM 표준시험법에 대하여 연구하였다.

* 부경대학교 대학원 안전공학과

** 부경대학교 안전공학과

*** University of Washington,
Dept. of Mechanical Engineering

본 연구에서는 SCS6섬유로 보강된 Si_3N_4 세라믹복합재료에 대하여 인장 및 4점굽힘시험을 행하여 기본적인 재료특성치를 구하고 특성치와 재료의 파괴저항치와의 관계를 조사하였다.

2. 실험

2.1 재료 및 시험편

본 연구에 사용된 재료는 SCS6 일방향 섬유로 보강된 Si_3N_4 세라믹기지의 상업용 복합재료이다. 재료의 미세구조는 주사전자현미경을 사용하여 관찰하였다. 섬유에 직각방향으로 절단한 시험편을 적색 페놀분말에 몰더로 마운트시킨 후 400번에서 1200번까지의 연마지로 연마한 후 폴리싱처리하였다. 마운트 시킨 시험편은 SEM관찰도중에 전하되는 것을 방지하기 위하여 진공중에서 흑연도포하였다. SEM에 의하여 관찰 측정된 섬유의 직경은 $177.52\mu\text{m}$ 였다. 재료의 밀도는 증류수를 사용하여 아르키메데스 원리⁽⁵⁾로 측정하였으며 CFCC 복합재료의 평균 체적밀도는 $2.64\text{g}/\text{cm}^3$ 이었다. 섬유체적분율은 10.5%로 계산되었다. 기지와 섬유의 밀도는 각각 $3.26\text{g}/\text{cm}^3$, $3.2\text{g}/\text{cm}^3$ 로 얻어졌으며 기지의 체적분율은 식(1)에 의하여 70.7%로 계산되어 질 수 있다.

$$\rho_c = \rho_m V_m + \rho_f V_f \quad (1)$$

여기서, m과 f는 각각 기지와 섬유를 나타낸다.

인장시험편은 ASTM C1275에 의하여 가공하였다. 사용된 시험편의 형상은 Fig. 1에 나타내어진다.

또한 시험편이 유압그립으로부터 손상을 입는 것을 방지하기 위하여 시험편단에 E-유리섬유/에폭시기지복합재료로 된 엔드랩을 부착하였다. 굽힘시험편은 ASTM C1341의 규정에 의거하여 254 μm 의 다이어몬드날 원형 톱으로 $3 \times 4 \times 50\text{mm}$ 로 기계·가공하였다(시험편의 형상은 Fig. 2 참조). 노치는 다이어몬드톱날 두께로 삽입시켰다. 파괴인성과 파괴저항치를 얻기 위하여 높이와 깊이와 비가 약0.20인 SEPBS시험편으로 가공되었다.

2.2 인장시험

재료의 탄성계수, 비례한도와 극한강도를 측정하기 위하여 인장시험을 행하였다. 인장시험편은

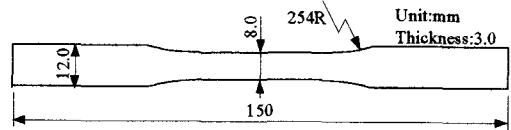


Fig. 1 Configuration of tensile test specimen

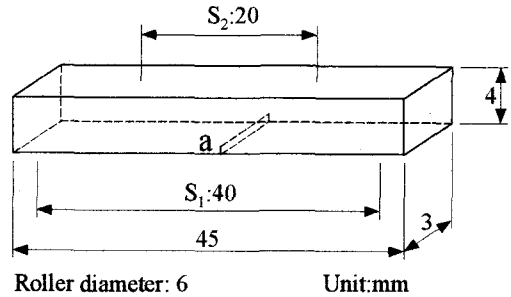


Fig. 2 Configuration of flexural test specimen

백래쉬를 일으키지 않는 유압그립을 사용하였다. 변형을 계산을 위한 게이지단면 변위는 시험편에 스프링에 의해 부착된 양방 변위계를 사용하여 측정하였다. 축A와 축B는 25mm 초기 게이지길이와 각각 +5%, -2%의 상하게이지 변형을 오차범위내에서 게이지단면의 양면에 부착된다. 또한 일반적인 전기저항 스트레인게이지에 의하여 직접적으로 변형율을 측정하였다. 모든 인장시험은 상온에서 만능 재료시험기(MTS 808)를 사용하였으며 실험중의 모든 자료는 디지털제어기와 상용 프로그램 팩키지(superpack)를 이용한 pc에 입력되었다. 시험은 변위제어로 0.1mm/s로 행하여 졌다.

