

세라믹스 파괴인성평가에 있어서 IF법과 AE

김부안 · 문창권
부경대학교 재료공학부

Acoustic Emission and Indentation Fracture Method for the Engineering Ceramics

BU-AHN KIM AND CHANG-KWON MOON

Department of Materials Science & Engineering, Pukyong National University, Pusan 608-739, Korea

KEY WORDS: Engineering ceramics 구조용 세라믹스, Median crack 메디안 균열, Acoustic emission 음향방출, Fracture toughness 파괴인성, Elastic modulus 탄성률, Vickers hardness 비커스 경도, Indentation fracture 인덴테이션 파괴

ABSTRACT: The fracture toughness of ceramics can be measure by such various methods as DT (double torsion), CN (chevron notch) etc. But, the application of these methods to the engineering ceramics is very difficult because of its very high hardness. So, IF (indentation fracture) method is generally used for the evaluation of fracture toughness of ceramics. The Median crack induced by the sharp Vickers indenter was compared with the detected AE (acoustic emission) signal. On the silicon nitride ceramics, the AE test results agree fairly well with the median crack occurrence and growth process. But, on the alumina, very many complicated crack signals were detected besides median crack. It can be considered that the IF methods must be used in limited engineering ceramics materials.

1. 서 론

파인 세라믹스의 장점은 다른 금속이나 유기재료에 비해 고온강도가 높고 화학적으로 매우 안정하다는 점들을 들 수 있다. 따라서 현재 파인 세라믹스는 구조기계분야 외에도 전기전자, 화학, 광학 및 생체분야의 중요한 재료의 하나로 활용범위가 점점 확대되어 가고 있다(박정현, 1996).

그러나 세라믹스는 일반적으로 이온결합이나 공유결합을 취하고 있기 때문에, 극히 미소한 변형에도 그 내부에 축적되는 에너지는 크며, 인장응력장에서 취성파괴를 일으킨다는 결점을 가지고 있다. 따라서 세라믹스를 구조용 부재로 이용할 때에는 취성파괴의 발생을 정량적으로 평가할 수 있는 수법의 확립이 필요하다(김과 신, 1997).

한편, 재료의 취성파괴를 취급하는 수법으로는 파괴역학적 수법이 유효하다는 것이 알려져 있다(김과 남, 1997). 특히, 재료의 고유한 취성파괴에 대한 저항치인 파괴인성치(K_{Ic})는 구조재료의 안전성 평가뿐만 아니라 재료개발의 차원에 있어서 아주 중요한 파괴역학적 파라미터라고 볼 수 있다. 파인 세라믹스에 대한 파괴인성치를 측정하기 위한 시험법으로는 지금까지 SENB (single edge notched beam)법, DT(double torsion)법 및 CN(Chevron notch)법 등이 연구개발 되어 이용되고 있다(김과 남, 1997). 그러나 파인 세라믹스는 경도가 매우 높아 상기의 시험편 제작에는 막대한 노력이나 비용이 필요하다. 따라서 현재 대부분의 연구자들은 상기의 방법보다는 보다 간단한 IF(indentation fracture)법에 의해 세라믹스의 파괴인성치를 측정

하고 있는 실정이다. IF법은 비커스 경도기의 압자 압입에 의해 형성되는 메디안 균열의 크기와 압자압입 하중에 의해 파괴인성치를 산출하는 아주 간편한 평가식으로서 지금까지 많은 식이 제안되어 사용되고 있다. 그러나 동일조건 하에서, IF 식들에 의하여 구한 파괴인성치의 결과를 서로 비교한 연구는 매우 드물다.

본 연구에서는 가압소결된 질화규소를 대상으로 지금까지 제안된 대표적인 IF 평가식들에 의하여 파괴인성치를 구한 다음, 그 계산결과를 Newman-Raju식(Newman and Raju, 1979)에 의하여 구한 파괴인성치와 비교해 보았다. 그리고, 이들 IF 평가식들에 의해서 구한 파괴인성치의 통계적 특성을 비교하였다. 또한 AE계측장비를 이용하여 질화규소와 알루미늄 세라믹스에 대한 압자압입시의 AE 신호특성을 검출하여 상호 비교 분석하였다.

