

단결정 알루미늄의 균열첨단에서 전위거동

김형순 · S.G. Robers*

순천대학교, 금속공학과

*옥스포드 대학교, 재료과

Dislocation Behaviour around Crack Tips in Single Crystal Alumina

Hyung Sun Kim and S. G. Robers*

Dept. of Materials Science & Met. Eng. Suncheon National University

*Dept. of Materials, University of Oxford, UK

초 록 취성재료의 균열첨단에서 전위의 이동에 대한 거동을 이해하기 위하여 단결정의 알루미늄에 대한 취성-연성 전이 (BDT)에 대한 한 연구가 진행되었다. 여러 온도에서, 예비균열된 시편으로 4점 굽힘시험을 이용하여 임계응력확대계수와 항복강도가 측정되었다. 그 결과로, BDT 온도는 변형속도와 시편 방향에 따라 달랐다. $(11\bar{2}0)$ 파단면에 대하여 4.2×10^{-6} 와 $4.2 \times 10^{-7} \text{s}^{-1}$ 에서 BDT 온도는 각각 1034°C , 1150°C 이었다. 또한 4점굽힘 시험을 이용하여 연성영역에서 균열첨단으로 부터 방출된 전위의 이동거리와 방향은 에칭 피트법에 의해서 측정되었다. 이중 에칭법을 이용하여 측정된 사파이어에서 전위의 이동속도는 모델링 연구에 응용되었다.

Abstract A work on the brittle to ductile transition (BDT) in single crystal alumina has been performed to understand and assess the dynamics of dislocation mobility around crack tip of brittle material. The critical stress intensity factor and yield strengths were obtained from bending test using precracked specimens at elevated temperatures. It was found that the BDT temperature was dependent on strain rate and orientation of specimen : for $(11\bar{2}0)$ fracture surface, 1034°C , 1150°C for 4.2×10^{-6} , $4.2 \times 10^{-7} \text{s}^{-1}$ respectively. Under a 4 point bending test, the moving distance of dislocation generated near crack front in ductile range is determined by an etch pits method. The velocity of dislocation in sapphire obtained from the double etching method was applied to modelling study.

1. 서 론

어떤 재료의 임계온도 이하에서는 재료가 급작스럽게 파괴되기 때문에, 취성의 형태로 파괴되는 재료의 BDT(brittle to ductile transition) 현상은 실제적인 측면에서 매우 중요하다. 취성의 성질을 갖는 재료들은 어떤 온도까지는 예비균열에서 시작된 취성파괴로부터 안정균열의 성장이 없이 쉽게 부러진다. 예를 들어, 단결정의 텅스텐 (W)의 경우 그 BDT는 넓은 영역이나, Si 경우는 매우 좁은 영역을 나타낸다. BDT 연구에 관련, Si에 대해서는 이론이 매우 잘 정립되어 있다. 최근에는 Si, GaAs, TiC, SiC 등을 비롯한 세라믹스 또

한 금속간 화합물 재료에 대하여 BDT 연구가 진행되고 있다¹⁻⁵⁾.

취성-연성 전이 (BDT)와 관련된 파괴인성의 증가는 여러 고체상에서 발견되는 혼란 현상이다. K_{Ic} 파괴인성을 예측하는 Griffith 기준은 다음과 같이 정의된다.

$$K_{Ic} = 2\sqrt{E\gamma} \quad (1)$$

여기에서 E는 탄성계수, γ 은 균열면의 생성에너지이다. 이러한 측면에서 인성효과는 고온에서 일어나는 소성변화에 의해서 실제적으로 증가되는 γ 에 대하여 평가될 수 있다. 그러나 이러한 현상적 설명은 BDT 효과의 미세한 특징을 나타내지 못한다. St. John에 의해서

시작된 Si의 BDT 연구⁵⁾는 최근의 여러 그룹들에 의하여 이루어져 그 이론들을 정리하면 다음과 같다. (1) BDT는 T_c , 임계온도에서 매우 갑자기 일어난다. (2) Arrhenius관계 식이 T_c 와 dK/dt , 응력확대 계수(K)의 증가율 관계로 부터 성립된다. (3) (2)의 관계식에서 구한 길보기 활성화 에너지가 Si에서 실험적으로 측정된 전위이동의 활성화 에너지와 일치한다. 이러한 현상을 다른 취성재료의 세라믹스에 적용할 수 있는지가 관심사이다. 즉, 이러한 재료들의 BDT의 기본적인 기구를 이해하는데 있어서 무엇보다도, 세라믹스의 균열첨단의 내부구조를 밝히는 것이 매우 중요하다. 이 균열첨단에 존재하고 있는 반응구간(process zone)을 투과전자현미경 (TEM, transmission electron microscope)를 이용하여 Si, SiC, MgO, ZrO₂, MgO, 2.9Al₂O₃의 단결정 재료에 대하여 고온에서 국부적인 소성영역의 존재를 보여왔다^{6,7,10,11)}. 특히, 고온에서 알루미늄에 대한 취성-연성 파괴에 대한 연구가 행하여 왔으나 이들 연구는 거시적인 측면에서 온도에 따른 단결정 알루미늄의 항복강도, 파괴인성을 측정하였으며^{8,9)}. 최근에 미시적으로 다결정 알루미늄에 대하여 정성적인 관찰이 진행되었다^{11,12)}. Nishida등은 다결정 알루미늄의 취성-연성 전이 (BDTT=약 1200°C, 변형속도 0.5mm/min, SEPB 시편)으로 고온에서 K_{Ic} 의 변화에 대하여 healing 및 blunting(균열첨단의 둔화)의 원인보다는 완속균열 성장이 더 큰 요인으로 보았다. 또한 최근에 소결체의 다결정 알루미늄에서 균열전파의 관찰을 TEM을 이용한 in-situ 방법으로 약 800°C에서 직접 관찰하였다¹¹⁾. Ikuhara등에 의하여 800°C에서 균열첨단에서 전위들이 발생되었으며 이 전위의 배열은 0.2-0.3 μ m 정도로, 전위는 주기적으로 발생 되었으며 균열첨단을 shielding 하는것을 관찰하였다¹²⁾. 그러나 이 연구에서는 균열첨단에 가한 응력, 변형속도, 전위의 방향, 형태등은 논의되지 못했다. 이처럼 재료들이 갖는 BDT에 대해서, 본 연구는 BDT 관련 미시적인 관찰의 한 연구의 일환으로, 구조용 세라믹스의 대표인 단결정 알루미늄을 통해서 찾고자 한다.

