

통전활성 소결법에 의한 PSZ/NiCrAlY계 복합체의 제조 및 특성평가

신종호 · 정연길* · 허성강
창원대학교 공과대학 금속재료공학과
*창원대학교 공과대학 세라믹공학과
(2000년 3월 20일 접수)

Fabrication and Characterization of PSZ/NiCrAlY Composites by Plasma Activated Sintering

Jong-Ho Shin, Yeon-Gil Jung* and Sung-Kang Hur

Department of Metallurgy & Materials Science, Changwon National University, Changwon, 641-773, Korea
*Department of Ceramic Science and Engineering, Changwon National University, Changwon, 641-773, Korea
(Received March 20, 2000)

초 록

통전활성 소결법을 이용하여 단상의 세라믹(PSZ) 및 금속(NiCrAlY)과 PSZ/NiCrAlY 복합체를 각 소결온도에서 제조하였으며, 이에 대한 특성평가는 개량형 소형편치 시험법을 이용하여 수행하였다. 복합체의 밀도 및 경도에 미치는 소결온도의 영향은 NiCrAlY의 부피분율 증가에 따라 감소되었으며, 중간조성에서의 밀도 및 경도는 연속적인 변화를 나타내었다. 파괴인성의 변화에서는 60 vol%-NiCrAlY 이상의 조성에서 급격한 증가를 나타내었으며, 짧은 소결시간 및 빠른 승온속도 등 통전활성 소결법의 장점에 의해 단상의 PSZ에서도 10 MPa·m^{1/2}의 높은 파괴인성 값을 얻을 수 있었다. PSZ/NiCrAlY 복합체에서의 특성은 소결온도와 NiCrAlY의 부피분율에 의해 지배적으로 영향을 받았으며, 단상의 PSZ은 전형적인 취성거동을 나타내었고 80 vol%-NiCrAlY까지의 복합체에서는 부분적인 취성 및 소성거동을 함께 나타내었다. 각 소결체에서 최고의 특성을 나타내는 소결온도는 단상의 PSZ 경우인 1400°C에서부터 단상의 NiCrAlY 경우인 1200°C까지 최대 200°C의 차이를 나타내었으며, PSZ 과 NiCrAlY의 조성비에 따라서 연속적인 변화를 보였다.

ABSTRACT

Ceramic (partially stabilized zirconia: PSZ) and metal (NiCrAlY) monoliths, and PSZ/NiCrAlY composites were prepared at each sintering temperature using plasma activated sintering (PAS), of which mechanical properties were characterized with modified small punch (MSP) tests. Effects of sintering temperature on density and hardness in the composites decreased with the volume fraction of NiCrAlY, showing gradual change of density and hardness in the intermediate compositions. The composites over 60 vol%-NiCrAlY showed an abrupt increase in fracture toughness. Even in PSZ monolith, higher fracture toughness of 10 MPa·m^{1/2} could be obtained, which was due to the merits of PAS, such as a short sintering time and a rapid heating rate. Mechanical properties of PSZ/NiCrAlY composites were dominantly controlled by sintering temperature and volume fraction of NiCrAlY, showing the traditional brittle behavior in PSZ monolith and the combined behavior between brittleness and plasticity upto 80 vol%-NiCrAlY composites. Sintering temperature indicated ultimate properties at each composition showed continuous change from 1400°C in PSZ monolith to 1200°C in NiCrAlY monolith, showing maximum difference of 200°C in sintering temperature, which was the optimized gradient temperature for the co-sintering of PSZ and NiCrAlY monoliths, and composites.

Key words : Plasma activated sintering(PAS), Modified small punch(MSP), PSZ/NiCrAlY composites, Sintering temperature, Fracture toughness, Co-sintering

1. 서 론

재료의 열차폐 특성 향상을 위해 연구되고 있는 기존의 열차단 코팅(thermal barrier coating)이나 금속/세라믹 접합 등은 이중 재료의 물성차이에 기인하는 높은 열응력으로 금속의 소성변형, 세라믹스에서의 균열, 코팅 및 접합재료 계면에서의 박리 등과 같은 다양한 결함들을 발생시키게 된

다. 이러한 결함들을 제어하기 위해 제안된 새로운 개념의 재료가 경사기능재료(Functional Graded Material: 이하 FGM으로 약함)이다. FGM은 계면에서 발생하는 열응력을 조성 및 미세구조의 연속적 변화로서 제어하고자 하는 것으로, 세라믹스에서 금속으로 조성을 연속적으로 변화시킬 경우 중간층에 의해 각 재료물간의 열팽창계수, 미세구조, 열응력 등의 차이를 연속적으로 변화시켜 열응력 및 다양한 결

합 등을 억제시킬 수 있다.¹⁻³⁾ 이와 같이 우수한 특성발현이 기대되는 FGM의 제조에 있어서 대두되는 문제점으로는, 특히 세라믹스와 금속을 출발물질로 사용할 경우, 소결온도 차이로 인해 출발물질의 동시소결이 어렵다는 것이다.

