

## AE에 의한 알루미나 세라믹스의 Microcrack생성과 파괴거동의 평가

장병국 · 우상국

한국에너지기술연구소

(1998년 2월 25일 접수)

### Evaluation of Fracture Behavior and Formation of Microcrack of Alumina Ceramics by Acoustic Emission

Byung-Koog Jang and Sang-Kuk Woo

Korea Institute of Energy Research

(Received February 25, 1998)

#### 요 약

Microcrack의 생성과 세라믹스의 파괴과정을 평가하기 위해  $Al_2O_3$ 를 사용하여, 4점 꺾임강도실험을 행하면서 AE (acoustic emission)에 의해서 재료내부에 발생한 microcrack검출을 행하였다. 평균입경이 다른  $Al_2O_3$ 를 얻기 위해서 hot-pressing 소결온도를 변화시켜 이론밀도에 가까운 소결체를 제조하였다. 알루미나 소결체는 소결온도가 높을수록 입성장이 발생하여 평균입경이 증가하였으며, 이에 비해 꺾임강도는 감소하였다. SEM과 TEM에 의해 microcrack 발생을 관찰하였다. AE분석결과, 하중의 증가와 함께 발생하는 AE는 증가하고 최대파괴응력에서 많은 양의 AE발생이 검출되었다.  $Al_2O_3$ 의 입경이 작을수록 많은 양의 AE가 발생하고 이는 microcrack 발생량이 증가하는 것을 의미한다.  $Al_2O_3$ 입경이 작을 경우 입계파괴의 경향을,  $Al_2O_3$ 입경이 클 경우 입내파괴의 경향을 나타내었다. AE와 미세구조관찰 결과, 세라믹스의 파괴과정은 인가하중시에, 입계에 입경크기의 microcrack이 발생하고 하중증가에 따라, 이들 microcrack이 합체/성장되어 최대인가하중에서 큰 균열전파를 이루어 재료가 파단함을 알 수 있었다.

#### ABSTRACT

Detection of microcrack in  $Al_2O_3$  ceramics were studied by AE (acoustic emission) technique with 4-point bending test in order to evaluate the fracture process and formation of microcrack. Fully-dense alumina ceramics having a different grain size were fabricated by varying the hot-pressing temperature. The grain size of alumina increased with increasing the hot-pressing temperature, whereas the bending strength decreased. The microcracks were observed by SEM and TEM. The generation of AE event increased with increasing the applied load, and many AE event was generated at maximum applied load. Alumina with smaller grain size shows the generation of many AE event, resulting in an increase of microcrack formation. An intergranular fracture is predominantly observed in fine-grained alumina, whereas intragranular fracture occurs predominantly in coarse-grained alumina. Analysis of microstructure and AE prove that primary microcracks occur within grain-boundaries of alumina. The larger microcracking were formed by the growth and/or coalescence of primary microcracks. Then, the materials become to fracture by main crack generation at the maximum applied load.

**Key words:** Fracture, Microcrack, Microcracking, Microstructure, Acoustic emission,  $Al_2O_3$ , Bending strength, Grain size

#### 1. 서 론

세라믹스를 구조재료로서 사용하기 위해서는 취성을 극복하는 것이 매우 중요하다. 그렇게 하기 위해서는 미세구조에 따른 파괴거동의 연구가 뒷받침되어야 한다. 그러나 세라믹스의 파괴는 그리 간단하게 규명할수 있는

문제가 아니다. 따라서 대부분의 연구가 특성이 보다 향상된 세라믹 재료를 제조하는 데에 치우쳐 있고 세라믹스의 파괴과정에 대한 연구는 거의 전무한 편이다.<sup>1-4)</sup> 한편, 파단면의 미세구조관찰을 통한 거시적인(macro scale) 파괴양상에 대한 연구는 많이 행하여지고 있다.<sup>5-7)</sup> 그러나 세라믹의 파괴거동을 규명하기 위해서는 보다 미

시적인(micro scale) 접근이 이루어져야 한다. 왜냐하면, 세라믹 재료는 외부에서 응력이 가하여 질 때, 응력을 완화시키기 위하여 microcrack이 발생한다.<sup>59)</sup> 따라서, 파괴의 근본출발점은 바로 재료 내부에서 발생한 microcrack에서 시작되기 때문에 그 중요성이 있는 것이다. 그러나 그러한 microcrack발생은 그 관찰조차 쉽지 않은 않다. 그러므로 세라믹 재료의 파괴거동을 규명하기 위해서는 외부응력에 대해, microcrack이 어떻게 생성되고 이것이 어떤 경로를 거쳐 microcracking으로 진전하여, 궁극적으로 재료 파단에 이르는지를 규명하여야 한다. 따라서 본 연구에서는 이러한 면에 초점을 맞추어 알루미늄세라믹스를 모델재료로 하여 microcrack의 검출에 주안점을 두었다. 그러나 응력인가시에 microcrack의 검출은 그리 쉬운 일이 아니다. 따라서 본 연구에서는 재료의 결함검출을 위한 비파괴검사법으로 널리 사용되고 있는 AE(acoustic emission, 음향방출법)에 주목하였다. AE는 최근, 재료의 신뢰성을 분석하는 재료평가의 한 방법으로서 금속, 세라믹, 콘크리트등을 소재로 다양한 연구가 진행되고 있다.<sup>10,15)</sup> AE법은 비파괴 검사방법의 일종으로 다른 비파괴 검사법과는 달리, microcrack 또는 재료내부의 변형에 따르는 탄성파를 직접 검출하고 그 발생위치, 발생수, 신호강도로부터 개개의 발생된 microcrack등을 동적으로 검출하고 평가하는 수법이다. AE는 원리적으로는 지진파와 같고, 재료중에 microcrack이나 변형이 발생하면 탄성파가 방출되고, 세라믹재료내에서는 초음파 대역의 탄성파로써 전파된다. 이 탄성파를 세라믹재료 표면에 부착시킨 압전소자를 사용한 AE 센서로 검출하고, 이 탄성파의 신호처리를 행함으로써 재료내의 microcrack의 발생이나 성장<sup>10,16)</sup>을 검출할 수가 있으므로 재료의 신뢰성 평가에 이용될 수가 있다. 따라서 본 연구에서는 입경이 다른 알루미늄 소

