

碩士學位論文

플라즈마 용사 세라믹 코팅 강재의 피로 균열 성장 특성



濟州大學校 大學院

機械工學科
제주대학교 중앙도서관
JEJU NATIONAL UNIVERSITY LIBRARY

李 誠 哲

1999年 12月

플라즈마 용사 세라믹 코팅 강재의 피로 균열 성장 특성




指導教授 金 貴 植

李 誠 哲

이 論文을 工學 碩士學位 論文으로 提出함



李誠哲의 工學 碩士學位 論文을 認准함

審査委員長 조 경 호 
委 員 최 경 현 
委 員 김 귀 식 

濟州大學校 大學院

1999 年 12 月

Fatigue Crack Growth Characteristics for Ceramic Coating Steel by Plasma Spary

Seong-Cheol Lee

(Supervised by professor Gui-Shik Kim)



**A THESIS SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT OF
THE REQUIREMENTS FOR THE DEGREE OF MASTER
OF ENGINEERING**

**DEPARTMENT OF MECHANICAL ENGINEERING
GRADUATE SCHOOL
CHEJU NATIONAL UNIVERSITY**

1999 . DECEMBER

목 차

SUMMARY	1
I. 서 론	2
II. 재료 및 실험 방법	4
2.1 시험편	4
2.2 실험장치 및 방법	10
2.2.1 용사장치	10
2.2.2 실험방법	10
III. 결과 및 고찰	15
3.1 균열 길이와 컴플라이언스의 관계	15
3.2 da/dN 과 컴플라이언스 관계	19
3.2. 균열 성장 특성	24
3.2.1 열처리 온도에 따른 균열 성장 특성	24
3.2.2 이종 코팅재에 따른 균열 성장 특성	27
3.3 파단면 관찰	31
3.3.1 균열성장 파단면 관찰	31
3.3.2 플라즈마 용사층 파단면 관찰	34
IV. 결 론	37
참 고 문 헌	38

SUMMARY

In this paper, the fatigue crack growths of ceramic coating steels are investigated by a linear elasticity fracture mechanics method. The experimental materials are carbon steels(substrate: S45C) with plasma thermal sprayed coating layers of Ni-4.5%Al(under coating) and TiO₂(top coating). The test specimens are substrate(SUB), under coating material(BOND) and top one(TOP) according to coating existence. These specimens are heat-treated at 400°C and 800°C, respectively. The fatigue test is conducted on compact tension specimen by a servo-hydraulic fatigue testing machine. Load wave is a constant amplitude sinusoidal wave with a frequency of 10Hz with a load ratio of 0.1. The fatigue crack growth length is automatically measured by a compliance method.

The results are summarized as follows ;

In the process of the fatigue test, the coating layers of all coating specimens are not exfoliated. In the case of non-heat treatment, the fatigue crack growth rates of the substrate and coated specimens are almostly same. The coating existence is no effect in fatigue crack growth. In the effect of heat treatment, the compliances of substrates and coated specimens heat-treated are larger than those non-heat treated at the same crack growth rate, because the ductile property increase by heat-treatment. In low stress intensity factor range($\Delta K < 18\text{MPa} \cdot \text{mm}^{1/2}$), the crack growth rates of the specimens heat-treated are slightly faster than those non-heat treated. And the both heated and non-heated one in $\Delta K > 18\text{MPa} \cdot \text{mm}^{1/2}$.

I. 서 론

최근, 급속한 산업 발전으로 기계 및 구조물이 피로, 고온, 부식, 마모 등이 복합적으로 작용하는 가혹한 환경이나 조건하에서 설비 및 작동이 필연적으로 요구되고 있다. 따라서 종래의 기계구조용 금속재료로는 한계가 있으므로 신소재의 개발이 절실히 요구되고 있고, 사용환경이나 조건에 직접 노출된 표면에 내열성, 내마모성, 내식성 등을 부여하기 위하여 구성부재 표면에 소재와는 다른 특성을 부여하는 방법으로 용사법, 도금법, CVD(chemical vapor deposition), PVD(physical vapor deposition) 등의 표면개질기술이 산업 분야에 광범위하게 이용되고 그 방법도 다양해지고 있다[1].

표면개질기법 중 용사법은 소재형상의 제약이 적고, 두꺼운 피막형성이 용이하며, 설비 구성이 간단하고, 작업이 간편하며 경사기능(functionally gradient)을 부여할 수 있는 특징을 갖고 있으므로 금속, 세라믹, 플라스틱 등을 비롯하여 고용용점의 어떠한 재료도 용사재로 사용할 수 있고 모재의 형상이나 치수에 크게 제약을 받지 않으며 용사열에 의해 모재의 변형이 적고 용사 설비 및 공정이 간단한 장점을 가지고 있으므로 공업적으로 폭넓게 응용이 가능한 방법이다[2,3].

그러나, 용사재는 용사시 고온의 영향으로 모재에 열응력이 발생할 수 있고, 코팅재와 기재의 물성차로 인하여 코팅층과 기재사이의 낮은 결합력 및 계면박리에 의해 기계적 특성이 저하될 수 있으며[4-6], 특히 고온부에서 작동되는 기계 및 설비부분에서는, 코팅층이 열 변형이 생겨 계면박리가 일어날 수 있다[7]. 이러한 결합력의 저하와 열응력의 감소를 위하여 중간층(bond coating) 강화열처리 방법의 삽입이나 경사기능재료에 대한 연구가 진행중이다[8,9]. 따라서 세라믹 코팅재를 산업분야에 광범위하게 이용하기 위해서는 정확한 피로균열성장속도의 평가가 필수적이다[10].

용사재로써 사용되는 다양한 소재중에서 세라믹은 내열성, 내마모성, 내식성의 특성이 우수하므로 구조재 및 기능재로써 많이 이용되고 있으며 특히 표면코팅재로서도 많이 사용되고 있다[11].

세라믹 용사코팅재를 기계 구조 부재로 사용할 경우 필연적으로 피로하중을

받게 되므로 세라믹 코팅재의 신뢰성 및 수명평가를 위해 코팅층의 피로 특성, 특히 용사열의 영향과 코팅층 밀착성 강화를 위한 강화열처리가 모재에 미치는 영향등을 규명할 필요성이 절실히 요구되고 있다. 그러나 현재로서는 세라믹 코팅재의 피로특성에 대한 연구는 별로 없고, 특히 강도설계에 반영하기 위한 피로 특성은 통일적으로 충분한 연구가 되어 있지 않은 상황이다[12-14].

따라서, 본 연구는 기계구조용 탄소강 S45C를 기재(substrate)로 하여 본드 코팅재(Ni-4.5%Al)와 본드코팅재 위에 산화물계 세라믹(TiO_2) 플라즈마 용사코팅을 한 재료를 가지고 피로균열성장특성을 검토하고자 한다. 특히 용사시의 열 영향 및 강화 열처리의 영향을 검토하기 위해 위 재료들을 400°C 와 800°C 열처리 후의 피로균열성장특성과 실온에서의 균열성장속도를 비교 검토하였다.



II. 재료 및 실험 방법

2.1 시험편

본 실험에 사용한 기재는 기계 구조용 탄소강 S45C이며 그 화학 성분을 Table 1에 나타낸다. 시험편은 Fig. 1에 나타낸 바와 같이 ASTM E647-91에 의거하여 표준 CT시험편을 준비하였다. 코팅에 앞서 이물질을 제거하고 용착재의 접착력을 향상시키기 위해 기재의 표면을 Table 2의 조건으로 블라스팅을 실시하였다.

코팅장치는 플라즈마 용사장치를 이용하였으며 용사시의 조건은 Table 3으로 실시하였다. 코팅재료는 Table 4에 나타낸 TiO_2 와 Ni-4.5Al을 사용하였으며 탑 코팅재료로 세라믹 TiO_2 를, 본드코팅 재료로 Ni-4.5%Al 합금 분말을 사용하였다. 코팅층의 두께는 본드코팅은 약 $100\mu m$, 세라믹코팅은 약 $50\mu m$ 로 하였다.

시험편은 세라믹용사시의 열영향과 강화 열처리가 코팅재에 미치는 영향을 조사하기 위하여 아래에 나타낸 12종류의 시험편을 제작하였다.

그리고, 시험편 제작중 열처리온도는 각각의 시험편에 대해 $400^\circ C$ 및 $800^\circ C$ 에서 10분동안 유지한 후 공기 중 혹은 노냉하였다.

SUB : S45C 나재 시험편

SUB400 : SUB재를 $400^\circ C$ 에서 열처리한 시험편(공냉)

SUB800 : SUB재를 $800^\circ C$ 에서 열처리한 시험편(공냉)

SUB800F : SUB재를 $800^\circ C$ 에서 열처리한 시험편(노냉)

BOND : SUB재 위에 본드코팅한 시험편

BOND400 : BOND재를 $400^\circ C$ 에서 열처리한 시험편(공냉)

BOND800 : BOND재를 $800^\circ C$ 에서 열처리한 시험편(공냉)

BOND800F : BOND재를 $800^\circ C$ 에서 열처리한 시험편(노냉)

TOP : SUB재 위에 본드코팅 및 세라믹(TiO_2)코팅한 시험편

TOP400 : TOP재를 $400^\circ C$ 에서 열처리한 시험편(공냉)

TOP800 : TOP재를 $800^\circ C$ 에서 열처리한 시험편(공냉)

TOP800F : TOP재를 800℃에서 열처리한 시험편(노냉)

Fig. 2는 800℃에서 열처리 하였을 때와 상온에서의 용력-변형률선도를 나타낸 것이다. 상온에서 극한강도는 SUB와 BOND재인 경우는 607MPa이고 탑코팅재는 588MPa, 연신율은 약 27%이며, BOND800F와 TOP800F의 극한강도는 459MPa이며 연신율은 약 33%이다. 열처리 하였을 때 극한강도가 저하되고 연신율은 증가하고 있다.

Fig. 3는 용사층 표면의 전자현미경사진을 나타낸다. (a)는 본드코팅 표면을 나타내고 (b)는 탑코팅 표면을 나타낸다. 코팅면은 기공 혹은 결함이 없이 양호한 코팅상태를 나타낸다.

Fig. 4은 시험편의 조직을 조사하기 위하여 에틸알콜(97%)용액에 질산(3%)를 희석시켜 SUB, SUB400, SUB800, SUB800F에 에칭한 조직을 나타낸다. (a)는 SUB재로 퍼얼라이트 조직이 페라이트보다 많이 나타나고 있다. (b)는 400℃에서 열처리한 시편으로 SUB재보다 페라이트가 증가하는 현상을 볼 수 있다. (c)는 800℃에서 열처리하여 공냉한 시편인데 페라이트 조직이 조밀하게 나타나고 발생빈도도 현저히 증가하고 있다. (d)는 800℃에서 열처리하여 노냉한 시편으로 페라이트 조직이 뭉쳐있고 퍼얼라이트 조직보다 많이 나타나고 있음을 볼 수 있다. 이와 같이 열처리 온도를 높게 하면 페라이트 생성량이 많아지므로 이같은 현상으로 미루어 모재 S45C는 열처리에 의해 조직이 변화됨을 확인할 수 있다.