이러한 소결온도의 차이는 최근 연구되어지고 있는 통전 활성 소결법(Plasma Activated Sintering: 이하 PAS로 약함)을 이용하여 온도경사를 부여함으로써 제어할 수 있으며, FGM 제조 시 각 조성의 최적 소결온도에서 소결을 할 수 있다. PAS는 몰드의 설계에 따라 온도경사를 부여할 수 있다는 것 외에도 상압소결법(pressureless sintering), 열간소결법(hot pressing), 열간가압소결법(hot isostatic pressing)에 비해 매우 짧은 시간내에 고밀도 소결체의 제조, 입자성장의 억제, 불순물의 석출과 같은 바람직하지 않는 상 생성의 억제 등 다양한 장점을 갖추고 있다.⁴⁾ PAS법이 짧은 시간내에 소결을 완료할 수 있는 이유로는 소결 초기단계에서 DC pulse를 가해 플라즈마를 발생시켜 분말표면에 있는 산화피막을 제거하므로써 분말표면의 활성화 및 물질이동을 쉽게 하여 neck 형성을 빠르게 이룰 수 있으며,^{5,6)} 그 다음 단계에서 분체에 conventional DC를 통전시켜 neck 주위의 집중저항과 경계저항에 의해 저항가열 되어 빠른 승온속도로 표면확산을 억제함으로써 입자성장이 최소화되기 때문이다.⁵⁾ 또한, 압력적용으로 분말간의 접촉을 증가시키고 확산거리를 감소시켜 소결의 촉진이 이루어진다.^{4,5)} 결국 PAS법을 이용함으로써 기존 소결법 보다 기계적 특성이 우수한 소결체를 제조할 수 있으며, FGM 제조 시 온도경사를 주어 각 조성의 최적 소결온도에서 소결을 할 수 있고, 소결과 동시에 이종재료를 접합시킬 수 있어 최적 상태의 FGM을 제조할 수 있을 것으로 기대된다.

따라서, 본 연구의 목적은 PAS법을 이용한 다층구조의 FGM을 제조하기 위해 필요한 사전연구로서, 부분안정화 지르코니아(Partially Stabilized Zirconia: 이하 PSZ으로 약함)와 NiCrAlY를 이용하여 단상 및 FGM 제조를 위해 고려되는 각 조성비의 복합체를 제조할 때 최적 물성을 나타내는 소결온도를 고찰하는데 있다. 이를 위해 소결된 단상 및 복합체의 밀도 및 경도를 조사하였으며, 개량형 소형편치 시험법을 이용하여 파괴응력, 파괴인성을 관찰하였다. 또한 NiCrAlY의 조성비가 이들 물성에 미치는 영향에 대하여 고찰하였다.

2. 실험방법

2.1. 출발원료 및 소결체 제조

본 연구에 사용된 세라믹스 분말로는 우수한 기계적 특성과 열적특성(낮은 열전도도로 인한 우수한 열차폐 특성), 그리고 고온 안정성이 뛰어난 PSZ(Tosho Corp., Japan)를 사용하였으며, 금속 분말로는 우수한 내산화 및 내식성 그리고 높은 부착력을 갖는 NiCrAlY(METCO Corp., USA)를 사용하였다. 이들 PSZ 분말과 NiCrAlY 분말의 기본적 물성은 Table 1과 2에 나타내었다.^{7,8)} 각 층의 조성비는 NiCrAlY의 체적함유량을 변화시켜 100 vol%-PSZ, 80 vol%-PSZ/20 vol%-NiCrAlY, 60 vol%-PSZ/40 vol%-NiCrAlY, 40 vol%-PSZ/60 vol%-NiCrAlY, 20 vol%-PSZ/80 vol%-NiCrAlY, 100 vol%-NiCrAlY로 설정하였으며, 이들 6종류의 분말을 에탄올과 ZrO₂ ball을 이용하여 24시간 습식 ball mill하여 항온건조기에서 완전히 건조시켰다. 소결 장치인 PAS장치(ELTEK CO., LTD, Korea)의 구성도를 Fig. 1에 나타내었으며,³⁾ PAS장치는 압축용 유압장치, 전원 공급장치, chamber, 냉각 장치로 구성되어 있다. PAS법에 의한 제조공정은 Fig. 2에서 자세히 나타내었다⁹⁾: stage 1은 가압공정으로 유압장치를 이용하여 소결용 분말에 압력을 가하며, 이 압력은 소결이 종결될 때까지 유지하게 된다; stage 2는 DC pulse를 분말에 가해 플라즈마가 발생되고, 이 플라즈마의 충격에 의해 산화피막 및 흡착가스가 제거된다; stage 3은 활성화된 분말에 전류를 통전시켜 분말을 가열하여 소결을 진행시킨다; Stage 4는 소결 종결단계로서 전원은 제거되고 시편을 냉각시키는 단계이다.

준비된 6종류의 분말을 내경 20 mm, 외경 45 mm인 graphite die에 넣어 다이(die)의 산화 방지와 시험편의 재연성 향상을 위해 진공(0.1 torr)상태에서 30 MPa로 일축가압하여 1000-1500°C 온도 사이에서 2분간 소결시켜 상온으로 냉각시켰으며, 이때 최종 소결체 크기는 직경 20 mm, 두께 1 mm로 제조되었다.

2.2. 특성평가

각 조성비(6종류의 조성비)의 소결체에 대하여 소결온도에 따른 밀도와 경도변화를 측정하였다. 밀도는 Archimedes

Table 1. Characteristics of 3 mol% Y₂O₃-Doped ZrO₂ Powder Used in This Study⁷⁾

Materials	Properties	Melting Point (°C)	Density (g/cm ³)	Mean Particle Size (μm)	Modulus of Elasticity (GPa)	Poisson's Ratio
3 mol% Y ₂ O ₃ -ZrO ₂		2719	6.05	0.024	186(20°C)	0.31

Table 2. Chemical Compositions (wt%) and Characteristics of NiCrAlY Used in This Study⁸⁾

Ni	Cr	Al	Y	Density (g/cm ³)	Mean Particle Size (μm)	Melting Point (°C)	Modulus of Elasticity (GPa)	Poisson's Ratio
Bal.	2123	79	0.81.2	7.00	38-106	1320	124	0.23

