

# 압흔(Indentation)하중에 의한 엔지니어링 세라믹스의 기계적 거동 평가

글 \_ 이기성  
국민대학교 기계시스템공학부

## 1. 서론

‘압흔’은 단어의 뜻 그대로, 힘을 가하였다가 제거하면 원상태로 돌아오지 않는 눌린 자리의 흔적을 뜻하며, 영어의 ‘indentation’에서 ‘dent’는 치아를 뜻하고 ‘in-’이란 ‘안으로’라는 접두어를 의미한다. 예를 들면 바깥층의 대부분이 무기질로 구성되어 단단한 재질로 이루어진 치아 ‘안으로’ 상대적으로 무른 연필과 같은 것을 입속으로 넣어 깨물 때 단단한 치아에 의해 연필에 이빨자국이 남게 되는데 그 이유는 연필보다 치아가 단단하고 강하기 때문이다. 이와 같이 상대적으로 강하고 단단한 소재를 상대적으로 연하고 무른 소재의 표면에 접촉(contact)시켜 일정한 하중을 가할 때 연하고 무른 소재의 표면에 일정한 크기의 손상(damage)이 일어나며, 특히 취성(brittleness)이 있는 세라믹스 소재의 경우는 임계하

중 이상에서 어느 모양을 갖는 균열(crack)이 발생하는데 이러한 현상을 통틀어 ‘압흔’이 일어났다고 말할 수 있으며, 그 하중을 압흔하중이라고 한다. Fig. 1에 재료에서 일어난 압흔의 대표적인 사진을 나타내었다.

세라믹스의 기계적 특성을 평가하는 방법으로서 일반적으로 강도(strength), 경도(hardness), 인성(toughness) 등을 평가하게 되는데, 강도란 일정한 크기의 소재를 파괴시키는데 필요한 힘과 관계가 있으며 인성은 그 파괴를 일으키는데 필요한 에너지와 관계가 있다. 즉, 세라믹스 소재를 파괴시키는데 힘과 에너지가 많이 필요할수록 그 소재는 강도와 인성이 높게 된다. 경도는 표면의 단단한 정도를 나타내는 특성으로서, 재료표면이 소성변형에 대한 저항성이 높을수록 높게 된다. 세라믹스는 금속이나 폴리머 소재와 다르게 인장시험편(dog-bone specimen)을 가공하기가 어렵고 비용도 많이 들게 되므로 보통 굽힘 시험편(MOR bar for bended specimen)을 제작하는데 그 시험편 역시 제작하고 가공하는데 많은 시간과 노력이 들게 된다. 반면 압흔시험법을 위한 시험편은 표면을 평탄하게 가공하고 손상관찰이 가능하도록 경면연마(polishing)만 해주면 되므로 비교적 시험편의 제작이 간단하고, 강도, 경도, 인성특성 등을 상대 평가할 수 있다는 장점이 있다.

‘압흔’을 가하는 방법에는 하중을 가하는 압자(indenter)의 형상과 크기에 따라 Knoop indentation, Vickers indentation, Hertzian indentation, Nanoindentation 등 다양한 종류가 있으며 최근에는 마이크로나노 소자, 코

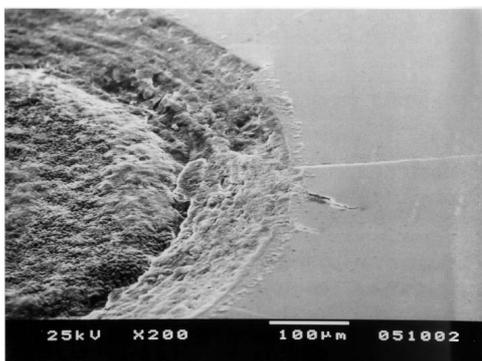


Fig. 1. 질화규소 세라믹스의 표면에 형성된 초경 구형압자의 압흔을 관찰한 SEM 사진.

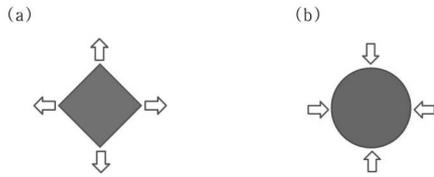


Fig. 2. 비커스 압흔(a) 및 구형압자의 압흔(b)에 의한 재료의 이동 방향.

팅재료의 개발과 함께 나노인덴테이션에 대한 연구가 활발히 일어나고 있다<sup>1)</sup>. 그러나 압흔의 크기에 따라 특성 평가의 결과가 다르고 (size effect), 연한 소재를 평가할 때는 재료가 밀려 올라감(pile-up)에 따른 정확한 평가가 어렵다는 점, 이방성 소재나 기공의 비대칭성 등이 존재하는 소재의 평가가 어렵다는 점 등이 있어서 마이크로 압흔에 의한 연구가 동시에 진행되고 있다.

본고에서는 나노크기의 압흔에 의한 나노인덴테이션과 관련한 것은 논외로 하고 마이크로 크기의 손상을 가할 수 있는 Hertzian indentation<sup>2,3)</sup>을 기반으로 압흔에 의해 재료의 표면근처에서 발생하는 손상 메커니즘(damage mechanism), 압자의 압흔에 의한 역학(contact mechanics) 등을 살펴본 후 엔지니어링 세라믹스의 기계적 거동(mechanical behavior)을 평가한 몇 개의 사례를 소개하고자 한다.

## 2. 본론

### 2.1. 구형압자(spherical indenter)의 압흔(indentation)에 의한 손상(damage)

압흔에 의한 기계적 평가방법 중 현재 엔지니어링 세라믹스에 가장 많이 활용되고 있는 것은 비커스 압자에 의한 Vickers indentation, 나노 압자에 의한 nanoindentation이지만, 구형 초경압자에 의한 Hertzian indentation 방법 역시 재료의 표면에 마이크로 크기의 손상을 유발시키고 이러한 손상에 기인한 기계적 거동을 살펴봄으로써 재료의 기계적 성질을 예측하는데 활용될 수 있다는 연구결과가 많이 보고되고 있다<sup>4,6)</sup>.