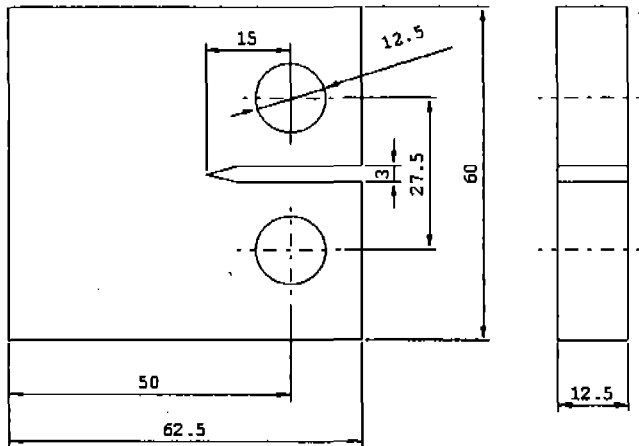


Fig. 1 Compact tension specimen(ASTM 647-91)

Table 1 Chemical composition of S45C(wt.%)

C	Si	Mn	P	S
0.464	0.246	0.770	0.0154	0.00693
~ 0.470	~ 0.251	~ 0.774	~ 0.0162	~ 0.00835

Table 2 Blasting conditions

Type	Material composition	Powder size (μm)	Air pressure (kg/cm ²)	Spraying Distance (mm)
Dry	White alumina	15~53	5.5	50~100

Table 3 Spraying conditions

condition Powder	Powder feed Unit		Plasma gas (psi)		DC amps	DC volts	Spray distance (mm)
	Flow rate (ft ³ /h)	Feed rate (g/min)	Ar	H ₂			
TiO ₂	13.5	53	53	15	500	65~70	75~100
Ni-4.5wt.%Al	13.5	68	53	15	500	65~70	100~175

Table 4 Powder conditions

Condition Powder	Typical composition	Typical size range (μ m)	Melting point(°C)
Ni-4.5%Al	Aluminum 4.5% Nickel balance	45~90	660
TiO ₂	Titanium dioxide 99% minimum	8~88	1920

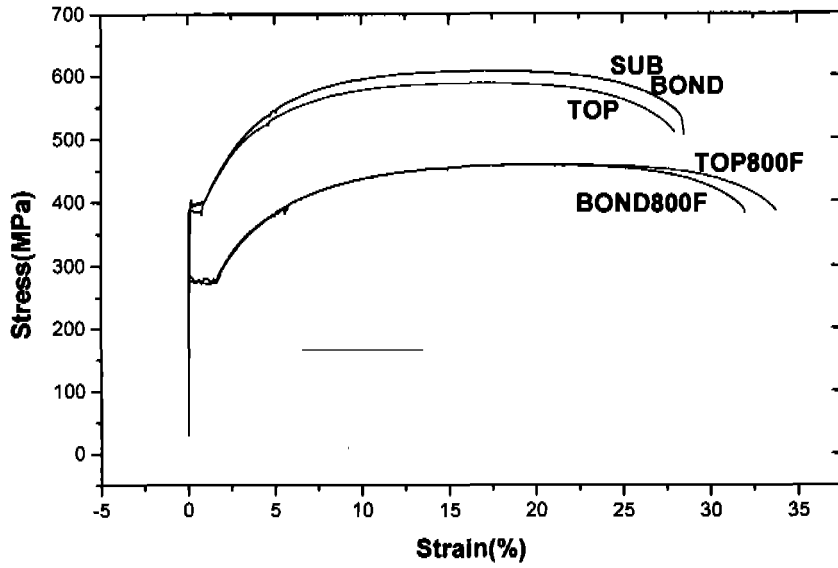
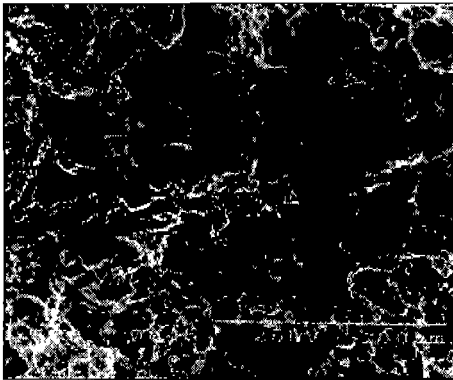
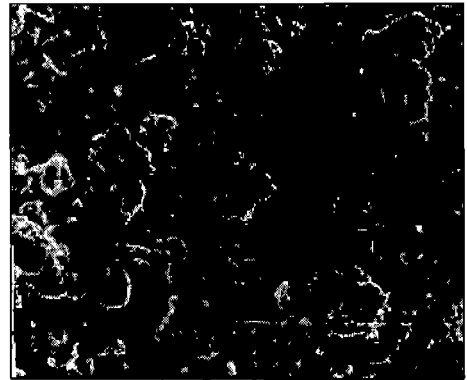


Fig. 2 Stress-Strain Curve

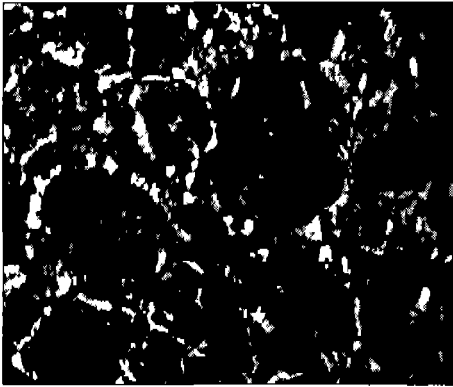


(a) BOND Coating Surface

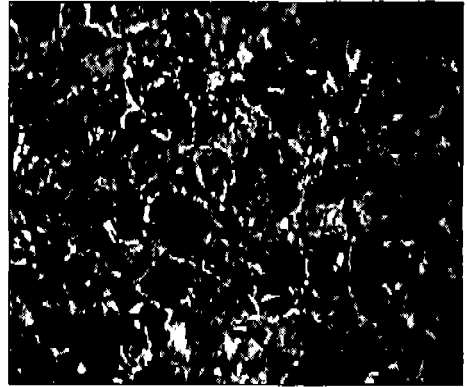


(b) TOP Coating Surface

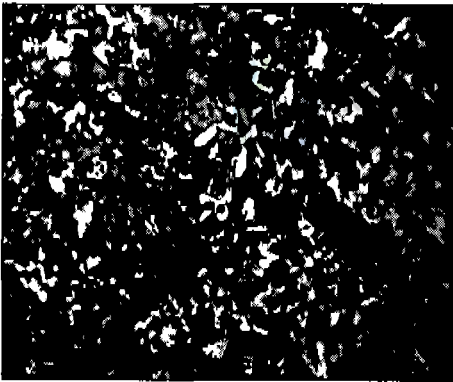
Fig. 3 SEM images of coated specimen surface



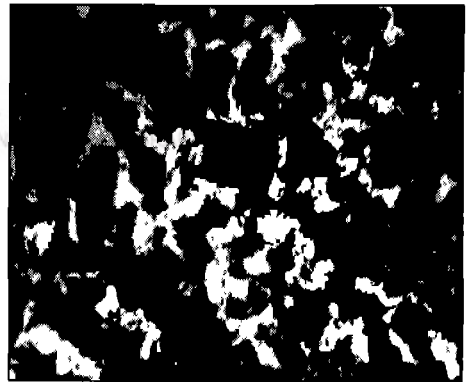
(a) As-received



(b) Heat-treatment
(400°C-air cooling)



(c) 800°C-air cooling



(d) 800°C-furnace cooling

■ Pearlite

□ Ferrite

Fig. 4 Microstructures of S45C steel (magnification 500x)

2.2 실험장치 및 방법

2.2.1 용사장치

용사재의 제작에 사용된 플라즈마 용사장치를 Fig. 5에 나타내었다. 플라즈마 용사장치는 power supply unit(MRN-240), plasma spray control unit(4MC), powder feeder(9MP), heat exchanger(4ME) 및 plasma spray gun(3MB-II)등으로 구성되어 있으며, 작동은 음극과 양극사이에 전기를 통하고 여기에 수소 및 알곤가스를 통과시키면 가스는 가열과 분해에 의해 팽창되고 이온화를 일으켜 노즐선단부에서 발생하는 온도(약16,500℃)에 의해 분말상의 재료가 용융되면서 고속(650m/min)으로 분사되어 기재에 적층시키는 장치이다.

2.2.2 실험방법

피로시험을 위한 실험장치는 전기유압식(electrohydraulic servo_pulser) 피로시험기(EHF-ED10-20L)를 사용하였고, 시험기 및 주변기기는 Fig. 6에, 시험편과 클립게이지를 설치한 형상은 Fig. 7에 나타내었다. 컴플라이언스의 정밀한 계측을 위하여 클립게이지의 허용오차를 0.0005정도로 셸팅하여 개구변위를 측정하였다. 하중의 변동치도 500kgf에서 ± 10 kgf정도의 오차를 가질 수 있도록 유압식 시험기를 사용하였다.

피로균열길이를 측정하는 방법에는 직접 측정과 간접측정방법으로 나눌 수 있는데 직접 측정방법에는 광학현미경으로 측정하는 방법과 파면 검출에 의한 측정법등이 있고 간접 측정방법으로는 컴플라이언스법과 초음파법 및 AE(acoustic emission)법등이 있다. [15]

Fig. 8은 광학현미경에 의한 측정과 컴플라이언스법에 의한 측정치를 비교하여 나타내었는데 서로의 측정치가 잘 일치하고 있다. 따라서 본 연구에서는 균열길이를 컴플라이언스법에 의한 자동계측치로 자료를 정리하였다.