2. 실험 방법

단결정 사파이어 시편은 Si의 epitaxial 성장용의 기판(직경 76mm, 두께 0.5mm, 방향 {1 $\bar{1}$ 02})으로 일본의 Kyocera Co.제를 사용하였다. 본 연구에 사용된 시편은 3종류의 시편 형태 ($A=\{10\bar{1}2\}$, $B=\{10\bar{1}5\}$, $C=\{11\bar{2}0\}$)의 방향으로 배면반사 Laue법과 Capco Q35 다이아몬드 톱을 이용하여 3mm×0.5mm×25mm 크기로 잘랐다. 시편에 상온에서 Knoop 압자 (500g 하중)를 이용하여 각 시편의 파단면에 평행방향으로 예비균열을 만들었으며, 압자시 생성된 잔류응력은 본 연구에서는 annealing 열처리에 의해서 1450°C에서 24hr 동안 유지하여 제거하였다¹³⁾. 본 연구에서는 고온에서 강도 및 파괴인성 측정은 4점 굽힘 장치를 사용하였다.

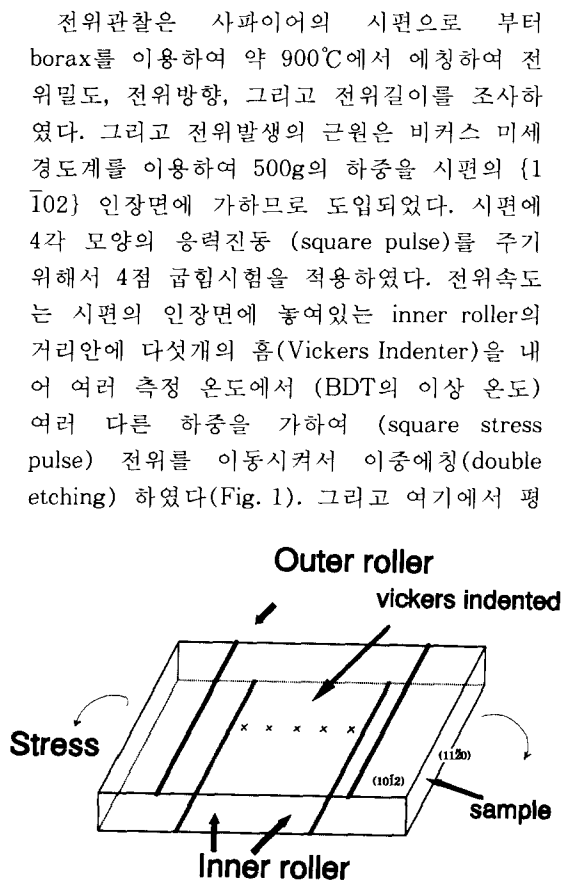


Fig. 1. Schematic diagram showing surface orientations and indented mark on tensile face for measurement of dislocation velocity by 4 point bending test.

균 전위속도는 시편에 가한 두번째 응력에 의한 전위이동거리(에치 피트의 흔적)를 이때 응력을 가한 시간으로 나누어 계산하였다.

3. 실험 결과 및 고찰

3.1 BDT에 대한 시편 방향의 영향과 시편 변형

Table 1은 3개의 다른 시편방향 (A, B, C)에 대한 BDT 온도와 시편의 결정계를 나타내고 있으며, 각 시편 형태에 대하여 전형적인 하중-변형곡선이 Fig. 2에 나타나 있다. BDT 이하에서 시편은 취성파괴를 보여주었으며, BDT온도(T_c) 이상에서는 소성변형을 보여 주었다. 또한 시편 A, B는 BDT 부근에

Table 1. The BDT temperature (T_c) and deformation systems for the different orientations

| Specimen type | Fracture plane | Strain rate(s ⁻¹) | T_c (°C) | Deformation System |
|---------------|------------------|-------------------------------|---------------|-----------------------------------|
| A | (10 $\bar{1}2$) | 4.2×10^{-6} | 1150 ± 3 | slip(basal) |
| A | (10 $\bar{1}2$) | 4.2×10^{-7} | 1034 ± 6 | slip(basal) |
| B | (1 $\bar{1}05$) | 4.2×10^{-7} | 1045 ± 6 | slip(basal) + t -winning(rho.) |
| C | (1 $\bar{1}20$) | 4.2×10^{-7} | 1077 ± 23 | slip(prism) |

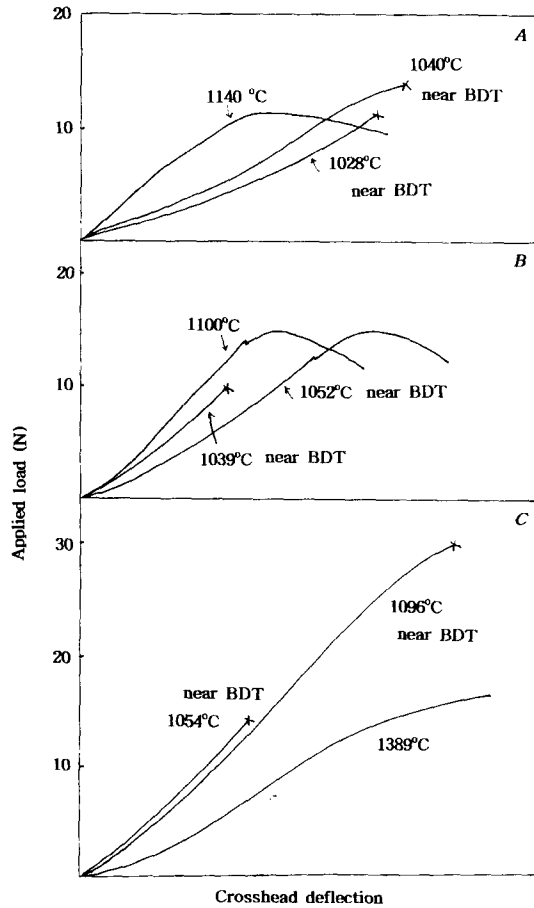


Fig. 2. Load-displacement curves for specimens (A, B and C) tested below and above the BDT temperature.

서 급작스럽게 강도의 변화를 보여주지 않았으나, C 시편형태에서는 Si 경우에서와 같이 T_c 에서 큰 강도의 변화가 관찰되었다¹⁴⁾. 이러한 현상은 균열침단에서 발생된 전위에 의한 영향이라고 본다.

시편 A, C와는 달리 B방향의 시편은 T_c 이상에서, 처음 하중동안에 생성된 쌍정과 슬립띠가 혼합되어 시편에 나타났다. 이 쌍정은 {1101}의 rhombohedral 쌍정으로 온도 1007-1100°C에서 나타났다. 또한 슬립은 (0001)의 basal 슬립으로 1052°C 이상에서 나타났다 (Fig. 3). 또한 Fig. 3에서 나타난 쌍정은 Fig. 2b에서 나타난 응력-변형 곡선에서 톱니 모양의 곡선중 하나의 톱니에 상응되는 것으로 급작스런 응력의 감소에 해당되며, 하중이 시편이 가해지는 동안에 쌍정 생성시 형성되는 것을 보여준다. 시편 C는 {1 $\bar{2}10$ }<10 $\bar{1}0$ >의 prism 슬립을 나타내었다. 또한 인장표면에 나타난 슬립선의 수는 온도가 증가함에 따라 증가되었다. 4점 굽힘시험에 의한 본 연구의 결과는 압축시험에 의한 Castaing et al의 결과^{15, 16)}와 비슷하였으며 $\ln(\tau)$ -T의 직선관계를 보여주었다(Fig. 4).