경도(hardness) 및 인성(toughness)을 평가하는 방법은

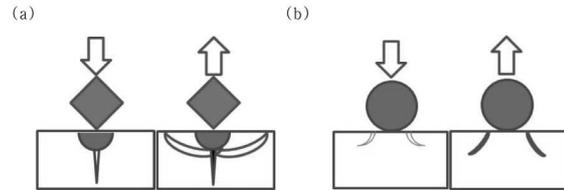


Fig. 3. 비커스 압흔(a) 및 구형압자의 압흔(b)에 의한 균열의 변화.

여러 가지가 있지만, 다이아몬드 소재의 끝이 뾰족한 피라미드형 압자에 의한 압흔시험이 간편하면서 빠르게 평가할 수 있다는 장점이 있어 보편적으로 활용되고 있다<sup>2)</sup>. 이러한 평가방법을 비커스 압흔시험법(Vickers indentation)이라고 한다. 한편, 날카로운 압자를 사용하면 재료에 소성변형을 유발하므로 탄성(elastic) 또는 탄-소성(elastic-plastic) 변형에 의한 거동을 동시에 알아내기 위한 구형압자(spherical indenter)에 의한 압흔시험법도 사용되고 있다. 나노인덴테이션 역시 초기에는 끝이 날카로운 Berkovich압자 등이 사용되다가 최근에는 구형압자에 의한 압흔시험법이 개발되어 평가되고 있다. Fig. 2는 날카로운 압자(sharp indenter) 및 구형압자(spherical indenter)의 압흔에 의한 일반적인 응력의 방향을 나타낸 모식도이다<sup>2)</sup>. 또 Fig. 3은 하중을 가할 때(loading)와 제할 때(unloading) 형성되는 손상(damage)들을 나타내는 모식도이다<sup>2)</sup>.

Fig. 2의 (a)에서와 같이 끝이 날카로운 압자에 의한 Vickers 압흔시험법은 재료를 바깥쪽으로 밀어내어 소성 변형에 의한 손상을 야기해 평가하는 것으로서, Fig. 3(a)와 같이 하중을 가할 때는 median crack이 발달하지만 하중이 제거될 때 median crack은 닫히게 되고, 이에 수직인 방향으로 방사성 균열(radial crack)이 진전된다. 한편 Fig. 2의(b)에서와 같이 구형압자에 의한 Hertzian 압흔시험법은 Vickers 압흔시험법과는 정반대로 재료에 압흔될 때 주변의 재료를 안으로 밀어내면서 접촉이 일어나는 원 가장자리 근처 바깥쪽에 인장응력을 형성시켜 손상을 야기해 평가하는 것으로서, Fig. 3의 (b)와 같이 취성이 있는 소재에 대해 평가할 경우 임계하중 이상으로 하중을 가할 때 원뿔형 균열이 형성되어 진전하다가 하

Table 1. 다양한 압자의 종류에 따른 평균압력분포를 나타내는 식

압자의 형태	s < α 인 곳에서의 수직압력분포
구형(sphere)	$\sigma_z/p_m = -1.5(1-s^2/\alpha^2)^{1/2}$
실린더(cylinder 2-D)	$\sigma_z = -(2P/\pi\alpha)(1-x^2/\alpha^2)^{1/2}$
실린더 펀치(Cylindrical flat punch)	$\sigma_z/p_m = -0.5(1-s^2/\alpha^2)^{1/2}$
균일한 압력(uniform pressure)	$\sigma_z = -p_m$
원뿔형(cone)	$\sigma_z/p_m = -\cosh^{-1}(\alpha/s)$

중을 제거하면 균열이 닫히게 된다. 이상에서 살펴본 바와 같이 압자의 종류에 따라 재료의 표면에 인가되는 응력의 방향과 크기 및 거동이 달라지므로, 압자의 종류에 따른 압력 및 이에 의한 응력분포는 서로 다르게 나타난다. Table 1은 구형, 평탄한 펀치(flat punch), 끝이 뾰족한 원뿔형 압자(conical sharp indenter) 등 다양한 압자(indenter)의 종류에 따른 압력분포를 나타낸 식을 정리한 것이다<sup>7)</sup>. 각 식에서 s는 접촉중심으로부터 임의의 점까지의 거리, α는 접촉면적, p<sub>m</sub>은 평균 접촉압력, σ<sub>z</sub>는 Z축 방향으로의 수직응력을 의미한다.

다양한 압흔시험법 중에서도 Hertzian indentation에 의한 압흔시험법에 대해 보다 자세히 살펴보면, 구형압자에 의한 압흔 기술은 1880년 Hertz에 의해 유리렌즈에서 원뿔형(cone) 모양의 균열이 관찰된 이후로 관심을 받게 되었다<sup>8)</sup>. 초기에는 실리카 계통의 유리에 스틸(steel)이나 초경 볼(tungsten carbide ball)을 접촉시켜 균열을 관찰하는 연구가 많이 이루어졌으며, 다결정 세라믹스에 대한 압흔손상에 의한 연구는 1950년대에서 70년대에 이루어졌다<sup>3)</sup>. 탄성계수와 경도가 상대적으로 큰 특성을 갖는 반경 r의 구형 압자(indenter)가 취성이 있는 소재의 표면에 접촉하여 압흔하중 P가 작용함으로써 균

열이 발생하는 개시하중인 P<sub>c</sub>보다 증가하게 되면, P>P<sub>c</sub>, 임계하중 이상에서 표면에 링(ring)모양의 균열이 먼저 생긴 후 이에 수직한 방향을 따라 진전한 후 접촉점 주위로 부터 원뿔형 모양의 균열(cone crack)이 개시되며 성장하다가 멈추게 된다는 연구결과가 보고되었다<sup>2,3)</sup>. Fig. 3의 (b)에서와 같이 원뿔형 모양의 균열이 발생하여 진전할 때는 표면에서부터 일정한 각도를 가지며 성장하게 된다<sup>2,3)</sup>.