결체를 제조하여, 4점 꺾임강도 측정시에 AE법을 동시에 이용하여, 각각의 소결체에서 생성되는 AE결과를 분석함으로써 하중증가에 따라 재료내부에서 생성되는 microcrack을 검출하고, 이를 미세구조관찰에 의해 분석하여, 입경크기에 따른 microcracking의 생성과정과 세라믹스의 파괴과정을 규명하고자 한다.

## 2. 실험방법

### 2.1. 알루미늄 세라믹스의 제조

본 실험에서 사용한  $Al_2O_3$ 의 원료분말로서는 일본 Taimei사의 고순도  $\alpha-Al_2O_3$  분말이며, 평균입경은 0.2  $\mu m$ 이었다.  $Al_2O_3$ 분말을 내부가 BN로 코팅된 40×50 mm의 카본몰드안에 넣고 hot-press 소결로에서 hot-pressing에 의해 소결체를 제조하였다. 입경이 다른 알루미늄을 얻기 위하여 소결온도를 변화시켜 소결체를 제조하였다. 소결조건은 1400°C부터 1800°C온도에서, 2hr, Ar 분위기에서 hot-pressing함으로써 소결체를 제조하였다. 꺾임강도 시험용의 시험편은 꺾임강도 표준 규격에 준하여 3×4×40 mm의 크기로 기계가공을 하였다. 인장면의 모서리는 가공결함에 의한 응력집중완화를 위해서 면취가공을 행하였다.

### 2.2. AE(acoustic emission) 계측시스템을 이용한 꺾임강도 시험

꺾임강도 시험은 Fig. 1 처럼 상부 span 10 mm, 하부 span 30 mm로 각기 7개의 시험편을 준비하여 상온 대기중에서 cross head speed 0.1 mm/min과 상온, 대기중의 조건하에서 4점 꺾임 시험을 행함으로써 평균값으로 측정하였다. microcrack의 검출을 통한 파괴거동을 분석하기 위해서 3개의 시험편에서 AE 신호의 계측을 행하

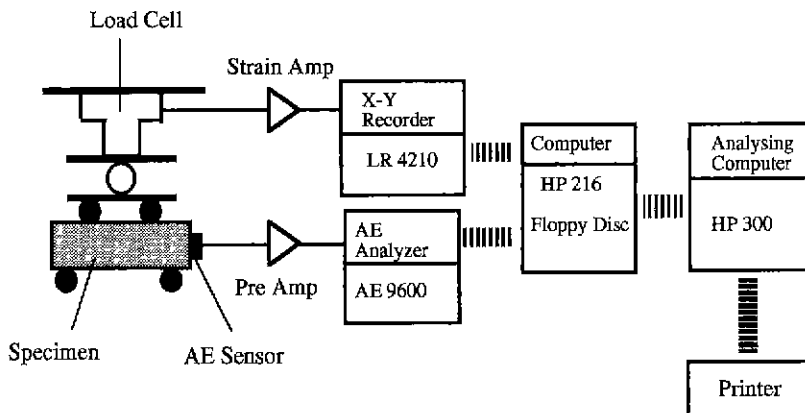


Fig. 1. Schematic diagram of AE measurement with fracture bending test.

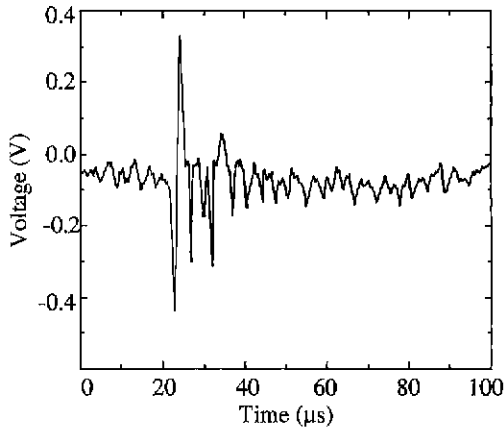


Fig. 2. Typical AE waveform.

었다. 세라믹스의 AE 신호는 미약한 경우가 많으므로 AE의 효과적인 계측을 위해서는 보다 고감도이고 광역대의 특성을 갖는 AE 변환자가 필요하다. 따라서 본 연구에서는, 시험편의 한쪽면에 고감도 AE sensor(압전센서, Fuji ceramics, M-304)를 부착시킨 후, pre-amp로 증폭시켰다. 그렇게 얻어진 AE 신호는 AE 해석장치(NF사, AE 9600)에 기록시켜 컴퓨터로 해석하였다. Fig. 1에서 AE 계측시스템의 구성과 역할을 자세히 설명하면 다음과 같다. AE 센서(압전센서)는 하중의 증가에 따라서 알루미늄 재료 내부에서 발생한 microcrack의 생성에 의해 생긴 AE를 표면 진동으로 검출하는 변환소자이다. pre amp(pre-amplifier)는 AE 센서로부터 출력된 미약한 전압을 증폭시키는 증폭기 역할을 한다. AE analyzer는 증폭기를 통과한 신호를 처리하고 기록, 표시하는 신호처리 해석장치이다. Fig. 2는 알루미늄재료내에 외부에서 응력을 받을때에 microcrack의 생성에 의해서 발생된 대표적인 AE신호파형의 예를 나타낸 것이다.