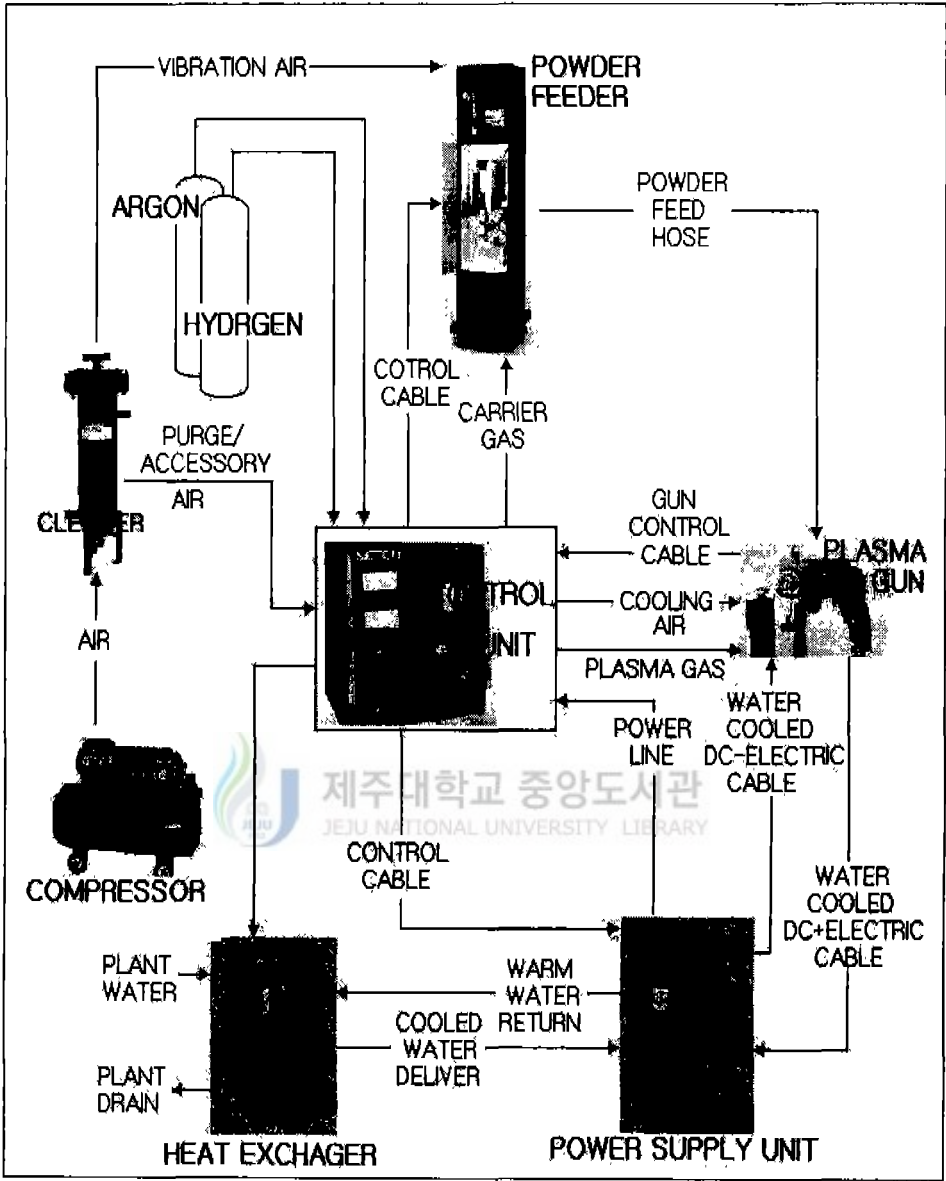


Fig. 5 Plasma thermal spary system

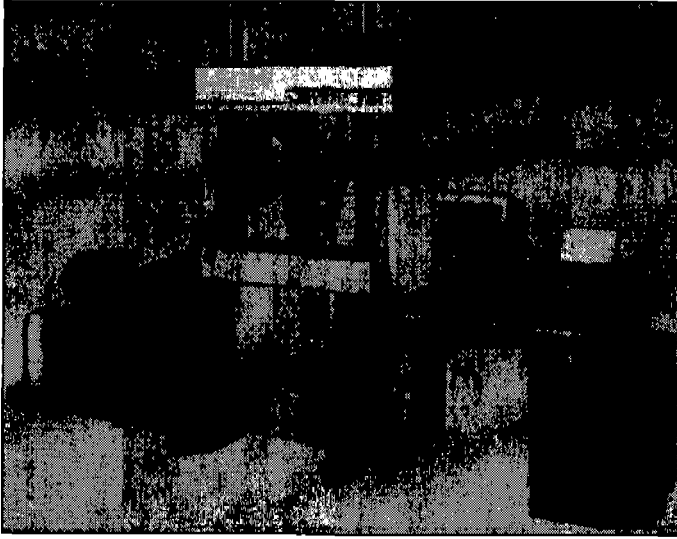


Fig. 6 Fatigue testing machine

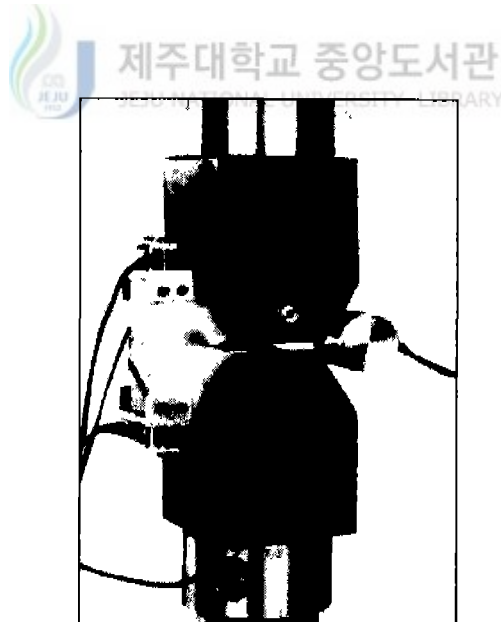


Fig. 7 Specimen and clip gauge

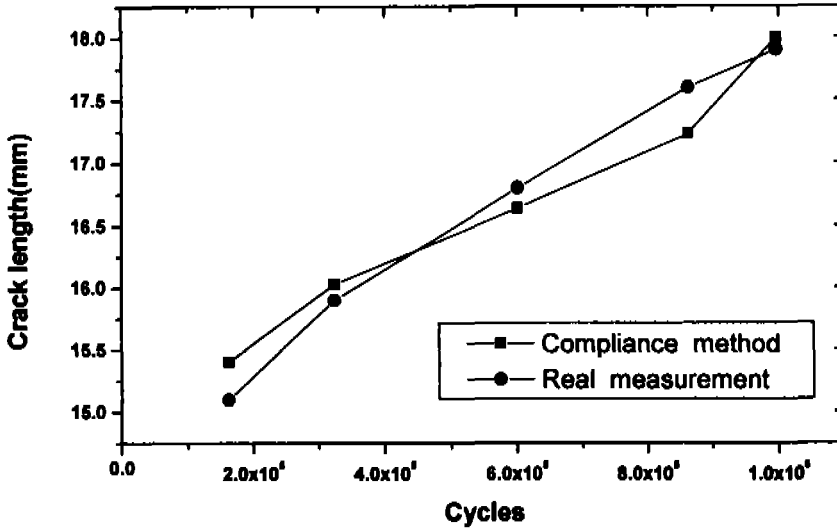


Fig. 8 Relation between real measurement and compliance method

피로 균열 성장 시험에 있어서 CT시험편의 노치부는 가공잔류응력을 방지하기 위하여 와이어컷 방전가공기를 이용하였으며, 노치형상이 균열성장에 미치는 영향을 제거하기 위하여 노치선단에서 3mm 예비균열을 발생시켰다.

본 실험에 있어서 부하방식은 하중 일정 방식으로 하였으며 주파수 10Hz, 응력비 R=0.1의 정현파형으로 피로균열성장시험을 행하였다. 균열성장길이는 컴플라이언스법에 의하여 자동계측하였으며 균열을 가진 시험편의 컴플라이언스 λ 는 다음 식으로 정의된다.

$$\lambda \equiv \lambda \left(\frac{a}{W} \right) = \frac{V}{P} \quad (1)$$

여기에서 a 는 균열길이, W 는 시험편 폭, P 는 하중, V 는 하중점 변위이다. 균열길이의 증가에 따른 에너지 해방률 ζ 와 컴플라이언스 변화율 $d\lambda/da$ 의 관계는 (2)식으로 표현할 수 있다.

$$\zeta = \frac{P^2}{2B} \frac{d\lambda}{da} \quad (2)$$

여기에서 에너지 해방률 ζ 와 응력확대계수 K 의 관계는 (4)식과 같으며

(2)식과 (3)식으로 유도된다.

$$K^2 = E\zeta \quad (3)$$

여기에서 E는 영률(Young's modulus)이다.

$$K = \left\{ E \frac{P^2}{2B} \frac{d\lambda}{da} \right\}^{1/2} \quad (4)$$

CT시험편을 예로 취하면 W, B, E가 일정하므로 (4)식은 아래와 같이 변형이 가능하다.

$$\frac{K}{P} BW^{1/2} = \left[\frac{1}{2} \frac{d(BE\lambda)}{d(a/W)} \right]^{1/2} \quad (5)$$

(5) 식에서

$$BE\lambda = \int \frac{2K^2 B^2 W}{P^2} d(a/W) \quad (6)$$

또는,

$$\frac{a}{W} = \int \frac{P^2}{2K^2 B^2 W} d(BE\lambda) \quad (7)$$

$$\frac{a}{W} = C_0 + C_1 U_x + C_2 U_x^2 + C_3 U_x^3 + C_4 U_x^4 + C_5 U_x^5 \quad (8)$$

$$U_x = \frac{1}{\sqrt{(BE\lambda) + 1}} \quad (9)$$

컴플라이언스에 의한 균열길이는 위 (8), (9)식에 의해 환산하였고 그 계수들을 Table 5에 나타내었다[16].

ΔK 는 아래와 같은 식을 얻을 수 있다.

$$\Delta K = \frac{\Delta P}{B\sqrt{W}} \frac{(2+\alpha)}{(1-\alpha)^{3/2}} (0.886 + 4.6\alpha - 13.32\alpha^2 + 14.72\alpha^3 - 5.6\alpha^4) \quad (10)$$

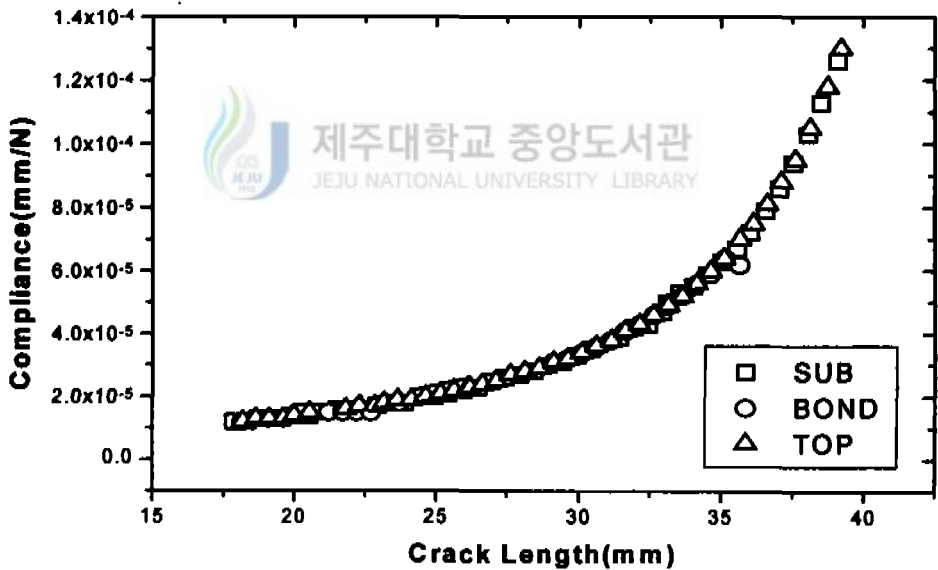
Table 5 Regression coefficient

C_0	C_1	C_2	C_3	C_4	C_5
1.0010	-4.6695	18.460	-236.82	1214.9	-2143.6

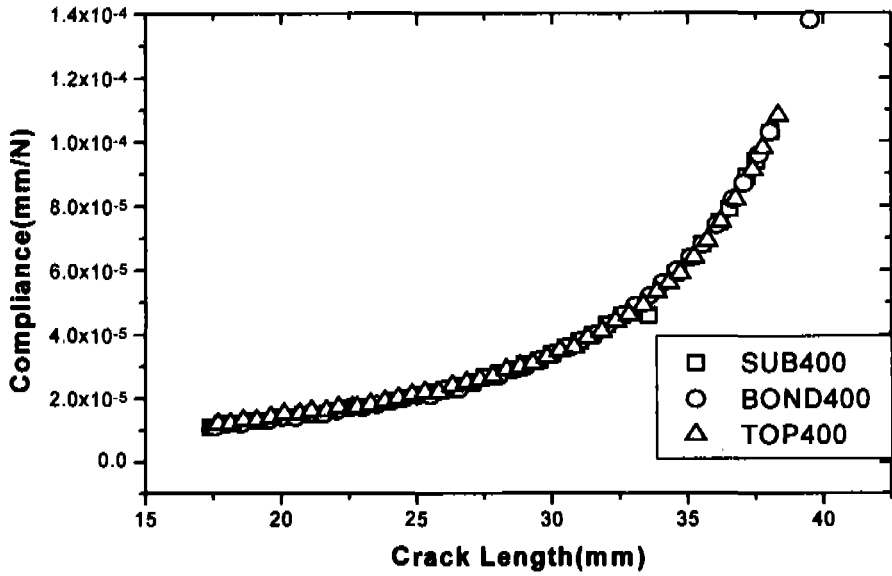
III. 결과 및 고찰

3.1 균열 길이와 컴플라이언스의 관계

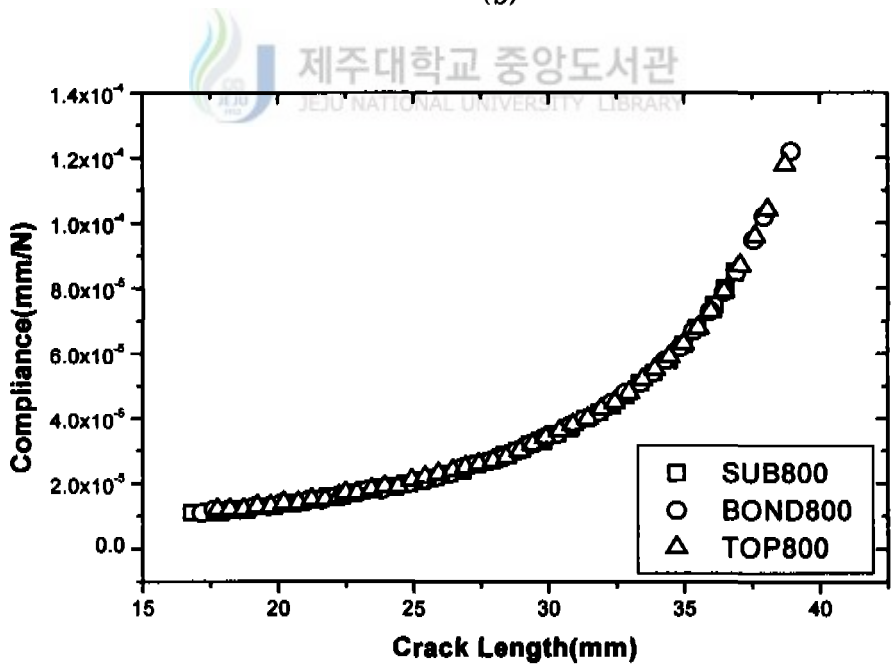
Fig. 9는 균열길이와 컴플라이언스의 관계를 나타낸다. 균열길이와 컴플라이언스의 관계를 보면 모든 시편에서 SUB재와 BOND재 및 TOP재가 서로 같은 양상을 보이고 있으며, 균열길이가 18mm에서 30mm까지는 서서히 증가하다가 그 후부터 급격히 증가하는 경향을 보이고 있다.