1990년대에 이르러서는 Brian Lawn 그룹 등을 필두로 R-곡선 거동을 나타내는 고인성 세라믹스에 구형압자로 압흔을 할 경우, 원뿔형 균열이 발생하는 것이 아니라, 금속의 소성영역과 유사한 손상(damage)이 형성하는 것을 발견하였다<sup>9-11)</sup>. 이러한 손상들은 금속과 같이 전위(dislocation)에 의해 구성된 것이 아니라, 마이크로 균열(micro-crack)에 의해 구성되었음이 밝혀졌으며, 금속의 소성영역과 구분하기 위하여 준소성영역(quasi-plastic zone)이라고 명명하였다. 준소성영역 내에서의 마이크로 균열들은 전단(shear)-압축(compression)응력에 의해 일어나므로 전단에 의한 접촉이 크게 일어나는 장경비가 긴 입자(grains with high aspect ratio)들과 상대적으로 약한 입계상(grain boundary phase)들을 포함할수록 쉽게 형성된다<sup>2,3,9,10)</sup>.

구형압자의 압흔에 의해, 임계하중이상에서 취성이 있는 세라믹스는 원뿔형 균열(cone crack)이, 인성이 높은 세라믹스는 큰 균열대신 마이크로 크기의 균열로 구성된 준소성영역의 손상(quasi-plastic damage)이 관찰되는 이유는 접촉하중에 의해 발생하는 응력분포와 밀접한 관계

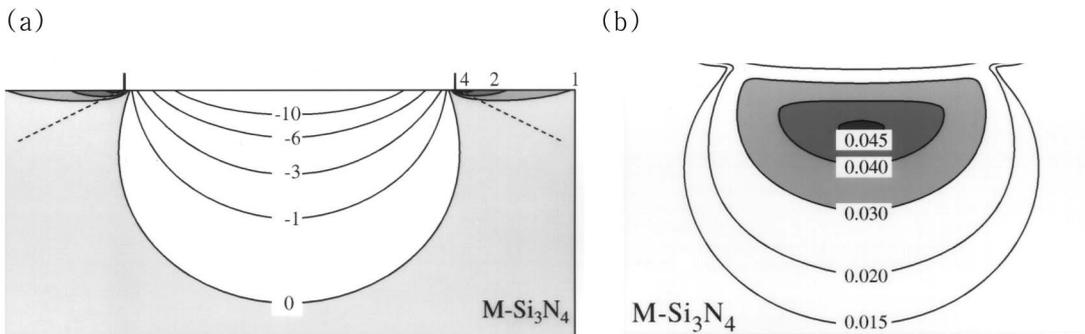


Fig. 4. 질화규소 세라믹스에서 구형압자에 의해 형성되는 (a) 수직 주응력, (b) 전단응력의 분포도<sup>11)</sup>.

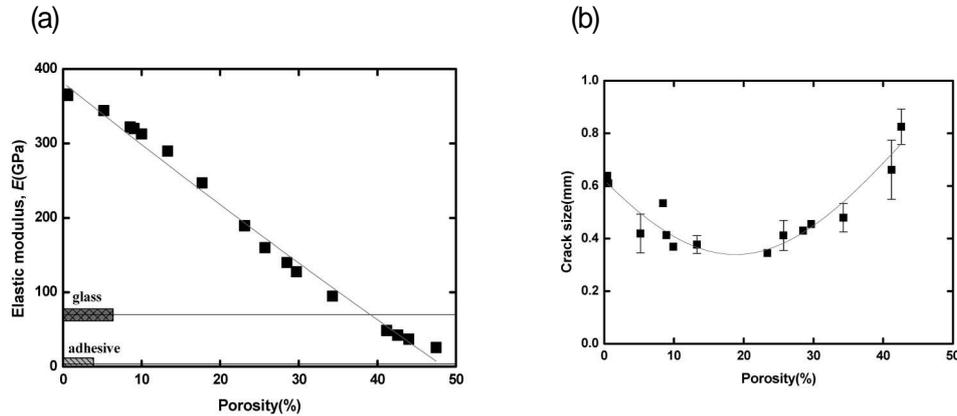


Fig. 5. (a) 다공성 알루미늄의 기공율과 탄성계수의 관계 및 (b) 유리/다공성 알루미늄 이층상에서  $r=3.18\text{mm}$ 의 초경 구에 의해 하중  $P=150\text{N}$ 의 압흔을 기한 후 형성된 균열의 크기<sup>20)</sup>.

가 있다<sup>2,3)</sup>. Fig. 4는 유한요소해석(finite element analysis, FEM)에 의하여 질화규소 세라믹스에 초경재질의 구형압자가 압흔 되었을 때 재료의 절단면에 대해 응력분포를 나타낸 그림이다<sup>11)</sup>. Fig. 4의 (a)는 수직방향의 주응력(principal normal stress) 분포를 나타낸 응력분포도이며, 그림의 (b)는 전단 응력  $\tau_{13} = 1/2(\sigma_1 - \sigma_3)$ 의 분포를 나타낸 그림이다. Fig. 4(a)에서와 같이 구형압자가 압흔된 지점의 바로 아래 부분에서는 넓은 영역의 압축응력이 분포된다는 것을 알 수 있다. 한편, 압흔 되어 접촉된 지점 바깥쪽 근처의 표면에서 최대 인장응력이 형성되며, 균열은 이러한 최대 인장응력의 영역에서부터 시작되어 그 진행방향은 점선을 따라 진행됨을 알 수 있다. 점선은  $\sigma_{33}$ 의 응력분포와 정확히 일치한다. 한편 Fig. 4(b)에 의하면 그림에서 색을 칠한 부분은 임계전단응력 이상을 나타내는 영역을 나타내는 것으로서, 임계전단응력 이상에서 장경비 입자들 간의 상호 접촉에 의해 마이크로 균열이 발생하므로, 마이크로 균열들로 구성된 영역의 크기는 임계 전단응력 이상의 응력에 해당하는 영역과 밀접한 관련이 있음을 알 수 있다.

