

# 사이클 하중이력이 SiC<sub>f</sub>/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 섬유강화 복합재료의 크리프에 미치는 영향

박 용 환

호서대학교 안전공학부  
(2000. 11. 25. 접수 / 2000. 12. 26. 채택)

## The Effect of Cyclic Loading History on the Creep of SiC<sub>f</sub>/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> Fiber-reinforced Composite

Yong-Hwan Park

Division of Safety Engineering, Hoseo University  
(Received November 25, 2000 / Accepted December 26, 2000)

**Abstract :** The influence of cyclic loading history on the creep behavior of the 30 vol% hot-pressed SiC<sub>f</sub>/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> composite was experimentally investigated at 1200 °C. The duration of loading/unloading had great effects on the creep behaviors. The short term duration cyclic loading history test results showed significant reduction in the primary and steady-state creep rates. For example, 300sec loading/300sec unloading history resulted in 70% lower steady-state creep rate than that of the continuous loading. However the long term duration cyclic loading history test results showed little change in creep rates compared to those of the continuous one. The reason for the significant change in the short term duration cycles was estimated due to the change in the stress redistribution between the fiber and matrix during the creep recovery in the primary stage.

**Key Words :** cyclic loading, ceramic composite, creep

### 1. 서 론

최근 국내외적으로 터빈블레이드, 밸브, 링, 노즐 등 항공기 및 자동차의 엔진 부품이나 발전설비 부품에 있어서 연소 성능의 향상과 제품 경량화를 위하여 800 °C 이상의 고온 발생 부위에는 기존의 금속제 부품 대신 내열성능이 뛰어난 세라믹스 부품이 그 대체 재료로서 큰 주목을 받고 있다. 특히 강도나 인성 등 monolith 세라믹스의 통상적인 기계적 특성 부족을 보완하기 위하여 고강도 세라믹 휘스커나 장섬유를 이용하여 기계적 특성을 향상시킨 새로운 세라믹 복합재료의 개발에도 많은 노력을 기울이고 있다.<sup>1,2)</sup>

그러나, 고온에서 작동하는 세라믹 부품은 경우에 따라서는 하중이나 사용압력에 의해 크리프가 일어나서 치수 변화 및 강도 저하로 이어질 수 있으

며, 이로 말미암아 정밀 부품으로서의 기능을 상실할 뿐만 아니라 심한 경우에는 파손에까지 이르러, 제품불량이나 작업중단 또는 대형사고로 이어져 막대한 인명 및 경제적인 손실을 초래할 수 있다. 따라서, 크리프 특성이 우수한 고온 구조용 세라믹 복합재료를 개발하기 위해서는 강화 섬유나 기지 등 우수한 기초 소재 개발 이외에 복합재료에 대한 고온에서의 정확한 거시적 또는 미시적 거동 규명을 통한 재료 설계의 최적화가 필수적이다. 이러한 중요성에도 불구하고 국내에서의 구조용 세라믹 복합재료의 고온 크리프 거동에 대한 연구는 매우 미흡한 실정이다.

본 연구에서는 최근 선진국에서 가스 터빈 블레이드, 열교환기 및 로켓 노즐용 대체소재로서 관심을 끌고 있는 SiC<sub>f</sub>/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 세라믹 복합재료의 고온 크리프 특성을 규명함에 있어, 실제 운전중에 부품 특성에 따라 발생할 수 있는 여러 가지 형태의 하중이력 사이클에 대하여 크리프 특성이 어떻게 영향을

받을 것이며, 그 원인은 무엇인지를 조사하고자 하였다.