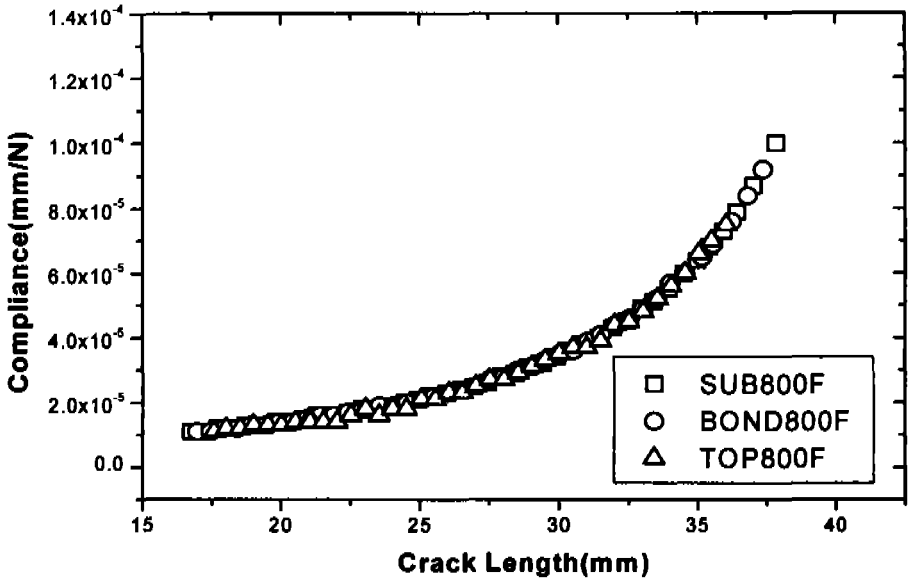
(a)



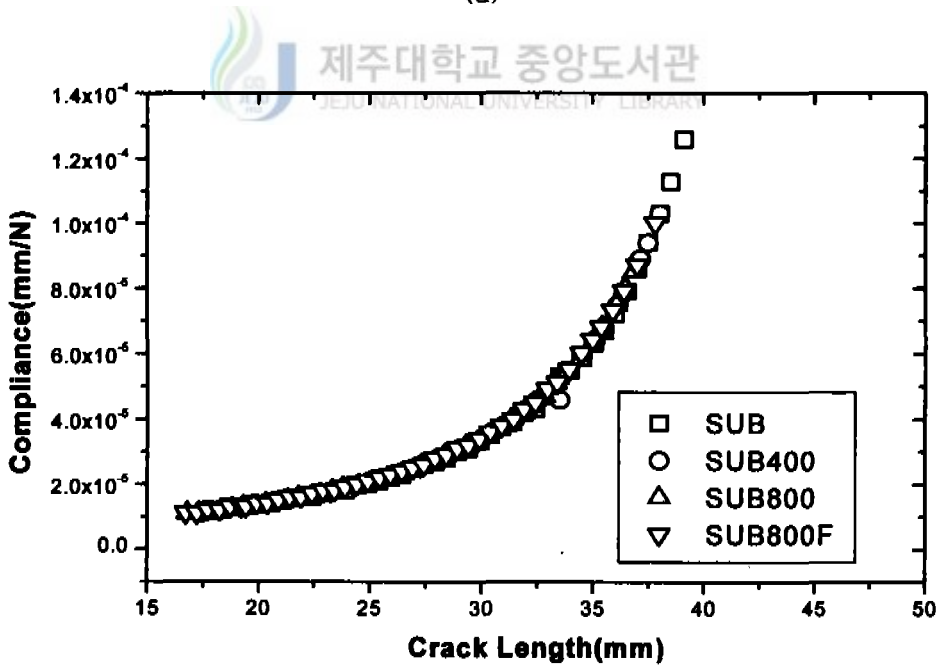
(b)



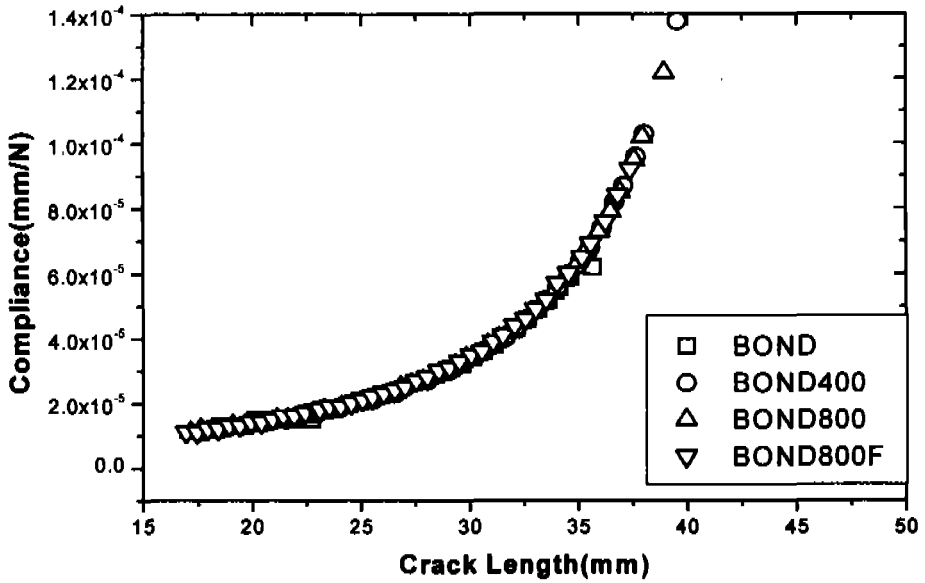
(c)



(d)



(e)



(e)

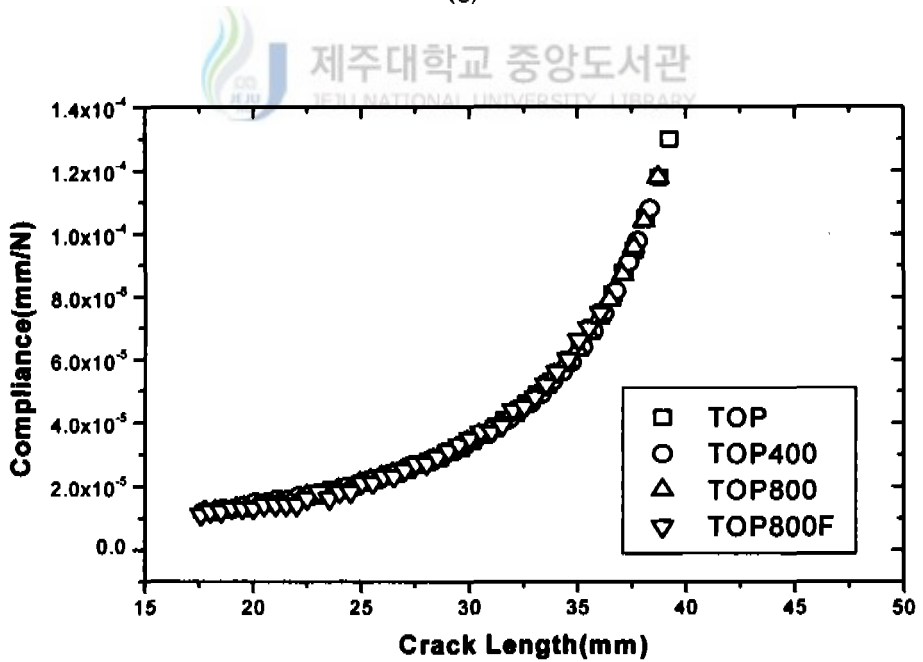
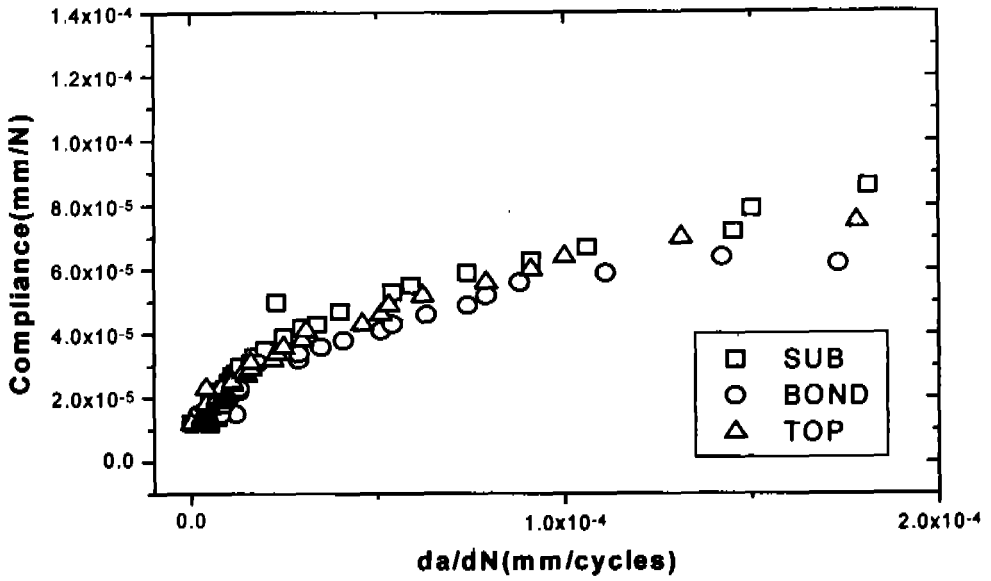


Fig. 9 Relationships between compliance and crack length

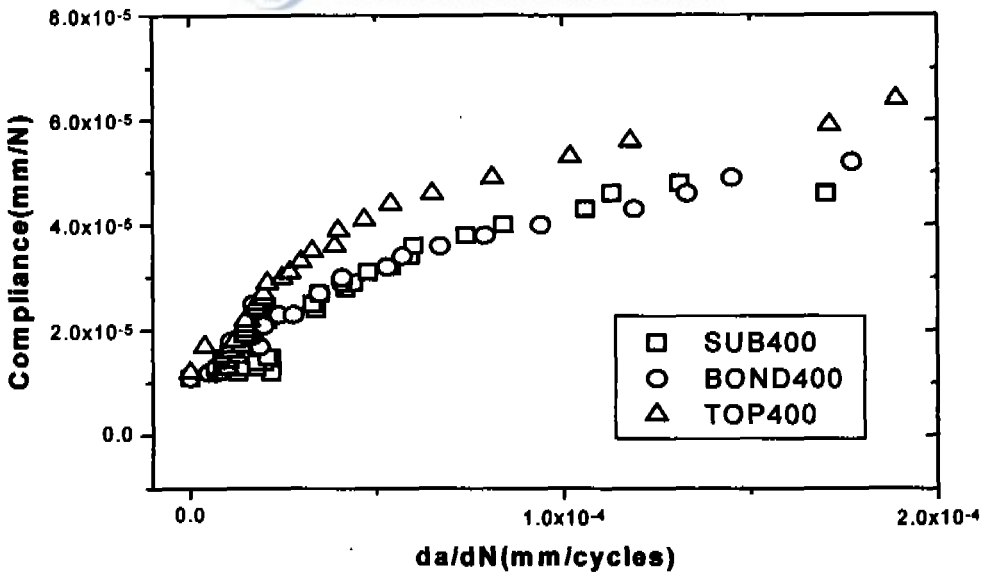
3.2 균열성장속도와 킴플라이언스 관계

Fig. 10은 같은 온도에서 시험편 재료별로 균열성장속도(da/dN)과 킴플라이언스의 관계를 나타낸 것으로 (a)는 상온에서 SUB, BOND, TOP재를 비교한 그래프이다. 초기에는 균열성장속도가 매우 느리게 나타나고 있고 $0.5 \times 10^{-4} \text{mm/cycles}$ 부터 균열성장속도가 빨라지고 있다. 그리고 세 시편 모두가 서로 고르게 킴플라이언스와 균열성장속도가 증가함을 보여주고 있다. (b)는 400°C 에서 열처리한 시편으로 SUB400, BOND400재는 서로 비슷하게 균열성장속도가 증가하는 반면 TOP400재는 같은 균열성장속도에서 킴플라이언스가 크게 나타나고 있다. (c)는 800°C 에서 열처리하여 공냉한 시편으로 BOND800, TOP800은 비슷한 양상을 보이고 SUB800은 같은 균열성장속도에서 킴플라이언스가 작게 나타나고 있다. (d)는 800°C 에서 열처리하여 노냉한 시편으로 세 시편 모두가 서로 고르게 킴플라이언스와 균열성장속도가 증가함을 보여주고 있다.