2. 파괴인성 평가방법

2.1 시험편 및 실험장치

본 실험에 이용한 시험재료는 고온강도, 경도 내마모성 및 전기적 특성이 뛰어나, 각종 기계구조용 및 전기전자용 부품으로 각광으로 받고 있는 가압소결된 질화규소와 알루미늄으로서 그 물리적 특성을 Table 1에 보인다. 그리고 여기서의 파괴인성치는 메디안 표면균열이 형성된 시험편에 대하여 3점굽힘시험을 실시하여 파괴강도를 구하고, 그 강도와 시험편 표면이나 파면에서 측정된 Median 균열의 크기 등을 Newman-Raju식에

Table 1 Physical properties of the ceramics

	Fracture toughness (MPa · m ^{1/2})	Fracture strength (MPa)	Young's modulus (GPa)	Density (kg/m ³)
Si ₃ N ₄	7.8	1160	301.7	3260
Al ₂ O ₃	4.0	290	-	3910

대입하여 계산한 결과이다. 그리고 본 IF 계산식에 이용될 질화규소 시험편의 탄성계수는 초음파 펄스 반사법에 의하여 구하였다. 이용된 탐촉자는 Panametrics, 5072PR이며, 송신펄스와 시험편 저면에서의 반사펄스와의 시간차는 디지털 오실로스코프(LeCroy 9310)에서 측정하였다. 세라믹스 시험편의 형상 및 크기는 Fig. 1과 같다.

시험편의 표면 거칠기는 표준시험규격 0.8 μ m이하로 가공하였으며, 시험편의 제작 과정에서 기인하는 잔류응력을 제거하기 위하여 모든 시험편은 1200 $^{\circ}$ C에서 2시간의 열처리를 실시한 후 실험에 임하였다. 그리고 3점굽힘시험 및 IF시험을 실시하기 위한 시험편의 표면균열은 비커스 경도기(Indentec, 490N)로써 형성시켰으며, 비커스 경도기의 압자압입에 의한 반원 또는 반타원 메디안 균열형성과정의 모식도를 Fig. 2에 나타내었다.

한편 비커스 경도기에 의한 압자압입 시험중에 발생하는 균열의 음향방출신호의 측정 시스템을 Fig. 3에 나타내었다. 시험과정에서 발생하는 음향방출 신호는 PAC의 Mistras 2001 model(2 channel)을 사용하여 검출하였다. AE센서는 1MHz 광대역 센서를 사용하였고, 음향방출 신호는 100~1200kHz 아날로그 필터가 내장된 Pre-amp.에서 40dB 증폭시켰다. 그리고 외부 잡음을 제거하기 위하여 한계치를 32dB로 설정하여 실시간적으로 분석하였다.

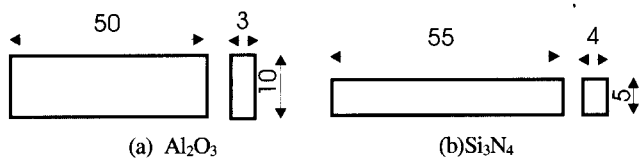


Fig. 1 Dimension of specimens

2.2 평가시험법

비커스 경도기의 압자를 시험편의 표면에 압입을 하면 그 표면 바로 아래에는 반원 또는 반타원의 메디안 균열이 쉽게 형성된다.

따라서 세라믹스 시험편의 파괴인성치는 일반적으로 압자압입으로 인하여 형성된 메디안 균열길이와 3점굽힘시험에 의하여 얻어진 굽힘강도등을 Newman-Raju식에 대입함으로써 계산될 수 있다.