## 2.2. 압흔의 접촉 역학(contact mechanics)

날카로운 압자의 압흔에 의한 경도와 인성을 구하는 역학식 역시 다양한 학자들에 의하여 연구되었지만, 잔류 K-field를 갖는 Vickers 방사성 균열에 대한 응력확대

계수(stress intensity factor)  $K$ 는 압흔하중  $P$ 에 의한 응력  $\sigma_A$ 에 의해 발생되는  $K_A$ 와 잔류응력의 영향에 의한  $K_R$ 의 합으로 나타낼 수 있다<sup>2)</sup>.

$$K = K_A + K_R = \phi \sigma_{AC}^{1/2} + \chi P/c^{3/2}$$

여기서  $\phi$ 와  $\chi$ 는 재료의 상수이며  $c$ 는 방사성 균열의 크기이다.  $\chi$ 는  $\zeta(E/H)^{1/2}$ 로 다시 표현할 수 있으며,  $E$ 는 재료의 탄성계수,  $H$ 는 경도이고  $\zeta$ 은 재료의 종류와 관계없이 0.016으로 실험에 의해 결정되는 상수이다.

Vickers 압흔실험에 의해 형성된 균열을 제외한 다이아몬드 형태를 갖는 소성영역의 반경을  $\alpha$ 라고 할 때 경도의 식은 다음 식과 같이 주어진다.

$$H = P/2\alpha^2$$

파괴인성을 구하는 식은 압흔에 의해 형성된 균열의 길이를  $c$ 라고 할 때 다음 식에 의해 계산할 수 있다.

$$T_o = \chi(E/H)^{1/2}P/c^{3/2}$$

한편, 취성이 있는 세라믹스는 구형압자의 압흔에 의해 임계하중이상에서 원뿔형 균열(cone crack)이, 인성이 높은 세라믹스는 큰 균열대신 마이크로 크기의 균열로

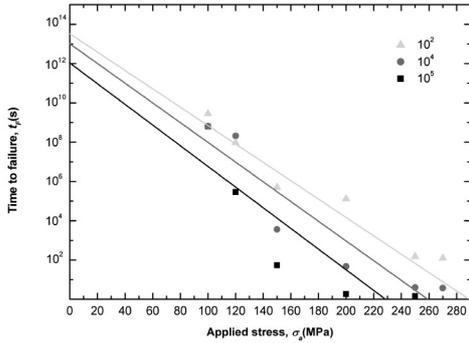


Fig. 6. 비철금속 용해로용 질화규소 세라믹스에서 압흔하중 P= 950N (압흔압자의 반경을 1.98mm로 가정)에서 접촉횟수에 대한 수명<sup>(21)</sup>.

구성된 준소성영역의 손상(quasi-plastic damage)이 관찰되는데 원뿔형 균열이 형성되는 임계하중을  $P_c$ , (critical load for cone cracking), 준소성영역의 손상이 형성되는 임계하중을  $P_Y$ (critical load for yield)로 나타낸다. 원뿔형 균열이 개시(initiation)되는 임계하중  $P_c$ 는 하중을 가해주는 압자(indenter)의 반경  $r$  및 재료의 인성  $T_0$ 와 관계가 있다<sup>(12)</sup>.

$$P_c = A(T_0^2/E')r,$$

여기서  $A$ 는 Auerbach 상수이며  $1/E' = 1/E + 1/E_i$ 에 의해  $E'$  값이 계산된다. 여기서  $E$  는 재료의 탄성계수,  $E_i$  는 압자의 탄성계수에 각각 해당한다. 또한  $P_c$ 의 임계하중에서 형성된 원뿔형 균열의 전파(propagation) 역시 다음 식과 같이 압흔하중이 가해지는 재료의 인성  $T_0$ 와 관계가 있다<sup>(2)</sup>.

$$K_p = \chi P/c^{3/2} = T_0 = (E' R_0)^{1/2}$$

위 식에서  $R_0$ 는 압흔하중이 가해지는 세로축으로 부터의 원뿔형 균열이 시작되는 점까지의 거리이다.

한편 임계하중  $P_Y$ 는 재료의 경도(hardness)와 밀접한 관련이 있으며, 이는 재료의 표면이 압자에 의해 초기에는 원자간 결합력에 의한 내력에 의해 변형에 대해 저항하여 탄성거동을 나타내다가 임계하중 이상에서 항복

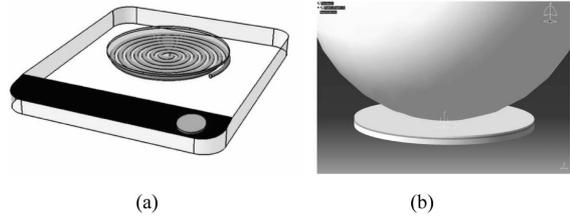


Fig. 7. (a) 탄화규소 라디에이션 히터(radiation heater) 및 (b) 히터의 소재가 접촉압흔하중을 받는 모식도<sup>(22)</sup>.

(yield)현상이 일어나기 때문이다.

이와 같이 고인성 세라믹스의 소재의 표면에서 일어나는 항복현상은 앞 절에서 살펴본 바와 같이 전위의 형성에 의해 일어나는 금속의 항복과 현상은 같지만, 그 원인은 전위의 형성에 의한 것이 아니고, 전단응력에 의해 발생하는 마이크로 균열들의 형성에 기인한다.