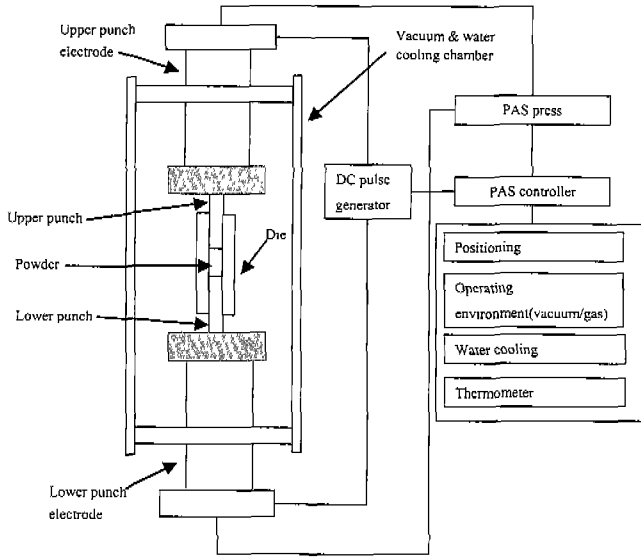


Fig. 1. Schematic diagram of plasma activated sintering process.

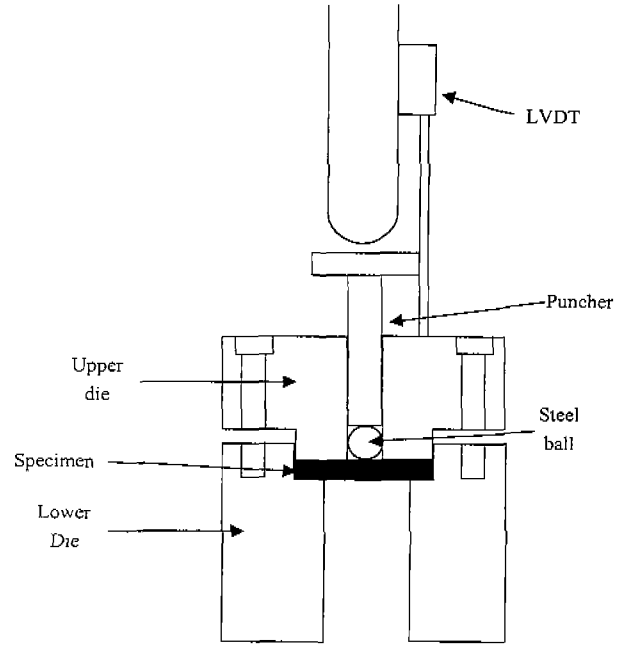


Fig. 3. Schematic diagram of modified small punch tests.

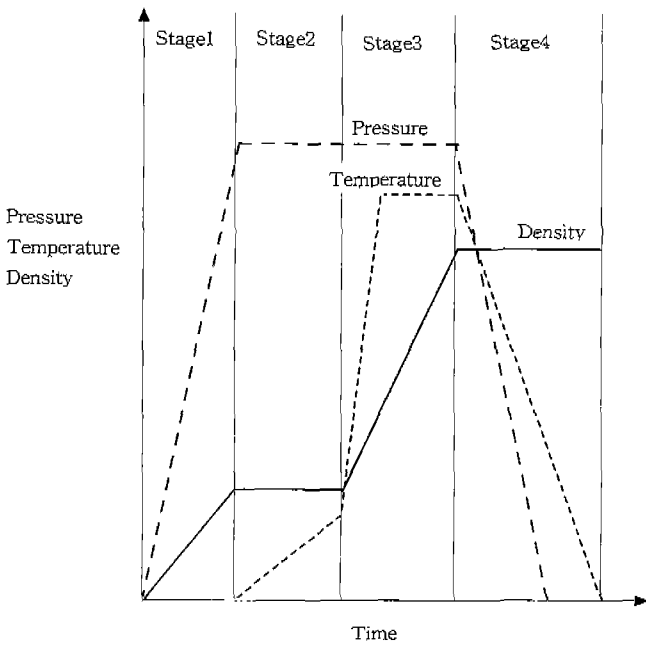


Fig. 2. Pressure, temperature and density profiles in plasma activated sintering.

원리를 이용하여 측정하였으며, 경도는 경도기(Mitutoyo, AVK-C2, Japan)를 이용하여 3 Kg 하중으로 15초간 압흔한 후 압흔의 대각선 길이를 평균하여 경도 값을 산출하였다. 각 조성비의 소결체에 대한 파괴인성값을 측정하기 위해 개량형 소형펀치 시험법(Modified Small Punch: 이하 MSP로 약함)을 이용하였으며, MSP시험법에 사용된 시편은 1 mm 두께로 소결된 시편을 다시 두께 0.5 mm로 연마한 후 low speed cutter(Minitom, Struers, Denmark)를 이용

하여 10 mm×10 mm 크기의 정사각형으로 절단하였다.

MSP 시험을 위한 장치도는 Fig. 3에 개략적으로 나타내었다.¹⁰⁾ 실험장비는 만능재료시험기(TMS-10, DEAYEONG Testing, Korea)를 사용하였으며, 크로스헤드 속도(cross head speed)는 0.1 mm/min로 행하였다.¹¹⁾ Fig. 3에서 나타낸 것과 같이 시험편은 하부 다이에 의해 지지되고 하부와 상부 다이를 네 개의 나사로 고정시킴으로써 시편이 위쪽으로 굽혀지는 현상을 막아 하중을 시편의 중앙부위에 집중할 수 있도록 해주었다. 하중은 펀치(Puncher)에 의해 가해지며, 변위는 LVDT(Linear Variable Differential Transformer : LVDT)를 이용하여 측정하였으며, 이때 사용한 볼은 Steel 볼 (d=2.4 mm)을 사용하였다. 이러한 MSP 시험법에 의한 파괴강도, 파괴인성은 다음식을 이용하여 계산하였다.^{12,13)}

$$\sigma_f = \frac{P}{2t^2}(1+\nu) \left[0.485 \ln \frac{a}{t} + 0.52 + \frac{3}{2\pi(1+\nu)} \right] \quad (1)$$

$$K_{IC} = 0.07 (\sigma_f)^{2/3} \quad (2)$$

여기서, P는 펀치하중, ν는 포아송비(Poisson's Ratio), t는 시편두께, a는 상부 다이 구멍의 반경이다.