이 방법은 충분히 발달된 메디안 균열에 대해서는 거의 안정된 파괴인성치가 측정되기때문에 세라믹스 재료의 비교적 우수한 물성치 측정방법으로 생각된다.

이에 대하여 IF 시험법은 시험편의 강도시험이 필요없이, 비커스 경도시험시에 얻어지는 압흔의 길이, 균열길이, 비커스 압자압입 하중, 경도 그리고 탄성계수 등을 파라미터로하여 아주 간편하게 세라믹스의 파괴인성치를 구하는 방법이다. 지금까지 제안된 대표적 IF평가식을 이하에 열거한다.

(Lawn and Fuller, 1975) (1)

$$K_{Ic} = \chi (P_V/c^{1.5}), \quad \chi = 1/(\pi/3 \tan \psi),$$

$$\psi = 68^{\circ}$$

(Marshall and Lawn, 1979) (2)

$$K_{Ic} = (\chi_e + \chi_r) P_o/c^{1.5},$$

$$\chi_e + \chi_r = 0.058$$

(Evans, 1979) (3)

$$\log[(K_{Ic}/H\sqrt{a})/(H/E)]^{0.4} =$$

$$-1.59 - 0.34 \chi - 2.02 \chi^2 + 11.23 \chi^3$$

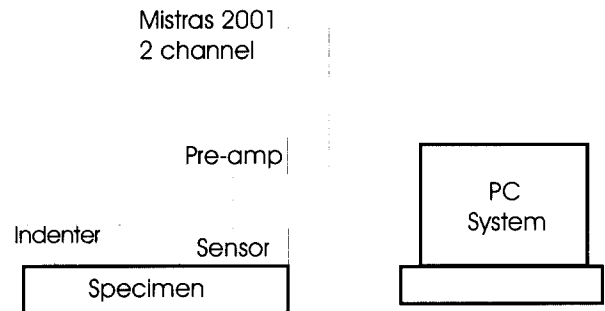


Fig. 3 Schematic diagram of AE system

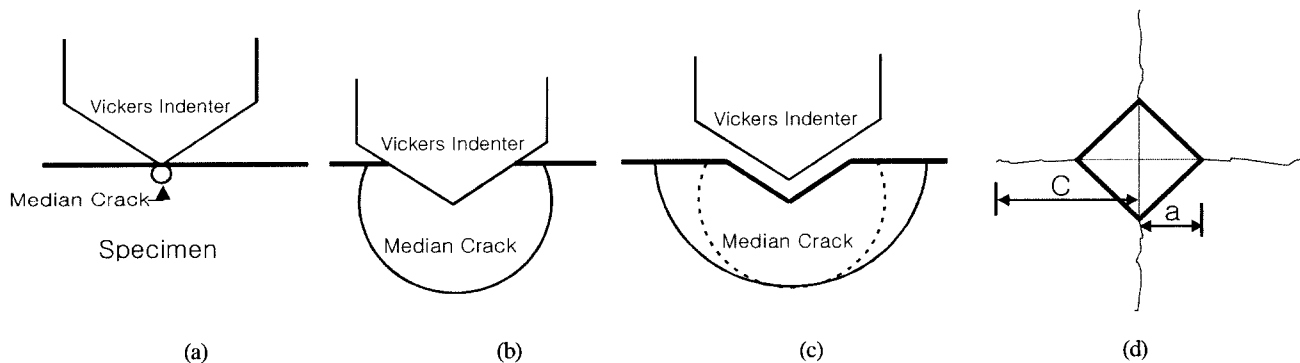


Fig. 2 Schematic diagram of median crack by the Vickers indenter

$$-24.97 \chi^4 + 16.32 \chi^5$$

$$\chi = \log(c/a)$$

(Lawn et al., 1980)

$$(K_{IC}/H\sqrt{a})/(H/E)^{0.5} = 0.028(c/a)^{-1.5}$$

(Marshall and Evans, 1984)