## 2. 이론적 고찰

세라믹스에 있어서의 고온 크리프 변형 단계는 일반 금속에서와 마찬가지로 대개 primary stage, steady-state stage, 그리고 tertiary stage의 3단계로 구분되며, 이 때 일정 온도 하에서 steady-state 구간에서의 크리프율( $\dot{\epsilon}_s$ )은 다음과 같이 작용 응력에 대한 power law로 표시된다<sup>3)</sup>.

$$\dot{\epsilon}_s = A \sigma^n \quad (1)$$

여기서  $A$ 는 상수,  $\sigma$ 는 작용 응력,  $n$ 은 응력 지수를 나타낸다. 응력 지수  $n$ 은 로그 스케일의 크리프율-응력 선도에서 직선 기울기를 말하는 데, 해당 온도에서 재료에 있어서의 크리프 진행 메커니즘을 나타내는 지표로 알려져 있다. 유사한  $\text{Si}_3\text{N}_4$ 라 하더라도 재료 상태 및 제조 공법에 따라 응력 지수  $n$ 은 1 ~ 5까지 다양한 값을 지니는 것으로 알려져 있으며, 본 연구에서 사용된 hot-press용  $\text{Si}_3\text{N}_4$ 의 경우  $n \approx 2$ 로서 주로 입계면 간의 공동(cavity)이나 크랙 형성에 의한 입계면 미끄럼(grain boundary sliding)에 의해 크리프가 진행되는 것으로 알려져 있다<sup>3)</sup>.

한편, 강화재료인 CVD SCS-6 SiC 모노필라멘트 섬유류의 크리프 거동은 대부분의 세라믹스와는 달리 primary creep 거동 이후에도 steady-state creep의 뚜렷한 구별이 나타나지 않는 것으로 조사되었으며, 이 때의 비선형 거동은 다음 식으로 표시될 수 있다고 하였다<sup>4)</sup>.

$$\dot{\epsilon}_t = B \sigma^n t^m \quad (-1 < m \leq 0) \quad (2)$$

여기서  $B$ 는 상수,  $n$ 은 응력 지수,  $m$ 은 시간 지수를 나타낸다. 이 때 시간 지수  $m$ 은 부호가 음이고 크기는 1보다 작은 값을 가짐으로, 일정 응력 하에서 크리프율은 시간이 경과함에 따라 지속적으로 감소하는 것으로 나타났다.

세라믹 복합재료의 경우는 이와 같이 각각의 크리프 특성이 서로 다른 기지 재료와 강화섬유의 조합으로 되어 있어, 전체적인 크리프 거동은 이들 기지와 섬유 각각의 특성에 큰 영향을 받는 것으로 밝

혀져 있다. 그러나 많은 실험적 결과에 의하면 현상 학적으로는 대부분이 monolith 세라믹에서와 같이 3단계의 크리프 거동을 하며, 이 때 steady-state 구간의 거동도 (1)식으로 나타낼 수 있는 것으로 되어 있다<sup>5)</sup>.

한편, 일정 응력 하의 고온에서 크리프 거동을 하고 있는 시험편에 작용 응력을 갑자기 제거하게 되면 즉각적으로 탄성 변형률만큼 감소하게 되고 다시 시간이 경과함에 따라 크리프 변형률은 서서히 회복하고 일정량만큼의 영구 변형이 남는 현상이 일어나는데 이것을 크리프 회복(creep recovery)이라고 하며, 이러한 현상은 금속이나 플라스틱 뿐 아니라 고온의 세라믹스에서도 유사하게 일어나는 것으로 알려져 있다<sup>6)</sup>.

이와 같이 크리프와 크리프 회복 현상들은 실제 각종 기계 및 플랜트 설비의 가동/정지 과정에서 여러 가지 형태로 조합 반복해서 나타나는 경우가 많으며, 이 때 가동/정지 시간 등 하중이력 사이클 특성은 세라믹 복합재료의 경우에도 그 기계적 특성에 큰 영향을 미칠 것으로 예상된다<sup>5,6)</sup>.

## 3. 실험

### 3.1. 시험편 및 시험 장치

본 연구에 사용된 시험편 재료는 hot-press로 성형된 일방향  $\text{SiC}_f/\text{Si}_3\text{N}_4$  세라믹 복합재료로 부피비는 30vol%로 하였다. 강화 섬유로서는 직경 약 142  $\mu\text{m}$ 의 모노필라멘트 형태의 CVD SCS-6 SiC 섬유가 사용되었으며, 기지 재료로서는 평균 직경 0.5  $\mu\text{m}$ 의 질화규소 미분말을 사용하였다. 복합재료 시험편재의 성형은 균일한 섬유 분포를 얻기 위하여 tape-casting 법에 의하여 1700  $^\circ\text{C}$  질소 분위기에서 hot-pressing으로 소결하였다. Fig. 1은 제조된 세라믹 복합재료 시험편을 절단한 후 연마한 단면을 현미경으로 확대하여 찍은 사진으로 강화섬유의 분포와 단면 구조를 자세히 나타내고 있다.