MSP 시험 후 시편의 파괴현상(MSP 시험 후의 시편편의 표면) 및 파단면을 관찰하기 위해 전자현미경(SEM, S2400, HITACHI, Japan)을 이용하였으며, 이때 파괴현상 및 파단면은 단상 및 PSZ/NiCrAlY 복합체에서 최고의 파괴인성값을 나타내는 소결온도에서 제조된 시편편에 대한 것을 관찰하였다.

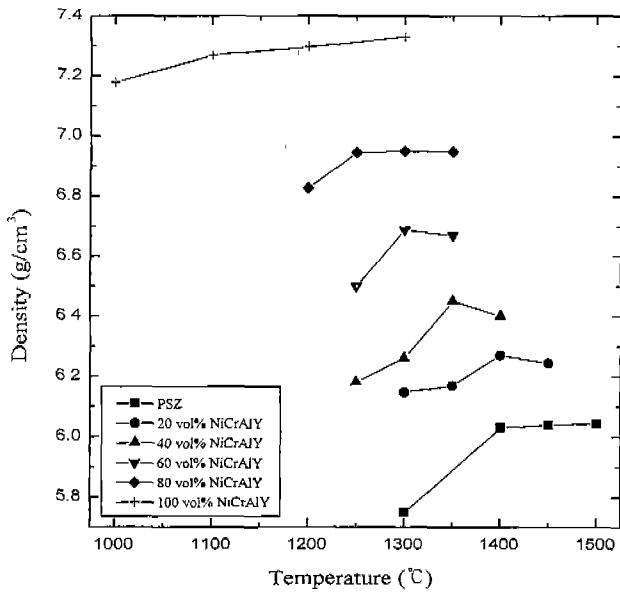


Fig. 4. Variation of density as a function of NiCrAlY volume fraction and sintering temperature.

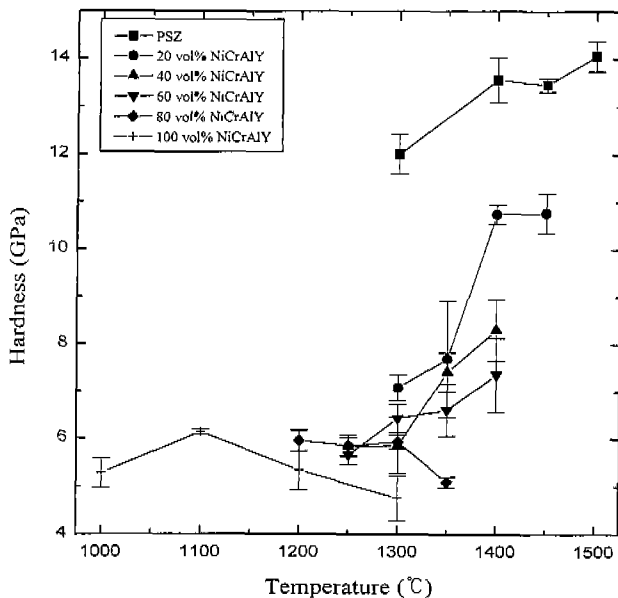


Fig. 5. Variation of hardness as a function of NiCrAlY volume fraction and sintering temperature.

3. 결과 및 고찰

3.1. 단상 및 복합체의 소결특성

각 조성비의 소결체에서 소결온도 변화에 따른 밀도와 경도변화를 Fig. 4와 5에서 나타내었다. 밀도는 각 조성비의 소결체에서 소결온도 증가에 따라 전체적으로 증가하는 경향을 나타내었으며, 각 조성비의 소결체에서 이론밀도를 나타내는 소결온도는 다음과 같았다: 100 vol%-PSZ; 1400°C, 80 vol%-PSZ/20 vol%-NiCrAlY; 1400°C, 60 vol%-PSZ/

40 vol%-NiCrAlY; 1350°C, 40 vol%-PSZ/60 vol%-NiCrAlY; 1300°C, 80 vol%-PSZ/20 vol%-NiCrAlY; 1250°C, 100 vol%-NiCrAlY; 1100°C. 본 연구에서 출발물질로 사용한 NiCrAlY의 경우 이론밀도가 7.0 (g/cm³)이지만 밀도측정에서 높은 밀도를 나타내는 것은 소결과정 동안 NiCrAlY 입계에 석출되는 반응층 (reaction layer)에 기인하는 결과로 사료된다. 이러한 입계의 반응층은 주로 Al, Y, O로 이루어져 있으며, 낮은 온도(1000°C)에서는 이트리아(Y₂O₃) 및 알루미나(Al₂O₃), 혹은 aluminum oxynitride의 형태로, 그리고 높은 온도에서는(1200°C) 이트리아(Y₂O₃) 형태로 석출될 것으로 생각되어진다. 전반적으로 각 조성비의 소결체에서 NiCrAlY의 밀도가 PSZ 보다 높기 때문에 같은 온도에서 소결이 이루어져도 NiCrAlY 부피분율이 증가에 따라 소결체의 밀도는 증가함을 알 수 있었다. 또한, 이론밀도에 근접하는 소결온도까지는 pore 감소가 나타나고, 이론밀도를 나타내는 소결온도 이상에서는 결정립의 성장만이 지배적으로 일어남으로 밀도의 변화는 더 이상 나타나지 않게 되었다.