$$K_{IC} = 0.026(H/E)^{0.5} P_v/c^{1.5}$$

(Tanaka, 1984)

$$K_{IC} = 0.0725 P_v/c^{1.5}$$

(Miyoshi et al., 1985)

$$K_{IC} = 0.018(E/H)^{0.5} (P_v/c)^{1.5}$$

(Chantikul et al., 1981)

$$K_{IC} = 0.016(E/H)^{0.5} (P_v/c)^{1.5}$$

여기서, P_v 는 비커스 압자압입 하중, c 는 Median 균열길이, a 는 압흔길이, E 는 탄성률 그리고 H 는 경도이다

3 실험결과 및 고찰

3.1 IF법에 의한 파괴인성치의 특성

IF식의 가장 큰 특징은 파괴강도 시험이 필요없이 비커스 경도 시험만으로 간단하게 상대성 파괴인성치를 구할 수 있다는 데 있다. 그러나 식(1)에서 식(8)까지의 식에서 알 수 있듯이 대표적 식의 형태는 큰 차이가 없지만, 중요한 재료물성치 탄성계수나 비커스 경도를 고려한 경우[식 (3), (4), (5), (7), (8)], 잔류응력의 효과를 고려한 경우[식 (2)] 그리고 압흔의 길이를 고려한 경우[식 (3), (4)] 등 식들의 특징이 다양할 뿐만 아니라 그 계산 결과도 상당한 차이가 나기 때문에 모두 상대적 파괴인성치의 평가에 사용되고 있다.

질화규소 시험편의 표면에 비커스 경도기의 압자를 압입함으로써 형성된 메디안 표면균열이나 압흔길이, 탄성계수 및 경도 등을 식(1)에서 식(8)까지의 IF 평가식에 대입하여 계산한 파괴인성치의 결과를 Fig. 4에 보인다. 본 실험에서 비커스 압자압입 하중은 490N이며, 시험 횟수는 20회로 하였다. 그림중의 점선은 Newman-Raju식에 의하여 구한 질화규소 시험편의

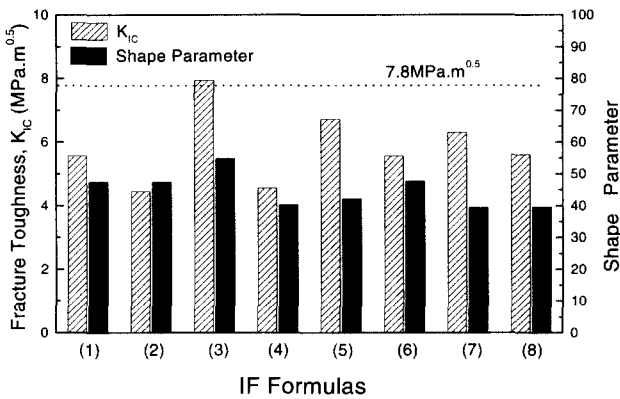


Fig. 4 The results of fracture toughness by IF formulas

파괴인성치이다.

여기서 알 수 있듯이, 대부분의 IF식에 의한 파괴인성치는 질화규소 시험편의 파괴인성치 $7.8 \text{MPa} \cdot \text{m}^{0.5}$ 보다 상당히 낮게 나타나고 있을 뿐만 아니라, 각 식에 따른 파괴인성치도 상당한 차이를 보이고 있다. 그러나 각 식의 파괴인성치에 대한 Weibull분포식의 형상계수는 약 40이상으로 나타나, 각 식마다 비교적 안정된 값이 구해지고 있음을 알 수 있다.

