

## AlN/W계 복합재료의 기계적 특성과 미세구조

윤영훈 · 최성철 · 박철원\*

한양대학교 공과대학 무기재료공학과

\*한양여자전문대학 도자기공예과

(1995년 9월 19일 접수)

### Mechanical Properties and Microstructure of AlN/W Composites

Young-Hoon Yun, Sung-Churl Choi and Churl-Won Park\*

Dept. of Inorg. Mater. Eng., Hanyang Univ.

\*Dept. of Ceramic Art, Hanyang Women's Junior College

(Received September 19, 1995)

#### 요 약

AlN 단체와 AlN-W계 복합재료를 1900°C, 질소 분위기에서 상압 소결을 통해 제조하였으며 텅스텐이 복합체의 미세구조와 기계적 물성에 미치는 영향을 고찰하였다. 시편의 제조에서는 소결 조제를 사용하지 않았으며 AlN 단체는 상당한 입성장과 낮은 상대 밀도를 나타냈고 AlN-W 복합재료는 거의 완전 치밀화가 이루어졌으며 기지상의 입성장이 억제되었다. 복합재료의 치밀화 거동은 입자의 재배열 및 용해-재석출 과정과 같은 액상 소결에 의해 이루어진 것으로 생각되었다. 또한 소결과정 중 액상을 형성했을 것으로 추정되는 산화물상들이 X선 회절 분석을 통해 검출되었다. 텅스텐의 함량이 증가함에 따라 파괴강도는 감소되었으며 반면에 파괴인성은 증가되는 경향을 보였다. 텅스텐 함량의 증가에 따른 복합재료의 강도 저하는 계면상들의 존재에 기인하는 것으로 생각되었다. 복합재료의 응력-변형 곡선으로부터 subcritical crack growth 거동이 관찰되었다. 그리고 인성 증진에 대한 2차상과 계면상의 영향을 균열 전파 경로의 관찰로부터 파악할 수 있었으며, 균열 전파에 대한 잔류 응력의 영향이 X선 잔류응력 측정기에 의해 고찰되었다. 잔류응력 측정 결과에서는 복합재료 내 기지상의 압축응력은 텅스텐 함량 증가에 따라 증가되었으며 기지상의 압축응력 분포가 균열 전파 억제에 기여했을 것으로 추정되었다.

#### ABSTRACT

Monolithic AlN and AlN-W composites were fabricated by pressure-less sintering at 1900°C, under nitrogen atmosphere, and the influences of tungsten phase on the microstructure and mechanical properties were investigated. In the fabrication of sintered specimen, no additive was used. And monolithic AlN showed substantial grain growth and low relative density. AlN-W composites were fully densified and grain growths of matrix were inhibited. The densification behavior of composites were inferred to be achieved through the liquid phase sintering process such as particle-rearrangement and solution-precipitation. Also, the oxide phases which is expected to form liquid phases during sintering process were detected by XRD analysis. As the tungsten volume content increases, fracture strength was decreased and fracture toughness was increased. It was supposed that the strength decrease of composites with tungsten content was due to existence of interface phases. The subcritical crack growth behavior was observed from the stress-strain curve of composites. The effects of the secondary phase and interface phases on toughness increase were studied through observation of crack propagation path and the influence of residual stress on crack propagation was investigated by X-ray residual stress measurement. In the result of residual stress measurement, the compressive stress of matrix in composites was increased with tungsten volume content and the compressive stress distribution of matrix must have contributed to the inhibition of crack propagation.

*Key words: AlN-W composites, Densification, Mechanical properties, Residual stress measurement*

### 1. 서 론

AlN은 절연성과 열전도율이 매우 우수하고 기판재료 (substrate material)로서 적합한 물성을 가지고 있어서 전자회로 기판이나 차량탑재용 thyristor unit 등의 사용 분야에서 상당한 관심이 집중되고 있으며, 그 밖의 여러 가지 우수한 물성으로 인하여 내화재료 및 구조재료등의 분야로 응용이 기대되고 있는 재료이다<sup>1)</sup>. 예로서 AlN-W, AlN-Ni, AlN-Mo계를 이용한 고열방사율 에너지 전환 소자로서의 연구가 진행되고 있다<sup>2)</sup>. 한편, AlN의 경우 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, CaO, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 등의 소결 조제를 이용한 액상 소결을 행하는 연구에서 치밀화와 입성장이 함께 이루어짐으로써 강도와 인성과 같은 기계적 특성이 저하된다는 결과가 보고되고 있다<sup>3)</sup>. 그리고 최근까지 보고된 AlN의 기계적 물성에 관한 연구는 고압에서의 취성-연성 전이에 따른 강도 변화<sup>4)</sup>, 일방향 가압 소결에 의한 고온강도 연구<sup>5)</sup>, 소결 조제의 영향<sup>6)</sup>, AlN/SiC Whisker<sup>6)</sup> 복합재료에 관한 연구들이 행해져 왔다. 한편 종래에는 세라믹 재료의 기계적 특성에 관한 연구에서 주로 미세구조적 관점의 고찰이 행해져 왔으나 미세구조의 관찰을 통한 고찰만으로는 설명하기 어려운 현상들이나 미세구조적 요인이 아닌 복합재료 구성에 따른 잔류응력의 존재에 의해 기계적 특성 향상이 이루어지는 결과들이 점차 보고됨에 따라 역학적 특성에 대한 잔류응력의 영향을 고찰하는 연구들이 행해지고 있다. 특히 파괴인성 및 균열 전파에 관련하여 잔류응력의 효과는 매우 중요하게 여겨지고 있으며 대개는 기지상의 평균 응력 분포가 압축인 경우가 인성 증진에 유익하다는 일반적인 견해들이 논의되고 있지만 실제로 일어나는 종합적인 효과를 예측하거나 확인하기는 쉽지 않다<sup>7)</sup>.