각 조성비의 소결체에서 소결온도에 따른 경도값의 변화는 20 vol%-PSZ/80 vol%-NiCrAlY과 단상의 NiCrAlY 경우 외에는 소결온도 증가에 따라 경도가 증가하는 경향을 나타내었으며, 두 경우(20 vol%-PSZ/80 vol%-NiCrAlY 및 단상의 NiCrAlY)의 소결체에서 나타나는 경도변화는 입계에서의 반응층 생성에 의한 것으로 사료된다. 경도변화는 NiCrAlY 부피분율이 20 vol% 조성에서는 소결온도 변화에 급격한 영향을 받는 반면, 60 vol% 조성에서는 소결온도 변화에 따라 선형적인 증가경향을 나타내었다. 또한, NiCrAlY의 부피분율이 40 vol%인 경우의 경도변화는 20 vol%와 60 vol%의 중간적인 변화거동을 나타내었다. Fig. 5에서 나타낸 것과 같이 소결온도 변화에 따라 경도의 증가폭이 PSZ의 부피분율이 높은 조성(단상의 PSZ 및 20 vol%-NiCrAlY)에서는 크게 나타났는데 이것은 PSZ의 소결성에 의해 경도가 결정되기 때문이고, NiCrAlY의 부피분율 증가에 따른 경도의 감소는 NiCrAlY이 PSZ 보다 낮은 경도를 가지기 때문인 것으로 사료된다.

밀도와 경도의 변화로부터 각 조성에서의 소결성은 소결온도 변화에 영향을 받으며, 특히 PSZ의 부피분율이 높은 조성에서 소결온도 영향이 크다는 것을 알 수 있었다. 이것은 PSZ이 NiCrAlY보다 소결온도 변화에 민감하게 영향을 받기 때문이며, PSZ이 소결온도에 민감하다는 것은 Fig. 4와 5에서 관찰할 수 있듯이 1300°C에서의 밀도 및 경도가 1400°C의 경우 보다 낮은 값을 나타낸 것으로도 알 수 있었다. 또한 NiCrAlY의 부피분율 증가에 따른 밀도 및 경도의 연속적인 변화로 소결특성이 PSZ의 소결특성에서 NiCrAlY의 소결특성으로 전이하고 있음을 알 수 있었다.

3.2. 단상 및 복합체의 파괴인성

기존의 SP(Small Punch) 시험법은 연성재료에 대한 특성

평가용 시험법으로 개발된 것으로, 이를 취성재료에 대한 특성 평가용 시험법으로 개선한 것이 MSP 시험법이다. 본 실험에서는 MSP 시험법을 이용하여 각 조성비로 제조된 소결체의 소결온도 변화에 따른 파괴인성을 측정하였으며 Fig. 6에 나타내었다. Fig. 6에서 나타난 것과 같이 NiCrAlY의 부피분율이 증가함에 따라 파괴인성 값은 증가하였으며, 모든 조성에서 소결온도 증가에 따라 파괴인성은 최대값을 나타낸 후 감소하였다. 이러한 결과는 각 조성비의 소결체에서 관찰된 밀도변화와 연관성을 가지며, 각 조성에서 최적 소결온도가 존재한다는 것을 알 수 있었다. 단상인 PSZ에서 최고 파괴인성 값을 나타낸 후 지속적인 소결온도의 증가에 따라 파괴인성이 감소한 것은 소결온도 증가에 따라 결정립의 크기가 증가하여 정방정상이 불안정해지므로 낮은 응력에서 유기응력변태가 일어난 것으로 생각된다.¹⁴⁾ 또한, 단상의 NiCrAlY에서는 소결온도가 증가함에 따른 입계에서 생성된 반응물의 재용해 및 결정립 성장에 의해 파괴인성이 감소한 것으로 생각된다.

각 조성비에서 최고 파괴인성 값을 나타내는 소결온도를 Fig. 7에 나타내었으며, NiCrAlY의 부피분율이 증가함에 따라 최고 파괴인성 값을 나타내는 소결온도는 감소하고 있음을 알 수 있으며, 이러한 결과는 소결온도에 따른 밀도변화를 관찰한 Fig. 4의 결과와 일치하는 것이다. 또한 NiCrAlY의 부피분율이 증가함에 따라 파괴인성의 증가폭이 증가하고 있으며(60 vol%-NiCrAlY 이상의 조성), 이것은 연속상은 PSZ이지만 NiCrAlY의 부피분율이 증가함에 따라 파괴인성에 미치는 NiCrAlY의 영향이 증가되고 있음을 의미한다. 단상의 PSZ와 NiCrAlY에서 최고 파괴인성 및 소결밀도를 나타내는 온도는 각각 1400°C와 1200°C로 약

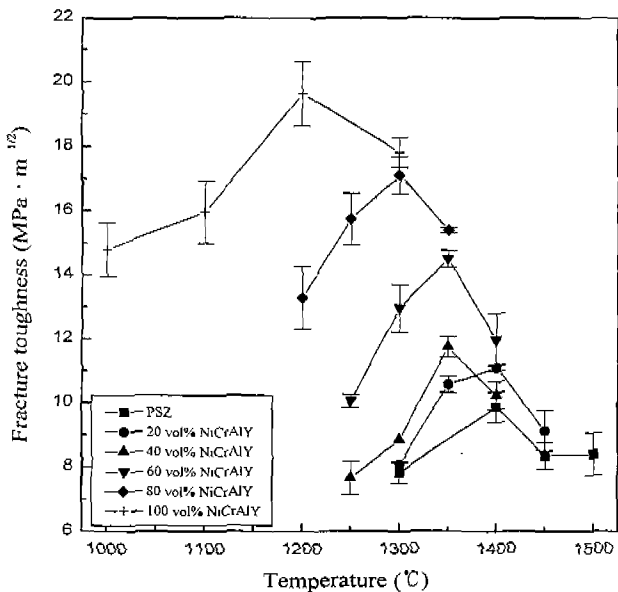


Fig. 6. Variation of fracture toughness as a function of NiCrAlY volume fraction and sintering temperature.