2.3 굽힘시험

굽힘시험은 상용재료시험기(Instron Model 8511)를 이용하여 4점굽힘시험을 행하였다. 획득된 자료와 시험조건은 상용프로그램에 의해 수행되고 저장되었다. 시험은 전변위가 약1.5mm가 될 때까지 약0.1mm/s의 속도로 변위제어에 의하여 이루어졌다.

3. 실험결과 및 고찰

3.1 실험결과

Fig. 3은 인장시험에서 얻어진 응력-변형을 꼭

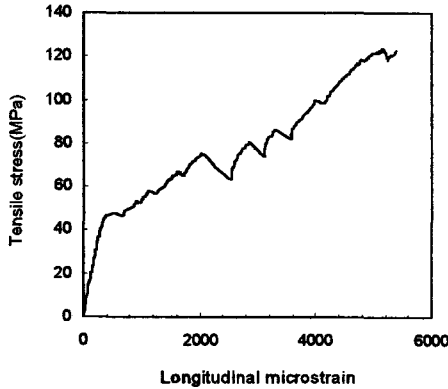


Fig. 3 A typical stress-strain curve acquired from a tensile test for SCS6 fiber/Si₃N₄ matrix

선을 나타내었다. 응력-변형을 관계는 많은 다른 통상의 재료와 마찬가지로 비례한도까지 선형관계를 유지하였으나 비례한도보다 더 큰 변형에서 응력이 비선형적으로 증가하고 있으며 극한강도까지는 보다 느린 속도로 증가하고 있다. 이러한 변화는 비선형이 시작된 시점에서의 비례한도는 기지부의 균열이 발생하는 시점에서의 응력을 나타내며 비선형 응력-변형을 곡선하의 축적된 손상과정을 나타내는 것을 의미한다. 측정된 비례한도는 ASTM 시험법 1275에서의 3가지 비례한도결정법중 선형법의 편차를 이용하는 방법을 사용하였다. 탄성계수 E는 0에서 15MPa까지의 응력변형을 선도 직선부위의 기울기를 사용하였다. 구하여진 탄성계수와 비례한도는 각각 153.2GPa 및 50.7MPa이다. 이것은 초기 기지균열 발생은 50.7MPa에서 일어난다는 것을 의미한다. 극한강도는 122MPa로 측정되었다.

Fig. 4는 4점굽힘시험에 의하여 구하여진 전형적인 하중-변위 선도이다. 평균 극한 굽힘강도는 492MPa로 구하여 졌고 이것은 인장시험에서의 극한강도 값보다는 훨씬 크다는 것을 알 수 있다. 4점굽힘시험에서의 탄성계수는 182.5GPa로 인장시험의 결과보다 크게 나옴을 알 수 있다. 비례한도는 180.8MPa가 얻어졌다.

초기 기지균열발생에 대한 예상치는 식(2)와 같은 Aveston, Kelly와 Cooper의 관계식⁽⁶⁾에 의하여 계산될 수 있다.

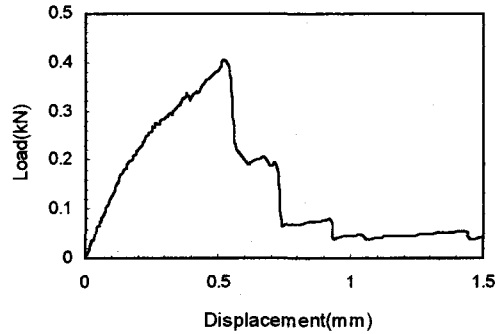


Fig. 4 An example of the load-displacement curve acquired from a flexural test for SCS6 fiber/ Si₃N₄ matrix CFCCs

$$\sigma^c = \sigma_{mu}[1 + V_f(E_f/E_m - 1)] \quad (2)$$

여기서 σ_{mu} 는 기지강도, V_f 는 섬유체적분율, E_f , E_m 는 각각 섬유와 기지의 탄성계수이다. 식(2)에 의하여 계산된 기지균열응력은 188.2MPa이다.

3.2 파괴저항평가

파괴저항거동과 파괴인성은 SEPBS시험편으로 평가되었다. Steinbrech⁽⁷⁾은 고인성 silicon nitride 세라믹의 균열성장에 따른 파괴저항을 얻기 위하여 실험적으로 수행하였으나 CFCC에 대한 연구는 거의 이루어지고 있지 않다. R곡선 거동을 조사하기 위하여서는 균열성장길이의 측정이 필요하다. 균열을 측정하는 간단한 방법은 이동식 현미경에 의하여 광학현미경에 직접 관찰, 측정하는 것이다. 그러나 광학현미경에 의한 방법은 정확한 균열길이의 측정이 어렵기 때문에 실제적으로 적당하지 않다. 따라서 여기에서는 마스터 컴플라이언스 곡선⁽⁸⁾을 사용하여 균열길이를 구하였다.