본 연구에서는 실지 응용에서의 기계적 특성의 향상 및 신뢰성 증진을 위해 AlN의 낮은 파괴인성을 증진하고자 2차상에 의한 균열편향이 일어날 수 있도록 기지상보다 탄성율이 다소 높은 텅스텐을 선택하였다. 특히 기지상의 잔류응력에 대한 예측에서는 각각의 응력 성분의 기여에 의해 기지상에 압축응력이 다소 우세하게 형성되도록 기지상과 2차상의 열팽창계수와 탄성계수를 고려하였다. 텅스텐을 5~20 vol%로 분산시켜 복합재료를 제조하였으며 복합재료의 소결 특성을 비교하고자 동일한 조건에서 AlN 단체를 제조하였다. 한편 소결과정 중 금속상의 W과 기지상인 AlN과의 계면에서 생성될 수 있는 산화물상들을 X선 회절분석을 통해 조사하였고 확인된 산화물상들의 특성과 상호 반응관계를 고려하여 소결과정 중 치밀화에 미칠 수 있는 영향들을 고찰하였으며 단체와 복합재료의 미세구조 관찰을 통해 복합재료의 소결특성을 고찰하였다. 그리고 제조된 복합재료에 대해 파괴강도, 파괴인성 등의 기계적 특성들을 측정하여 파괴 강도에 대한 미세구조의 영향 및 파괴인성에 대한 미세구조와 잔류응력의 영향들을 고찰하였다.

### 2. 실험방법

#### 2.1. 시편준비

본 연구에서는 고순도 AlN 분말(F-Grade, 평균입경 : 1 μm, Tokuyama Soda, Japan)과 Tungsten 분말(KM-3, 입도분포 : 0.3~0.7 μm, Korea Tungsten, Korea)을 사용하였다. Table 1에 출발물질의 특성을 Fig. 1에 실험과정을 나타내었다.

단일상의 분말과 혼합 분말의 균일한 분산을 위해서

Table 1. Properties of AlN and Tungsten.

Material	Density (g/cm <sup>3</sup> )	Thermal expansion coefficient (×10 <sup>-6</sup> °C <sup>-1</sup> )	Fracture toughness (MPa·m <sup>1/2</sup> )	Elastic modulus (GPa)	Poisson's ratio	Melting point (°C)	Thermal conductivity (W/mK)
Aluminum Nitride	3.26	5.9 (20~1520°C)	2~3	300~310	0.25	2300 (sublimation)	100~200
		a-axis:5.3 c-axis:4.2 (20~300°C)					
Tungsten	19.32	5.1 (27~1300°C)	--	350	0.28	3410	140

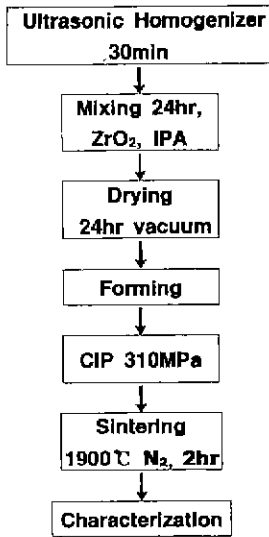


Fig. 1. Flow charts of experimental procedure of monolith and composites.

Isopropyl alcohol 중에서 Ultrasonic homogenizer(Model US-300T, NISSEN, Japan)를 이용하여 30분 동안 혼합 분산시킨 후, ZrO<sub>2</sub> ball로 24시간 동안 Isopropyl alcohol 용액을 사용하여 습식 혼합을 행하였다. 혼합된 슬러리는 hot plate를 사용하여 가열과 교반을 동시에 행하여 건조시켰고 AlN 단체와 5, 10, 15, 20 vol%의 텅스텐을 함유하는 복합재료를 금형에 의해서 1차로 성형하였다. 그리고 각각의 성형체는 예비 성형 후 CIP(Cold isostatic press)를 행한 뒤 1900°C에서 2시간 동안 상압 소결시켰으며 시편 제조에서 소결 조제를 사용하지 않았고 소결 중에는 질소 분위기를 유지하였다.

2.2. 기계적 특성 시험

소결체의 상대 밀도의 조사는 toluen 용액을 사용하여 Archimedes 법으로 행하였다. AlN은 이론밀도 3.26 g/cm<sup>3</sup>, tungsten 이론 밀도 19.3 g/cm<sup>3</sup>를 사용하여 각 시편의 이론 밀도를 mixture rule에 의해 계산하고 상대 밀도로 환산하였다. 기계적 특성시험으로서는 UTM(AGS-500D, SHIMADZU Co, Japan)을 이용하여 4점 꺾임강도를 시험하였으며 각 시험편의 표면을 연마하여 cross head speed 0.5 mm/min, 상부 span 10 mm, 하부 span 20 mm의 조건에서 실험을 행하였다. 그리고 파단면을 SEM(Model JSM-5200, JEOL, Japan)으로 관찰하였다. 파괴인성 측정을 위해 10 μm, 6 μm, 3 μm, 1 μm의 다이아몬드 연마액을 사용하여 시편 표면을 미세하게 연마하여 연마면에 대해 viker's microhardness tester(To-