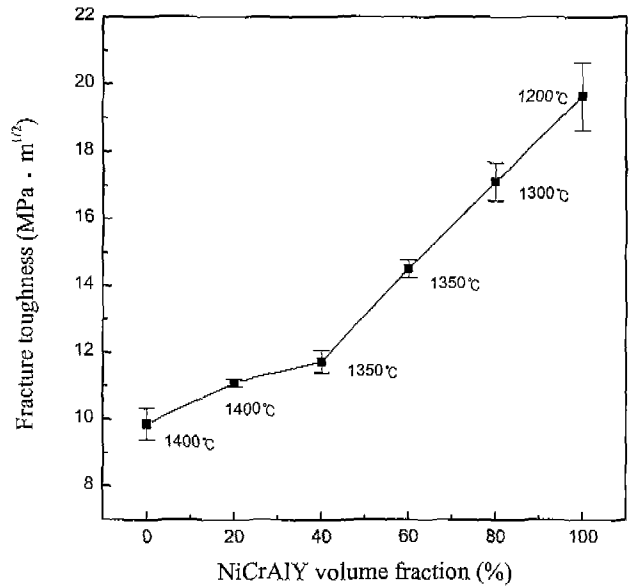


Fig. 7. Sintering temperature showing ultimate fracture toughness in monoliths and PSZ/NiCrAlY composites.

200°C의 온도차를 나타내었으며, 중간조성에서는 연속적인 변화를 나타내었다. 따라서 PSZ과 NiCrAlY를 이용한 다층의 FGM의 제조에 있어서 단상의 세라믹 및 금속과 복합체를 동시소결하기 위해서는 온도구배가 필요하다는 것을 알 수 있었다. 각 조성비에 따른 최적 소결온도는 소결체가 이룬 밀도에 근접하기 때문에 외부로부터 유입되는 산화나 부식 생성물의 유입을 막을 수 있으며, 최대 200°C의 온도구배로 각 조성비에 따라 연속적인 온도구배를 설정하여 FGM을 제조할 경우 연속적인 온도변화로 인해 열응력의 발생이 억제될 수 있으며, 이로 인해 FGM의 파괴 저항성도 향상될 것으로 기대된다.

MSP 시험법의 하중-변위 곡선은 4개의 영역, 즉 탄성굽힘 변형영역, 소성굽힘 영역, 박막 스트레칭 영역, 소성불안정 영역으로 분리된다. 일반적으로 취성재료는 탄성굽힘 변형영역만 나타나고, 금속의 체적분율 증가에 따라 소성굽힘 영역, 박막 스트레칭 영역, 소성 불안정 영역으로 전이된다.¹⁵⁾ 이에 따른 각 조성비의 PSZ/NiCrAlY 복합체에서 최고 파괴인성을 나타내는 소결온도의 하중-변위 곡선을 Fig. 8에 나타내었다. Fig. 8에서 관찰할 수 있듯이 단상의 PSZ은 전형적인 취성거동을 나타내었으며, 시편의 중앙부에서 최대 탄성굽힘 응력에 의해 파괴가 일어나게 됨을 알 수 있었다. 20 vol%-NiCrAlY 복합체에서는 연성이 증가하여 MSP 시험의 하중-변위 곡선에서 4개 영역이 모두 나타나기 시작하였으며, NiCrAlY의 부피분율이 증가함에 따라 하중-변위곡선이 증가하여 조성의 연속적인 변화를 확인할 수 있었다. 금속의 조성비가 60 vol%-NiCrAlY 이상인 경우에는 20 vol%-NiCrAlY, 40 vol%-NiCrAlY의 경우 보다 하중과 변위량의 증가폭이 커짐을 관찰할 수 있었다. 또한, 전형적

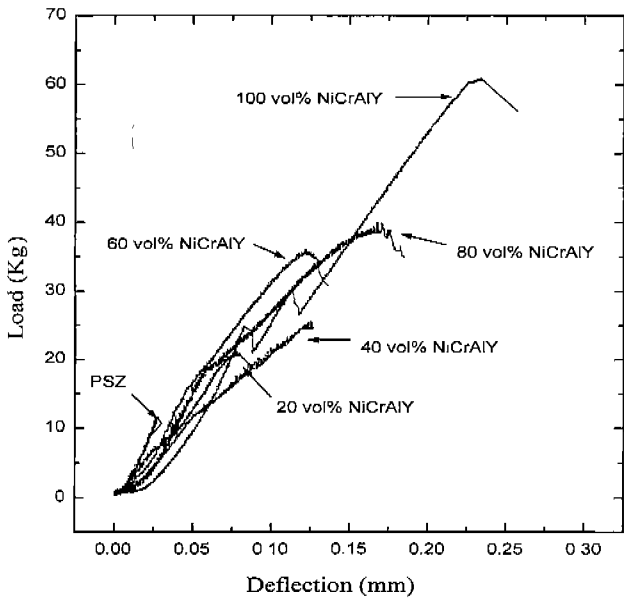


Fig. 8. Load deflection curves of monoliths and PSZ/NiCrAlY composites in sintering temperature showing ultimate fracture toughness.

인 소성특성을 나타내는 단상의 NiCrAlY에서는 약 25 Kg 과 30 Kg의 하중에서 macro 균열이 일어남을 알 수 있으며, 이러한 macro 균열이 일어났음에도 불구하고 파괴는 약 60 Kg에서 일어났다. 이와 같이 금속의 조성비 증가에 따른 하중-변위 곡선에서의 급격한 증가폭은 파괴인성의 증가를 나타낸다고 할 수 있다.