구형압자가 하중  $P$ 에 의해 시험편과 접촉(contact)되는 반경을  $\alpha$ 라고 하면 반경  $\alpha$ 를 가해준 압자의 반경  $r$ 로 나누어진 값을 압흔변형률(indentation strain)로 정의하고, 압흔응력과 변형률 간에는 다음 식의 관계가 유도된다<sup>(3,7)</sup>.

$$P_0 = P/\pi\alpha^2 = (3E/4\pi k)(\alpha/r)$$

위 식에서  $k = (9/16)[(1-\nu^2) + (1-\nu_i^2)E/E_i]$ 으로 주어지는 계수이다.  $E$ 와  $\nu$ 는 압흔하중을 받는 소재의 탄성계수와 포아슨비이며,  $E_i$ 와  $\nu_i$ 은 압자의 탄성계수와 포아슨비를 각각 의미한다. 이러한 응력-변형률 식에서 초기의 탄성영역에서는 선형거동을 나타내다가, 항복이 일어난 이후는 비선형 거동을 나타내게 되며 그 경계점(임계점)이  $P_Y$ 에 해당한다. 임계하중  $P_Y$ 는 재료의 경도(hardness)와 밀접한 관련이 있으며, 이와 관련한 역학식은 다음 식과 같이 유도되어졌다<sup>(12,13)</sup>.

$$P_Y = DH(H/E')^2 r^2$$

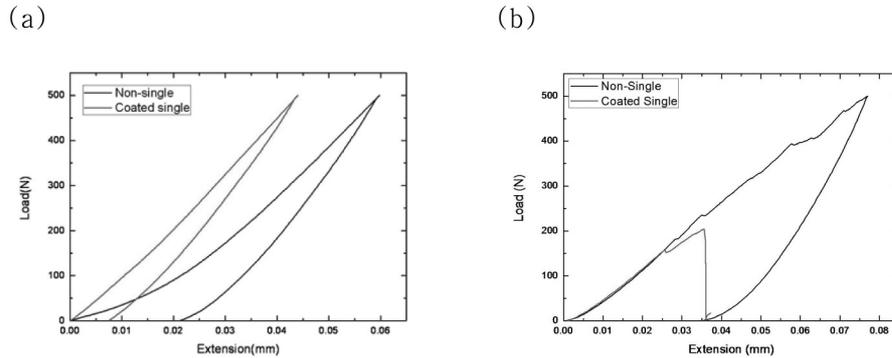


Fig. 8. 탄화규소 섬유강화 복합재료에서 (a) 체적분율이 17%, (b) 20%인 섬유 계면의 코팅유무에 따른 압흔하중변위 곡선의 거동<sup>22)</sup>.

위 식에서  $D$ 는  $(1.1\pi/c)^3 [3(1-\nu^2)/4]^2$ 으로 계산되는 재료 상수이며  $H$ 는 재료의 경도,  $1/E' = 1/E + 1/E_s$ 에 의해  $E'$  값이 계산된다.

Hertzian indentation에 의해 재료의 강도를 측정하는 방법도 시도되어졌다. 이는 재료를 상대적으로 soft한 재질에 접촉제와 접촉시킨 후, 구형의 압자로 압흔하중을 가하게 되면, 굽힘 응력에 의해 시험하고자 하는 상대적으로 강한 재질과 연한 재질 사이의 계면에서 부터 방사형의 균열(radial crack)이 발생하는 것을 이용한 것이다. 방사형 균열이 발생하는 임계하중을  $P_R$ 이라고 하면, 임계하중을 구하는 식은 다음 식과 같다<sup>14)</sup>.

$$P_R = B\sigma_F d^2 / \log(CE_s/E_s)$$

위 식에서  $d$ 는 soft한 재질에 접촉한 시험편의 두께,  $E_s$ 는 시험편의 탄성계수이며,  $E_c$ 는 soft한 재질의 탄성계수이다. 위 식에 의하면  $P_R$ 을 측정하여 재료의 강도  $\sigma_F$ 를 계산할 수 있다. 그러나 이 방법은  $P_c$ 나  $P_Y$ 를 구하는 방법 및 현재 보편적으로 사용되는 3점 또는 4점 굽힘(곡강도)시험과 비교하여 시험편의 제작이 쉽지 않고 접촉제의 영향을 받아 데이터의 산포가 존재하는 문제점이 있으며, 방사형 균열을 관찰하는 현미경 장비가 추가로 필요하다는 단점이 있다. 그러나 한 개의 시험편으로도 여러 개의 데이터를 얻을 수 있다는 장점이 있으며 곡강도 시험편을 제작하기 어려운 마이크로/나노 소자의 강도를 측정할 수 있다는 장점이 있어서 많은 활용이 기대

된다.

Hertzian indentation에 의한 장점 중 하나는 곡강도 시험편에 하중을 달리하여 다양한 크기와 종류의 손상(damage)을 도입한 후, 이에 인장응력(tensile stress)을 부여하여 강도저하를 평가할 수 있다는 것이다. 이는 실제 기계 시스템에 사용되는 부품들이 초기강도는 크다고 할지라도 임계 하중 이상의 큰 하중을 받을 경우에는 큰 손상이 형성될 수 있으며 이에 의한 강도저하를 유발할 수 있으므로 이에 대한 사전 평가를 하기 위해 활용될 수 있다. 강도저하가 작을수록 손상저항성(damage tolerance)이 높은 소재로 평가된다. 임계하중 이상에서 원뿔형 균열이 발생하는 취성 세라믹스의 경우의 접촉하중에 의한 강도저하에 대한 역학식뿐만 아니라 마이크로 균열들로 구성된 준소성영역에 의한 항복이 발생하는 인성이 높은 세라믹스의 경우에 대해 접촉하중에 의한 강도저하를 구하는 이론 역학식도 연구되었다<sup>15)</sup>.

한편 일반적인 기계시스템에는 부품들이 상호 맞물려 구속된 상태(constrained condition)에서 동작하는 경우가 많고, 회전하는 부품들이 많으므로 접촉된 상태에서 피로하중(fatigue)이 작용하는 경우가 많다. 이에 의한 기계적 거동을 평가하기 위해 하중의 반복횟수(number of cycle)를 변화시켜 가며 접촉피로(contact fatigue)에 의한 기계적 특성을 평가하는 방법이 개발되어 활용되어졌다. 취성 및 고인성 세라믹스 소재의 경우에 대해 접촉피로하중에 의한 강도저하를 모델링한 몇 가지 역학식들이 보고되었다<sup>16,17)</sup>.

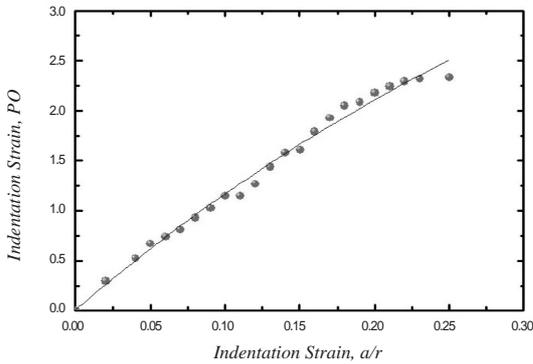


Fig. 9. 부분안정화 지르코니아 (YSZ) 재료에서 측정된 압흔응력변형률 곡선.