Fig. 1의 절단된 시험편 단면 그림에서 보는 바와 같이 SiC 강화섬유는 정사각형 또는 육면체 모양으로 비교적 규칙적으로 잘 배열되어 있으며, 섬유와 기지간에 또는 기지 내부에 공극이나 균열이 보이지 않는 것으로 보아 제조 및 결합 상태가 비교적 양호함을 알 수 있다.

본 연구의 시험편으로는 인장 크리프 시험에 따른 편심하중 및 응력집중의 영향이 적어 취성 세라

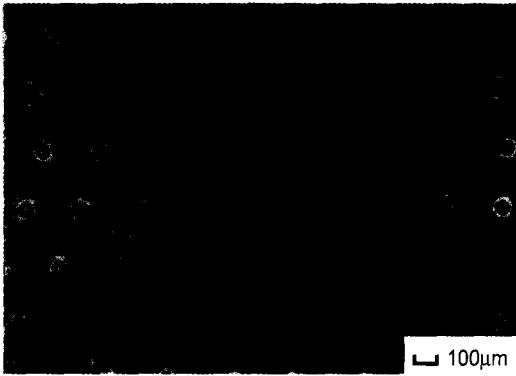


Fig. 1. Fiber distribution in a CVD-SiC<sub>f</sub>/HPSN ceramic composite

믹 재료에 적합한 것으로 알려진 edge-loading 시험편을 사용하였으며, 시험 장치로서는 정밀한 하중 또는 변형률 제어가 가능한 MTS사의 서보 유압피로시험기를 사용하였다. 또한 edge-loading 시험편에 하중이 작용할 시 최대한 편심이 발생되지 않도록 자체 중심선 조정(self alignment)이 용이한 특수그립을 사용하였다.

시험온도의 결정은 기지 재료인 질화 실리콘의 경우 1300℃ 이상에서는 급속한 열화가 진행되는 것으로 알려져 있으므로 하중이력 시험 온도를 최대 예상 사용온도인 1200℃로 결정하였다. 시험편을 단시간 내에 풀고루 1200℃로 가열하기 위해서 유도가열(induction heating)법에 의하여 시험편의 표점거리 부분만 급속히 가열할 수 있도록 특수하게 고안된 SiC 가열로를 직접 제작하여 사용하였으며, 이 때 그립 부위는 최대한 가열이 되지 않도록 열 차단벽을 설치하고 냉각수가 흐르도록 냉각 시스템을 구성, 설치하였다.

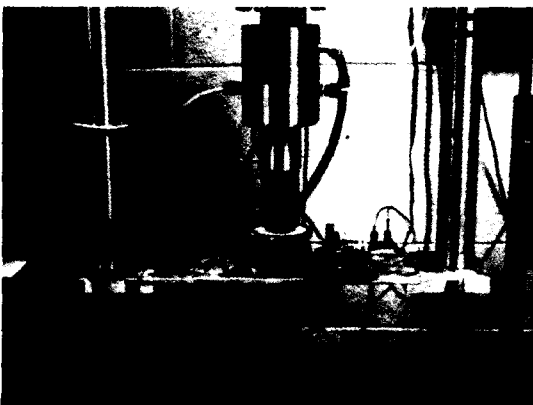


Fig. 2. Experimental set-up and furnace

하중이력 시험 도중 시험편의 온도를 일정하게 유지하기 위하여 가열로 내의 온도 편차는 ±1℃ 이내로 유지토록 정밀 온도제어장치를 사용하고 가열로 외부로의 열손실을 최소화하도록 하였다. 크리프 변형률의 측정은 그립 연결부에서의 LVDT 측정 방식 대신 접촉식 익스텐소미터(extensometer)에 두 개의 긴 세라믹 로드를 연결한 다음 세라믹 로드를 가열로 측방향에 나있는 구멍으로 통과시켜 시험편 표점거리에 접촉하게 하여 표점거리에 대한 변형률을 직접 산출함으로써 최대한 정밀한 변형률 값을 얻도록 하였다. Fig. 2는 가열로가 설치된 시험장치를 나타낸 사진이다.