3.3. 복합체의 파괴형상 및 파단면

각 조성비의 소결체에서 최고 파괴인성 값을 나타내는 소결온도에서 제조된 시험편의 MSP 시험법에 의한 파괴형상의 표면사진을 Fig. 9에서 나타내었다. 단상의 PSZ에서는 전형적인 취성파괴의 형태를 나타내었으며, 'X'자형의 중심부가 하중을 가한 볼의 중심이다. NiCrAlY의 부피분율이 20 vol%에서 80 vol%까지는 비슷한 파괴양상을 보이고 있으며, 파단면의 중심부에는 'X'자형의 균열을 보이고 있다. 그러나 단상의 NiCrAlY에서는 방사형으로 벌장(bulging)되었으며, 지름 방향의 균열이 지배적이며 원주방향으로 균열이 진행되어 파괴가 일어남을 알 수 있었다. 이와 같이 높은 NiCrAlY 부피분율에서도 부분적인 취성특성을 나타내는

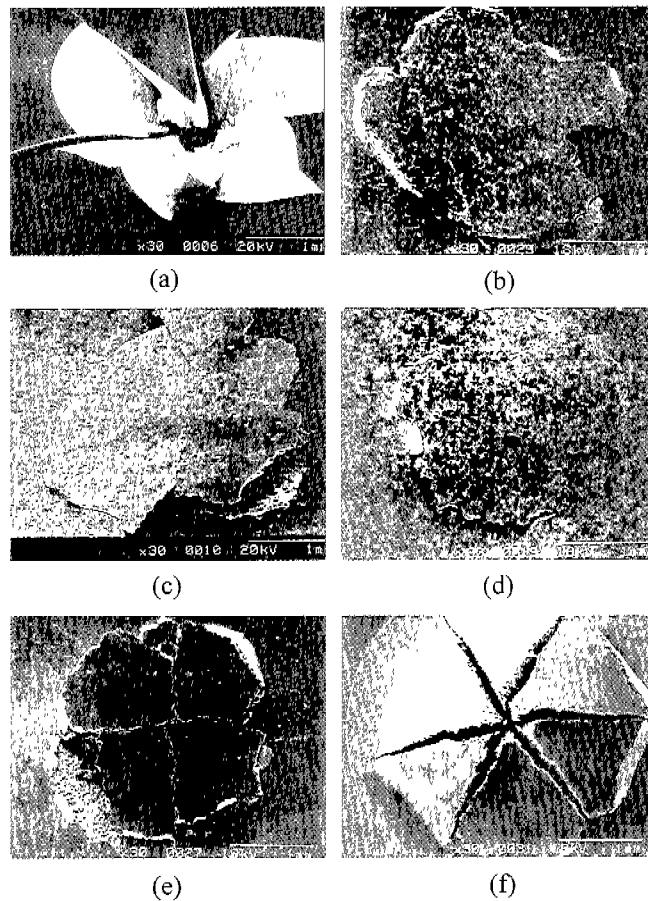


Fig. 9. Fractographics of monoliths and composites after modified small punch tests: (a) 100 vol%-PSZ, (b) 80 vol%-PSZ/20 vol%-NiCrAlY, (c) 60 vol%-PSZ/40 vol%-NiCrAlY, (d) 40 vol%-PSZ/60 vol%-NiCrAlY, (e) 20 vol%-PSZ/80 vol%-NiCrAlY and (f) 100 vol%-NiCrAlY.

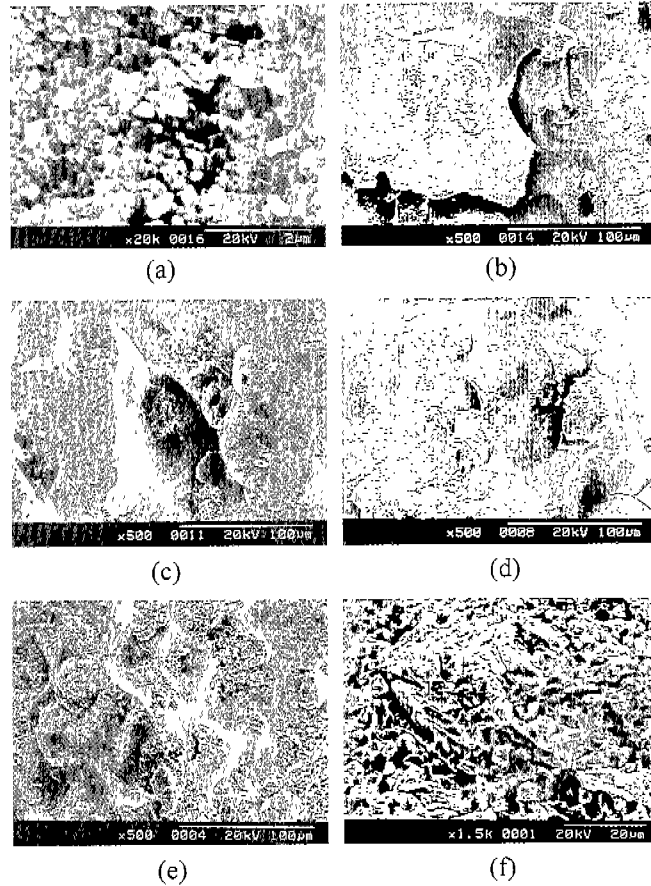


Fig. 10. SEM photographs in fracture surface of monoliths and composites: (a) 100 vol%-PSZ, (b) 80 vol%-PSZ/20 vol%-NiCrAlY, (c) 60 vol%-PSZ/40 vol%-NiCrAlY, (d) 40 vol%-PSZ/60 vol%-NiCrAlY, (e) 20 vol%-PSZ/80 vol%-NiCrAlY and (f) 100 vol%-NiCrAlY.