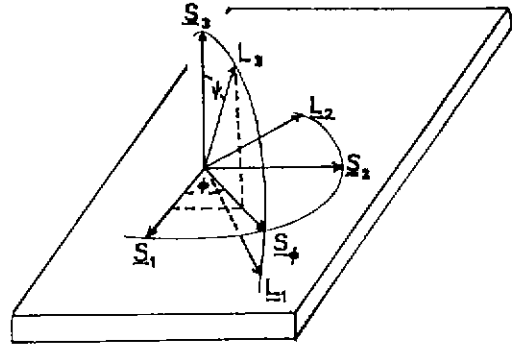


Fig. 2. Schematic illustration in residual stress measurement.

rsee, type DVKH-1, Tokyo testing machine MFG. Co., Ltd, Japan)로서 5 kg의 하중으로 15초 동안 70 μm/sec 속도로 indentation을 행하였고 파괴인성은 ICL(Indented/Crack Length) 방법으로 구하였다.

$$K_{Ic} = \frac{1}{\pi^{3/2} \cdot \tan \psi / 2} \times \frac{P}{C^{3/2}}$$

ψ : Indentor 각도(136°)

P : Load(5 kg-f)

C : Crack length[m]

2.3. X선 회절 분석

AlN 단체와 AlN-W계 복합재료의 상분석은 RIGAKU 社의 X선 회절분석 장치를 사용하여 행하였다. 분석 조건은 40 KV, 30 mA, 측정 속도 : 5°/min, step interval : 0.02°, Cu-target을 사용하였다.

2.4. X선 잔류응력 분석

재료 내의 잔류응력 측정은 X선이나 중성자빔에 의해 이루어지며 X선의 경우에는 재료의 표면 층 부근의 내부 응력 상태를 측정할 수 있으며 중성자빔의 경우는 X선보다 재료에 대한 투과능(penetration depth)이 매우 크기 때문에 재료 중심의 응력상태까지 파악이 가능한 것으로 알려져 있다. 잔류응력 측정 방법에는 Biaxial 법의 sin<sup>2</sup>ψ법과 Triaxial 법이 있으며 Biaxial 법은 개별적인 방향에 대해 격자면의 변이를 측정하여 시편 내의 잔류응력값을 결정하는 방법이며 이 방법에 의한 측정 과정은 비교적 간단하여 널리 쓰이고 있다<sup>8,9)</sup>. 본 연구에서는 잔류응력 측정에 일반적으로 이용되는 X선을 사용하였으며 Biaxial 법에 따라 측정을 행하였다.

Fig. 2는 잔류응력 측정에서 사용된 가상적인 범위와

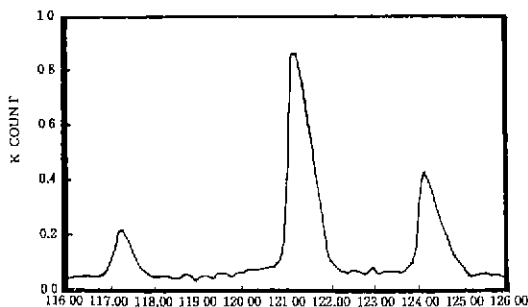


Fig. 3. 2θ range for measuring peak shift. (The centered peak is diffraction pattern of 112 plane)

를 모식적으로 나타내 주고 있다. 그림에서 볼 수 있듯이 시편 표면에  $S_1$ ,  $S_2$ ,  $S_3$ 의 임의의 좌표를 지정하고 응력을 측정하고자 하는 임의의 방향  $S_0$ 에서 5개의 tilt 각도( $\psi=0^\circ, 10^\circ, 20^\circ, 30^\circ, 40^\circ$ )에 따라 행하였다. AlN 단체와 AlN-W 복합재료의 잔류응력 분포를 조사하기 위하여 AlN 분말을 Isopropyl alcohol에 분산시켜 슬러리를 만들고 plastic 판 위에 고정시켜 무응력 상태의 결정면 간격( $d_0$ )을 결정하였다<sup>8)</sup>. 잔류응력의 측정은 RI-KAGU 社의 residual stress analyzer와 stress analysis program이 포함된 X-ray goniometer를 사용하였다. 측정 조건은 40 KV, 30 mA, 스텝 간격 0.02, fixed time 15 초, AlN에 대해 선택한 회절면은 (112)이었으며 Fig. 3의 중간 위치에 회절면에 의한 피크를 나타냈다. Cr-target( $\lambda=2.291 \text{ \AA}$ )을 이용하였고 피크의 위치 변화(peak shift)를 통해 결정면 간격의 변이를 조사하고 이들의 변화를  $\text{tilt}(\sin^2 \psi)$ 에 따라 도표로 나타내었다. 이 도표에서 모든 point들에 가장 근접한 직선을 최소자승법(least square method)에 따라 긋고 이 직선의 기울기(식 (1)에서의 slope:  $\frac{\partial(2\theta)}{\partial \sin^2 \psi}$ )<sup>9)</sup>에 의해 strain을 구하므로 “least square strain”라고도 하며 이 기울기 값에는 각기 재료의 결정구조의 unitcell에 대한 고려는 전혀 되어 있지 않으므로 파악된 결정 축에 대한 strain 값에 탄성계수와 poisson’s ratio가 포함된 compliance (S) 항을 대입하여 응력 값을 계산하였다<sup>8,9)</sup>.