2.3. 미세구조관찰

재료 내부의 파괴양상을 관찰하기 위해서 쥐임강도 후에 파단면의 시험편을 SEM에 의해 관찰하였다. 그리고 생성된 microcrack의 분석을 위해서 시험편의 인장면에서 SEM(Hitachi, S-2150)관찰을 행하였다. 또한 microcrack의 생성/합체 과정을 분석하기 위해서 TEM(Phillips, EM-420T)관찰을 행하였다. TEM관찰을 위한 시험편은 통상의 thinning 가공과 dimple 가공에 의해 준비하였으며, 최종적으로 Ar ion milling을 행하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1. 쥐임강도 시험시에 AE 발생 거동

Table 1. Materials Properties of Hot-pressed Alumina Ceramics

Specimens	Micro-structure	Mean grain size(μm)	Bending strength (MPa)	Density (g/cm <sup>3</sup> )
A	Fine	3	510	3.98
B	Middle	10	380	3.98
C	Coarse	30	250	3.97

Table 1은 본 연구를 위해 제조된 알루미늄 세라믹스의 특성치를 나타낸 것이다. A시험편은 1400°C에서, B시험편은 1600°C에서, C시험편은 1800°C에서 가압소결하고 각 시험편의 경우, 잔류기공에 대한 영향을 없애기 위하여 이론밀도에 근접하는 치밀한 소결체를 제조하였다. 소결온도가 증가함에 따라서 알루미늄의 평균입경은 약 3 μm에서 30 μm으로 급격히 증가함을 알수가 있다. 이에

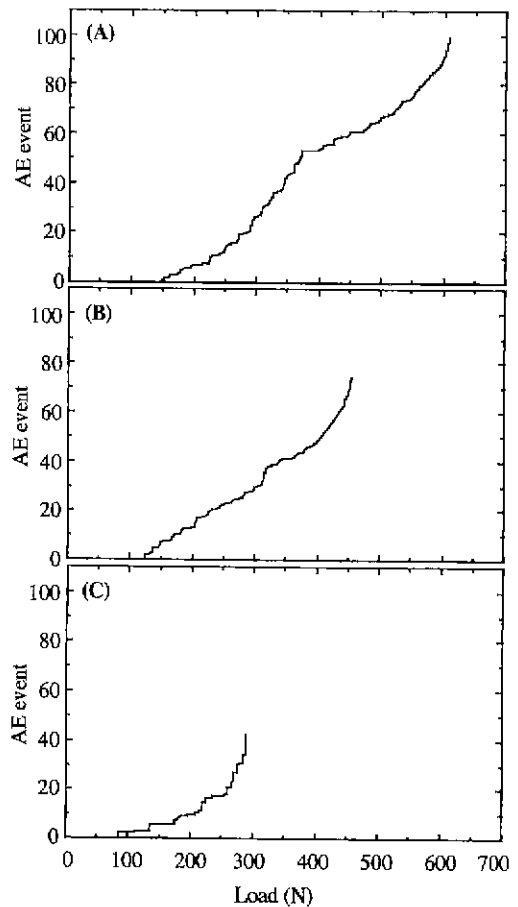


Fig. 3. AE event as function of load of alumina ceramics hot-pressed at various temperature for 2h. (A) 1400°C, (B) 1600°C and (C) 1800°C

따라 꺾임강도의 값은 감소함을 나타내고 있다. 일반적으로 세라믹스의 강도는 매트릭스의 평균입경과 반비례 관계에 있다고 알려져 있다.<sup>17)</sup> Fig. 3은 입경이 다른 알루미늄 시편을 이용하여 Fig. 1에 준해서 꺾임강도 측정을 행하면서 하중(load)과 발생하는 AE event(사상수)와의 관계를 나타낸 실험결과이다. Fig. 3에서, X축에는 인가하중과 Y축에는 발생한 AE event를 나타내었는데, 발생한 AE는 알루미늄 재료내에서 microcrack의 발생을 의미한다. 알루미늄의 입경에 관계없이 전반적인 AE event curve는 초기의 인가하중에는 AE event가 전혀 발생하지 않는 것으로 미루어 보아서, 이 경우에는 재료가 인가된 응력에 충분히 견디는 단계로 microcrack이 발생하지 않다가, 어느하중에서부터 최초의 AE event가 발생하고, 인가하중이 증가하면 할수록 AE의 발생이 증가하는 경향을 나타낸다. 그리고, 최대의 인가하중에서 재료가 파괴되기 직전에 AE event curve가 급격히 상승하는 것으로 보아서 파단 직전에 많은 양의 microcrack이 발생하여 재료가 파단에 이르는 것으로 고려된다. 평균입경이 작은 알루미늄시편에서는 Fig. 3(A)에서와 같이, 인가하중에 따라 최초의 AE발생점이 늦게 시작되고 재료가 파괴에 견디는 인가하중도 높고 상대적으로 많은 양의 AE가 발생한다. 특히, 약 370 N 인가하중의 부근에서 AE 곡선이 변곡점과같이 점프하는 것으로 미루어 보아, 재료내부에 어떠한 변화가 있는 것으로 고려된다. 즉, 이것은 생성된 microcrack끼리 서로 합쳐 섬강이 일어나는 것으로 해석될 수가 있다.<sup>18)</sup> 이것에 비해서, 평균입경이 큰 알루미늄 시편에서는 Fig. 3(C)결과에서와 같이 인가하중에 따라 상대적으로 최초의 AE발생점이 빨리 시작되고 재료가 파괴에 견디는 인가하중도 낮으며 상대적으로 적은 양의 AE가 발생한다. Fig. 3(C)에서는 초기에 발생한 AE 생성 패턴이 계단식으로 된 것으로 미루어 보아 큰 microcrack이 간헐적으로 발생하고 있는 것으로 고려된다. 그리고 중간크기의 평균입경을 갖는 알루미늄에서는 Fig. 3(B)처럼 AE 발생거동이 Fig. 3(A)과 Fig. 3(C)의 중간정도의 패턴을 나타내었다. 이와 같은 결과로부터, 매트릭스의 입경크기에 따라, microcrack의 발생시점과 그 발생수도 다르므로, 결과적으로 입경크기가 파괴양상에 큰 영향을 미치는 것으로 고려된다. 이와 같이 외부에서 인가하중시에 발생한 AE는 microcrack의 생성을 나타내는 것이므로 Fig. 3(C)에 비해 Fig. 3(A)가 많은 양의 AE가 발생한 것으로 미루어 보아, 매트릭스의 입경이 작을수록 microcrack의 생성이 많다는 것을 뒷받침해 주고 있다. 이러한 microcrack 발생은 외부응력을 흡수하여 발생하기 때문에, 알루미늄의 입경이 작은 시편에서 많은 양의 AE가 발생한다는 것은 그