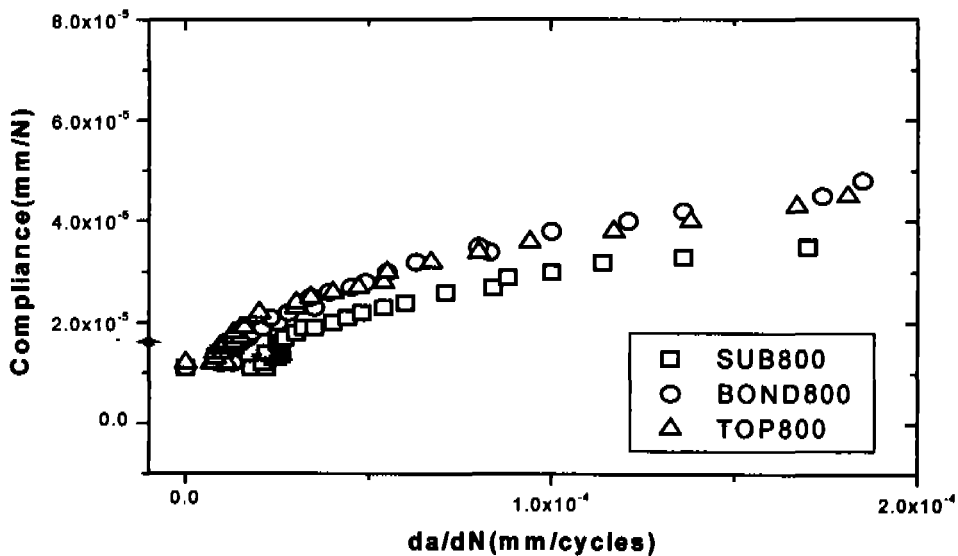
Fig. 11은 같은 재료를 열처리 온도별로 da/dN 과 킴플라이언스의 관계를 나타낸 것으로 (a)는 나재 시험편, (b)는 기재 위에 본드코팅한 시험편, (c)는 본드코팅 후에 탑코팅한 시험편을 열처리하여 비교한 그래프이다. 초기에는 균열성장속도가 아주 느리게 진행되고 $1 \times 10^{-4} \text{mm/cycles}$ 에서부터 킴플라이언스와 da/dN 이 빠른 속도로 증가하고 있다. 상온인 경우는 균열성장속도에 비해 킴플라이언스가 크게 나타나고 400°C , 800°C 순으로 점차 킴플라이언스값이 감소하고 있음을 볼 수 있다.



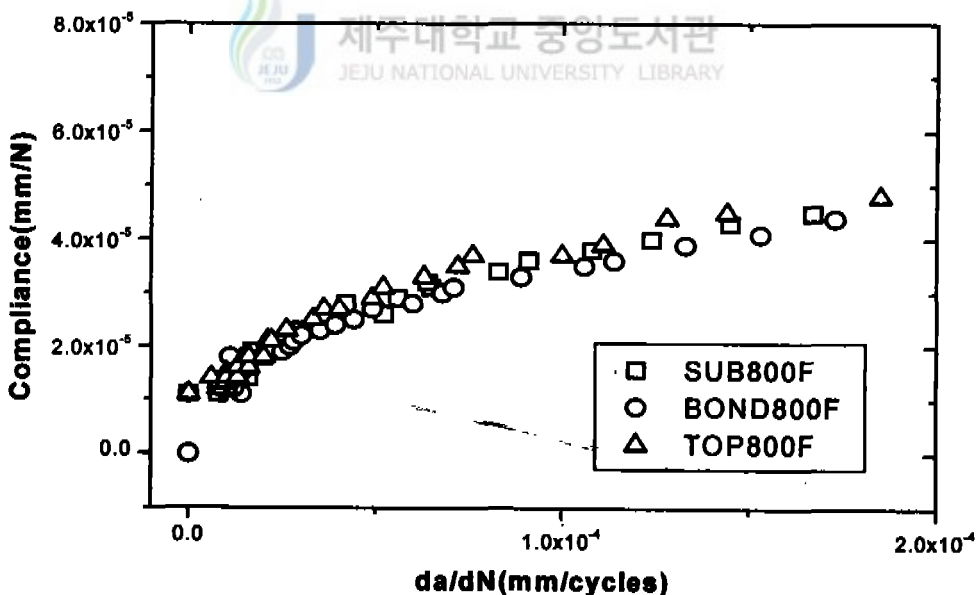
(a)



(b)

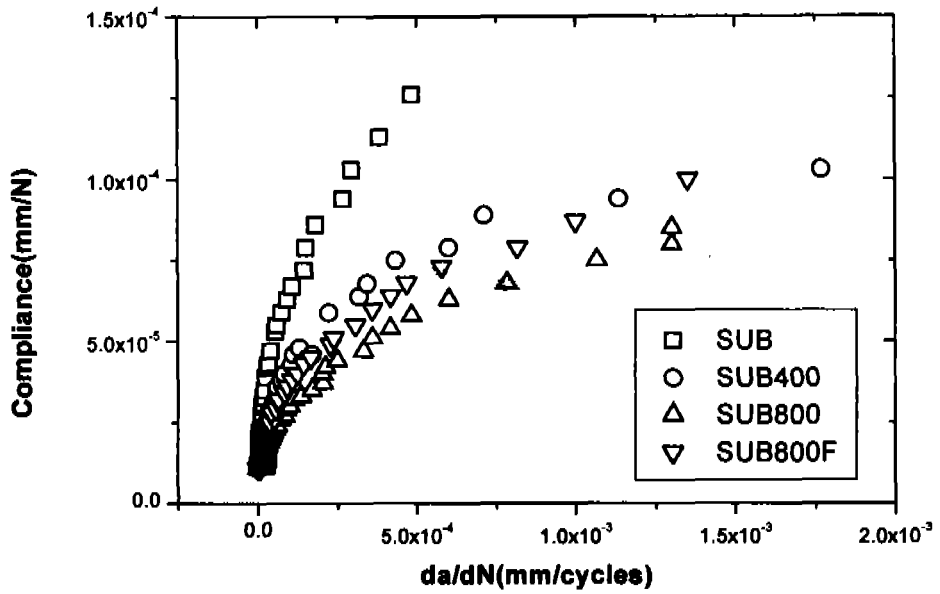


(c)

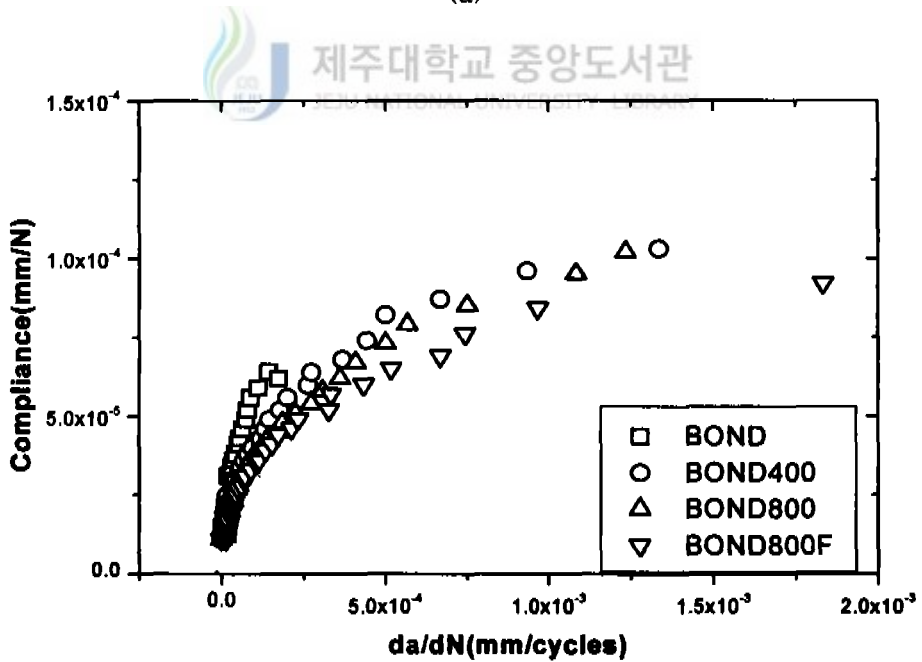


(d)

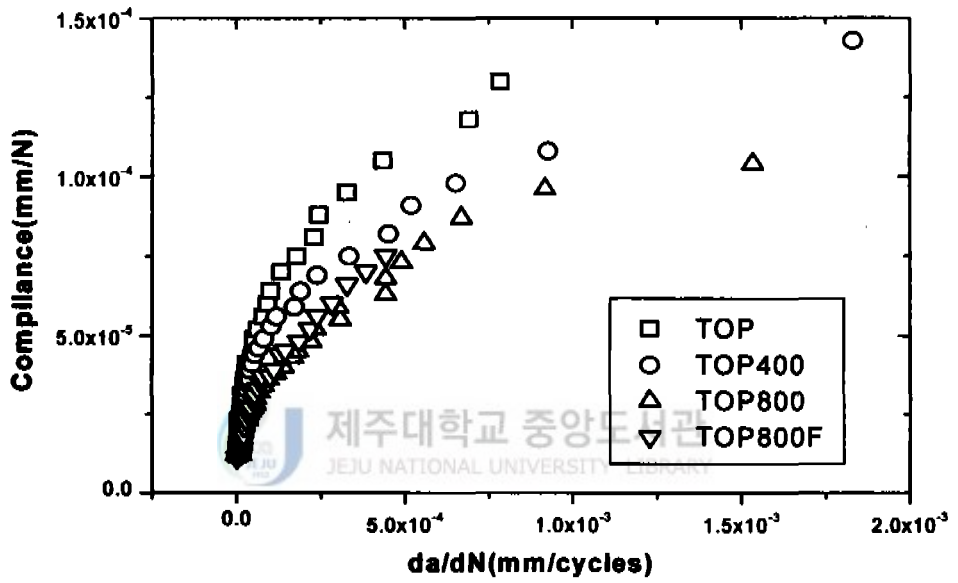
Fig. 10 Relationships between crack propagation rate and compliance



(a)



(b)



(c)

Fig. 11 Relation between fatigue crack propagation rate and compliance rve for different specimen

3.2 균열 성장 특성

3.2.1 열처리 온도에 따른 균열 성장 특성

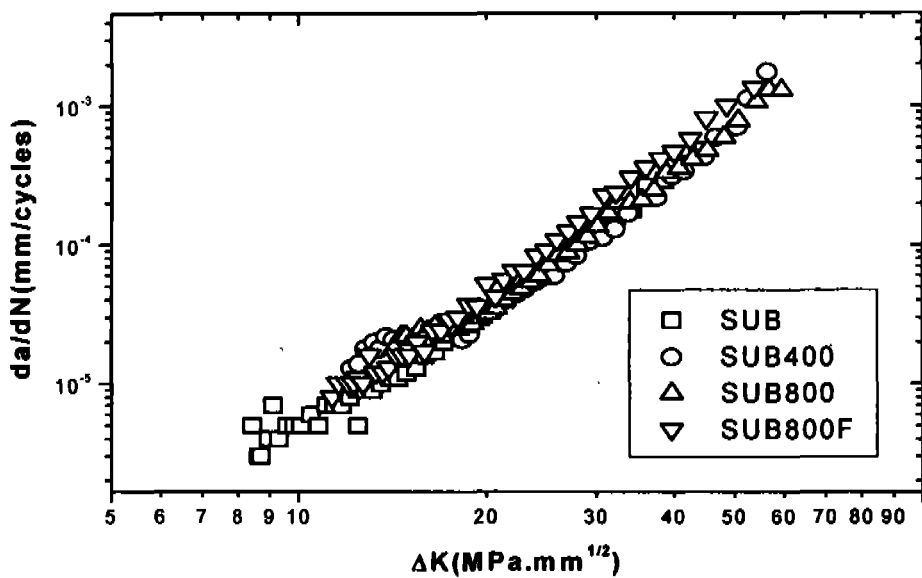
Fig. 12은 같은 코팅재를 각각 400℃, 800℃에서 열처리하여 공기중에서 냉각한 것과 800℃에서 열처리하여 노냉한 시험편을 피로시험하여 균열성장속도 da/dN 과 응력확대계수범위 ΔK 와의 관계를 도시하고 있다.