피로시험에 의해 손상을 곡강도 시험편에 유발시킨 후, 하중속도를 변화시키면 피로 손상에 의한 재료의 수명도 예측할 수 있다. 이와 관련된 역학식은 다음 식들과 같다<sup>18)</sup>.

$$\sigma_F P^{1/3} = \lambda p' [(d\sigma_a/dt)P]^{1/(N'+1)}$$

$$t_F/P^{2/3} = \lambda p' [(N'+1)(\sigma_a P^{1/3})N']$$

위 식에서 P는 압흔하중,  $\sigma_F$ 는 재료의 강도이고  $t_F$ 는 재료의 수명(lifetime)이며,  $\sigma_F P^{1/3}$  과  $(d\sigma_a/dt)P$ 를 두 축으로 했을 때의 기울기를  $N'$  절대값은  $\lambda p'$ 이다.

한편 Hertzian indentation 역시 나노인덴테이션과 같이 변위 센서를 장착하면 하중에 따른 변위  $\delta$ 를 측정하여 하중-변위 곡선을 구할 수 있다. 이에 응용되는 역학식은 다음 식과 같다<sup>1,19)</sup>.

$$P = (4E'/3) \cdot r^{1/2} \cdot \delta^{3/2}$$

### 2.3. Hertzian indentation에 의한 엔지니어링 세라믹스의 기계적 거동 평가 사례

탄성계수와 경도가 높은 초경 구를 사용하여 알루미늄( $Al_2O_3$ ), 질화규소( $Si_3N_4$ ), 탄화규소( $SiC$ ), 지르코니아( $ZrO_2$ ) 등의 엔지니어링 세라믹스에 대해 압흔 시험을 행하고 이에 의한 기계적 거동을 평가한 결과에 대해 소개하고자 한다.

다공성 알루미늄 위에 동일한 재질 및 두께를 갖는 슬라이드 유리를 접착제로 접합하여 이층상 층상재료를 제작하였다. 이 때 다공성 알루미늄에 기공을 형성시킬 수 있는 첨가제를 혼합하고 제조온도를 변화시켜서 다양한 기공률을 갖는 알루미늄을 제작하여, 지지층으로 사용된 알루미늄의 기공률이 압흔하중에 의한 기계적 거동에 미치는 영향을 살펴보았다<sup>20)</sup>. 제조한 알루미늄의 기공률과 이의 탄성계수 데이터를 Fig. 5의 (a)에 나타내었다. 그래프에서와 같이 대략 기공률 38% 이하에서는 알루미늄의 탄성계수가 코팅 층인 유리의 탄성계수보다 크며, 그 이후에는 유리의 탄성계수가 상대적으로 큰 것을 알 수 있다. 특히 반경  $r = 3.18mm$ 의 초경 구를 사용하여 임계하중 근처의 일정한 하중,  $P = 150N$ , 의 동일한 하중을 가한 후 표면에 형성되는 균열의 크기를 측정하여 기공률의 함수로 나타내었다 (Fig. 5의 (b)). 그래프에서와 같이 기공률이 약 20~25% 정도의 범위에 있을 때 균열의 크기가 감소하는 흥미로운 결과를 나타내었다. 이는 압흔 하중에 의해 이층상의 코팅 층에서 발생하는 균열을 억제하기 위해서는 지지층의 탄성계수뿐만 아니라 기공률 역시 중요한 역할을 한다는 것을 암시하는 결과이다.

질화규소가 비철금속 용융로의 불순물 제거를 위해 사용하는 내열치구(degassing pipe)나 베어링(bearing), 절삭공구(cutting tool) 등의 내마모치구에 응용될 때, 접촉 하중에 의한 응력을 받게 되며, 재료의 강도 이상에 해당하는 최대 인장응력을 반복하여 받을 때 손상이 일어나게 된다. 이러한 접촉피로하중에 의한 수명평가를 위해,  $P = 950N$ 에서 반경  $r = 1.98mm$ 의 초경 구를 사용하여  $f = 5Hz$ 의 주기로  $n = 10^2, 10^4, 10^5$ 회의 접촉피로시험을 행한 후, 곡강도 시험을 평가하였다. 이 때 곡강도 하중을 가하는 속도를 2.07~6.15MPa/s의 범위에서 변화시켰다. 이로부터 얻어진 데이터들을 정리하여 역학식에 대입한 후, Fig. 6과 같이 수명을 예측할 수 있는 lifetime map을 얻을 수 있었다<sup>21)</sup>.

라디에이션 히터(radiation heater)용 탄화규소를 개발하기 위해서는 Fig. 7과 같이 무거운 물체의 집중 하중에 의한 기계적 거동에 대한 평가가 필요하다. 이를 위해

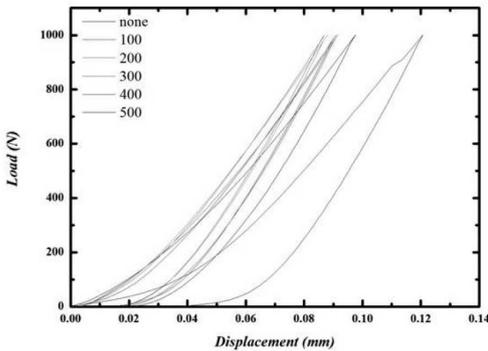


Fig. 10. 열차폐 코팅용 지르코니아 (YSZ) 재료에서 열충격 횟수에 따른 압흔 하중변위의 곡선변화.

Hertzian indentation 기법을 활용하여 압흔하중에 대한 변위 곡선을 얻어내었다. 탄성계수와 항복강도가 비교적 높은 편인 탄화규소 엔지니어링 세라믹스의 거시적 기계적 특성 평가로는 하중에 의한 소성변형이 일어나지 않는 반면, 압흔 하중에 의한 집중하중은 국소적인 변형을 유발할 수 있어 이에 의한 기계적 거동을 평가할 수 있다는 장점을 활용하였다.