4점굽힘시험에 대해 컴플라이언스는 다음 식(3)에 의해 구해진다.

$$C(a) = [9(S_1 - S_2)^2 / 2BW^2E'] \cdot \left[\int_0^a Y^2(a) da + (S_1 + 2S_2 / 18W) \right] \quad (3)$$

여기서 S_1 , S_2 는 각각 주, 부지지점 간격이고 W 는 높이, B 는 폭, a 는 a/W , $E' = E / (1 - \nu^2)$

고 $Y(a)$ 는 보정계수이다.

$$Y(a) = 3(S_1 - S_2)\Gamma a^2 / 2(1 - a)^{3/2} \quad (4)$$

$$\Gamma = 1.9887 - 1.326a(3.49 - 0.68a + 1.35a^2) \times a(1 - a) / (1 + a)^2 \quad (5)$$

Fig. 5는 상대균열길이에 대한 마스터 컴플라이언스 곡선을 나타낸다.

마스터 컴플라이언스 곡선은 하중 변위곡선으로부터 측정된 컴플라이언스로 균열성장길이를 결정하게 해준다. 따라서 Fig. 4와 Fig. 5의 컴플라이언스를 비교함으로써 균열길이가 구해진다. Fig. 6은 하중점의 함수로서의 균열성장길이변화를 나타내고 있다.

한편 균열성장저항 K_R 은 다음식(6)에 의해 안

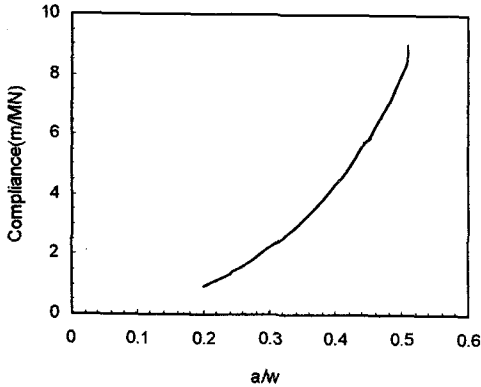


Fig. 5 The master compliance curve for the crack relative length, a/w

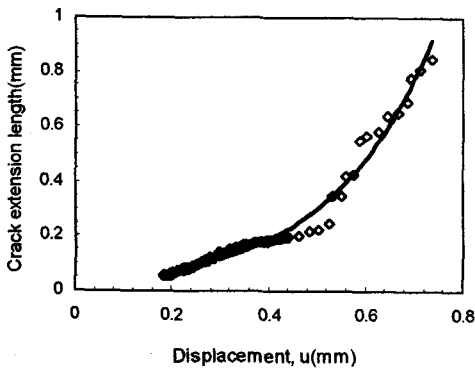


Fig. 6 The crack extension variation according to the displacement in the flexural test

정균열성장동안 구해진다.

$$K_R = [P(S_1 - S_2) / BW^{3/2}]^{1/2} (3a^{1/2} Y / 2) \quad (6)$$

Fig. 7은 균열성장길이에 대한 R 곡선거동을 나타낸다. K_R 값이 일정치에 도달하는 곳의 값은 약 $16 \text{MPa m}^{1/2}$ 이며 파괴인성치는 약 $4.77 \text{MPa m}^{1/2}$ 를 얻을 수 있다.

균열진전저항곡선은 또한 Fig. 4의 하중변위 곡선에서 얻어지는 면적을 이용하여 에너지의 양으로 얻어질 수 있다. 이 에너지는 Nakayama⁽⁹⁾에 의해 제안된 파괴일(WoF)과 관련된다.

$$\text{WoF} = \int P \, du / 2A \quad (7)$$

여기서 P 는 부하하중이고 u 는 하중점변위, A 는 파단면적을 나타낸다. WoF는 완전한 파괴동안의 단위 파단면적을 만들기 위해 소요되는 전 에너지를 의미한다. Fig. 8은 균열성장에 따른 파괴일의 거동을 나타낸다. 세라믹의 경우에는 WoF는 하중이 증가함에 따라 급속히 감소하지만 본 연구에서 평가한 CFCC에서는 17.5kJ/m^2 에서 파괴일이 거의 일정하게 유지함을 알 수 있다. 따라서 파괴일은 SCS6 섬유/ Si_3N_4 세라믹기지 복합재에서의 재료특성치가 될 수 있음을 나타낸다. R 곡선과 WoF의 중요한 차이는 전자가 누적에너지 증분에 기초하고 있으며 후자는 미분에너지평가에 기초하고 있다는 것이다. 즉 파괴일은 CFCC 복합재료를 이용하여 구조물을 설계할 때 유용히