### 3.2. 시험 방법

크리프 시의 하중이력 영향을 알아보기 위한 시험은 1200℃ 공기 중에서 인장 크리프 응력 200 MPa에 대하여 실시하였다. 시험편에 가해지는 로딩/언로딩/loading/unloading) 과정에서의 크리프의 영향을 최소화하기 위하여 유압피로시험기의 하중 제어 방식에 의해 로딩/언로딩은 약 100 MPa/s의 비교적 빠른 속도로 수행하였다. 하중이력 사이클은 크게 단기 사이클과 장기 사이클 각각의 영향을 고려하는 차원에서 1) 크리프 후 매 300sec 마다 신속한 언로딩/리로딩(unloading/reloading), 2) 300 sec 로딩/ 300sec 언로딩, 3) 크리프 후 매 50hr 마다 신속한 언로딩/리로딩, 4) 50hr 로딩/50hr 언로딩의 4 가지 경우를 설정하였다. 총 크리프 시간은 시험편이 파단되지 않는 경우 최고 200hr까지로 하였다.

상기의 각 시험 결과에 대하여 크리프율 및 회복율과 총 누적 크리프 양을 계산하고 그 값을 연속 크리프 곡선의 경우와 비교하여 하중이력시의 지속시간의 영향을 조사하였다.

### 4. 실험 결과 및 해석

Fig. 3은 일방향 SiCf/HPSN 시험편에 대하여 크리프 응력 200MPa에서의 연속 크리프 곡선 대비 단기 사이클 하중이력 시험 결과 곡선을 서로 비교하여 나타낸 그림이다.

Fig. 3에 나타난 바와 같이 단기 사이클에 있어서는 누적 크리프 양과 초기 크리프율 모두 연속 크리프 곡선에 비해 값이 훨씬 작게 나타나 크리프 거동이 단기하중이력에 큰 영향을 받는 것으로 나타났다.

매 300sec 로딩/0sec 언로딩 사이클곡선의 경우

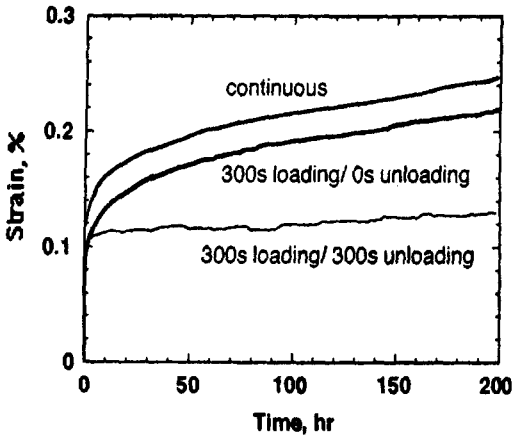


Fig. 3. The effect of short-term loading history on creep

연속 크리프 곡선에 비해 초기 크리프 거동은 활발하지 못하고 억제되었으며, steady-state 영역의 크리프율은 별다른 변화가 없었다. 이러한 결과는 본 재료에 있어서는 primary 거동과 steady-state 거동이 거의 독립적인 메카니즘에 의해 지배되고 있음을 나타내며, 순간 언로딩을 동반하는 단기 하중 이력도 primary 거동에 크게 영향을 미칠 수 있음을 나타낸다. 즉, 매 300sec 마다 실시한 언로딩 시간이 2초 이내로 매우 짧은 시간임에도 불구하고 크리프 회복(creep recovery)이 시험편 내에서 일어나기 때문으로 추정할 수 있다.

