상온과 고온에서 변형된 방향응고α-Al_2O_3/YAG 공정세라믹의 전위구조

문원진, 김윤중, Yoshiharu Waku[1] and Hiroyasu Saka[2]

한국기초과학지원연구원 전자현미경팀

[1]Ube Research Laboratory, Ube Ind. Ltd, Yamaguchi, Japan

[2]Depatrment of Quantum Engineering, Nagoya University, Nagoya, Japan

1. 서론

최근 환경과 열효율 개선의 차원에서 발전기나 제트엔진의 고온가동이 요구되고 있다. 1940년대 이후, 발전기의 터빈 브레이드에는 Ni기내열합금이 사용되어 왔다. 그러나, 이들 합금은 1373K보다 고온에서의 사용이 불가능하기 때문에, 금속(산화물 분산 강화법), 세라믹(MGC Process) 등으로 다양하게 대체 재료의 개발을 추진하고 있다.

Y. Waku 등은 MGC(Melting Growth Composite) Process에 의해 제조된 방향응고 공정세라믹의 우수한 제특성(고온강도, 크리이프 저항, 열적 안정성)을 보고하였다[1],[2].

이 발표에서는 방향응고 α-Al_2O_3/YAG 공정세라믹의 변형거동을 이해하기 위하여, 상온과 1773K의 온도범위에서 변형된 방향응고 α-Al_2O_3/YAG 공정세라믹의 각상의 변형거동과 전위구조를 투과전자현미경법에 의해 조사한 결과를 소개한다.

2. 실험방법

이 연구에 사용된 방향응고 α-Al_2O_3/YAG 공정세라믹은 MGC Process에 의해 성장된 것이다. 상세한 제조방법은 다른 문헌에 설명되어 있다[2].

결정 성장된 시료는 저속절단기를 이용하여 4mm x 5mm의 크기로 절단 후, 사포와 Al_2O_3 연마재를 이용하여 150㎛의 두께로 정마하여 변형 시편을 제조하였다. 이때 시편의 장축은 결정성장 방위에 일치시켰다.

시편들은 상온과 고온에서 변형 하였다. 상온에서의 변형은 마이크로 비커스 경도기를 이용하여 압입 하중 50g, 인하시간 30초의 조건에서 실시하였다. 고온에서의 변형은 자체 제작된 특수장치(Brinell Indentation Type)를 이용하여 변형온도(1473K, 1773K), 압입하중(300g-500g), 인하시간(24시간)의 조건에서 실시하였다.

변형거동과 전위조직을 조사하기 위하여 광학현미경, 주사전자현미경 및 투과전자현미경의 관찰을 병행하였다. 투과전자현미경 관찰을 위한 박막 시료는 이온

밀링과 FIB에 의해 가공하였다. 투과전자현미경의 관찰은 가속전압 200kV의 JEM 200CX에서 실시하였다. 전위의 특성은 콘트라스트법(standard contrast experiment)에 의해 조사하였다.

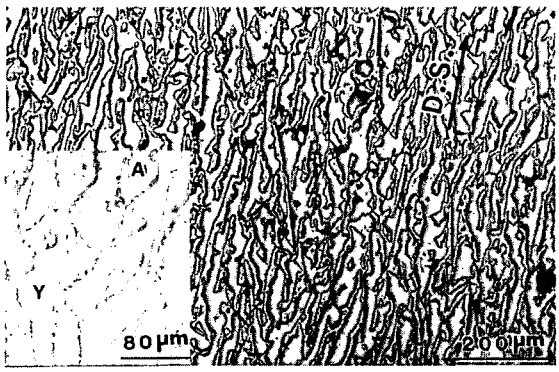

Fig. 1 Optical micrograph of directional solidified α-Al_2O_3/YAG eutectic ceramic

3. 결과

3.1 시료의 초기조직

MGC Process에 의해 결정성장된 방향응고 α-Al_2O_3/YAG 공정세라믹은 α-Al_2O_3와 YAG가 각각 0.45:0.55의 체적 분율[3]을 갖는 층상 공정조직(Fig. 1)이며, X-선 회절시험의 결과 3차원적으로는 하나의 거대한 공정 단결정을 이루는 것으로 알려져 있다[2].