이러한 결과에 의하면, BDT를 지배하는 전위들은 압자된 부분으로부터 출현할 수 있으며 또한 이미 시편에 존재하고 있는 전위들로부터 지배받을 수 있다. 위의 결과에 따르면 BDT의 형태가 온도의 변화에 대하여 예민하

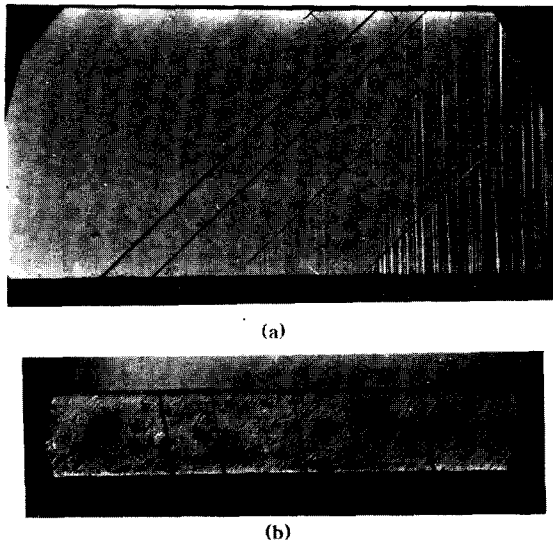


Fig. 3. Surface markings resulting from plastic deformation at 1052°C (a) slip lines (vertical) and twin bands (diagonal) on the tensile face (b) twin bands (dark lines) are clear on the edge face.

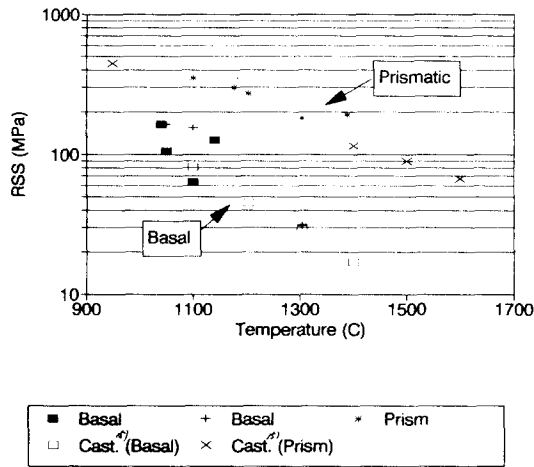


Fig. 4. Critical resolved shear stress (τ) for yield in bending for all specimens tested at $\dot{\epsilon} = 4.2 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$, compared with data from the compression tests of Castaing et al.¹⁵⁾ ($\dot{\epsilon} = 1.3 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$). Specimens of type C shows prismatic slip, and those of types A and B show basal slip.

며, C시편의 경우와 같이 큰 강도의 변화를 일으키는 사실로부터 시편의 압자부위로 부터 균열침단까지 움직이는 활발한 전위들의

운동에 의한 균열침단 주변을 감싸 국부 응력 확대 계수를 증가시킨 것이라고 본다.

3.2 BDT온도에 대한 변형 속도의 영향

여기에서는 단지 시편 “A” 형태만을 사용하여 BDT에 대한 변형속도의 영향, 전위이동의 활동화에너지 그리고 에칭법을 이용하여 전위들을 확인한 결과는 아래와 같다.

3.2.1. 변형속도의 영향

취성-연성 전이온도 (BDTT) 이하에서 파괴강도는 온도영향에 무관 하였다. $4.2 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ 의 변형속도에서 넓은 온도범위에 걸쳐서 파괴강도는 320-530MPa를 나타냈다. Fig. 5

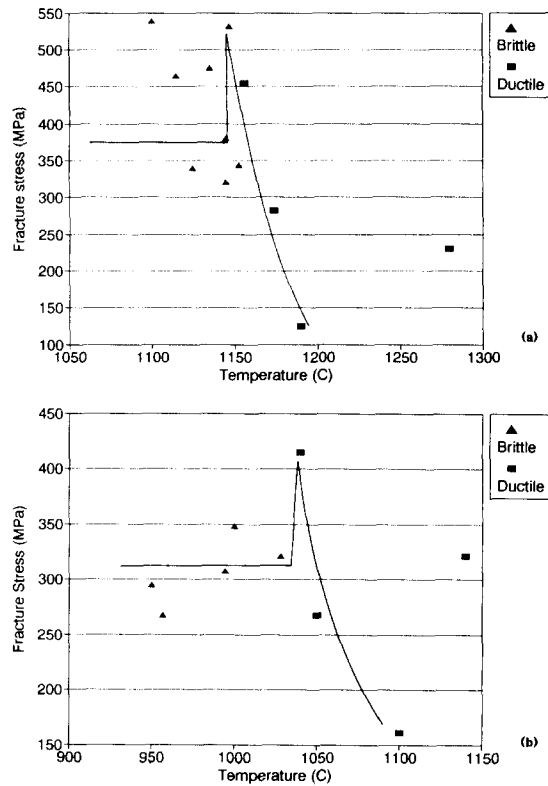


Fig. 5. Variation of stress to fracture with temperature for A orientation sapphire. Tc is the BDT temperature (a) $\dot{\epsilon} = 4.2 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$ (b) $\dot{\epsilon} = 4.2 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$

에서 보듯이 변형속도 $4.2 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$ 의 경우, 즉 변형속도가 낮았을때 같은 온도에서 파괴강도는 340-270MPa으로 감소되었다. $4.2 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ 의 변형속도에서, 큰 소성 변형이 1153-1280°C 구간에서 관찰되었으나 1147°C 이하에서는 취성파괴가 일어났으며, 변형속도 $4.2 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$ 의 경우에는 온도 1040-1140

°C 구간에서 소성이 일어 났으나 1028°C 온도 이하에서는 취성파괴가 발생하였다. 이 시편 형태에서는 Si의 경우와는 달리 BDT 부근에서 급작스러운 파괴강도의 전이현상은 발견되지 않았다.

3.2.2. 전위이동의 활성화에너지(activation energy for dislocation mobility)

전이온도(BDTT)와 변형속도(strain rate) 관계로 부터 BDT를 지배하는 과정으로 보아 다음과 같이 Arrhenius 관계식으로 표시할 수 있다^{3,4,5}.