$$\sigma_v = -\frac{E}{2(1+\nu)} \cot \theta \frac{\partial(2\theta)}{\partial \sin^2 \psi} \quad (1)$$

- $\sigma_v$  : Residual stress
- E : Elastic modulus
- $\nu$  : Poisson’s ratio
- $\psi$  : Tilt

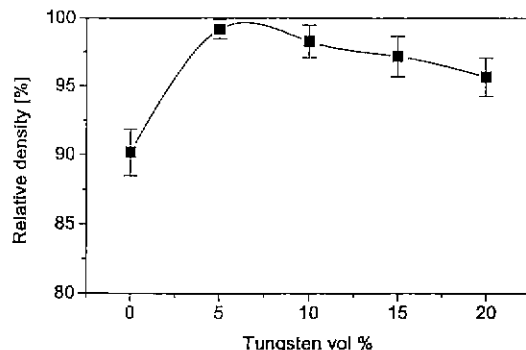


Fig. 4. Relative density of monolithic AlN and AlN-W composites.

### 3. 결과 및 고찰

#### 3.1. 소결 밀도와 미세구조

1900°C에서 상압 소결된 AlN 단체와 AlN-(5~20 vol %W) 조성의 복합재료의 상대 밀도를 Fig. 4에 미세구조를 Fig. 5에 각각 나타냈다. AlN 단체는 미세구조에서 볼 수 있듯이 과대한 입성장과 90~93% 정도의 낮은 상대 밀도를 보였으며 이것은 다음과 같은 공기 중 수분과의 반응으로 분말 표면에



존재하는 비정질 산화물층( $\text{AlOOH}$ )이 1200°C 이상에서  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 로 전이된 후 AlN과 반응하여 AlON을 형성하는 일련의 과정에 의해 다소의 치밀화가 이루어진 것으로 추정되며<sup>3)</sup> 이 과정에서 입자들간의 물질이동으로 인해 4  $\mu\text{m}$ 까지 입성장이 일어났음을 관찰할 수 있었다. 복합 재료에서는 입성장이 억제되고 상당한 치밀화 경향을 보였으며 5 vol%의 텅스텐이 함유된 경우가 가장 치밀화도가 높았고 텅스텐의 함유량이 증가하면서 치밀화는 다소 저하되는 거동을 보였다. 이와 같은 복합재료의 치밀화 경향은 다음과 같은 과정에 의해 이루어지는 것으로 추정할 수 있었다.

저온에서는 분말이 함유하는 산소에 의해 텅스텐 입자들에서 결정질의 텅스텐 산화물(질소 분위기에서의 융점 1400~1600°C)<sup>10)</sup>들이 생성되기 시작하고 AlN 입자 표면의 비정질 산화물층( $\text{AlOOH}$ )이 1200°C 이상에서  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 로 전이되어<sup>3)</sup> 텅스텐 산화물들과의 반응으로 고용상이 형성되는 것으로 예측되었<sup>11)</sup> 이런 전체적인 과정들에 의하여 계면에는 액상이 형성되고 소결 초기에 액상에 의해 입자들이 제비열 과정을 거칠 것으로 생각된다. 한편 제비열 만으로 치밀화가 이루어질 수 있는