만큼 외부인가하중을 잘 상쇄시키는 결과를 가져옴으로 그만큼 재료는 toughening화 된다고 볼 수가 있다. 따라서 Table 1에서 설명한 것처럼 입경이 작은 알루미늄의 강도가 큰 이유는 내부결함의 감소요인도 있겠지만, 외부응력이 microcrack발생을 위한 에너지로 흡수·상쇄되었기 때문에 재료가 그만큼 외부응력에 잘 견딜 수 있게 된 것이다. 일반적으로, AE를 이용하여 파괴역학에 근거한 신뢰성 평가에서, 일정한 폭을 가진 예비 균열을 도입한 재료(예, CT시편)에 외부에서 응력을 가하면 crack 선단 부근에는 microcrack이 발생한다. 이 때에 microcrack의 생성시에 AE가 발생하여 이의 해석을 통한 고인성화 기구를 평가할 수가 있다.<sup>18)</sup> 따라서, 본 연구에서 인가하중에 따라서 발생한 AE에 의해 microcrack의 생성과 성장에 따른 microcracking을 분석하면 재료의 파괴과정을 평가할 수가 있다. Fig. 3에서

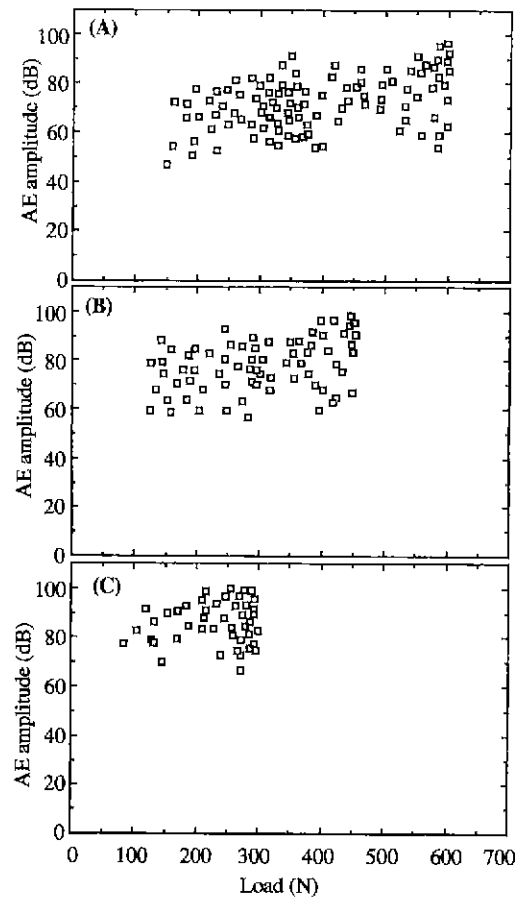


Fig. 4. AE amplitude distribution as function of load of alumina ceramics hot-pressed at various temperature for 2. (A) 1400°C, (B) 1600°C and (C) 1800°C

와 같이 발생된 AE event수는 microcrack 발생 정도의 척도를 나타내주는 정보량이다. 이에 비해, AE amplitude는 발생된 microcrack의 상대적인 크기의 정보량을 나타내주고 있다. Fig. 4는 쥐임강도 시험시에 인가하중과 발생된 AE amplitude와의 관계를 나타내었다. 인가하중의 증가에 따라 발생한 AE amplitude의 발생양상은 알루미늄의 입경에 따라 다른 경향을 나타내고 있다. Fig. 4(A)에서 관찰되는 바와 같이 알루미늄의 입경이 작은 시편에서는 전반적으로 발생된 AE amplitude의 크기는 작지만 발생량은 많다. 이에 비해, Fig. 4(C)에서와 같이 알루미늄의 입경이 큰 시편에서는 발생된 AE amplitude의 크기는 상대적으로 크다. 이러한 결과로부터, 알루미늄의 평균입경이 작을수록 발생된 AE amplitude가 작다는 것은 발생된 microcrack의 크기가 작다는 것을 의미한다.<sup>16)</sup> 따라서, 같은 재료라 할지라도 생성되는 microcrack의 크기는 입경크기에 크게 의존하여, 입경이 증가할수록 생성되는 microcrack의 크기는 증가함을 알 수가 있다. 이와같이 외부응력에 의한 재료 파괴시에 AE수법을 응용하면 미시적인 관점에서 microcrack의 생성 정도와 상대적인 크기를 예측할 수가 있다.