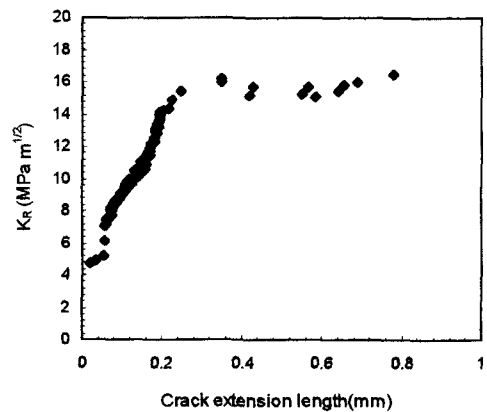


Fig. 7 K_R curve behavior for the crack extension

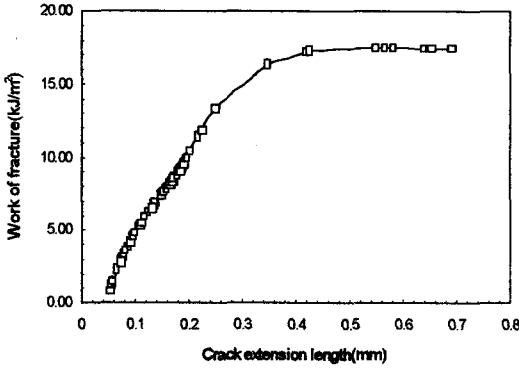


Fig. 8 The work fracture behavior for the crack extension

적용될 수 있을 것이다.

4. 결론

SCS6 섬유/Si₃N₄ 세라믹기지 복합재에 대하여 인장 및 4점굽힘시험을 행하여 기계적 특성 및 파괴저항을 평가하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

(1) 인장시험과 굽힘시험에 의한 탄성계수 및 비례한도는 각각 153.2GPa, 182.5GPa 및 50.7MPa, 180.8MPa이 얻어져 4점굽힘시험에 의한 탄성계수 및 비례한도가 훨씬 큰 것을 알 수 있었다.

(2) 얻어진 비례한도는 초기 기지균열발생한도와 거의 일치하며 AKC의 이론식과도 잘 일치하였다.

(3) 마스터컴플라이언스곡선을 이용한 균열성장 길이측정법이 유용히 적용됨을 알 수 있었다.

(4) CFCC의 기지의 파괴인성치가 4.77MPam^{1/2}로 얻어졌으나 평탄한 K_R은 거의 16MPam^{1/2}로 얻

어졌다.

(5) 파괴일 WoF를 구하여 17.5kJ/m²로 거의 일 정치에 도달하여 파괴저항특성치로 유용함을 알 았다.

참고문헌

- (1) Danforth, S. S. and Richman, M. H., 1983, *Ceramic Bulletin*, Vol. 62, No. 4, pp. 501~504.
- (2) Nair, S. V Gwo, T. J., Narbut, N. M. and Kohl, J. G., 1991, *J. Am. Am. Ceram. Soc.*, Vol. 74, No. 10, pp. 2551~2558.
- (3) Jenkins, M. G., Piccola, Jr., J. P. and Lara-curzio, E., 1996, *Fracture Mechanics of Ceramics*, Vol. 12, pp. 267~282.
- (4) Van Landeghen P. L. and Jenkins, M. G., 1999, *Ceram. Eng. & Sci. Proc.*, Vol. 20, No. 3, pp. 605~613.
- (5) Pennings, E. C. M. and Grellner, 1989, *W., J. Am. Cram. Soc.*, Vol. 72, No. 2. pp. 1268~1270.
- (6) Aveston, J. Cooper, G. A. and Kelly, A., 1971, *Single and Multiple Fracture, in Proc. Conf. on the properites of Fiber Composites, IPC Sci. and Tech.*
- (7) Steinbrech, R. Klehans, R. and Schaarwachter, W., 1983, *J. Mater. Sci.*, Vol. 18, pp. 265~270.
- (8) Jenkins, M. G., Kobayashi, A. S. Sakai, M., White, K. W. and Bradt, R. C., 1987, *Int. J. of Fracture*, Vol. 34, pp. 281~295.
- (9) Nakayama, J., 1965, *J. Am. Cram.*, Vol. 48, p. 583.