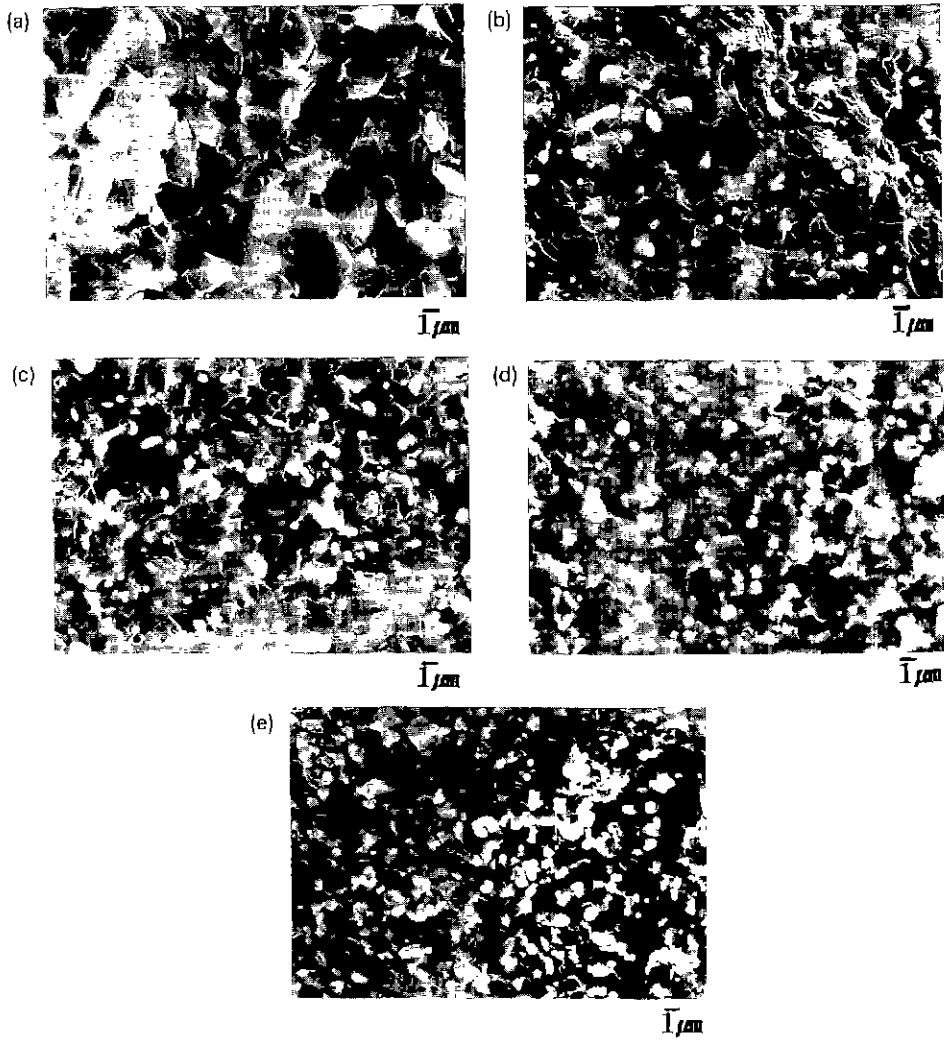


Fig. 5. Microstructure of monolithic AlN and AlN-W composites.

(a) AlN (b) AlN-50 vol%W (c) AlN-10 vol%W (d) AlN-15 vol%W (e) AlN-20 vol%W

양의 액상의 형성은 어려울 것으로 추측되므로 계면상들을 통한 기지 입자들간의 물질 이동으로 용해-재석출 과정이 작용됨으로서 복합재료의 치밀화가 이루어지는 것으로 생각된다<sup>23</sup>. 따라서 복합재료에서도 다소의 입성장 경향을 관찰할 수 있었으며 텅스텐의 함량 증가에 따른 다소의 치밀화의 저하는 텅스텐 입자와 계면 상들의 영향으로 기지 입자들의 물질 이동이 억제됨으로서 일어난 결과로 생각된다.

한편 Fig.6에 나타낸 XRD 분석 결과에서 알 수 있듯이 AlN 단체에서는 다른 상은 전혀 검출되지 않았으며 복합재료에서는 AlN과 텅스텐의 주 피크 외에 소결 과

점 증 형성될 수 있는 AION 상과 텅스텐 산화물(WO<sub>3</sub>, WO<sub>2.7</sub>, WO<sub>2.9</sub>) 및 Al<sub>2</sub>(WO<sub>4</sub>)<sub>3</sub> 고용상의 존재도 확인되었다.

### 3.2. 잔류응력 분포

복합재료의 제조에 있어서 기지상 내에 형성되는 잔류응력의 분포는 재료의 역학적 특성에 매우 중요하며 잔류응력 분포의 예측과 실험적 접근이 쉽지 않아서 대개 미세구조와 관련지어 고찰하는 것이 일반적인 경향이였다<sup>8,9,13</sup>. 일반적으로 응력의 형성은 열팽창을 차이에 의해서 두 재료의 입자들간의 상호 억제력이 유발되고 또한 각기 재료의 탄성계수에 따라 억제력은 strain 및 st-

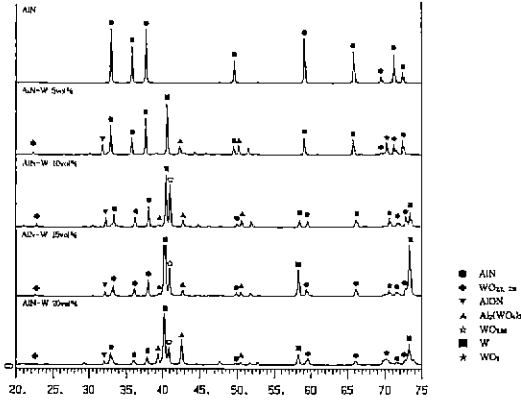


Fig. 6. XRD patterns of monolithic AlN and AlN-W composites.

ress로 전환되는데, 본 연구에서는 기지상과 2차상간의 물성차에 기인하여 형성될 수 있는 응력은 매우 작을 것으로 예측하였으나 응력 형성에는 매우 많은 인자들이 기여하므로 역학적 특성과 미세구조와의 관계 외에도 실험에 의해 잔류응력의 영향을 고찰하였다. 실제 측정에서는 X선 회절을 통해 복합재료의 기지상의 평균 응력 (average stress)<sup>9)</sup> 분포를 측정하여 그 결과를 Fig. 7에 도시하였다.

AlN 단체에서는 비교적 작은 크기의 응력분포가 나타났다. 단체에서 측정된 잔류응력은 AlN의 이방성 결정구조에 기인하여 입자들 상호간의 억제 효과(constraining effect)<sup>9)</sup>에 의한 결과로 생각된다. 복합재료에서는 비교적 작은 압축응력의 분포를 보였으며 텅스텐의 함량이 증가함에 따라 압축응력이 증가되는 경향을 보였다. 한편 2차상과 기지상간의 상호작용에 의해 형성될 수 있는 응력분포를 예측 해 보면 매우 작은 응력이 형성될 것으로 생각되었다. 그러나 X선에 의해 측정된 평균 잔류응력 분포에서 응력값이 다소 크게 나타나는 것은 두 상간의 물성차에 의한 상호억제 효과 외에도 이방성구조를 갖는 기지상 입자들간의 방향에 따라 열팽창 계수가 다른 것에 기인한 억제효과가 존재하기 때문인 것으로 생각한다. 또한 측정 시편의 표면 부근에서 각각의 조성에 따른 응력완화의 거동의 차이 및 X선 투과능에 의한 영향이 작용하는 것으로 보고되고 있다<sup>9)</sup>.