특히, 상기의 식들 중에서 식(8)의 Miyoshi등의 식은, 하중의 존성이나 큰 파괴인성치의 편차를 보이는 식들은 바람직하지 않다고 생각하고, 비커스 압흔 주변의 3차원 유한요소법을 이용한 해석을 행하여 유도한 식으로 JIS에도 채용되어 있는 식이다. 그러나 모든 IF식이 반경험식이며, 세라믹스의 파괴인성치 자체가 균열길이 의존성을 나타내는 재료라는 것을 고려하면, 오히려 하중존성이 나타나는 식이 보다 바람직한 식으로 생각될 수도 있다. 따라서 현시점에서 어떤 특정한 IF식의 우수성을 논하기는 어렵고, 시험편이나 실험조건에 맞는 식을 선택해서 세라믹스의 파괴인성치를 평가하는 것이 바람직하다고 생각된다.

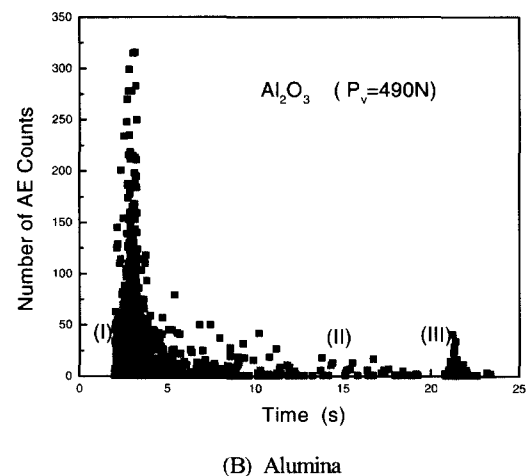
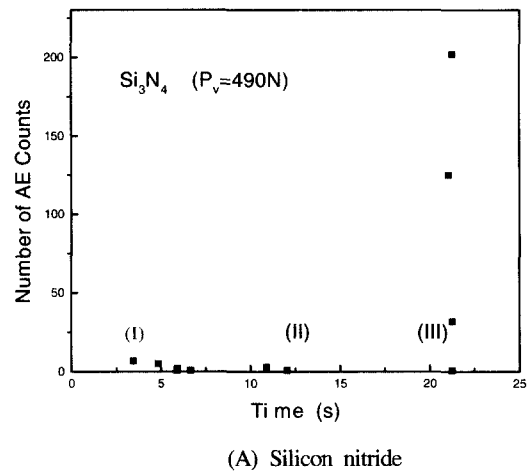


Fig. 5 Detected AE signals in the Vickers indentation test

3.2 인텐테이션과 AE

비커스 압자압입에 따른 메디안 균열 형성과정을 Fig. 2에 보였다. 비커스 압자가 시험편의 표면에 접촉하게 되면 그 표면직하에 메디안 균열의 핵이 생성되고(Fig. 2(a)), 비커스 압자의 압입하중의 증가와 함께 이 메디안 균열이 점점 성장하게 된다(Fig. 2(b)). 그리고, 이 메디안 균열은 비커스 압자의 압입하중을 제거할 때에 잔류응력의 영향으로 표면방향으로 더욱 성장하게 되며, 최종적으로 반원 또는 반타원의 형상(Fig. 2(c))을 이루게 되는 것이 알려져 있다(Marshall and Lawn, 1979). 시험편 표면에 형성되는 메디안 균열의 상면 모습도는 Fig. 2(d)와 같다.

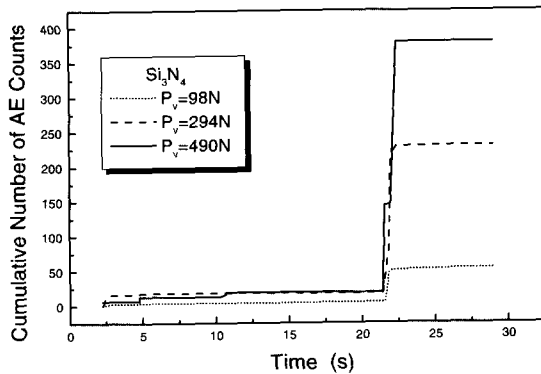
한편, 비커스 압자압입시에 이러한 메디안 균열 이외에도 래터럴(Lateral) 균열이나 팜크비스트(Pamqvist) 균열이 형성되는 경우도 알려져 있다. 이러한 균열들은 재료의 물성이나 비커스 압자의 압입하중에 따라서 형성되는 것으로 알려져 있다(김과신, 1997)

Fig. 5는 질화규소 및 알루미늄 시편의 표면에 비커스 압자를 압입하면서 메디안 균열의 음향방출신호를 검출한 결과이다.