특히 탄화규소 섬유강화 탄화규소 세라믹스에 있어서, 섬유의 계면에 BN-PyC층이 도입되지 않은 fiber mat을 단층으로 적층한 세라믹스(Non-single), BN-PyC층으로 계면 코팅된 단층상의 fiber mat을 적층한 세라믹스(Coated-single)내 섬유의 체적분율을 각각 17%, 20%로 제어한 복합재 들에 대해 동일조건에서 압흔하중을 가하여 하중-변위곡선 거동을 분석한 결과를 Fig. 8에 나타내었다<sup>23)</sup>. 그래프들에서 알 수 있듯이 20%의 섬유 체적분율을 갖는 복합재의 경우는 코팅에 의해 파손이 일어나는 반면, 17%의 적절한 섬유의 체적분율을 포함한 계면이 코팅된 복합재의 경우 압흔에 대한 변형저항성이 우수한 것을 알 수 있다.

가스터빈의 내열합금 부품들을 고온에서 보호하기 위해 코팅되는 열차폐 코팅재의 세라믹스로서 부분 안정화된 지르코니아 (YSZ, yttria stabilized zirconia)소재가 범용적으로 사용되고 있다. E급(1100°C급), F급(1300 또는 1350°C급)이 널리 상용화되고 있는 가스터빈의 작동온도는 고에너지효율화의 추세에 맞물려 G급(1500°C)이나 J급(1600°C) 가스터빈으로 상승추세에 있고, 선진국

의 경우 1700°C급을 위한 가스터빈도 요구되고 있다. 이러한 가스터빈은 고온의 크립(creep), 산화(oxidation), 부식(corrosion)이 내재되는 환경에 노출될 뿐만 아니라, 진동에 의한 피로하중(fatigue), 마모(wear)나 마멸(erosion)에 의한 손상(damage)들도 많이 발견되고 있어 보호재로서의 우수한 역할을 하기 위해서는 다양한 기계적 거동의 평가 분석이 매우 중요하다.

Fig. 9는 Ni계의 내열합금 기지상 위에 응력완화를 위한 완충재로서 bondcoat를 코팅하고 그 위에 열차폐 코팅재로 사용되는 YSZ 소재를 topcoat 시킨 후, 다양한 반경을 갖는 초경 구를 사용, 다양한 하중 하에서 압흔을 수행하여 얻어진 손상(damage)들의 크기를 분석하여 얻어진 압흔응력과 압흔변형율의 데이터들을 도시하여 얻어진 그래프를 나타낸다. 그래프에서와 같이 압흔하중이 작용된 경우의 YSZ 소재는 초기의 낮은 하중에서는 탄성 거동을 보이다가 일정 임계하중에서 국부적인 항복(yield)이 발생하는 것을 알 수 있다. 이러한 거동의 분석은 터빈 내 미립자(FOD, foreign object damage)들에 의한 영향을 미리 살펴보는 데 도움을 준다.

국내의 발전용 가스터빈 시스템은 가열과 냉각이 반복되고 기동정지가 되는 환경에 노출되는 경우가 빈번하므로 가스터빈 보호재에 열충격이 작용할 수 있다. Fig. 10은 고온의 작동온도(1100°C)에서 상온으로 급격히 열충격에 노출될 때, 열충격 사이클 횟수에 따른 압흔하중-변위 곡선의 변화를 고찰한 결과이다. 그래프에서와 같이 열충격 사이클 초기에는 최종변위가 약 0.1mm에서 0.09mm 이하로 지속 감소하여 상대적으로 탄성적으로 거동하다가, 열충격 500회 이후부터는 가장 우측의 그래프와 같이 변위가 크게 증가하며 열화가 일어나는 것을 알 수 있다. 궁극적으로 열충격 사이클이 지속됨에 따라 계면박리에 의해 코팅층이 파손되는 것을 평가할 수 있었다. 이러한 결과는 가스터빈 부품 전체를 파손시키지 않고, 국부적인 일부만 파손시키면서 코팅 층의 건전성을 평가할 수 있는 방법으로서 활용될 것으로 기대된다.

### 3. 결론

압흔시험법은 금속의 인장시험법이나 세라믹스 강도를 평가하기 위한 굽힘 시험법에 비하여 재료의 표면을 평탄하게 연마만 하면 되므로 시험편의 제작이 상대적으로 간단하다. 또 상대적으로 단단하고 소성변형이 거의 일어나지 않는 탄성계수가 높은 압자를 이용하여 시험편의 일부만 집중(concentrated), 국소(local) 파손시켜 형성되는 손상(damage)이나 균열(crack) 또는 하중에 의한 변위(displacement)곡선을 분석하여 평가하므로 시험편의 대부분을 파손시키지 않고 기계적 특성을 평가할 수 있는 장점이 있다.

마이크로미터( $\mu\text{m}$ )급 크기의 비커스 압자(Vickers indenter)를 이용한 Vickers 압흔 법에 의한 경도, 인성평가는 엔지니어링 세라믹스의 일반적인 평가법 중의 하나로 표준화 되어 있다. 밀리미터급 크기이지만 마이크로( $\mu\text{m}$ ) 크기의 손상크기를 인가하여 평가하는 구형 초경압자를 이용한 Hertzian indentation에 의한 평가는 하중-변위 곡선을 얻어 세라믹 재료의 기계적 거동을 평가할 뿐만 아니라 강도, 경도, 인성 등의 기계적 특성을 평가할 수 있고, 압흔하중에 의한 기계적 특성 저하 여부도 평가할 수 있다.

엔지니어링 세라믹스의 기존의 특성평가법과 압흔에 의한 기계적 거동 평가법과의 일치성 여부는 여전히 지속적으로 해결되어야 할 과제로 생각되며, 그럼에도 불구하고 현재 뿐만 아니라 향후에도 압흔 법에 의한 기계적 특성평가 기술은 세라믹스 소재의 거시적인 기계적 특성을 상대평가 또는 예측하기 위한 경제적인 방법으로 지속 활용될 것으로 기대된다.