### 3.3. 기계적 특성

#### 3.3.1. 격임강도

AlN 단체와 복합재료에 대해 측정된 곡강도 결과를 Fig. 8에 나타내었다. AlN 단체에 비해서 복합재료는 텅스텐의 함량이 증가하면서 곡강도가 저하되는 경향을

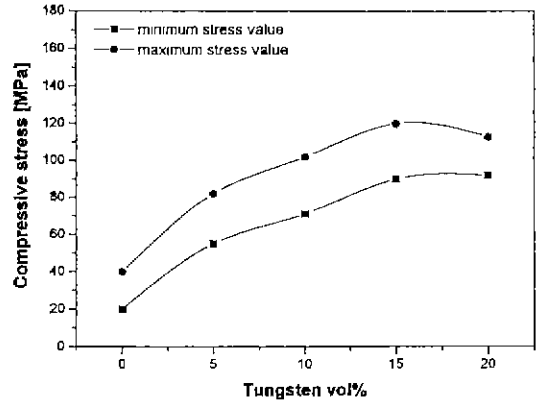


Fig. 7. Residual stress distribution of monolith AlN and AlN-W composites.

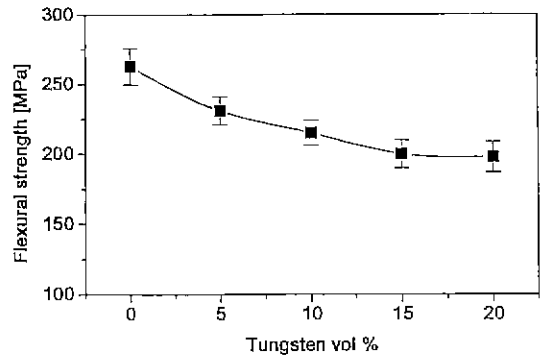


Fig. 8. Flexural strength of monolithic AlN and AlN-W composites.

보였으며, 전반적으로 복합재료의 강도가 감소되는 경향은 치밀화와 조립화의 경향에도 불구하고 소결 과정에서 AlN과 W의 구성 입자들간의 계면에서 미소한 산화 및 고용반응으로 형성된 산화물상으로 이루어진 계면상들이 시편 전체의 거동에 대해 취약성을 증가시킨 것으로 추정되었으며 구성 입자들의 계면의 특성이 복합재료의 파괴특성에 큰 영향을 주는 것으로 생각할 수 있었다. 또한 X선에 의해 측정된 결과보다는 2차상과 기지상과의 응력분포에 대한 예측에서 인장력을 갖는 국부적인 응력 성분들이 어느 정도 기여했으리라 추측할 수 있었다.

그리고 격임강도 측정으로부터 얻어진 응력-변형 곡선에서 AlN 단체는 일반적인 세라믹스의 거동과 같이 빠른 균열진파에 의한 선형적인 취성 파괴의 형태를 보였으며 복합재료에서는 초기 거동은 단체와 거의 유사하였으나 파괴가 일어나는 응력값 부근에서 응력-변형 그림에서 기울기가 변화되는 다소 비선형적인 거동을

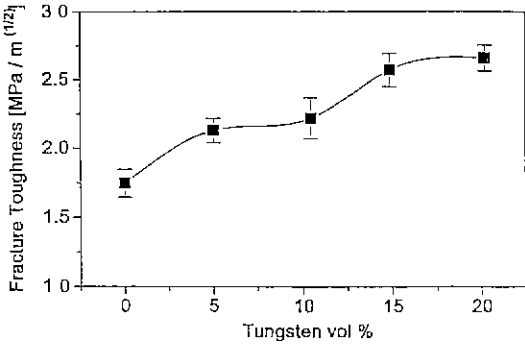


Fig. 9. Fracture toughness of monolithic AlN and AlN-W composites.

나타냈다. 이러한 거동은 텅스텐이 5, 10 vol% 함유된 복합재료에서 두드러지게 나타났으며 이때 복합재료에 있어 일반적으로 나타날 수 있는 현상인 파괴 응력점 부근에서의 직선의 기울기 변화 즉 elastic stiffness의 감소 거동은 복합재료의 미세구조적 특성에 기인하여 감도 저하를 야기할 수 있는 주요 요인으로 작용한 것으로 생각되었고 또한 균열전파 과정에서 균열편향 거동과 같은 인성증진 기구에 의해 균열 전파에 대한 저

항성의 증가(R-curve 거동)가 일어날 수 있음을 추정할 수 있었다. 이러한 현상은 외부에서 인가되는 응력이 증가함에 따라 나타나는 slow crack growth의 일종인 subcritical crack growth 거동으로 생각할 수 있었다. 세라믹 재료에서 나타나는 slow crack growth의 다른 종류로서는 분위기, 수분 등의 사용조건에 따라 크게 의존하는 기구들이 알려져 있다<sup>7,13)</sup>.