우선 Fig. 12(a)는 SUB재를 열처리한 것과 열처리를 하지 않은 시험편을 비교한 것인데, 열처리를 하지 않은 시험편이 다른 시험편에 비하여 응력확대계수범위 ΔK 가 낮은 영역에서 균열성장이 일어나고 있다. 또한 응력확대계수범위, ΔK 가 18MPa·mm^{1/2} 이하에서는 SUB800과 SUB400재의 균열 성장속도가 빠르고, 그 이후부터는 SUB800F의 균열 성장속도가 빠르게 나타나며 선형적이고 일정한 응력확대계수(ΔK)증가를 보여주고 있다. 이것에서는 열처리후 노냉한 SUB800F재가 열처리영향으로 인하여 공냉한 것에 비하여 인성이 감소되는 것으로 사료된다.

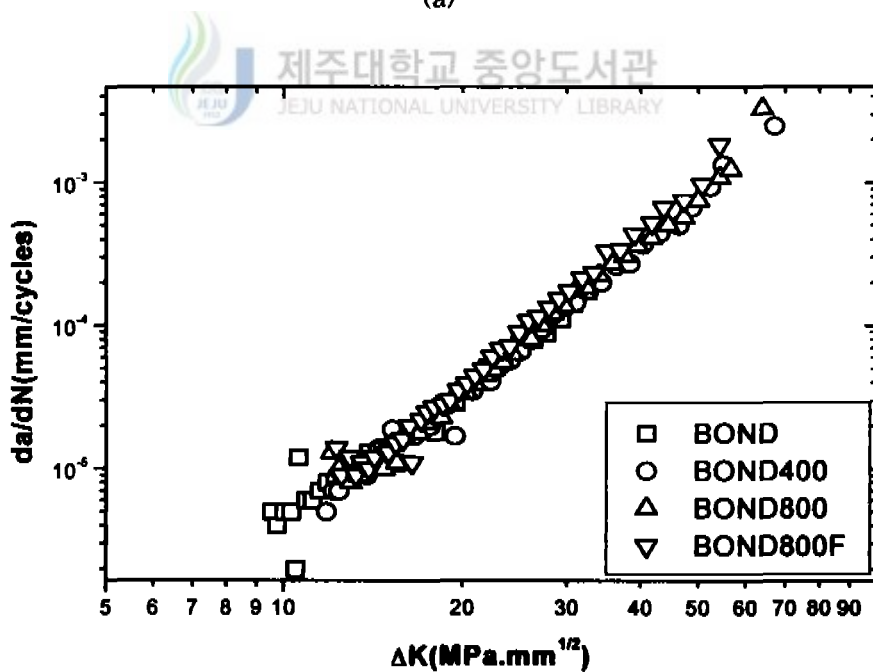
$\Delta K > 18\text{MPa} \cdot \text{mm}^{1/2}$ 에서는 Paris법칙($da/dN = C \Delta K^m$)을 적용할 수 있다. (1971; Gerberish 등, 1982) Table 6은 본시험에서 얻어진 결과치를 가지고 최소자승법에 의하여 실험상수 C와 m값을 정리하였다. Fig. 12(b)는 BOND재를 열처리한 것과 열처리하지 않은 것을 비교한 것이다. 이것은 Fig. 12(a)와 비슷한 양상을 보이나 각 시험편간의 균열성장속도의 편차가 적게 나타나는 것은 코팅층이 보온 효과로 인한 것으로 여겨진다. Fig. 12(c)는 TOP재를 열처리하여 비교한 것으로 이것은 Fig. 12(b)와 흡사한 결과를 보이고 있을 뿐만아니라, 코팅층이 열처리과정에서 산화되고, 피로시험과정에서 일부 박리되어 이탈하여 균열성장속도에 큰 영향을 미치지 못하고 있다고 추정된다.

Table 6 The experimental contents C and m of Paris's rule[$da/dN=C(\Delta K)^m$]

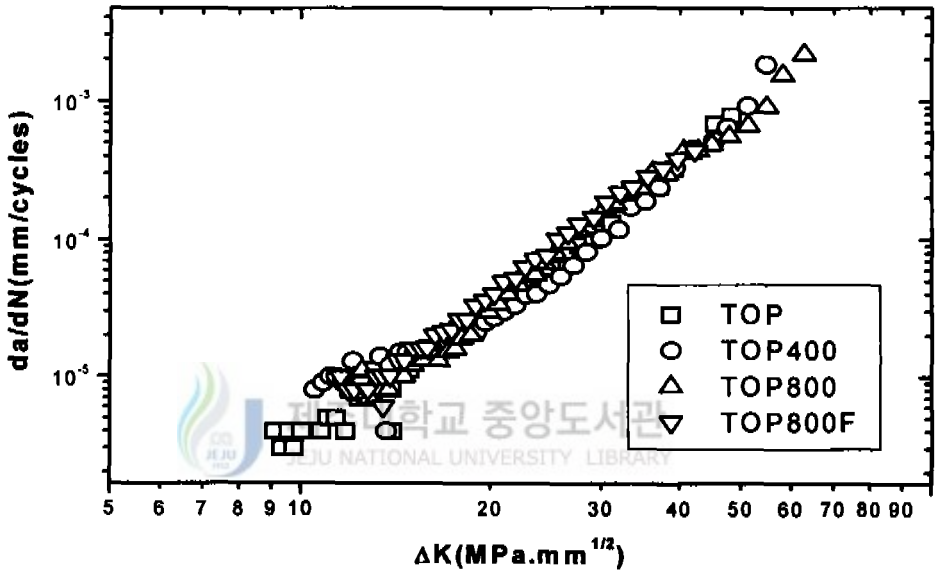
Experimental constant Specimen	m	C
SUB	3.727680	4.72×10^{-10}
SUB400	3.556085	7.89×10^{-10}
SUB800	3.513281	9.57×10^{-10}
SUB800F	3.305209	2.64×10^{-9}
BOND	3.311224	1.92×10^{-9}
BOND400	3.471547	1.17×10^{-9}
BOND800	3.598475	7.86×10^{-10}
BOND800F	3.707631	6.47×10^{-10}
TOP	3.646836	6.15×10^{-10}
TOP400	3.657286	4.89×10^{-10}
TOP800	3.277373	2.22×10^{-9}
TOP800F	3.350336	2.02×10^{-9}



(a)



(b)



(c)

Fig. 12 Relationships between crack propagation rate and stress intensity factor range

3.2.2 이중 코팅재에 따른 균열성장 특성

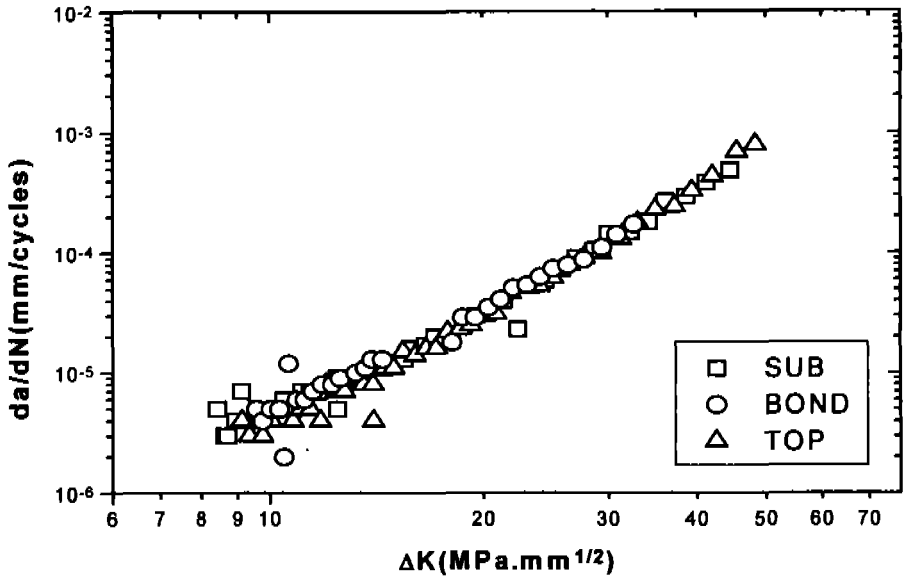
Fig. 13는 각각 400°C, 800°C에서 열처리하여 공냉한 것과 800°C에서 열처리하여 노냉한 시험편을 축인장 하중제어 피로시험에서 컴플라이언스법을 이용하여 자동계측한 균열성장속도, da/dN 과 응력확대계수범위, ΔK 와의 관계를 도시하고 있다. CT시험편의 노치형상의 영향을 제거하기 위하여 ΔK 감소법으로 예비균열을 2mm정도 생성시킨 후, 하중을 일정하게 유지시키면서 ΔK 증가법에 따라 피로시험을 행하였다.

우선 Fig. 13(a) 즉 열처리를 하지 않은 시험편에서는 ΔK 가 낮은 영역에는 SUB재가 균열성장속도가 빠르고, ΔK 가 $15\text{MPa} \cdot \text{mm}^{1/2}$ 부터는 SUB재, BOND재, TOP재의 균열성장속도가 거의 일정하여 da/dN - ΔK 관계는 선형적이며 일정한 응력확대계수(ΔK)증가를 보여주고 있다. 이것은 균열발생 초기단계에서는 표면의 경한 세라믹 박막이 피로균열성장을 억제하다가 균열이 성장되면서는 코팅층재가 코팅층의 영향보다는 모재의 파괴인성에 주로 기인하고 있는 것으로 판단된다.

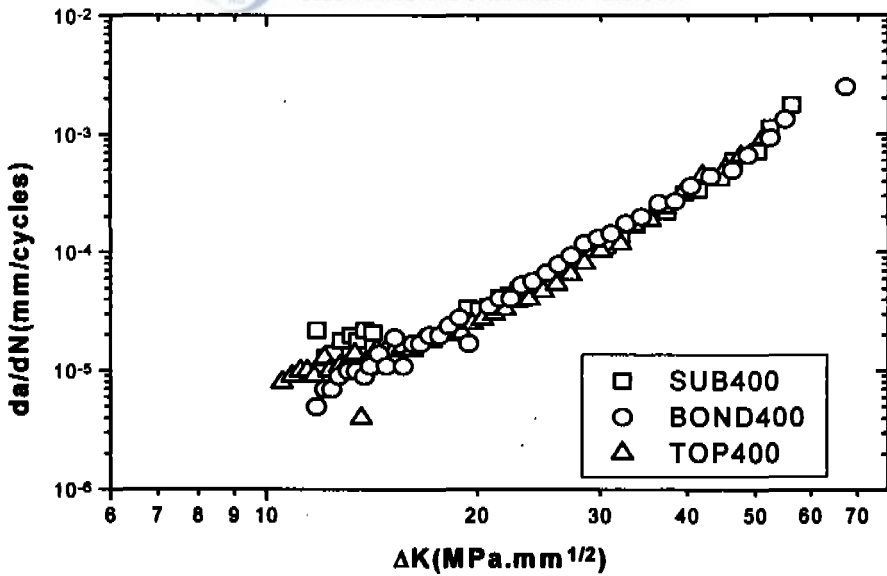
두 번째로 Fig. 13(b)는 각 시험편을 400°C에서 공냉한 결과를 나타낸 것으로 ΔK 의 범위가 $15\text{MPa} \cdot \text{mm}^{1/2}$ 에서 $20\text{MPa} \cdot \text{mm}^{1/2}$ 사이에서는 SUB재가 BOND재와 TOP재에 비해서 상대적으로 균열성장속도(da/dN)가 빠르게 나타나고 BOND와 TOP재는 비슷한 경향을 보이고 있다. 그 원인으로는 BOND재와 TOP재가 코팅층에 의하여 열처리때 열을 차단하는 효과를 보이는 것으로 사료된다.

Fig. 13(c)는 각 시험편을 800°C에서 열처리하여 공냉한 결과를 나타낸 것으로 Fig. 13(b)와 같은 양상을 보이고 있다. 그러나, 응력확대계수, ΔK 의 범위가 $20\text{MPa} \cdot \text{mm}^{1/2} \sim 40\text{MPa} \cdot \text{mm}^{1/2}$ 사이에서는 Fig. 13(b)와 달리 TOP재와 SUB재 BOND재의 균열성장속도가 거의 같은 속도로 증가하고 있어 코팅재에서 코팅층의 영향이 거의 없는 것으로 나타나고 있다.