전위속도는 식 (2)와 같이 표현된다.

$$V_{dis} = A(\tau)^m \exp(-U/kT) \quad (2)$$

여기에서 A는 비례상수이며 온도에 무관하며, τ 은 분해전단응력, m은 응력지수, U는 전위이동에 필요한 활성화에너지이다. 또한 St. John은 매우 좁은 온도구간에서 전이가 일어나며 하중속도(응력확대계수의 증가율 \dot{K})가 전이온도 T_c 에 의존된다는 것이 전위이동의 활성화에너지 해당하는 지배과정으로 이때 필요한 활성화 에너지를 구할 수 있다는 것을 알게 되었다. 즉 T_c 에서

$$\dot{K} \propto V_0 \quad (3)$$

St. John에 의하면,

$$\dot{\epsilon} \propto \exp(-U/kT_c) \quad (4)$$

따라서

$$\dot{K} = A \exp(-U/kT_c) \quad (5)$$

여기에서 \dot{K} 는 변형속도(dP/dt), U는 전위이동에 필요한 활성화에너지, k는 Boltzman상수, 그리고 T_c 는 전이온도(K)이다. 3.2.1의 실험결과로 단지 두개의 변형속도와 전이온도의 자료로 부터 계산된 활성화에너지(U)는 약 3.2eV이었다. 이것은 고온에서 인장시험으로 얻은 Kronberg의 실험결과인 전위이동의 활성화에너지 3.7eV와 유사하다^{5,23}. 본 연구에서는 계산에 사용된 충분치 않은 자료로 정확한 에너지라 볼 수 없으나 Kronberg의 결과와 비교하였을때 큰 차이는 없다고 보아, 이러한 현상은 Si, GaAs와 같이 전위활주가 BDT를 지배하는 경우로 본다^{3,4,5}.

3.2.3. 전위 확인

전이온도(T_c) 이상에서는, 소성변형된 시편 인장면의 심하게 변형된 부분에 많은 전위피트가 나타났다. Fig. 6에서 보듯이 한 방향으로 많은 피트가 일정 방향으로 놓여 있는데, 이는 (1102) 면 위에서 $[0\bar{1}12]$ 방향으로 45°을 이루고 있다. 즉, 표면 위의 basal면과 교차한 선을 따라서 나타났다. 한편 (1102)의 벽개면 위의 에치피트는 거친 과단면으로 깨끗하게 나타나지 않았다(Fig. 7).

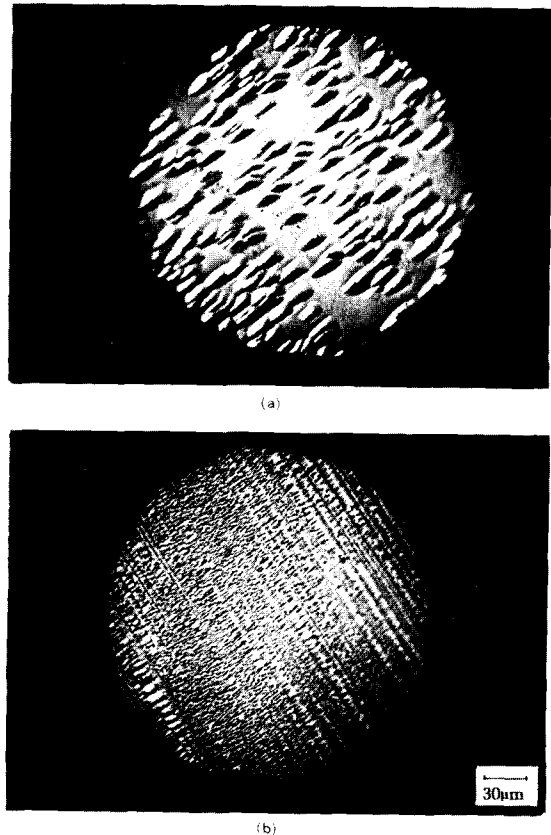


Fig. 6. Dislocation etch pits in deformed sapphire
(a) on the tensile face of brittle failure specimen
(b) on the tensile face of plastically deformed sapphire (A orientation)

3.3 취성-연성 전이 (BDT)의 특징

Crosshead 변형속도의 0.005mm/min하에서, 즉, 변형속도의 $4.2 \times 10^{-7} s^{-1}$ 에 해당되는 속도에 의해서 취성-연성의 전구간에서 4점 굽힘시험이 시행되었다. Fig. 2은 T_c 이하, T_c ,

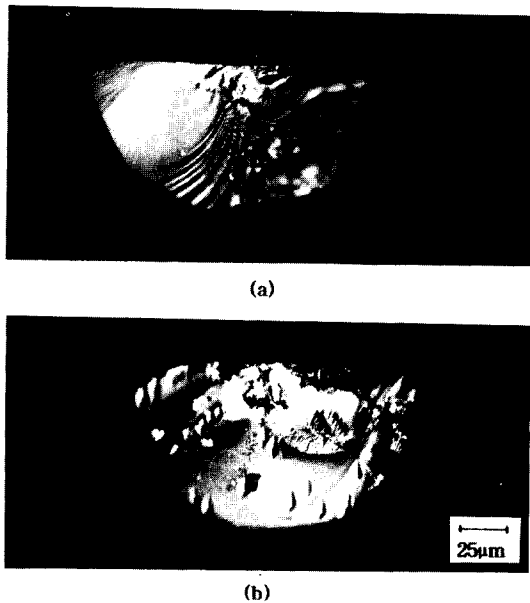


Fig. 7. Fracture surface of sapphire fractured above BDT, 1160°C (a) before and (b) after etching by borax

그리고 Tc 이상에서 3개의 하중-변형의 관계를 보여준다. 이 시편들은 각각 취성, 전이, 그리고 연성 현상을 나타내었다.

3.3.1. 취성거동

Tc (1050°C) 이하 약 20°C에서 하중-변형 곡선은 탄성변형으로 일직선이다. 약 12N 하중, 320MPa에서 시편은 급작스럽게 파괴되었다. 이것은 상온에서와 같이 탄성파괴거동을 나타내며 상온의 파괴강도와 거의 비슷하다. 어느 경우이나 파괴의 근원은 Knoop압자로 도입된 예비균열에서 비롯되었으며, 파괴면은 예비균열을 포함하는 {1120}의 면이었다. 이 취성파단면이 완속균열성장 (slow crack growth)에 의한 것인지의²⁴⁾ 가능성을 보기 위해서 파단면의 균열 전파형태를 현미경으로 확인하였으나 그 가능성은 전혀 찾을 수 없었다. 이 취성거동에서는 시편에 하중을 가하자마자 균열첨단 위의 어느 한점에서 응력확대계수가 그 임계응력 확대계수 (K_{1c})에 도달할때 까지 균열은 유지되었으며, 이 순간에 균열은 불안정하게 확장되어 급작스러운 파괴를 유발하였다.