3.3.2. 파괴인성

단체의 복합재료에 대해 파괴인성을 측정하여 Fig. 9에 나타냈다. 복합재료는 텅스텐의 함량이 증가함에 따라 파괴인성이 증진되는 경향을 보였으며 인성증진 경향은 Fig. 10의 균열 전파경로의 관찰에서 볼 수 있듯이 취약한 계면상들과 2차상의 존재 및 조성변화에 의해 크기가 증가하는 국부적인 응력분포에 의해 균열이 2차상 주위로 유도, 편향됨에 따라 균열 첨단에서의 응력 집중(stress concentration)이 감소되는 결과로 생각된다<sup>7,14)</sup>.

텅스텐 함유량이 5 vol%인 복합재료에서 균열의 진행은 2차상과의 반응에서 균열이 2차상인 W과 지지상인 AlN과의 계면을 따라 진행되는 거동을 보이지 않았으며 균열의 진행이 2차상에 의해 저지되고 회절되어 지지상으로 다시 진행되는 형태를 보임에 따라 균열 첨단에서의

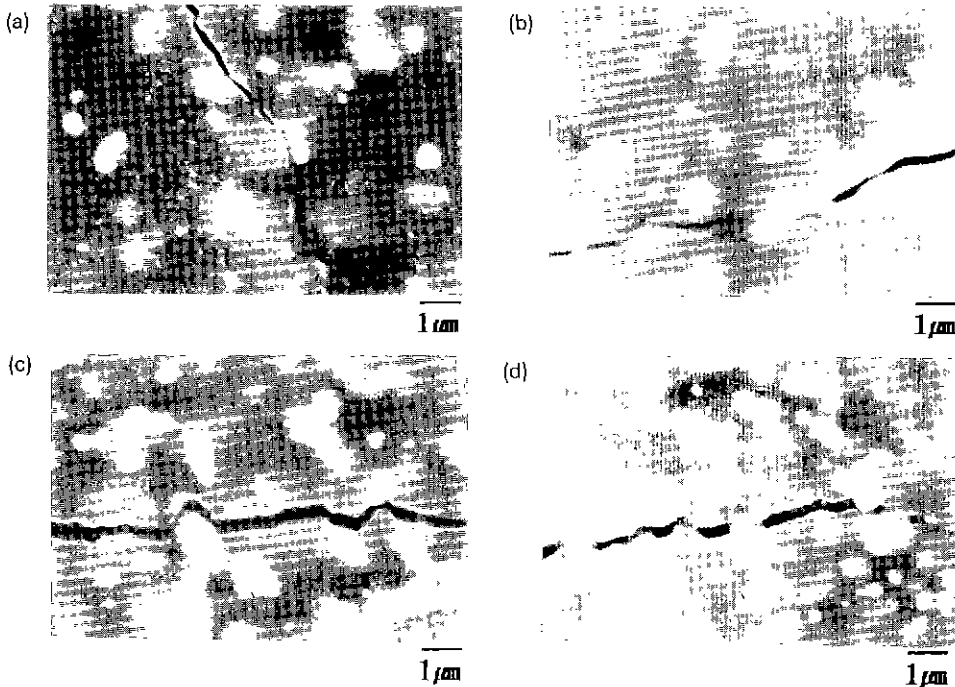


Fig. 10. SEM micrographs of indented AlN-W composites. (a) AlN-5 vol%W (b) AlN-10 vol%W (c) AlN-15 vol%W (d) AlN-20 vol%W

응력 집중(stress concentration)이 비교적 큰 것으로 추정해 볼 수 있었다<sup>15)</sup>. 그러나 텅스텐 함량이 10~20 vol%으로 증가함에 따라 균열이 기지상에서 진행되는 과정에서도 다소의 균열편향이 나타났으며 기지상과 2차상간의 계면으로 유도되거나 계면을 따라 진행되는 경향이 두드러짐에 따라 균열 침단에서의 응력 집중(stress concentration)이 상대적으로 낮은 것으로 추정해 볼 수 있었다. 따라서 복합재료의 균열 전파과정에서 균열전파에 대한 억제효과 또는 균열 침단에서의 응력 집중의 완화거동에 의해 인성증진에 기여한 것으로 고찰하였다. 물론 이러한 현상은 텅스텐 함량이 증가함에 따라 다소 차이를 보인 기지상의 입자 크기의 효과도 다소 포함된 것으로 볼 수 있었다.

복합재료의 응력-변형 곡선에서 인성의 증가를 고려하여 볼 때 균열의 침단 부위로 균열 전파력이 유입됨에 따라 균열 침단 영역에서의 인장응력 분포는 균열전파 mode I의 모델에서 큰 인장력 성분들이 모두 균열침단 내에 존재하는 분포를 가지므로 이들에 의해 균열전파가 야기된다. 따라서 균열은 응력에 대해 수직인 방향으로 전파하려고 하지만 2차상과 계면상 및 잔류응력의 영향으로 수직인 경로로 부터 벗어나 편향되는 경향을 나타낼 경우 균열 침단에서의 응력 집중(stress concentration)의 완화에 의해 균열 전파에 대한 저항성 즉 파괴인성의 증진이 이루어짐을 알 수 있다<sup>16)</sup>.