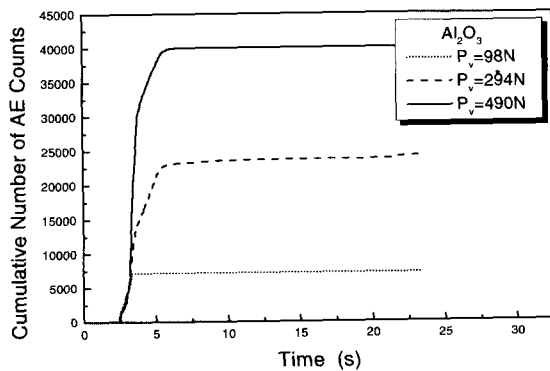
질화규소의 경우, AE신호는 비커스 압자가 시험편의 표면에 접촉하여 메디안 균열이 발생하는 순간(I)부터 비커스 압자의

최대압입하중이 가해질 때까지 검출되었다. 그리고, 최대하중이 유지되는 시점(II)부터는 AE신호가 거의 검출되지 않다가, 비커스 압자 압입하중을 제거하는 순간(III)에서 큰 AE신호가 검출되는 특성이 나타났다. (III)의 시점에서 큰 AE신호가 검출된 것은 압자압입에 의한 표면의 잔류응력으로 인한 메디안 균열의 성장 때문으로 생각되며, 전체적으로 시험편 표면의 메디안 균열의 형성과정(Fig. 2)과 거의 일치하고 있는 것을 알 수 있다.

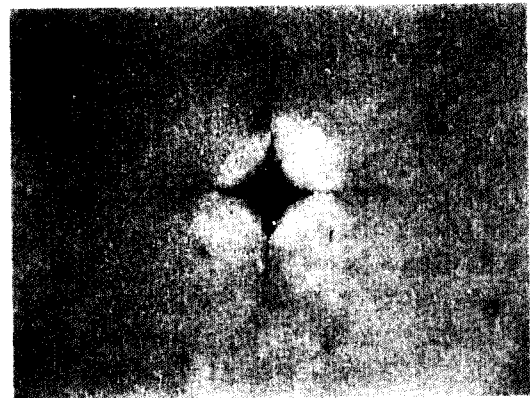
그러나 알루미늄의 경우, 시험편 표면에 비커스 압자가 압입되는 순간(I)부터 매우 수 많은 균열들이 발생되고 있음을 알 수 있다. 그리고, 최대하중이 유지되는 시점(II)에서도 약간의 AE신호가 검출되고 있으며, 비커스 압자 압입하중을 제거하는 순간(III)에는 질화규소의 경우와는 달리 작은 AE신호가 검출되고 있는 것을 알 수 있다. 이러한 사실로부터 알루미늄 시편의 표면에는 비커스 압자의 압입으로 인하여, 메디안 균열 뿐만 아니라 다수의 미세균열도 동시에 발생한 것으로 생각되며, 또한 비커스 압자 압입으로 형성되는 잔류응력에 의한 메디안 균열의 성장도 그다지 크지 않았을 것으로 생각된다. Fig. 6은 여러 가지 비커스 압자 압입하중에 대한 AE누적수와 관계도를 보인 것이다. 질화규소의 AE 누적수는 비커스 압자가 시험편의 표면에 접촉하여 메디안 균열이 발생하는 순간부