3.2. 파단면과 microcrack의 미세구조

Fig. 5는 쥐임강도 시험후 파단면의 미세구조를 SEM에 의해 관찰한 결과이다. Fig. 5(A)와 같이 평균입경이 작은 알루미늄에서는 입체파괴의 경향이 우세한데에 비해서, Fig. 5(C)에서 관찰되는 바와 같이 평균입경이 큰 알루미늄에서는 뚜렷한 입내파괴를 나타내주고 있다. 그리고 소결과정중에 급격한 입성장으로 인하여, 미처 입체로 빠져나가지 못한 기공들이 입내에 갇혀있는 것을 볼 수가 있다. 이러한 입내에 존재하는 기공들은 입내에서 파괴원의 일종으로 작용하여 큰 입자에서 더욱 더 쉽게 입내파괴를 일으키는 요인이 된다. 이렇게 입자크기의 따라 의존하는 파괴형태의 양상은 또한 다결정체에서의 effective surface energy로써 설명될 수가 있다.

즉, 다결정세라믹에서의 effective surface energy는 다음과 같이 표시 될 수가 있다.<sup>19)</sup>

$$\gamma_i = \eta\gamma_s + \gamma_p + \gamma_b \tag{1}$$

- 여기서,  $\gamma_i$ : effective surface energy
- $\eta$ : 형상계수
- $\gamma_s$ : 단결정의 surface energy
- $\gamma_p$ : 소성변형에 의한 surface energy
- $\gamma_b$ : 비정량화된 surface energy

$\gamma_b$ 는 균열이 발생할 때, 열, 소리의 발생을 위한 에너지

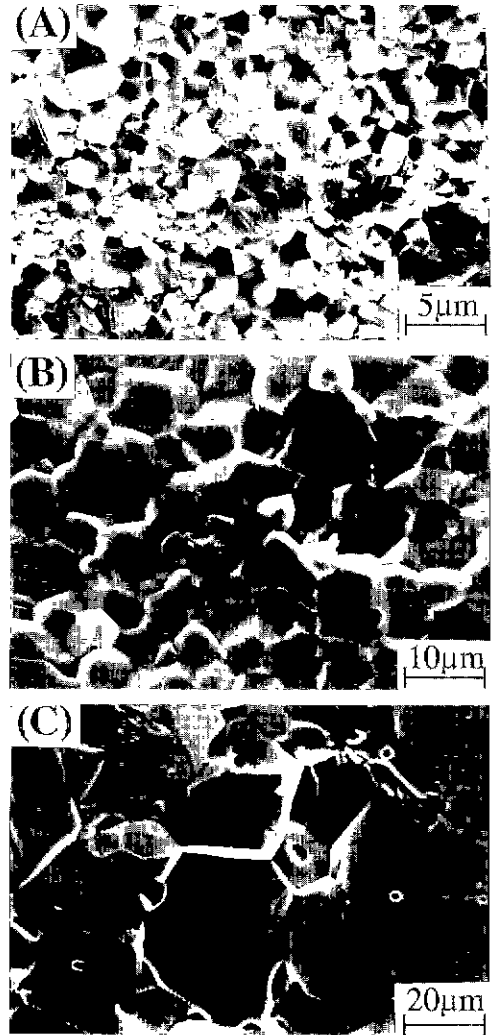


Fig. 5. SEM micrographs of fracture surfaces of alumina hot-pressed at various temperature for 2. (A) 1400°C, (B) 1600°C and (C) 1800°C

지등으로 effective surface energy( $\gamma_i$ )에 비해 작은 양이며,  $\gamma_b$ 값은 결합력에 의존하며, 이온결합결정보다는 공유결합결정에서 더 크다. 윗 식으로부터 다결정의 effective surface energy는 단결정의 surface energy에 비해 훨씬 크며, 그리고 다결정에서의 effective surface energy는 미세구조, 특히 매트릭스의 평균입경에 크게 의존한다. 즉, 알루미늄 다결정체에서는 평균입경이 작으면, effective surface energy가 크고, 평균입경이 크면 effective surface energy가 작다. 이것은 큰 입경에서는 상대적으로 큰 잔류응력이 존재하기 때문인데, 이러한 큰 잔류응력은 냉각시에 결정립의 이방성에 의한 열팽창계수의 차이 때문에 생기는 것이다. 따라서

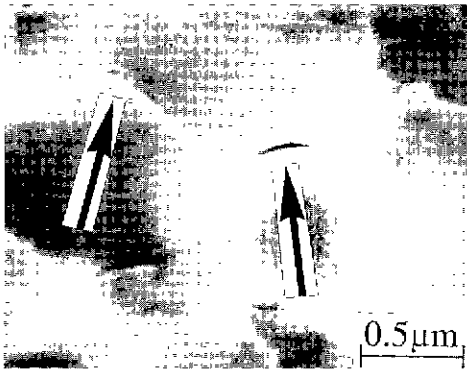


Fig. 6. SEM micrograph of microcracks at grainboundary of alumina(A specimen).