3.3.2. 전이현상

Tc, 1050°C에서 변형-하중 곡선은 직선형

태이나 파괴는 상당히 높은 응력 420MPa 까지는 일어나지 않았다. 이 응력은 상온에서의 파괴강도 보다도 70% 높은 응력이다. 이러한 현상은 유사하게 Roberts등이 연구한 Si의 Tc의 온도에서도 급작스러운 응력상승(상온에서의 응력보다도 80% 증가되었다)이 발견되었다^{4,14)}. 파괴는 단지 예비균열에서 발생되어 결과적인 파괴면은 외관상 취성파괴로 나타나나, 세심한 파단면 관찰을 통하여 취성-전이 파단면의 차이는 etching에 의해서 구분되었다.

3.3.3. 연성거동

Tc 이상의 온도, 1140°C에서 시편은 파괴되지 않고 소성변형을 받았다. 하중-변형 곡선은 직선관계가 아니었다. 처음에 하중은 증가되었으며 시편이 소성거동을 취했을때, 0.5% 변형하에서 최대하중을 나타냈다. Fig. 6은 연성거동으로 변형된 시편의 인장표면을 보여주며, 예비균열 자리에서 조밀한 슬립선 (에칭후 조밀한 에치퍼트선)을 볼 수 있다. 이 슬립선은 전단응력이 작용하는 슬립면 {1120} 위를 따라 놓여 있다. 또한 슬립선은 연마시에 제거되지 않은 불완전한 결합의 주변에서도 발견되었다.

3.4 균열첨단에서 전위의 거동

Fig. 7는 1160°C에서 (연성구역) 파괴된 시편 파단면의 에칭 전과 후를 나타내고 있다. 균열첨단에서 발생된 전위들은 Fig. 8에서 나

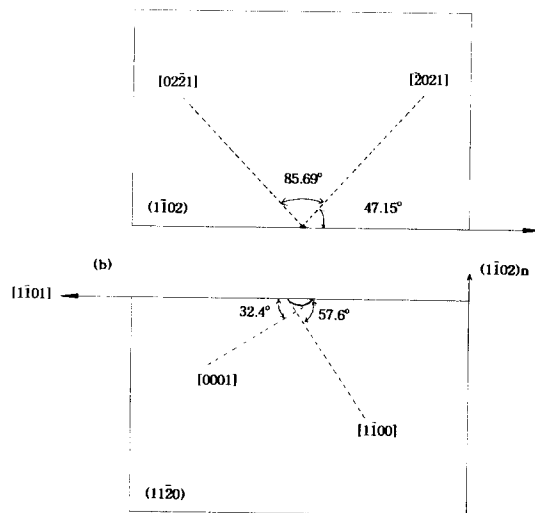


Fig. 8. Crystallographic orientation of an etched sample by borax

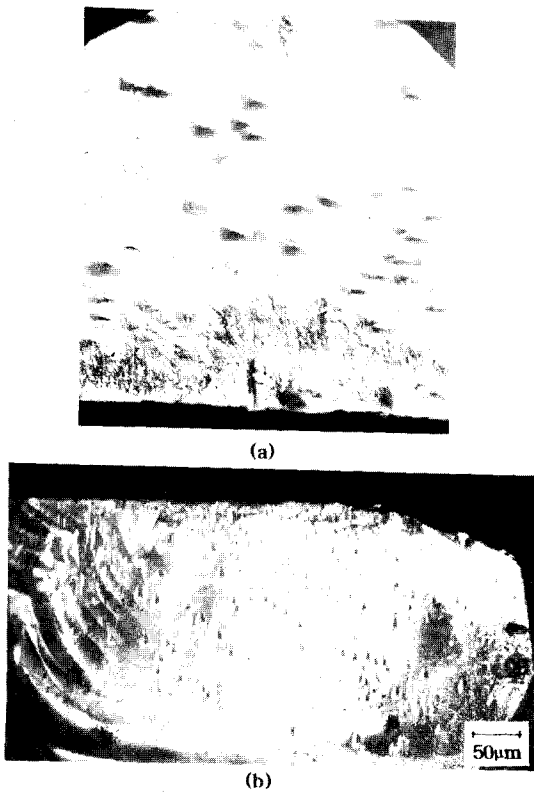


Fig. 9. Dislocation arrangement of on (a) the tensile surface and (b) the surface of a C orientation specimen at 1170°C. Note that most slip is on the {1120} plane.

타낸 것 처럼 [0001] 방향으로 인장면으로부터 32.4° 각을 이루면서 전파되고 있다. 시편의 인장면 ($\bar{1}\bar{1}02$)과 파단면 ($11\bar{2}0$)이 borax 로 에칭되어 Fig. 9에 전위 피트를 나타내고 있다. A와 B의 시편형태에서는 (0001)의 밑면슬립(basal)이 나타났으나 C의 시편에서는 프리즘면 $\{1\bar{2}10\}$ 에 슬립이 일어났다. C 시편에서도 $\{1\bar{2}10\}$ 면에 나타난 전위의 이동 거리보다도 훨씬 짧은 전위이동 현상이 인장면 위의 (0001) 면에서도 나타났다(Fig. 10). 이러한 밑면에 나타난 에치피트는 시편에 압자된 Knoop 자리에 제한된 것으로 온도의 변화에 무관한 것으로 나타나, 이 현상은 상온에서 압자시 균열부근의 국부적인 소성영역에 제한된 것으로 본다.

여러온도에 따른 C 시편에서 균열주위에 나타난 전위 배열길이가 파괴인성(K_{Ic})과 함께 Table 2에 나타나 있다. 이 Table 2에서 보

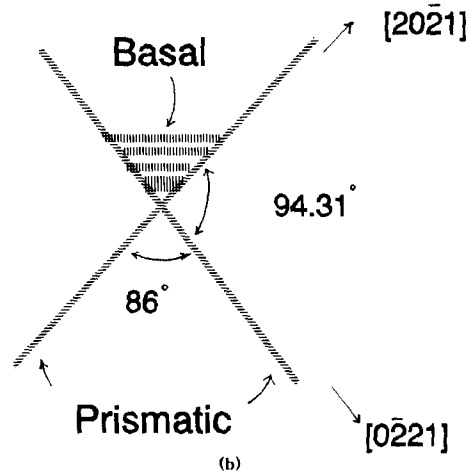
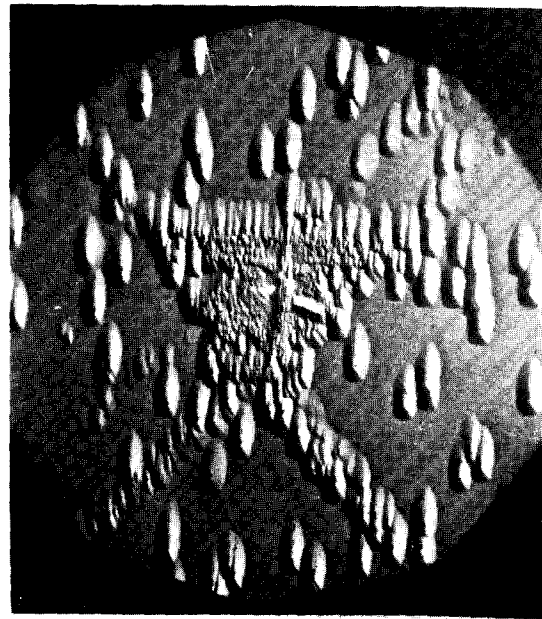


Fig. 10. Dislocation etch pits around Knoop indented area, where horizontal line for (0001) slip and diagonal line for $\{11\bar{2}0\}$ slip.