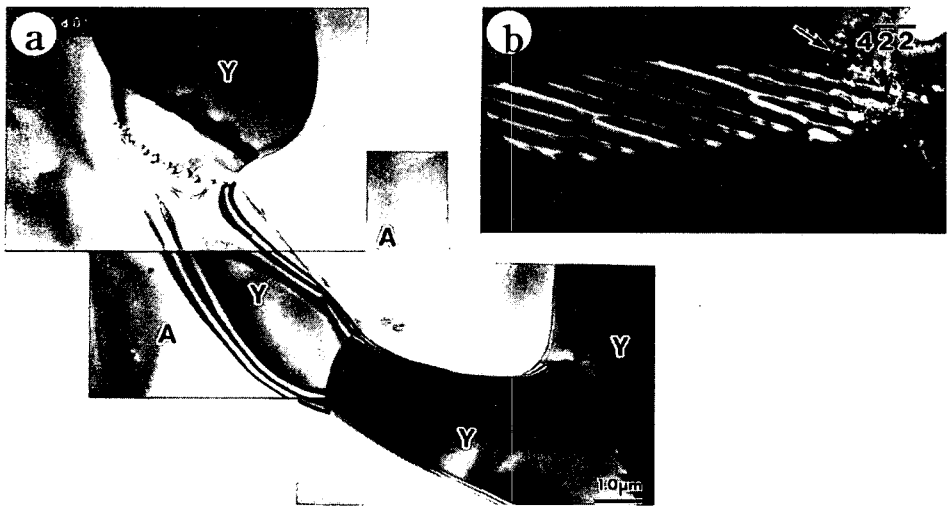

Fig. 2 A bright field image (a) and a weak beam dark field image (b) of grown-in dislocations in the directional solidified α-Al_2O_3/YAG eutectic ceramic.

그림 2(a)는 결정성장 중에 YAG상 내로 이따금 도입되는 전위(grown-in dislocation)의 미세조직 사진이다. 이 전위들은 아입계(subgrain boundary)에서 전위망(dislocation network)을 형성하고 있으며, 상세한 해석의 결과, 고온에서 전위반응(그림 2(b))에 의해 도입된 부동전위인 것으로 판명되었다.

3.2 고온에서 변형한 시료의 전위조직

고온에서 α-Al_2O_3/$Y_3Al_5O_{12}$ 공정세라믹의 변형거동은 변형온도에 따라 차이를 나타내었다. 1473K에서 변형한 방향응고 α-Al_2O_3/YAG 공정세라믹은 입내파괴에 의해 완전한 취성파괴 거동을 나타내었다. 한편, 1773K에서는 균열이 입계를 따라 입계파괴를 일으킴과 동시에 상당한 소성변형도 관찰되었다. 이 결과로부터 방향응고 α-Al_2O_3/YAG 공정세라믹에 대하여 현재의 시험조건에서의 연성-취성 천이 온도는 1473K 와 1773K의 사이에 존재 할 것으로 생각된다. 또한 1773K에서 변형한 시료에 대하여 전위거동을 조시한 결과, grown-in dislocation과 유사한 전위망과 a<100> 및 a/2<111>의 버거스 벡터를 갖는 고립전위 등이 관찰 되었지만, 이들은 부동전위였다.

3.3 실온에서 변형한 시료의 전위조직

Fig. 3a는 상온에서 마이크로 비커스 압자에 의해 변형된 방향응고 α-Al_2O_3/YAG 공정세라믹의 YAG상의 단면 TEM사진이다. 마이크로 비커스 압자가 압입될 때 변형은 주로 미소균열(L)에 의해 일어나고 있으나, 일부에서는 변형중에 도입된 슬립면(S)과 전위(D) 등이 관찰된다. Fig. 3b는 상온에서 YAG상을 비커스 압자에 의해 변형할 때 도입되는 전위의 전형적인 예이다. 이들 전위에 대하여 특성을 조사한 결과, (011)면 상에서 a/2<111>방향으로 활주하는 가동전위인 것으로 확인되었다.