Fig. 5에서 입경크기에 따른 파단면 SEM 미세구조 관찰 결과로부터, 작은 매트릭스의 입자를 가진 세라믹에서는 effective surface energy가 크기 때문에 우선적으로 입계파괴가 일어나고, 큰 매트릭스의 입자를 가진 세라믹에서는 effective surface energy가 작기 때문에 입내 파괴의 경향이 우세하게 일어난다. MgO 다결정체에서도 MgO의 평균입경이 클수록 입내파괴의 경향이 우세함을 나타내고 있다.<sup>19)</sup> 이러한 effective surface energy 설명으로부터, 알루미늄의 입경이 증가할수록 입계파괴에서 입내파괴로 진행됨을 알 수가 있으며 이런 설명들은 Fig. 5의 파단면 결과와 잘 일치하고 있다. Fig. 6은 A시편의 꺾임강도 시험후, thermal etching된 인장면에서 관찰된 microcrack의 SEM결과이다. SEM사진에서 화살표로 표시한 것처럼, 생성된 microcrack은 입계에 생성됨을 알수가 있다. 이렇게 발생한 microcrack은 외부 응력에 대하여 우선적으로 입계에 발생하며, 그 크기는 주로 입경의 크기정도이다. 그리고 초기의 응력하에서 microcrack이 입계에 우선적으로 생기는 이유는 벽개파괴(cleavage fracture)에너지보다 입계파괴(grain-boundary fracture)에너지가 작기 때문이다. 즉, 입계에

서는 인접원자끼리의 결합이 불완전하고, 다결정에서는 입자의 이방성 때문에 strain energy가 집중하기 쉽고, 입계에 기공도 존재하기 쉽기 때문에, 이론적인 값보다 실제의 입계파괴 에너지가 보다 작아지기 때문이다. 따라서, 외부에서 응력을 받으면 재료는 어떤식으로든지 내부변형을 거쳐, 외부의 응력을 완화시켜야 하는데, 이것이 바로 microcrack생성을 위한 에너지로 소비되며, Fig. 6과 같이 입계에 우선적으로 생성되는 것이다.

3.3. AE에 의한 파괴과정의 고찰

꺾임강도 측정시에 비파괴검사법인 AE법을 사용하여 발생된 AE결과 데이터인 Fig. 3와 Fig. 4의 결과로부터 세라믹스의 파괴과정을 평가할 수가 있다. Fig. 7은 Fig. 3의 결과를 모식화 하여 파괴과정을 모델화 한 것이다. Fig. 7처럼, 외부에서 인가하중시에 하중의 증가에 따라 재료내에서 발생하는 AE 발생양상은 3단계로 구분할 수가 있다. 즉, step 1은 외부응력에 대해, 최초의 AE 발생점을, step 2는 AE발생의 급격한 증가영역을, step 3은 최대의 인가하중에서 파단직전의 AE의 다량 발생점을 구분하여 나타낸 것이다. 이들 각 단계를 구분

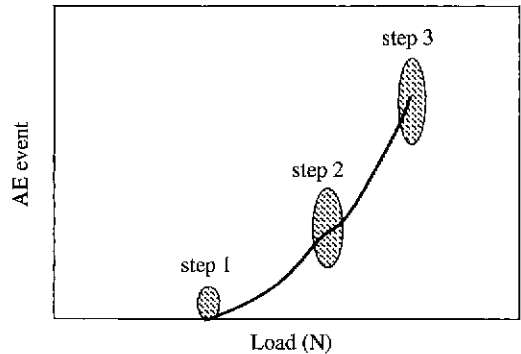


Fig. 7. Schematic diagram of AE event steps of AE event-load curve for fracture bending test.

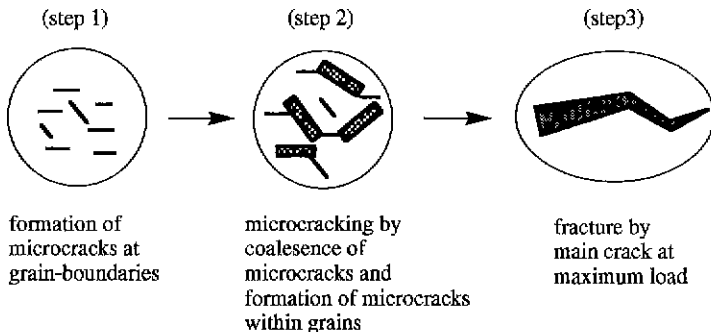


Fig. 8. Fracture process and formation of microcracking at ceramics under applied load.