Table 2. Length of dislocation arrays around cracks in fracture tests

| Test Temperature(°C) | Final K(MPa√m) | Length of Dislocation Array (μm) |
|----------------------|----------------|----------------------------------|
| 1055 | 2.0 | 0 |
| 1120 | 4.0 | 167 |
| 1140 | 2.4 | 38 |
| 1170 | 3.7 | 180 |

듯이 전위는 부가응력/온도의 관계가 BDT 부근에 접근하였을 때 발생되었다. 즉, 온도가 T_c 보다 크거나 같아야 하며, T_c 부근에서는 부가응력확대계수는 K_{ic} 의 바로 밑이어야 한다. 온도가 T_c 이상으로 증가됨에 따라 전위 발생은 부가응력확대계수의 낮은 값에서 일어나기 시작하였다.

3.5 전위속도 측정

인장시편 (시편 C)의 위의 압자흔적은 (0001)면 위에 반루프의 형태로 전위를 발생시켰으나 (표면과 약 57° , Fig. 8), 이 전위루프는 응력이 가해졌을 때 팽창되지 않았다. 그러나 균열첨단에서 발생한 전위들은 $\{11\bar{2}0\}$ 면위에서 버거스벡터 $\langle 1\bar{1}00 \rangle$ 형태로 BDT에 관련된 것이었다. 어떤 온도에서, 그리고 어떤 하중이하에서는 전위들은 전혀 움직이지 않는 영역이 있었다. 이 전위 발생의 최소응력인 시작응력(분해전단응력)은 온도에 따라 달랐다: 1150°C , 143MPa ; 1200°C , 108MPa ; 1250°C , 40MPa . 따라서, 전위를 발생시키는데, 1250°C 에서 전위생성이 매우 용이하여 처음에 이 온도에서 발생시킨 다음 각 온도에서 두번째로 전위를 이동시켜 실제 전위속도를 측정하였다. 실험이 매우 까다로운 관계로 현재 측정된 몇개의 전위속도에 대하여 온도별 가한 응력에 따른 자료가 Table 3에 나타나 있다.

Table 3. Dislocation velocity ($\mu\text{m}/\text{sec}$) of sapphire on different resolved shear stress (RSS) and temperature from experiment and BDT model

| | RSS(MPa) | | | RSS(MPa) | | |
|--------------------------|-----------------|-----|-----|----------------|------|------|
| | 60 | 108 | 143 | 60 | 108 | 143 |
| Temp($^\circ\text{C}$) | from experiment | | | from BDT model | | |
| 1150 | - | - | 0.5 | - | - | 0.46 |
| 1200 | - | 0.3 | 1 | - | 0.32 | 1.12 |
| 1250 | 2 | - | - | 0.2 | - | - |

3.6 모델링

위 실험의 결과로 부터 전위이동에 필요한 활성화 에너지를 (3.2 eV)를 구하였으며 (3.2. 2절), 파괴실험에 의하여 각 온도별 전위의 이동길이에 대한 자료를 구하였다(3.4절). 전위이동에 의한 BDT 영향(dislocation mobility

controlled BDT)은 두가지 분류로 구분된다: 하나는 균열첨단에서 전위활주에 의한 균열의 둔화 (blunting)와 다른 하나는 전위가 균열첨단을 감싸는 기구 (shielding)로 이 현상을 설명하고 있다. 본 연구는 후자의 기구로 설명하고자 한다. 일반적으로 동적인 전위의 모델링은 전위들이 균열첨단의 특별한 점에서 발생되어 균열응력장에 의해서 이동해 나가는 것으로 이루어져 있다¹⁸⁾. 이 모델에는 균열면위에서 방출되는 나선전위 모델(Mode III)과 균열면과 90° 를 이루는 각으로 방출되는 칼날전위(Mode I)의 두 형식이 있다. 편리상 본 연구에서는 Mode III을 택하여 온도에 따른 응력에 의한 전위속도 영향을 식 (2)가 적용되는 것으로 가정하고서 구하였다.

여기에서 각 전위에 작용하는 응력(τ)은 균열첨단에서의 응력과 모든 전위사이에서 상호 작용하는 응력을 포함한다: 후자의 응력은 균열첨단에 평행하는 전위의 집합에 해당하는 것으로 본다. 여기서 Mode III으로 가정한 경우, 어떤 거리(x_i)에 놓여있는 전위에 작용하는 응력(τ)은 다음과 같이 주어진다.

$$\tau_{xi} = K / (2\pi x_i)^{1/2} + \alpha \mu b / x_i + (\mu b / 2\pi) \sum_{(x_j/x_i)^{1/2} (x_i - x_j)^{-1}} \quad (6)$$

x_i 는 i 번째 전위의 위치, x_j 는 j 번째 전위의 위치, α 선장력으로 루프의 크기에 따라 다르다 (일반적으로 $\frac{1}{4}$ 사용), b 버거스벡터, K 응력확대계수, μ 전단탄성 계수이다. 위 식(6)의 첫 번째항은 부가응력확대계수에 의한 응력, 두 번째항은 영상응력(image stress), 세 번째항은 전위상호간의 작용하는 응력이다. 만약 Mode I이 사용된다면, 식(6)의 형태는 같으나, 각항의 계수가 다르다^{2, 15)}.