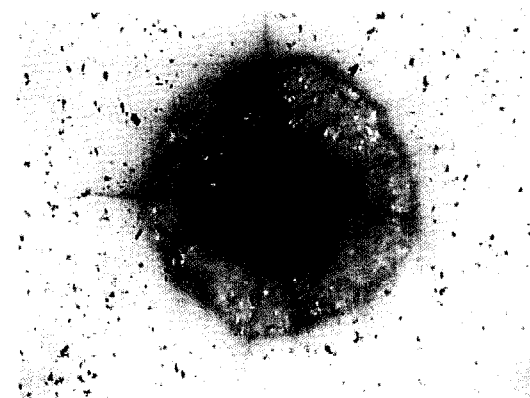
(A) Silicon nitride



(B) Alumina



(A) Silicon nitride



(B) Alumina

Fig. 6 Cumulative number of AE counts in the Vickers indentation test

Photo 1 Vickers indents and cracks on the surface of ceramics (Pv=490N)

터 최대하중이 유지되는 시점까지는 비커스 압자 압입하중에 뚜렷한 차이를 보이고 있지 않음을 알 수 있다. 이것은 비커스 압자 압입하중에 상관없이 시험편의 표면에 거의 매디안 균열만이 발생되었을 가능성을 의미하는 것으로 생각된다. 그리고 비커스 압자 압입하중을 제거하는 순간에서는, 비커스압자의 압입하중이 클 수록 큰 AE 누적수를 나타내는 경향을 보이고 있는데, 이러한 것은 전술한 바와 같이 질화규소의 시험편에는 비커스 압자의 압입하중이 클수록 표면의 잔류응력에 의한 균열의 성장도 크게 형성되어 큰 AE 신호를 방출하였기 때문으로 생각된다.

그러나, 알루미늄의 경우에는 시험편 표면에 비커스 압자 압입되는 순간에서의 AE 수가 전체의 AE 누적수 경향을 지배하고 있음을 알 수 있으며, 질화규소와는 달리 압자를 제거하는 순간에서는 잔류응력에 의한 균열의 성장이 거의 없었음을 나타내고 있다. 알루미늄 시험편의 경우 압자 압입에 의한 잔류응력이 거의 형성되지 않는 것은 압자압입 초기에 수많은 미세 균열의 발생으로 인하여 시험편에 에너지가 축적되지 않기 때문으로 생각되며, 세라믹스 재료의 미세구조의 외력에 대한 민감성을 시사하는 것으로 생각된다. 한편, 상기의 AE 시험에 의한 결과를 검증하기 위하여 실제 시험편의 표면에 형성된 미세 균열을 관찰하였다. 일반적으로 질화규소의 경우에는 비커스 경도기에 부착되어 있는 현미경으로도 표면의 압흔이나 매디안 균열은 비교적 잘 관찰된다. 그러나 알루미늄의 경우는 시험편 표면에서의 반사가 심하여 균열을 관찰하기가 상당히 어려웠다. 따라서 본 실험에 이용한 알루미늄의 표면균열의 형성상태를 관찰하기 위하여 시험편 표면의 압흔 주변에 염료를 침투시킨 후, 편광현미경으로 그 표면을 관찰하였다. Photo. 1(A)는 질화규소 시험편의 표면에 형성된 비커스 압흔과 매디안 균열을 보인 것이며, (B)는 알루미늄의 표면관찰 결과이다. 이에 의하면, 질화규소의 경우에는 비커스 압자압입에 의한 전형적인 압흔과 매디안 균열이 잘 형성되어 있음을 알 수 있다. 그러나 알루미늄의 경우에는, 압흔의 형상도 명확하지 않을 뿐만 아니라, 수 많은 미세균열에 의하여 형성된 프로세스 존이라고 생각되는 것이 압흔 주위에 보이고 있으며 또한 많은 유사 매디안 균열도 발생되어 있는 것을 보이고 있다. 이것은 전항의 AE시험시에 압자압입 초기에 질화규소보다도 알루미늄에서 수많은 AE신호가 검출된 것과 일치하는 점으로 판단된다. 따라서 세라믹스의 파괴인성치 평가에 있어서, 알루미늄과 같이 비커스 압자압입시에 수많은 유사 매디안 균열 내지 미세균열이 발생하는 재료는 IF법의 적용이 곤란하며, 이에 알맞는 새로운 파괴인성치의 평가법의 개발이 필요하다고 생각된다.