하여 재료의 파괴과정을 설명하면 Fig. 8처럼 나타낼 수가 있다. 즉, step 1에서는 인가하중에 따라, 이의 응력을 완화시키기 위해서 매트릭스의 입계에 불연속적으로 microcrack이 발생한다. 그리고 이렇게 microcrack이 발생할 때, 외부의 응력을 소모하게된다. 이때, 발생된 microcrack의 크기는 입계에 발생하기 때문에 거의 입경의 크기와 유사하다고 고려된다. 그리고 step 1의 발생시점은 입자의 크기와 긴밀한 관계가 있다고 고려된다. 즉, 매트릭스의 입자크기가 클수록 계면에너지가 작기때문에 작은 입자 알루미늄의 경우에 비해 낮은 응력에서 microcrack은 발생된다. 이러한 이유는, 입계파괴 에너지는 입경이 클수록 더 작아지기 때문이다. 즉, 큰 입자의 입계에서는 작은 입자끼리 구성된 계면보다 불순물, 기공, strain energy등의 농도가 더 커지기 때문이다. 그리고 step 2 단계로 이르기 까지, Fig. 6에서와 같이 입계에 발생된 microcrack는 인접해 있는 microcrack끼리 합체(coalescence)되어진다. 이렇게 합체된 microcrack의 크기는 최초로 발생한 microcrack보다는 커지게 된다. 그리고 step 2의 단계는 Fig. 3의 AE 발생 curve결과에서 중간에 점프하는 변곡점과 같은 영역에 해당한다. 앞서 Fig. 3에서 설명한 대로, AE 발생 curve가 중간에 점프하는 영역은 재료내부에서 어떠한 변화가 있음을 나타내주고 있다. 이러한 AE 발생 curve양상은, 꺾임강도측정시, 파괴기점을 분석하기 위해 AE 수법을 적용시킨 mullite재료에서의 연구<sup>16)</sup>와 알루미늄의 연구<sup>17)</sup>에서도 보고되고 있다. 따라서, 이렇게 AE 발생 curve가 중간에 점프하는 영역은, 응력을 받는 재료내부에서 microcrack의 발생이 증가되는 시점, 즉 서로 합체가 생기는 시점으로 고려될 수가 있다. 즉, 응력이 증가함에 따라서 이미 microcrack가 생성된 재료는 외부응력을 지속적으로 완화시킬 필요가 있다. 따라서, 새롭게 microcrack을 생성하지 않으면 안되기때문에, step 2에서부터는 입계뿐만 아니라, 입내에도 새로운 microcrack이 발생하며, 이렇게 새롭게 생성된 microcrack은 입계에 이미 발생한 microcrack과 서로 연결·합체 되어 microcrack가 증식되는 과정인 microcracking현상을 일으키게 된다. 그리고 외부 인가하중이 더욱 증가함에 따라서, 이러한 microcrack의 연결·합체·성장에 의한 microcracking현상은 더욱 더 심화되면서 외부응력을 흡수·소모하게 된다. Fig. 9는 Fig. 8에서 설명한 파괴과정의 설명을 뒷받침하기 위해서 TEM관찰에 의해 A시편의 알루미늄에서 microcracking발생의 미세구조관찰을 나타낸 것이다. TEM사진에서 하얀선은 생성된 microcrack이며, 입계에서 발생한 microcrack은 입내에서 새로 생성된 microcrack과 함께 서로 연결·합체되어 microcracking

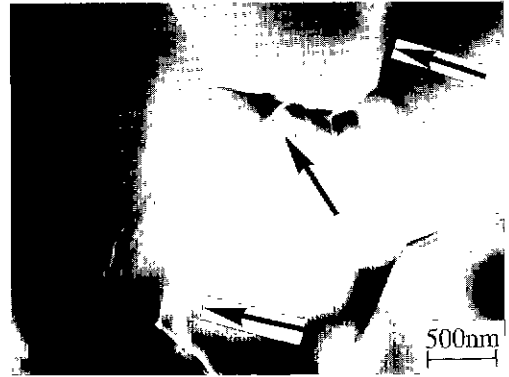


Fig. 9. TEM micrograph of microcracking by coalescence of microcracks of alumina (A specimen).

(화살표 표시)을 이루고 있음을 나타내고 있다. Fig. 8에서, step 2단계를 지나 외부응력이 더 증가하면, 이러한 microcracking들은 step 3단계에 이르기까지 파괴를 위한 main fracture crack으로 성장하여, 최대의 파단응력점인 step 3에서는, 재료가 인가하중에 견디지 못하고 결국은 Fig. 5와 같이 재료파단에 이르게 된다. 한편, AE법을 사용한 재료의 특성평가의 연구 결과로부터, 금속 또는 세라믹의 경우 외부에서 응력이 걸려서 재료가 파단직전에 발생한 AE는 microcracking에 의한 것이라고 보고되고 있다.<sup>16,20)</sup> 이러한 AE 비파괴검사법을 적용한 알루미늄의 꺾임강도시험과 미세구조 관찰결과를 종합하여 알루미늄과 같은 monolithic세라믹스에서의 파괴과정은 다음과 같이 설명할 수가 있다. 외부에서 가압하중의 증가에 따라, 이의 응력을 완화하기 위해서 결합이 약한 입계에 우선적으로 microcrack이 발생하고, 인가하중의 증가에 따라서 응력완화를 위해서 입계를 포함한 입내에도 새로운 microcrack을 생성시키고, 이것은 이미 생성된 microcrack과 합체 성장하여 증식과정으로서microcracking을 일으키고 이것이 발전되어 파괴를 위한 main crack으로 진전되어 최대의 응력점에서는 재료가 파단에 이르게 되는 데, 파단 형태는 Fig. 5와 같이 재료의 입경에 따라 크게 의존한다. 그러나, 이러한 파괴과정은 2차상이 분산된 복합재료에서는 2차상의 분산량과 형상에 따라, 보다 복잡할 것으로 고려된다.

#### 4. 결 론

세라믹재료에서의 microcrack발생과 이에 따른 파괴과정을 평가하기 위해서 모델재료로써 입경이 다른 알루미늄을 제조하고 꺾임강도 시험을 행함과 동시에 비파괴 검사인 AE 측정을 행함으로써 다음과 같은 결론이 얻어졌다.

1. 소결온도가 높을수록 알루미늄의 평균 입경은 증가하였으며, 이에 따라 강도는 감소하였다. 알루미늄의 평균입경이 작을수록 입계파괴의 경향이 우세하였으며, 평균입경이 클수록 입내파괴의 경향을 나타내었다.