이는 복합재료의 primary 크리프 메카니즘이 강화섬유와 기지간의 크리프 속도 차이에 따른 응력전이 및 응력 재분포에 크게 기인한다고 볼 때, 언로딩에 따른 크리프 회복이 강화섬유와 기지간의 내부 응력 재분포에 지속적으로 변화를 일으키기 때문으로 분석된다.

매 300sec 로딩/300sec 언로딩 사이클의 경우에는 primary 거동이 거의 소멸하여 연속 크리프 곡선과는 완전히 상이한 모습을 나타내었으며, 탄성 변형을 제외한 누적 크리프량은 약 70%, steady-state 구간의 크리프율도 약 70% 정도나 크게 감소한 것으로 나타났다.

이러한 변화의 원인도 앞의 매 300sec 로딩/0sec 언로딩 사이클의 primary 크리프 거동 감소 원인과 맥을 같이 하고 있다고 볼 수 있다. 즉, Fig. 4의 각 시간대 별 확대 그림에서 보는 바와 같이 크리프 초기에 매 300sec의 언로딩 시간 동안에 발생하는 비교적 많은 양의 크리프 회복으로 시험편 내부의 섬유와 기지간의 거시적 응력 분포가 더욱 큰 영향을

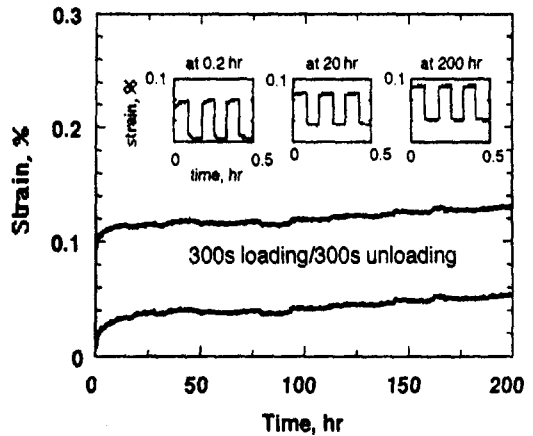


Fig. 4. The creep and recovery under 300s loading and 300s unloading cycles

받음으로써 복합재료 전체의 크리프 거동에도 지대한 영향을 가하였기 때문으로 추정된다.

이러한 변화는 재료의 크리프 거동과 크리프 회복 거동이 서로 상이할 때는 내부 응력분포가 더욱 복잡하게 되어 Fig. 4에서처럼 그 거동이 완전히 다른 모습으로 나타날 수가 있다.

Fig. 5와 Fig. 6은 장기 사이클 하중이력 시의 크리프 곡선을 나타내고 있는데, Fig. 6에서와 같이 언로딩 시간이 길 경우 복합재료에서도 크리프 회복이 뚜렷하게 일어나고 있는 것을 볼 수 있다.

Fig. 5의 매 50hr 로딩/0hr 언로딩 사이클 곡선의 경우는 Fig. 3의 연속 크리프 곡선과 비교해 볼 때, 크리프율과 누적 크리프 양에서 거의 차이를 보이지 않음으로써 언로딩 효과가 거의 없는 것으로 나타났다. Fig. 6의 매 50hr 로딩/50hr 언로딩 사이클의 경우는 Fig. 7과 같이 크리프 회복 구간을 제외한 누적 크리프 곡선을 만들 경우 연속 크리프 곡선에 비해 약간의 크리프율 증가가 나타났는데, 이는 앞의 단기 사이클 경우에서와 같이 크리프와 크리프 회복 특성 차이에 따른 변화라기보다는 통상 시험편이나 시험기에서 발생할 수 있는 실험 데이터의 편차 정도로 해석되었다. 그 이유는 매 50hr 로딩/50hr 언로딩 사이클의 경우가 재료의 크리프와 변형을 회복 특성 차이에 따른 내부 응력 변화에 있다고 할 경우 앞의 단기 하중이력 실험 결과에 따르면 누적 크리프율이 오히려 감소해야 하는 것으로 예측되기 때문이다.