모델링은 모든 전위에 작용하는 응력을 계산하며, 짧은 시간간격으로 식 (6)에 의하여 전위에 작용하는 응력에 의하여 전위를 움직인다. 균열첨단의 매우 근접한 곳에 위치한 전위발생원에 응력이 양이 되었을 때 (그곳에 놓이는 전위는 균열로 부터 멀어진다), 하나의 새로운 전위가 생성된다. 이러한 가정에, 각 전위의 위치는 일정한 시간별로 계산된다. Si의 경우에 있어서는 식 (2)의 변수인 A , U 와 m 이 잘 정립되어 그 모델은 Michot

George의 X-topography에 의한 전위 이동 거리의 자료와 매우 일치되는 결과를 얻을 수 있었으며,¹⁹⁾ Rice, Thomson, Weertman 등의 연구로부터, 전위가 균열첨단을 감싸는 것이 재료의 파괴 응력과 연성을 증가시키는 매우 중요한 기구라는 것이 확실시 되고 있다²⁰⁻²²⁾. 즉, 균열 첨단에서 발생된 전위들은 그 부분을 감싸서 파괴응력을 증가시키며 연성을 나타내게 하며, 국부응력확대 계수 K_e 는 다음과 같이 주어진다²⁾.

$$K_e = K - \sum K_D \quad (7)$$

$$= K - \sum \mu b / (2\pi x_i)^{1/2} \quad (8)$$

여기에서, K 는 부가응력확대계수, $\sum K_D$ 는 방출 전위에 의한 전위를 감싸는 효과(shielding effect)이다. 전위들이 균열첨단으로 부터 방출되자 전위근원을 감싸며, 그 근원으로 부터 떨어진 곳에서는 그러한 효과는 매우 적다고 가정한다. 실제로 전위발생원으로 부터 멀리 떨어진 곳에서 전위들은 처음에 반대로 감싸지 않게 된다. 또한 여기 모델에서는 완전히 감싸는 것은 상당한 거리(d_{crit})를 움직인 전위에서 만이 일어나는 것으로 가정하며, 이때 이 거리는 균열의 크기와 방향에 의존된다. 하나의 변수인 d_{crit} 는 균열첨단의 전체가 전위들에 의하여 균열반경의 1/2정도를 감싸지기에 균열첨단의 근원으로 부터 전위가 움직이어야 하는 최소거리이다. 균열둔화(blunting)가 무시되었을때 균열전파는 취성 파괴 기구에 의해서 일어난다. 즉 벽개파괴과정시, 전위발생없이 균열첨단에서 결합 파괴가 일어나며, 이때 파괴에 대한 기준은 식 (9)과 같다.

$$K_e = K_{Ic} \quad (9)$$

균열첨단에서 전위근원이 형성될때의 응력확대계수를 K_0 (K_0 =균열첨단으로 부터 전위들이 움직이기 시작한 상태에서 응력확대계수)라 하고, 그것들이 전위발생을 작동하는데 필요한 응력확대계수를 K_N (K_N =균열 첨단에서 전위 발생원을 작동하는데 필요한 최소 응력확대계수)라 하는데, 이것들이 매우 중요한 변수이다. Si의 경우, 실험적으로 $K_0 > \sim 0.9K_{Ic}$, $K_N \sim 0.3K_{Ic}$ 임을 보여 주었다⁴⁾. K_0 의 가장 높은 값은 균열첨단이 자발적으로 전위를 방출

하지 못하는 것으로 본다. BDT 이하의 온도에서는, 처음에 전위이동은 부가응력확대계수가 K_{Ic} 에 도달되기전 균열첨단에 근원이 생성되는데 충분치 못한 속도이므로 시편은 취성벽개에 의해서 파괴된다. BDT의 바로 위 온도에서는 부가응력확대계수가 K_{Ic} 에 도달되기전에 균열첨단 근원은 바로 형성된다(즉 K_0 에서). 전위가 균열첨단으로 부터 전위가 매우 빨리 방출되면 곧 그 근원이 활동이 시작되어 감싸는 효과가 매우 빠르다.

여기에서는 본 실험의 결과에서 $U=3.2eV$ 와 $m=1.5$ (Si과 Ge의 경우) 선택으로 먼저 가정하였다. 따라서 A 는 V_{dis} 와 τ 의 값을 적당하게 취하므로 계산될 수 있다. $\tau=10MPa$ ($\tau_0=1 MPa$)와 $V_{dis}=10^{-3} \mu ms^{-1}$ (BDT점에서 Si의 경우)을 취하면 $A=2.5 \times 10^9$ 을 얻을 수 있다. 이것은 본 BDT 모델에서 제일 처음의 예측값이 되며, 실제로는 실측값과 예측값 사이의 오차를 최소로 하는 과정이 필요하다. 이들 변수와 버거스 벡터 $b(\{11\bar{2}0\}/\langle 1100 \rangle)$ 의 경우, 8.23A)와 탄성계수 E , 450MPa이 본 모델에 사용되었다^{9,17)}: $\dot{K}=1.5 \times 10^{-3} MPa \sqrt{m} s^{-1}$ ($\dot{\epsilon}=4.5 \times 10^{-7} s^{-1}$), 실험으로 부터 $20 \mu m$ 의 균열과 $K_{Ic}=2.7 MPa \sqrt{m}$ 의 자료를 사용하였다. 한 좋은 일치가 다음의 여러변수들에 의해서 이루어졌다: $K_0=0.98K_{Ic}$, $K_N=0.2K_{Ic}$, $d_{crit}=15 \sim 20 \mu m$. 이것은 $A=4 \times 10^9$ 과 $m=4.5$ (Kelly의 자료²³⁾에서 $m=3 \sim 6$)으로 바꾸었을때 더 좋은 일치를 보여주었다. 이러한 조건에서 균열첨단에서 감싸진 $K(K_e)$ 는 감소하였다가 다시 K_{Ic} 를 증가하여 실험에서 발견한 것과 같은 유사한 값에 이르렀다(Table 4 참조). 파괴시 전위발생 길이 (d_F)는 Table 4에서 보듯이 예측값과 실험값이 나타나 있듯이, 예측값이 실험값에 만족스럽게 근접되어 있다. 또한 전위

Table 4. Fitting the BDT model (Mode III) to sapphire

| Temp (°C) | Model /Expt | K_F (MPa \sqrt{m}) | d_F (μm) | p_{dis} (μm^{-1}) |
|-----------|-------------|-------------------------|-------------------|----------------------------|
| 1120 | Model | 3 | 140 | 0.5 |
| 1120 | Expt. | 3.98 | 167 | 0.2 |
| 1170 | Model | 3.7 | 170 | 0.6 |
| 1170 | Expt. | 3.42 | 180 | 0.2 |

수는 발생길이로 부터 전위의 밀도에 대한 개략적인 자료를 얻을 수 있으며 이 전위 밀도는 $0.5\mu\text{m}^{-1}$ 으로 관측 결과에 근접되었다.