2. 꺾임강도 시험을 행함과 동시에 AE 측정을 행함으로써, microcrack발생의 검출이 가능하였으며 이에 따른 파괴과정의 해석이 가능하였다. 알루미늄의 평균입경이 작을수록, 작은 AE진폭과 많은 양의 AE가 발생하였다. 이런 결과로 부터 알루미늄의 평균입경이 작을수록, 생성된 microcrack는 크기는 작지만 많은 양이 발생하는 것을 나타낸다.

3. 미세구조 관찰결과, 재료의 파괴과정은 외부에서 가압하중의 증가에 따라, 이의 응력을 완화하기 위해서 우선적으로 입내에 microcrack이 발생한다. 그리고 인가하중의 증가와 함께 입내에도 새로운 microcrack이 발생하고, 이미 생성된 microcrack과 합체·성장하여 microcracking을 발생시키고 이것이 진전되어 main crack을 발생시켜 최대의 응력점에서 재료가 파단에 이르게 된다.

## REFERENCES

1. K. Kendall, N. M. Alford, S. R. Tan and J. D. Birchall, "Influence of Toughness on Weibull Modulus of Ceramic Bend Strength," *J. Mater. Res.*, **1**(1), 120-23(1986).
2. E. Breval, M. K. Aghajanian and S. Luszcz, "Microstructure and Composition of Alumina/Aluminum Composites Made by Detected Oxidation of Aluminum," *J. Am. Ceram. Soc.*, **73**(9), 2610-14(1990).
3. M. K. Aghajanian, N. H. Macmillan, C. R. Kennedy, S. J. Luszcz and R. Roy, "Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Al Ceramic Composite Materials," *J. Mater. Sci.*, **4**, 658-70(1989).
4. R. W. Steinbrech, "Toughening Mechanisms for Ceramic Materials," *J. Eur. Ceram. Soc.*, **10**, 131-41(1992).
5. R. K. Govila, "Fracture of Hot-pressed alumina and SiC Whisker Reinforced Alumina Composite," *J. Mat. Sci.*, **23**(7), 3782-91(1988).
6. G. Sasaki, T. Suga, T. Yanai, K. Suganuma and K. Niihara, "Microstructure of B<sub>4</sub>C/TiB<sub>2</sub> Composite Fabricated by Reaction Sintering of B<sub>4</sub>C and TiC," *J. Ceram. Soc. Jpn.*, **102**(4), 321-25(1994).
7. H. Liu and S. M. Hsu, "Fracture Behavior of Multilayer Silicon Nitride/Boron Nitride Ceramics," *J. Am. Ceram. Soc.*, **79**(9), 2452-57(1996).
8. N. Claussen, J. Steeb and R.F. Pabst, "Effect of Induced Microcracking on the Fracture Toughness of Ceramics," *Ceramic Bulletin*, **56**(6), 559-62(1977).
9. M. R. Igle, N. Claussen and A. H. Heuer, "Acoustic Emission and Microcracking in Sapphire, Sintered Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Composite and Aluminum," *J. Am. Ceram. Soc.*, **78**(9), 2541-44(1995).
10. E. Breval, V. Srikanth and E. C. Subbarao, "Transformation and Microcrack Toughening as Complementary Process in ZrO<sub>2</sub>-Toughened Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>," *J. Am. Ceram. Soc.*, **69**(3), 195-97(1986).
11. V. Srikanth, E. C. Subbarao and G. V. Rao, "Thermal Expansion Anisotropy Microcracking and Acoustic Emission of Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> Ceramics," *Ceram. Int.*, **18**, 251-59(1992).
12. T. Sperisen, C. Carry and A. Mocelin, "Microfracture Behavior of Fine Grained Alumina Studied by Indentation and Acoustic Emission in Various Environments," pp. 69-83 in *Fracture Mechanics of Ceramics*, vol 8, Edited by Britz, Plenum Press, New York (1986).
13. C. Johnson, K. Ono and D. Chellman, "Acoustic Emission Behavior of Metal Matrix Composition," *J. Acoust. Emiss.* **4**(2-3), 263-268(1985)
14. L. H. Chen, C.T. Cheng and S.E. Chen, "Determination of Fracture Parameter of Mortar and Concrete Beams by using Acoustic Emission," *Materials Evaluation* **50**(7), 888-94(1992).
15. R. E. Wright, "Acoustic Emission of Aluminum Titanate," *J. Am. Ceram. Soc.*, **55**, 54(1972).
16. Y. Yamade and T. Kishi, "Acoustic Emission Study for Fracture Origin of Sintered Mullite in 4-Point Bending Test," *J. Ceram. Soc. Jpn.*, **98**(3), 273-79(1990).
17. J. Otsuka, S. Iio, Y. Yajima, M. Watanabe and K. Tanaka, "Strengthening Mechanism in Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/SiC Particulate Composites," *J. Ceram. Soc. Jpn.*, **102**(1), 29-34(1994).
18. T. Kishi, S. Wakayama, Y. Shinozaki, Y. Kagawa and E. Nakata, "Fracture Process during Fracture Toughness Testing in Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Ceramics by AE Source Characterization," *J. Japan Inst. Metals*, **49**(9), 707-13(1985).
19. R. W. Davidge, "Mechanical Behaviour of Ceramics," pp. 76-81, Cambridge University Press, Cambridge(1979).
20. A. Okuno, M. Shiwa and T. Kishii, "AE Analysis of Fracture Mechanisms of Beta-Alumina During Four Point Bending Test," *J. Ceram. Soc. Jpn.*, **98**(1), 98-103(1990).