결과적으로 Fig. 5와 Fig. 6 각각의 그림에서 보는 바와 같이 장기하중이력은 변형을 회복부분을 제

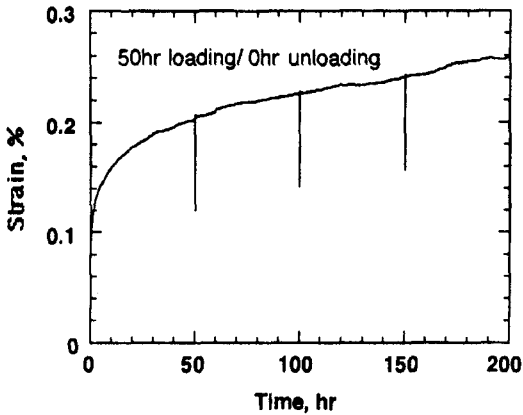


Fig. 5. The creep and recovery under 50hr loading and 0hr unloading cycles

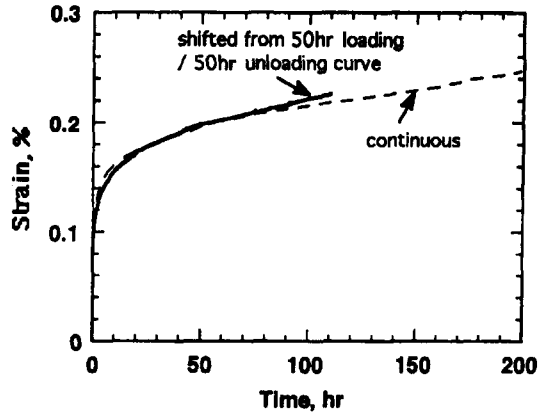


Fig. 7. The shifted creep curve of 50hr loading and 50hr unloading cycles

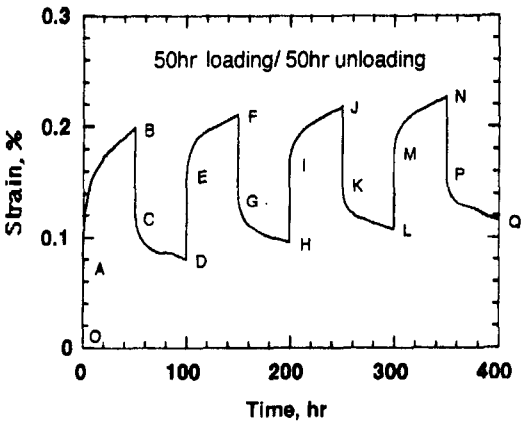


Fig. 6. The creep and recovery under 50hr loading and 50hr unloading cycles

외하면 전체적인 크리프 거동에는 별다른 영향을 미치지 않는 것으로 나타났다고 할 수 있다.

이와 같이 장기 사이클 하중이력 곡선의 경우 앞의 단기 사이클 하중이력의 경우에 비해 모두 변화 정도가 미미하게 나타난 것은 최초 변형률 회복이 재료의 primary 크리프가 거의 완료되는 50hr 시점에 일어났기 때문으로 볼 수 있다. 즉, steady-state 구간에서는 섬유/기지 간 응력 재분포 현상이 primary 구간에서처럼 활발히 일어나지 않고 작용 응력의 대부분을 받고 있는 강화 섬유가 전체적인 크리프 및 회복 거동을 지배하고 있다고 추정할 수 있기 때문이다.

Fig. 6에서 로딩/언로딩 시의 시험편의 탄성 변형량이 동일하다고 가정할 때 각 하중이력 구간별 크리프 대비 변형률 회복량의 비는 50hr 경에는 0.38

(CD/AB)로 매우 작았으나, 100hr 경과 이후에는 0.78(GH/EF), 0.8(KL/IJ), 0.8(PQ/MN)로 크게 증가하고 나중에는 거의 변화가 없는 것으로 나타났다. 이는 변형률 회복량은 매 사이클 별로 크게 변화가 없는 반면 크리프양은 초기에 크게 증가하였다가 점차 증가율이 둔화되었기 때문이다. 두 번째 사이클부터는 첫 사이클에서처럼 리로딩에 따른 급격한 primary 거동이 나타나지 않고 크리프 증가율이 거의 일정하게 나타남으로써 이미 시험편 내에 primary 크리프 성장이 거의 완료되었으며, 이후는 크리프 거동이 변형률 회복에 의해서 별로 영향을 받지 않고 있음을 보여준다.