이 모델링에 있어서, 전위속도 변수들이 이 모델에 적합하도록 파괴응력보다도 전위 배열

길이와 관련하여 계산하도록 선택되었다. 이것은 균열형태, 크기, 정확한 방향등 이 파괴응력에 영향을 주기 때문에 전위밀도와 관련하여 시도되었다. 실제로 모델링에서 전위속도의 값이 중요하다. 실험값 $U=3.2\text{eV}$ 와 $m=4.5$ 를 이용하여 식(2)으로 부터 이론적인 전위속도를 계산하여 Table 3에 실험값과 비교하였다. 매우 좋은 일치를 보여주었으나 1250°C , 60MPa 의 응력하에서 실험값과 계산값의 큰 차이는 실험에 의한 오차라 본다. 이때 계산은 $A=7\mu\text{ms}^{-1}$ 로서 이루어졌다. 이 BDT 모델에 보다 많은 전위속도의 자료가 사용되고, K_F 에 대한 실험자료와 측정된 전위길이(d_F), 이것들을 Mode I 과 Mode III에 각각 적용하여 계산된 값과 비교하는 연구가 차후 진행될 예정이다.

4. 결 론

단결정 알루미늄 사파이어에 예비균열을 만들어 4점 굽힘시험을 하여 전위거동을 살펴 다음과 같은 연구 결론을 얻었다.

1. BDT 온도는 변형속도와 시편의 방향(파단면)에 따라 의존되었다. 시편 A의 경우 변형속도 4.2×10^{-6} , $4.2 \times 10^{-7}\text{s}^{-1}$ 에 T_c 는 각각 1034°C , 1150°C 이었다.

2. 사파이어에서 BDT를 지배하는 활성화에너지는 약 3.2eV 이었으며 이는 소성변형에서 전위 이동에 필요한 에너지와 비슷하였다.

3. BDT 이상에서 발생한 전위는 균열첨단에서 나타났으며, 이 전위 길이들은 온도와 부가응력 (K)에 의존되었다.

4. 전위속도는 온도와 응력에 의존되었으며 각 온도에서 전위를 이동시키는데 최소한 응력이 (1150°C , 143MPa : 1200°C , 108MPa : 1250°C , 40MPa) 요구되었다.

5. 전위속도에 의한 BDT 모델링이 파괴응력에 의한 것 보다도 실험값에 보다 더 근접되었다.

후 기

본 연구는 1992년 한국과학재단의 연구비 지원(KOSEF 923-0600-009-2)으로 수행되어 감사드리며, 시편을 제공해 주신 일본의 Kyocera Corporation의 Al Yokoi에 감사드린다.

참 고 문 헌

1. B.A. Bilby, A.H. Cottrell and K.H. Swinden, "The Spread of Plastic Yield Form a Notch", *Proc. R. Soc.* **A272**, 304-314(1963)
2. R. Thomson, "Physics and Chemistry of Fracture", G.J. Diens and R. Thomson (eds) Pergamon Press, UK. 965(1987)
3. K. Maeda and S. Fujita, "Microscopic Mechanism of Brittle to Ductile Transition in Covalent Ceramics", *Lattice Def. in Ceramics*, 25-31 (1989).
4. P.B. Hirsch, S.G. Roberts and J. Samuels, "The Brittle-Ductile Transition in Silicon, II. Interpretation", *Proc. R. Soc. Lond. A* **421**, 25-53(1989)
5. C. St. John, "The Brittle to Ductile Transition in Pre-cleaved Silicon Single Crystals" *Phil. Mag.*, **32**, 193(1975)
6. Y.H. Chiao and D.R. Clarke, "Direct Observation of Dislocation Emission from Crack Tips in Silicon at High Temperature", *Acta Metall.*, **37**, 203-219(1989).
7. H. Suematsu, T. Suzuki and T. Iseki, "Dislocation Induced Softening of MgO. 2. 9Al₂O₃ Single Crystals", *J. Am. Ceram. Soc.*, **72**, 306-308(1989)
8. M.L. Kronberg, "Dynamical Flow Properties of Single Crystals of Sapphire", *J. Am. Ceram. Soc.*, **45**, 274-79(1962).
9. M. Iwasa and R.C. Bradt, "Fracture Toughness Single Crystals alumina", 767-779, in Structure and Properties of MgO and Al₂O₃ Ceramics, The Am. Cer. Soc. 1984
10. Y. Takahashi, H. Tanaka, T. Suga and Y. Bando, "High Voltage Electron Microscopy

- of Crack Tip Dislocations in MgO", *J. Electron Microsc.* **40**, 325-336(1991)
11. T. Nishida, T. Shiono, A. Nagai and T. Nishikawa, "Evaluation of Fracture Toughness for Structural Ceramics Using SEPB Specimen", *J. of Japan Ceram.* **98**, 396-403(1990)
 12. Y. Ikuhara, T. Suzuki and Y. Kubo, "Transmission Electron Microscopy in Situ Observation of Crack Propagation in Sintered Alumina", *Phil. Mag. Let.* **66**, 323-327(1992)
 13. A.H. Heuer and J.P. Roberts, "The Influence of Annealing on the Strength of Corundum Crystals" *Proc. Brit. Cer. Soc.* **6**, 17-27(1966)
 14. J. Samuels and S.G. Roberts, "The Brittle-Ductile Transition in Silicon, I. Experiments", *Proc. R. Soc. Lond. A* **421**, 1-23 (1989)
 15. J. Castaing, J. Cadoz and S.H. Kirby, "Deformation of Al₂O₃ Single Crystals between 25°C and 1800°C : Basal and Prismatic Slip", *J. Phys. Colloq. C3*, **42**, 43-47(1981)
 16. B.J. Pletka, T.E. Mitchell, and A.H. Heuer, "Dislocation Structures in Sapphire Deformed by Basal Slip", *J. Am. Ceram.*, **57**, 388-93(1974)
 17. A.H. Heuer and J. Castaing, "Dislocations in Alpha Al₂O₃", 238-257, in *Structure and Properties of MgO and Al₂O₃ Ceramics*, The Am. Cer. Soc., 1985
 18. P.B. Hirsch and S.G. Roberts. "The Brittle-Ductile Transition in Silicon", *Phil. Mag.*, **64**, 55-80(1991)
 19. G. Mishot and A. George, "Dislocation Emission from Crack Observations by X-ray Topography in Si", *Script. Metal.* **20**, 1495-1500(1986)
 20. P.M. Anderson and J.R. Rice, "Dislocation Emission from Cracks in Crystals along Crystal Interfaces", *Script. Metal*, **20**, 1467-1472(1986)
 21. R. Thomson, "Dislocation-crack Interactions", *Script. Metal*, **20**, 1473-1476(1986)
 22. J. Weertman, "Dislocation Emission into A mode III Crack Tip Plastic Zone", *Script. Metal*, **20**, 1483-1488(1986)
 23. A. Kelly, "Strong Solids", Clarendon Press, London, 98(1973)
 24. S.M. Wiederhorn, "Fracture of Ceramics", 217-241, in *Mechanical and Thermal Properties of Ceramics*, NBS Publ. 303, Ed. by J.B. Wachtman, NBS., 1969