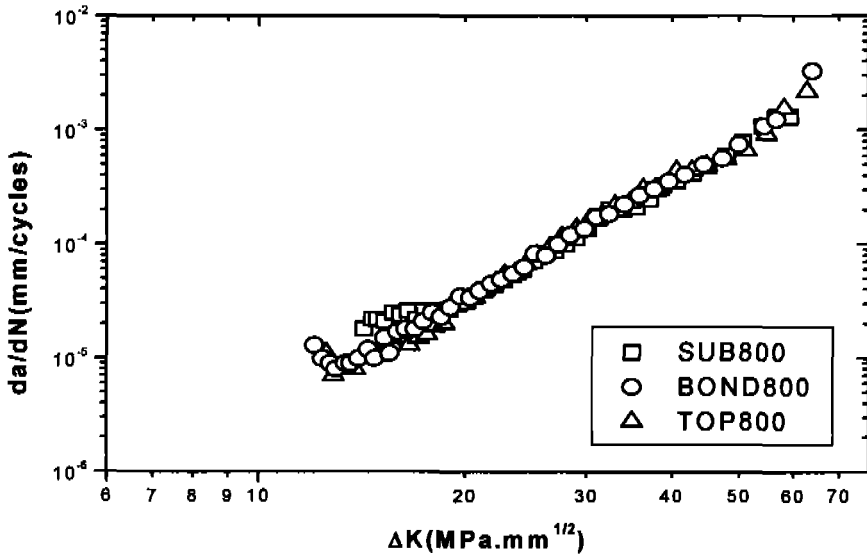
Fig. 13(d)는 각 시험편을 800°C에서 열처리한 후 전기로 내에서 냉각한 결과를 나타낸 것으로, 응력확대계수범위, ΔK 가 낮은 영역에서는 앞의 (a),(b),(c)와는 다르게 SUB재와 BOND재 및 TOP재가 거의 같은 현상을 보이고 있으며, 응력확대계수, ΔK 의 범위가 $18\text{MPa} \cdot \text{mm}^{1/2}$ 이상의 영역에서는 같은 균열 성장 속도를 보이고 있다. 이것은 코팅층이 열처리 산화로 인하여 박리되어 피로 균열 성장 속도에 거의 영향을 미치지 못하는 것으로 추정된다.



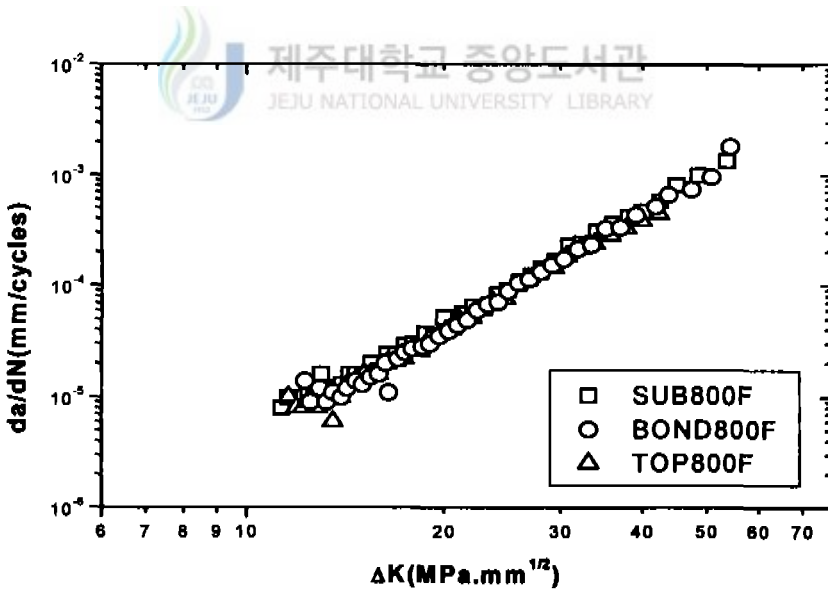
(a)



(b)



(c)



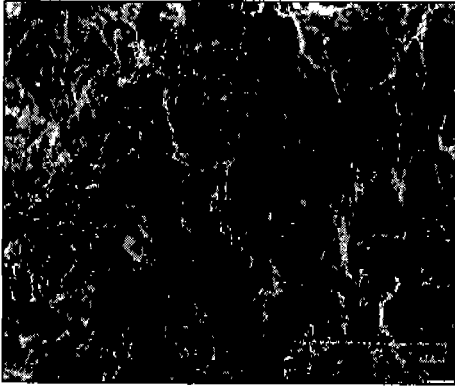
(d)

Fig. 13 Relationships between crack propagation rate and stress intensity factor range

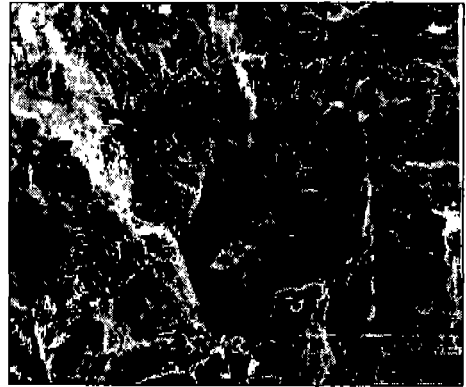
3.3 파단면 관찰

3.3.1 균열성장 시험후의 파단면 관찰

피로균열성장 시험후의 파단면을 전자현미경으로 관찰한 사진을 Fig. 14에 나타내었다. Fig. 14 (a)는 크랙길이가 27.1mm이고 ΔK 가 14.9 MPa/mm^{1/2}일 때는 입내 피로파괴의 형상처럼 파면이 형성된 후 소성역이 생성된 것을 관찰 할 수 있고 입계파면이 공존하는 것을 볼 수 있다. 크랙길이가 30.61mm이고 ΔK 가 19.2 MPa/mm^{1/2}일 때는 입계피로파괴와 입계취성파괴의 형상을 보이고 있다. 그리고 Fig. 14 (b)는 400°C에서 열처리한 시편의 파단면이다. 입내 피로파괴의 형상이 증가하고 입계 피로파괴의 형상이 감소하고 있다. 소성역이 자주 발생하고 있음을 나타내고 있다. 그리고 크랙길이가 33mm이고 ΔK 가 31.1MPa/mm^{1/2}일 때는 입계 피로파괴의 형상과 입내 피로파단면을 보여주고 있다. Fig. 14 (c)는 800°C에서 열처리하여 공냉한 시편의 파단면을 나타내고 있다. 입내 피로파괴 형상이 두드러지게 나타나고 있다. 그리고 입내 연성파괴도 관찰할 수 있다. Fig. 14 (d)는 800°C에서 열처리하고 노냉한 시편의 파단면을 전자현미경 사진으로 나타낸 것이다. 입내 피로파면과 입내 연성파면이 공존하고 있다. 소성역에 의한 파면의 형상이 잘 나타난다.



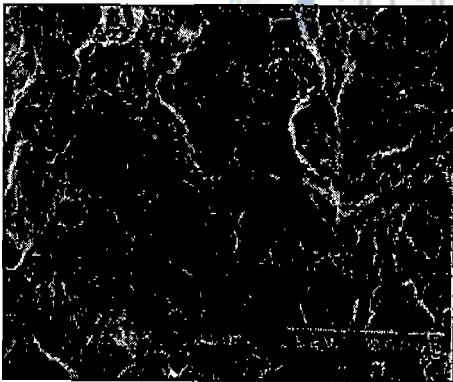
(a-1) Crack length=27.1mm, Stress intensity factor=14.9MPa/mm^{1/2}



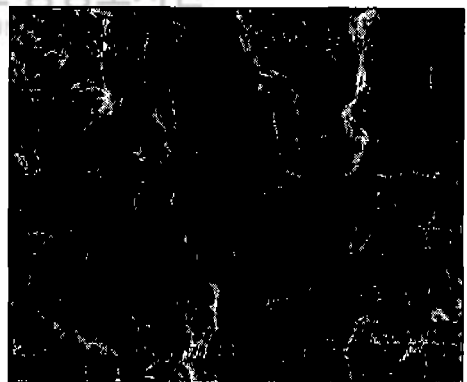
(a-2) Crack length=30.61mm, Stress intensity factor=19.2MPa/mm^{1/2}

(a) 25°C specimen

제주대학교 중앙도서관

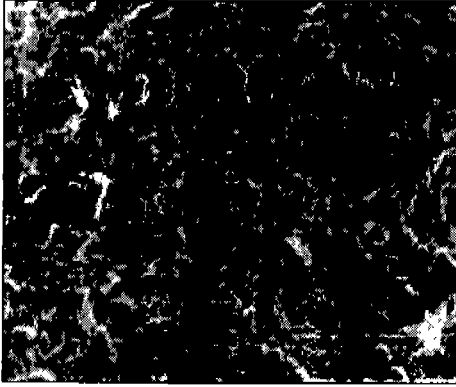


(b-1) Crack length=27mm, Stress intensity factor=19.4MPa/mm^{1/2}

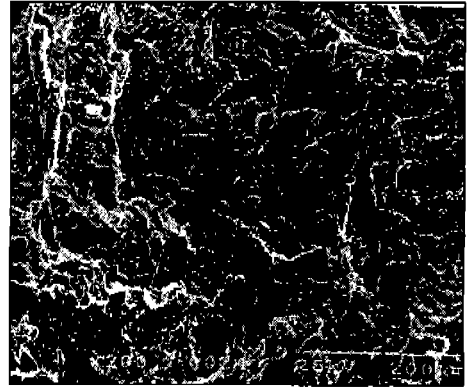


(b-2) Crack length=33mm, Stress intensity factor=31.1MPa/mm^{1/2}

(b) 400°C heat-treatment (In air)



(c-1) Crack length=29.3mm, Stress intensity factor=29.0MPa/mm^{1/2}

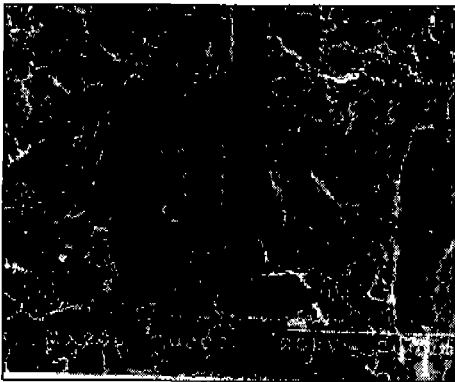


(c-2) Crack length=30.3mm, Stress intensity factor=31.35MPa/mm^{1/2}

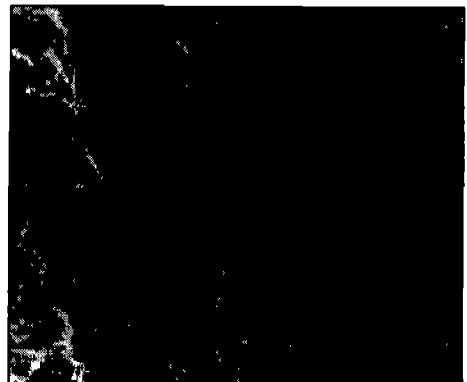
(c) 800°C heat-treatment (In air)



제주대학교 중앙도서관
JEJU NATIONAL UNIVERSITY LIBRARY



(d-1) Crack length=25.5mm, Stress intensity factor=19.03MPa/mm^{1/2}



(d-2) Crack length=28.5mm, Stress intensity factor=23.22MPa/mm^{1/2}

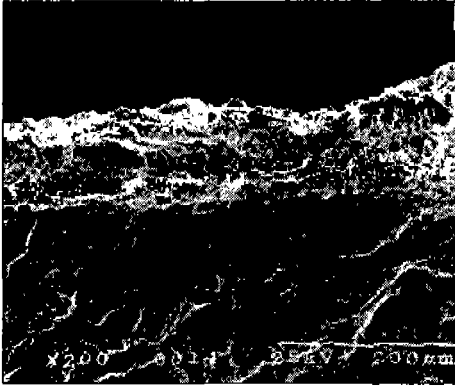
(d) 800°C heat-treatment (furnace cooling)