4. 결 론

본 연구에서 얻어진 결과는 다음과 같다.

- (1) 지금까지 제안된 각 IF식의 우수성을 논 하기는 어렵지만, IF법으로 구한 파괴인성치의 Weibull분포식의 형상계수는 대부분 약 40이상으로 비교적 안정된 값이 나타났다.
- (2) 질화규소의 경우, Evans의 식이 가장 근접한 파괴인성치와 높은 Weibull분포식의 형상계수 값을 보였다.

(3) 비커스 압자압입에 의하여 형성되는 매디안 균열의 발생 및 잔류응력에 의한 균열의 성장특성은 AE시험시의 신호특성에서 비교적 잘 나타났으며, AE법에 의한 세라믹스의 파괴특성 평가의 가능성이 보였다.

(4) 질화규소의 경우에는 비커스 압자압입에 의한 전형적인 압흔과 매디안 균열이 잘 형성되지만, 알루미늄의 경우에는, 압흔의 형상도 명확하지 않을 뿐만 아니라, 수 많은 미세균열 내지 유사 매디안 균열이 발생하여 IF법의 적용이 곤란하다.

참 고 문 헌

김부안, 신동우(1997). "세라믹스 파괴특성", 원창출판사
 김부안, 남기우(1997). "구조용 세라믹스 강도의 신뢰성평가에 관한 연구", 요업학회지, 34-2, pp 157~162.
 박정현(1996). "뉴세라믹스", 반도출판사
 Chantikul, P., Anstis, G.R., Lawn, B.R. and Marshall, D.B.(1981). "A Critical Evalyation of Indentation Techniques for Measuring Fracture Toughness: I, Direct Crack Measurement", Journal of American Ceramic Society, 64-9, pp 533~538.
 Evans, A.G.,(1979). "Fracture Toughness: The Roll of Indentation Techniques", Fracture Toughness Applied to Brittle Materials, ASTM STP 678, pp 112~135.
 Lawn, B. R. and Fuller, E. R.(1975). "Equilibrium Penny-Like Cracks in Indentetiom Fracture", Journal of Materials Science, 10, pp 2016~2024.
 Marshall, D. B.(1983). "Controlled Flaws in Ceramics: A Comparoson of Knoop and Vickers Indentation", Journal of American Ceramic Society, Vol. 66, No. 2, pp 127~131.
 Lawn, B. R., Marshall D. B. and Evans, A. G.(1980). "Elastic/Plastic Indentation Damage in Ceramics: The Median/Radial Crack System", Journal of American Ceramic Society, 63-9, pp 574~581.
 Marshall D. B. and Evans, A. G.(1981). "Reply to Comment on Elastic/Plastic Indentation Damage in Ceramics: The Median/Radial Crack System", Communication of the American Ceramic Society, C-182
 Marshall, D. B. and Lawn, B. R.(1979). "Residual Stress Effect in Sharp Contact Cracking", Journal of Material Science 14, pp 2001~2012.
 Newman, J. C. and Raju, I. S.(1979). "Analysis of Surface Cracks in Finite Plates under Tension or Bending Load", NASA TP, pp 1578.
 田中統一(1984). "壓痕まわりの弾塑性應力場と破壊靱性値", 日本金屬學會誌, 48卷, 12號, pp 1157~1162.
 三好俊郎, 佐川暢俊, 佐佐 正(1985). "構造用セラミックスの破壊じん性評價に關する研究", 日本機械學會論文集(A), Vol. 51, No. 471, pp 2489~2496.

2000년 9월 25일 원고 접수

2001년 3월 21일 수정본 채택