참고문헌

1. Y. Waku et al.: Nature, 389(1997) 49-52

2. Y. Waku et al.: J. Jap. Inst. Metals, 59(1995) 71-78

3.. D. Viechnicki, F. Schmid: J. of Mater. Sci., 4(1969) 84-88

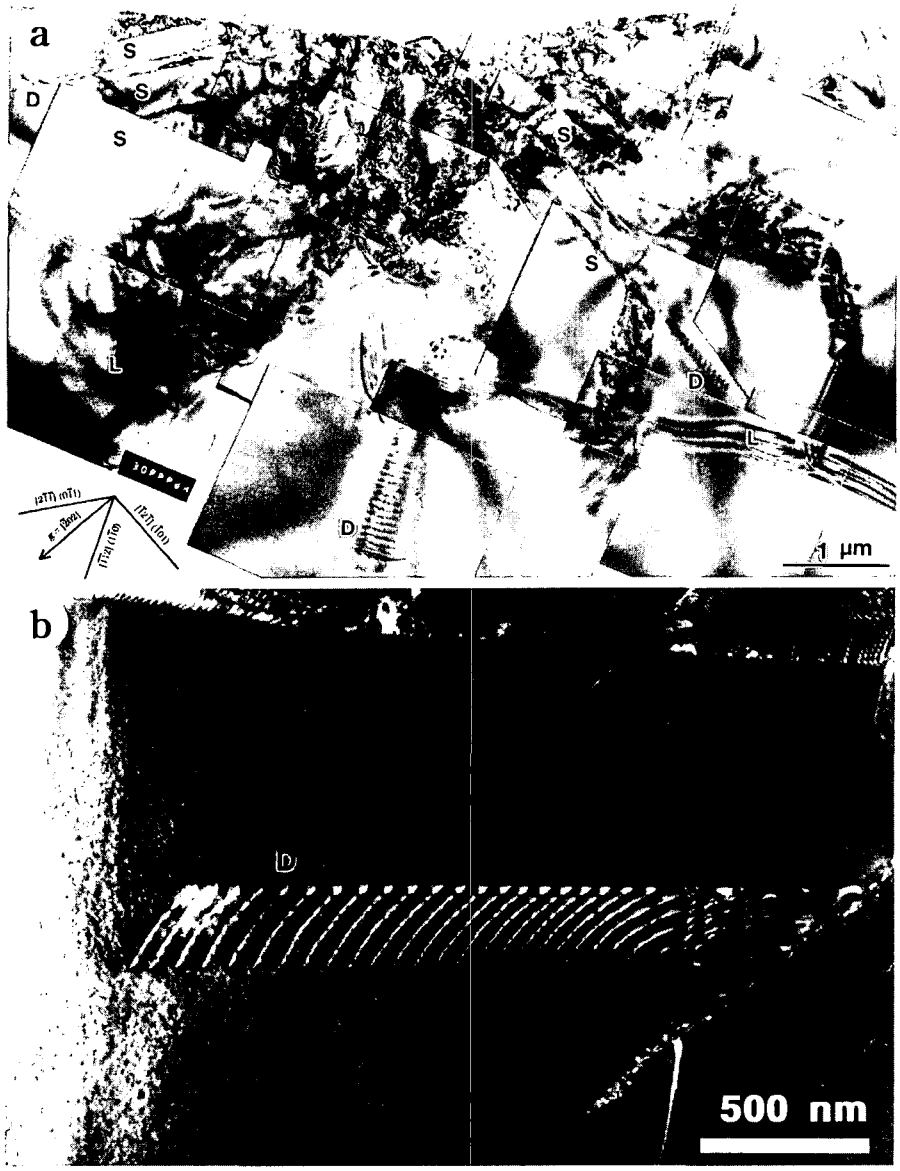

Fig. 3 A cross-sectional TEM micrograph (a) and a typical dislocation image (b) in YAG phase of the directional solidified α-Al_2O_3/YAG eutectic ceramic deformed with micro-Vickers indentation at room temperature.