Fig. 14 SEM images of fatigue fracture surface

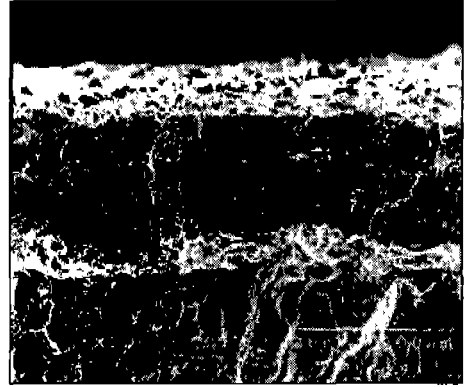
3.3.2 플라즈마 용사층 파단면 관찰

Fig. 15는 피로시험 종료후 전자현미경을 사용하여 관찰한 용사층 파단면의 형상으로서, (c)(d)는 400℃에서 (e)(f)는 800℃에서 열처리한 것이다. 그림에 도시된 바와 같이 모재와 BOND 및 TOP코팅층은 양호한 밀착성을 가지고 있으며, 상온 및 400℃에서 열처리한 시험편은 피로과정 중의 코팅층 자신의 파괴 및 박리현상은 발생하지 않는 것으로 판단된다. 이것은 축인장 하중제어 피로시험의 경우, 거시적으로 큰 변형이 수반되지 않고, 탄성거동하에서 코팅층 및 모재와의 계면의 개재물등에 미소변형이 축적되어 미소균열이 발생하고, 또한 이를 기점으로 응력이 집중됨으로써 균열이 생기는 것으로 사료된다. 그러나, 800℃에서 열처리하여 공냉한 시험편은 열처리과정에서의 산화현상과 더불어 BOND재와 TOP재와의 열팽창률의 차이에 의하여 피로과정 중 TOP코팅부의 상당부분이 자신의 파괴 및 박리현상에 의하여 떨어져나간 것으로 판단된다. 코팅층의 피로 파단면의 특징을 살펴보면 TOP코팅부는 취성재료의 피로파단과 같은 양상을 나타내고 있으며, BOND코팅부는 연성재료의 피로파단과 같은 양상을 보이고 있다.



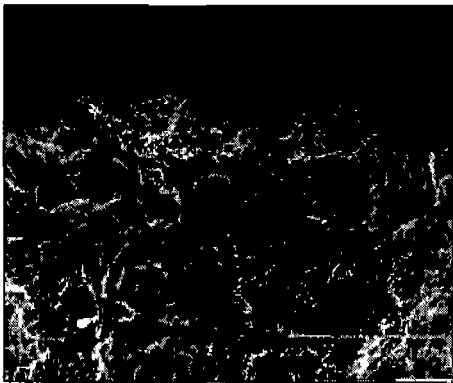


(a) BOND Coating Layer Surface (25°C)

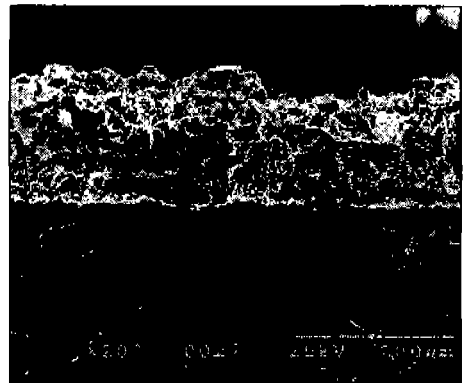


(b) BOND-TOP Coating Layer Surface (25°C)

(a)

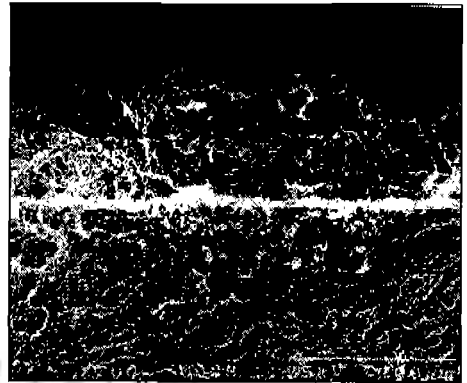
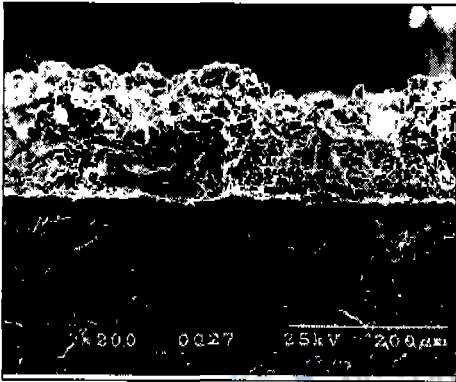


(c) BOND Coating Layer Surface (400°C-Air Cooling)



(d) BOND-TOP Coating Layer Surface (400°C-Air Cooling)

(b)



(e) BOND Coating Layer Surface
(800°C-Air Cooling)

(f) BOND-TOP Coating Layer
Surface (800°C Air Cooling)

(c)

Fig. 15 Coating Layer Surface

IV. 결 론

기계 및 고성능 구조물의 피로 수명을 예측하기 위해서는 피로균열성장의 신뢰성 있는 평가방법이 절실히 요구되고 있다.

본 연구에서는 기계구조용 탄소강 S45C를 기재(substrate)로 하여 본드코팅재(Ni-4.5%Al)와 본드코팅재 위에 산화물계 세라믹(TiO₂) 플라즈마 용사코팅을 한 재료를 가지고 피로특성을 검토하고 또, 특히 열영향을 검토하기 위해 위 재료들을 400°C와 800°C로 가열한 후 공냉하여 피로특성을 검토하고 800°C에서 노냉하여 균열성장속도를 비교 검토한 결과는 다음과 같다.

1. 코팅재의 열처리 온도에 따른 균열성장속도, da/dN 과 컴플라이언스의 관계를 비교해 보면, 무열처리재의 경우는 동일한 균열성장속도에서 컴플라이언스가 가장 크며, 열처리 온도가 높으면 컴플라이언스값이 감소한다.
2. 열처리 온도에 따른 $da/dN-\Delta K$ 의 관계는, 무열처리재가 열처리재에 비하여 용력확대계수범위 ΔK 가 낮은 영역에서 균열성장이 일어나고 있다. 또한 용력확대계수범위, $\Delta K < 18\text{MPa} \cdot \text{mm}^{1/2}$ 에서는 열처리재의 균열 성장속도가 빠르다. $\Delta K > 18\text{MPa} \cdot \text{mm}^{1/2}$ 에서는 각 시편들의 균열 성장속도가 유사하다.
3. 코팅 유무에 따른 $da/dN-\Delta K$ 의 관계는, $\Delta K < 20\text{MPa} \cdot \text{mm}^{1/2}$ 에서는 SUB재가 BOND재와 TOP재에 비해서 상대적으로 균열성장속도(da/dN)가 빠르고, $\Delta K > 20\text{MPa} \cdot \text{mm}^{1/2}$ 에서는 각 시편들의 균열성장속도(da/dN)가 비슷하다. 그리고, 800°C에서 공냉 및 노냉의 경우도 유사하다.
4. 피로시험 후, 코팅층의 파단면 관찰에서, 열처리의 유무에 관계없이 코팅층과 모재 사이에서 모재와 BOND 및 TOP코팅층은 밀착성이 양호하며, 피로과정 중에 코팅층 자신의 파괴 및 박리현상은 발생하지 않았다. 그리고 모재의 파단면은 열처리 유무에 관계없이 입내연성파괴로 나타난다.
5. 기계 구조용강에 세라믹의 기능성을 부여하기 위한 플라즈마 용사코팅의 경우, 코팅에 따른 열영향, 밀착성 개선을 위한 열처리 온도에 관계없이 모재의 피로균열성장 특성으로 평가할 수 있다.

참 고 문 헌

- [1] 오맹종, 오창배, 김귀식, 1998, 세라믹 용사된 S45C강재의 기계적 특성 및 피로강도, 한국해양공학회지, 제12권, 제1호, pp.32-38.
- [2] D. J. Varacalle, Jr., J. R. Knibroe, V. L. Smith-Wackele, J. A. Walter, G. Irons, 1991, Coatings applied with the plasma-spray process using nickel-aluminum powders, ICLASS-91, pp. 113~120.
- [3] 屋良秀夫, 生田明彦, 小武辛司, 1994, 腐食環境下における溶射部材の疲労特性, 材料と環境, 第43巻, 第11号, pp.648-653.
- [4] Fukumoto M, Huangy, Ohwatari M, 1998, Flattening Mechanism in Thermal Sprayed Particle Impinging on Flat Substrate, Proceedings of the 15th International Thermal Spray Conference, pp.401-406.
- [5] M Fukumoto, S Katoh, I Okane, 1995, Splat Behavior of Plasma Sprayed Particles on Flat Substrate Surface, Proceeding of ITSC'95, pp.353-358.
- [6] Eiji Nishioka, Masahiro, Fukumoto, 1997, Splat-quench Solidification of Freely Falling Molten Droplet by Impinging on a Flat Substrate, International Symposium on Designing Processing and Properties of Advanced Engineering Materials 156Committee, pp.535-539.
- [7] 정동원, 김귀식, 오맹종, 조종래, 1998, 세라믹 용사시의 열응력해석에 관한 연구, 한국정밀공학회, 제15권, 제11호, pp.227-228.
- [8] M. K. Hobbs, H. Reiter, 1998, Residual stresses in ZrO₂-8%Y₂O₃ Plasma-sprayed thermal barrier coatings, Surface and Coating Technology, 34, 33-42.
- [9] 김영식, 1992, 티타니아 세라믹 용사피막의 기계적 특성에 관한 연구, 한국해양대학교 박사학위 논문.
- [10] 김귀식, 오맹종, 김성익, 고장권, 1997, Ni-4.5%Al 피복강재의 마모특성, 제주대학교 산업기술연구소 논문집, 제8권, 제1호, pp.1-10.
- [11] 오맹종, 1998, TiO₂ 세라믹 용사 코팅재의 강도 및 마멸 특성, 제주대학교 박사학위 논문.

- [12] 黄貞雄, 小林武史, 戶梶惠郎, 1993, セラミックス改質, 材料, 第40卷, 第457号, pp.1-11.
- [13] 城野政弘, 宋智浩, 三上省二, 1983, 機械構造用材料の疲労き裂進展抵抗とき裂開閉口挙動, 材料, 第33卷, 第367号, pp.98-104.
- [14] 이건찬, 오정환, 이원석, 남기우, 이주석, 심규현, 1998, 시간 - 주파수 해석법에 의한 피로균열성장시의 AE특성 평가, 韓國海洋工學會 '98 學術大會 講演論文集, pp.183-242.
- [15] 한승호, 1997, 피로균열성장거동의 평가를 위한 균열길이 측정법, 대한기계학회지, 테마기획 3, 제37권, 제10호, pp.41-46.
- [16] ASTM, 1991, Standard Test Method for Measurement of Fatigue Crack Growth Rates, ASTM E647-91, pp.674-701.



감사의 글

미숙한 저를 여기까지 올 수 있도록 지난 2년 동안 성심껏 지도해 주신 김귀식 교수님의 큰 은혜에 깊은 감사를 드립니다.

논문이 어려움이 있을 때마다 저의 논문에 세심한 주의로 지도하여 주신 조경호교수님, 최경현교수님께 감사드리오며, 또한 보잘 것 없는 논문을 깊은 관심으로 지도해 주시고, 항상 맑은 미소와 따뜻한 조언으로 대하여 주신 권기린 교수님, 현명택 교수님, 허종철 교수님, 교수님께도 감사드립니다.

한 가족과 같이 옆에서 저를 도와주신 박경석, 현창해, 김성익, 대학원생 선배님과 홍용의, 오명범, 김희곤, 김창호 대학원생 그리고 양경부 학우, 부성환, 김승철 학우에게도 감사를 드립니다.

끝으로 이 논문이 있기까지 변함없는 관심과 무엇이든 열심히 해 보라는 말씀을 해 주시던 부모님, 힘이 들 때면 항상 제게 자신감을 심어 주신 누님 내외분, 그리고 동생들에게도 감사의 마음을 전하며, 제 옆에서 힘이 되어 준 사랑하는 아내 김현숙에게도 진심 어린 마음으로 감사하며 이 소중한 기쁨을 함께 나누고 싶습니다.

1999. 12

이 성 철 드림