이상의 실험 결과로 미루어 볼 때 고온 인장 크리프 응력을 받는 세라믹 복합재료 부품에 있어서는 가동 중에 크리프 발생을 인지하여 작동을 정지하더라도 이미 primary 크리프가 진행된 이후라면 크리프 회복으로 인한 수명 증대를 꾀할 수가 없으며, 재 가동 후 계속 크리프가 진행될 수 있음을 말해 준다.

만약 primary 크리프가 진행 중일 경우에는 가동과 정지를 여러 차례 반복하는 것이 크리프 진행을 억제함으로써 수명을 연장할 수 있는 효과적인 수단이 될 수 있음을 알 수 있다.

## 5. 결 론

본 연구에서는 CVD SiC<sub>r</sub>/HPSN 세라믹 복합재료에 대하여 일정 온도(1200℃)하에서 하중이력 형태에 따른 크리프 거동 특성이 어떻게 달라지는가를 실험적으로 살펴보았으며, 이로부터 얻은 결론

은 다음과 같다.

(1) 섬유강화 세라믹 복합재료의 인장 크리프 거동은 하중이력 사이클의 지속 시간에 큰 영향을 받는 것으로 나타났다. 특히 로딩/언로딩 지속시간이 각각 300sec 정도로 짧은 경우에는 primary 크리프율 및 steady-state 크리프율 모두 약 70% 정도 크게 감소한 것으로 나타났다.

(2) 언로딩 시간이 매우 짧을 경우에도 primary 영역 내에서는 순간 언로딩 자체만으로도 크리프 거동에 상당한 영향을 미치는 것으로 나타났고, steady-state 구간에서는 순간 언로딩의 영향이 거의 없는 것으로 나타났다.

(3) 로딩/언로딩 지속시간이 각각 50hr 정도로 긴 경우에는 크리프 거동에 별다른 영향을 미치지 않는 것으로 나타났다. 그 원인으로는 세라믹 복합재료에 있어서의 크리프 진행은 섬유/기지간 응력 재분배에 크게 좌우되며, 이러한 응력 재분배는 primary 구간에서 더욱 활발한데, 이때 언로딩에 의한 크리프 회복 효과로 섬유/기지간 응력 전이에 많은 영향을 주기 때문으로 보여진다.

## 참고문헌

- 1) L. J. Schioler, J. J. Stiglich, Jr., "Ceramic Matrix Composites ; A literature Review," Am. Ceram. Soc. Bull., Vol. 65, No. 2, pp. 289~292, 1986.
- 2) K. M. Prewo, "Fiber-Reinforced Ceramics ; New Opportunities for Composite Materials," Am. Ceram. Soc. Bull., Vol. 68, No. 2, pp. 395~400, 1989.
- 3) T. Fett, G. Himsolt, D. Munz, "Cyclic Fatigue of Hot-Pressed Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> at High Temperatures," Advanced Ceramic Materials, Vol. 1, No. 2, pp. 179~84, 1986.
- 4) J. A. Dicarolo, "Creep of Chemically Deposited SiC Fibers," J. of Mater. Sci., Vol. 21, pp. 217~224, 1986.
- 5) A. A. Wereszczak, M.K. Ferber, and T. P. Kirkland, "Creep Performance of Candidate Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> and SiC Materials for Land-Based, Gas Turbine Engine Components," J. of Engineering for Gas Turbines and Power, Transactions of the ASME, Vol. 119, No. 10, pp. 799~806, 1997.
- 6) A. A. Wereszczak, M. K. Ferber, and T.P Kirkland, "Effect of Cyclic Loading on the Creep Performance of Silicon Nitride," J. of Engineering for Gas Turbines and Power, Transactions of the ASME, Vol. 118, No. 2, pp. 251~56, 1996.