### 참고문헌

1. A. C. Fischer-Cripps, Nanoindentation; Springer, New York, U.S., 2002.
2. B. R. Lawn, Fracture of Brittle Solids; Ch. 8., Cambridge University Press, Cambridge, U.K., 1993.
3. B. R. Lawn, "Indentation of Ceramics with Spheres: A Century after Hertz," *J. Am. Ceram. Soc.*, **81** [8] 1977-94 (1998).

4. R. Bradley Collier, and K. P. Plucknett, "Spherical Indentation Damage in TiC-Ni<sub>3</sub>Al Composites," *Int. J. Refractory Metals and Hard Materials*, **30** 188-95 (2012).
5. J. M. Tannenbaum, K. Lee, B. S.-J. Kang, and M. A. Alvin, "Non-destructive Thermal Barrier Coating Spallation Prediction by a Load-Based Micro-Indentation Technique," Proc. of ASME International Mechanical Engineering Congress and Exposition IMECE 2010, Vancouver, BC., Nov. 12-18, (2010).
6. R. H. Ryu, S. H. Lim, Jay I. Jeong, D. Shin, S. Jang, H. J. Yim, and K. S. Lee, "Indentation Experiment and Analysis on Mold and Resin Material during the Nanoimprint Process," *J. Mech. Sci. Tech.*, **23** 1031-34 (2009).
7. A. C. Fischer-Cripps, Introduction to Contact Mechanics; 2nd Ed., Springer, New York, U.S., 2007.
8. H. Hertz, Hertz's Miscellaneous Papers; Ch. 5 and 6, Macmillan, London, U.K., 1896.
9. B. R. Lawn, N. P. Padture, H. Cai, and F. Guiberteau, "Making Ceramics 'Ductile' *Science*, **263** 1114-16 (1994).
10. H. Cai, M. A. Stevens Kalceff, and B. R. Lawn, "Deformation and Fracture of Mica-containing Glass-Ceramics in Hertzian Contacts" *J. Mater. Res.*, **9** [3] 762-70 (1994).
11. S. K. Lee, S. Wuttiphon, and B. R. Lawn, "Role of Microstructure in Hertzian Contact Damage in Silicon Nitride: I. Mechanical Characterization," *J. Am. Ceram. Soc.*, **80** [9] 2367-81 (1997).
12. Y. W. Rhee, H. W. Kim, Y. Deng, and B. R. Lawn, "Brittle Fracture versus Quasi Plasticity in Ceramics :A Simple Predictive Index," *J. Am. Ceram. Soc.*, **84** [3] 561-65 (2001).
13. F. C. Frank and B. R. Lawn, "On the Theory of Hertzian Fracture," *Proc. R. Soc. London*, **A299** [1458] 291-306 (1967).
14. K. S. Lee, Y.-W. Rhee, D. H. Blackburn, and B. R. Lawn, "Cracking of Brittle Coatings Adhesively Bonded to Substrates of Unlike Modulus," *J. Mater. Res.*, **15** [8] 1653-56 (2000).
15. B. R. Lawn, S. K. Lee, I. M. Peterson, and S. Wuttiphon, "Model of Strength Degradation from Hertzian Contact Damage in Tough Ceramics," *J. Am. Ceram. Soc.*, **81** [6] 1509-20 (1998).
16. D. K. Kim, Y.-G. Jung, I. M. Peterson, and B. R. Lawn, "Cyclic Fatigue of Intrinsically Brittle Ceramics

- in Contact with Spheres," *Acta. Mater.*, **47** [18] 4711-25 (1999).
17. K. S. Lee, Y.-G. Jung, I. M. Peterson, B. R. Lawn, D. K. Kim, and S. K. Lee, "Model for Cyclic Fatigue of Quasi-Plastic Ceramics in Contact with Spheres," *J. Am. Ceram. Soc.*, **83** [9] 2255-62 (2000).
  18. J.-G. Yeo, K. S. Lee, and B. R. Lawn, "Role of Microstructure in Dynamic Fatigue of Glass-Ceramics after Contact with Spheres," *J. Am. Ceram. Soc.*, **83** [6] 1545-47 (2000).
  19. K. S. Lee, I. K. Kim, T. W. Kim, S. Kim, I. S. Han, and S. K. Woo, "Mechanical Behavior of Indentation Stress in Carbon Fiber Reinforced Silicon Carbide with Different Densities," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **48** [4] 288-92 (2011).
  20. K. S. Lee, S. K. Kim, C. Kim, T. W. Kim, and D. K. Kim, "Cracking of Densely Coated Layer Adhesively Bonded to Porous Substrates under Hertzian Stress," *J. Mater. Sci.*, **42** 9116-20 (2007).
  21. K. H. Guahk, I. S. Han, and K. S. Lee, "Strength Degradations from Hertzian Contact Damages in Nitrided Pressureless Sintered Silicon Nitride Ceramics," *Inter. J. Mod. Phy. B.*, **22** 1819-26 (2008).
  22. K. S. Jang, T. W. Kim, C. Kim, S. K. Woo, and K. S. Lee, "Stress Analysis for Fiber Reinforced Composites under Indentation Contact Loading," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **45** [4] 238-44 (2008).
  23. K. S. Lee, K. S. Jang, J. H. Park, T. W. Kim, I. S. Han, and S. K. Woo, "Designing the Fiber Volume Ratio in SiC Fiber-Reinforced SiC Ceramic Composites under Hertzian Stress," *Mater. and Design* **32** 4394-401 (2011).

이 기 성



- 1998년 한국과학기술원 재료공학과 박사
- 1999년 미국 표준연구소(NIST) 객원연구원
- 2000년 한국에너지기술연구원 선임연구원
- 2004년 국민대학교 기계자동차공학부 조교수
- 2010년 미국 네바다 대학교 (University of Nevada at Reno) 기계공학과 방문 교수
- 현재 국민대학교 기계시스템공학부 교수