잔류응력의 측정결과에서 나타난 압축 잔류응력의 증가에 따른 인성증진을 고려함에 있어서 측정된 응력값이 실제 균열 전파 과정에 대해 어느 정도 영향을 끼치는지를 거론하기는 어렵다. 그러나 X선 회절에 의한 응력 측정은 측정하는 국부적인 영역 내의 응력값들이 모두 합해진 평균값<sup>17)</sup>으로서 국부적으로 큰 응력을 갖는 영역이 존재할 수 있으므로 균열이 전파하는 과정에서 국부적인 응력 영역에 의해 균열의 유도 및 편향 효과가 일어남으로서 인성 증진에 대해 적지 않은 기여를 한 것으로 생각할 수 있었다. 결국 본 연구에서 제조된 AlN-W계 복합재료의 파괴인성 증진 경향은 2차상 주위로의 균열의 편향, 복합재료 내 기지상의 압축응력의 상대적 증가로 인해 균열진전의 억제효과에 의한 것이므로 볼 수 있다.

#### 4. 결 론

소결체의 미세구조 관찰에서 AlN 단체는 낮은 상대 밀도와 과대한 입성장을 나타냈으며 AlN-W 복합재료는 입성장이 억제되고 소결 조제 없이 상압소결로 거의 완전

치밀화를 이루는 것을 알 수 있었다. 이러한 치밀화 거동은 소결 과정 중 계면에서의 액상 형성으로 재배열 용해 재석출과정이 작용한 것에 의한 것으로 생각되며, 계면에서 형성될 수 있는 산화물상과 고용상의 존재는 X선 회절 분석에 의해서 확인되었다. 복합재료에서는 텅스텐의 함유량이 증가하면서 강도는 저하되는 경향을 보였으며 강도저하의 원인은 파괴에 취약한 계면상들의 존재에 기인하는 결과로 볼 수 있었다. 한편 응력-변형 곡선에서 파괴 응력점 부근에서 stiffness의 감소로 나타난 subcritical crack growth 거동이 관찰됨에 따라 균열편향등의 현상이 나타날 수 있음이 예측되었다. 그리고 파괴인성은 텅스텐의 함량과 함께 증가되는 경향을 보였으며, 인성증진 원인은 파괴에 다소 취약하게 거동하는 계면상과 높은 인장강도를 갖는 2차상의 존재 외에도 X선에 의해 측정된 기지상의 평균 잔류응력(압축 응력)분포의 증가 경향에 따라 국부적으로 응력이 증가된 영역들에 의해 균열전파 과정에서 균열전파 억제 및 균열침단의 응력집중이 저하되도록 영향을 끼쳤음을 미세구조 관찰 및 잔류응력 측정등에 의해 확인할 수 있었다.

#### 감사의 글

본 연구는 1995년 교육부 신소재분야 연구지원(Ministry of Education Research Fund for Advanced Materials in 1995)에 의해 이루어졌음.

#### REFERENCES

1. 한경섭, "알루미늄 나이트라이드 재료의 물성," 요업재료의 과학과 기술, 9(2), 165-174 (1994).
2. Koji Atarashiya, "Functionally Gradient Materials of the System AlN-Metals," "Powder and powder alloy," 41(6), 639-643 (1994).
3. Y.W. Park, "Sintering behavior and Microstructural Morphology of AlN System," THIRD EURO-CERAMICS vol. 1, 955-960, (1993) printed in Spain.
4. H.C. Heard and C.F. Cline, "Mechanical Behavior of Polycrystalline BeO, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, and AlN at High Pressure," *J. Mat. Sci.*, 15, 1889-1897 (1980).
5. G. De With and N. Hattu, "High-Temperature Fracture of Hot-Pressed AlN Ceramics," *J. Mat. Sci.*, 18, 503-607 (1983).
6. Thomas J. Mroz, Jr., Eric A. Groat and Paul T. Fini, "Fabrication of AlN-SiC Whisker Composites," Ceramic Engineering & Science Proceedings Sep.-Oct. Part 20f2 (1993).



7. R. Warren, Ceramic-Matrix Composites, Blackie and Son Ltd., pp. 4-7, 64-66, pp. 92, pp. 119-122 (1992).
8. Alias Abuhasan, Chelleyan Balasingh and Paul predecki, "Residual Stress in Alumina/Silicon Carbide [Whisker] Composites by X-ray Diffraction," *J. Am. Ceram. Soc.*, 73(8), 2474-84 (1990).
- 9 I.C. Noyan and J.B. Cohen, "Residual Stress," 117-126, Springer-Verlag, NewYork, (1987).
10. Massalski, Binary Alloy Phase Diagram, vol. 3, 2933-2935.
11. R.S. Roth, J.R. Dennis and H.F. Mcmurize, "Phase Diagram for Ceramists," vol. 2, Fig. 2350, Compiled at the National Bureau of Standard, Edited and Published by The American Ceramic Society, INC, (1969).
12. Shigeuki and Yusuke Moriyoshi (by edited), Sintering Key Papers, W.D. Kingery, "Densification During Sintering in the Presence of a Liquid Phase. I, Theory," 383-394.
13. J. Mencik, Strength and Fracture of Glass and Ceramics. Glass Science and Technology 12., Elsevier, Amsterdam-Newyork-Tokyo, 65-72 (1992).
14. K.T. Faber, Toughening of Ceramics Materials by Crack Deflection Processes, Doctoral Degree Treatise, University of California, Berkeley, 26-28 (1982).
15. 晝重堂, 변형 및 파괴역학, 419.