것은 출발물질인 PSZ의 입도가 금속상인 NiCrAlY에 비해 매우 미세하므로 복합체에서의 연속상이 80 vol%까지 PSZ이기 때문으로 생각되며, Fig. 8에서도 이러한 결과를 예측할 수 있었다.

Fig. 10에서는 각 조성비의 복합체에서 MSP 시험 후 최고 파괴인성 값을 나타내는 소결온도에서 제조된 시편의 파단면 사진을 나타내었다. 단상의 PSZ에서는 입계를 통해 파괴가 일어났으며, 단상의 NiCrAlY에서도 NiCrAlY의 분말 내의 결정립들의 입계를 통해 균열이 전파되었음을 알 수 있었다. 20 vol%-, 40 vol%-, 60 vol%-, 80 vol%-NiCrAlY에서의 복합체에서는 연속상이 PSZ로 이루어져 있으므로 균열은 연속상인 PSZ을 통해 전파해 나갔으며, 균열이 NiCrAlY 분말 주위로의 회전과 NiCrAlY 분말을 전단하면서 진행되었음을 관찰할 수 있었다. 균열이 NiCrAlY 분말 주위로 회전해서 진행한 것은 NiCrAlY의 부피분율이 낮은 조성에서 주로 일어났으며, NiCrAlY의 부피분율이 높은 조성에서는 균열이 NiCrAlY 분말을 전단하여 진행되었다. 따라서 각 조성비의 소결체에 대한 파괴양상 및 파단면의 비교로부터 NiCrAlY의 부피분율이 증가함에 따라 NiCrAlY 분

말을 전단하여 균열이 진행하는 경향이 증가되며, 이것은 인성증가에 영향을 미침을 알 수 있었다.

4. 결 론

본 연구에서는 PAS법으로 각 소결온도에서 단상 및 PSZ/NiCrAlY 복합체를 제조하였으며, 이에 대한 특성평가를 MSP 시험법으로 측정하였다. 그 결과 다음과 같은 결론을 얻을 수 있었다.

1. 각 조성비의 소결체에서 밀도는 소결온도 증가에 따라 선형적으로 증가하면서 이론밀도에 도달하였으며, PSZ의 경우가 NiCrAlY 보다 소결온도에 민감하게 영향을 받았다.
2. NiCrAlY의 부피분율이 20 vol%인 경우는 경도가 소결온도에 민감하게 영향을 받았으며, 부피분율이 증가됨에 따라 경도에 미치는 소결온도의 영향은 감소하였다. 또한, 높은 NiCrAlY의 조성비(80 vol% 이상)에서는 소결온도 증가에 따라 감소하는 경향을 나타내었다.
3. 단상 및 PSZ/NiCrAlY 복합체에서 NiCrAlY 부피분율이 0 vol%에서 100 vol%까지 증가됨에 따라 최적 소결온

도는 1400°C에서 1200°C로 변화되었으며, 중간조성에서는 금속상의 부피분을 증가에 따라 최적 소결온도는 연속적으로 감소되었다.

4. 밀도, 경도, 파괴인성 값으로부터 최고의 물성값을 나타내는 소결온도는 조성비에 따라 차이를 두면서 존재하였으며, FGM 제조 시 출발물질로 PSZ와 NiCrAlY를 사용할 경우 최고의 물성값을 얻기 위해서는 최대 온도구배를 200°C로 설정하여 제조하여야 함을 알 수 있었다.

감사의 글

본 연구는 1998년도 한국학술진흥재단의 연구비지원에 의해 수행되었으며 이에 감사 드립니다.

REFERENCES

1. A. Kawasaki and R. Watanabe, "Fabrication of Disk-Shaped Functionally Gradient Materials by Hot Pression and Their Thermomechanical Performance," Ceramic Transactions, Ed. by J. B. Holt, M. Koizumi, T. Hirai and Z. A. Munir, Am. Ceram. Society, pp. 157-164, 1993.
2. R. L. Williamson and B. H. Rabin, "Numerical Modeling of Residual Stress in Ni-Al₂O₃ Gradient Materials," Ceramic Transactions, Ed. by J. B. Holt, M. Koizumi, T. Hirai and Z. A. Munir, Am. Ceram. Society, pp. 55-64, 1993.
3. M. Tokita, "Functionally Gradient Materials and Unique Synthetic Processing Methods for Next-Generation Powder Technology," *J. Soc. Powder Tech. Jpn.*, **30**(11), 790-804 (1995).
4. S. H. Yoo, "Fundamental Studies in PAS using Fe and Fe-based Materials," Academic Press, University of California, Davis, 1994.
5. J. R. Groza, S. H. Risbud and K. Yamazaki, "Plasma Activated Sintering a Novel Versatile Consolidation Process," Plasma Synthesis and Processing of Materials, Ed. by K. Upadhyaya, Minerals Metals & Mater. Soc., pp. 85-93, 1993.
6. G. S. Choi, J. Y. Kim and D. H. Lee, "Resistance/Spark Sintering under Pressure of Intermetallic TiAl Powders," *J. Kor. Inst. Met. & Mater.*, **30**(7), 840-847 (1992).
7. Y. G. Jung and S. G. Choi, "A Study on Zirconia/Metal Functionally Gradient Materials by Sintering Method(III)," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **32**(12), 1337-1348 (1995).
8. J. H. Song, J. K. Lim and S. H. Chun, "Thermal Stress Analysis of Functionally Graded Ceramic/Metal Composite (I)," *Trans. Kor. Soc. Mech. Eng. A*, **21**(3), 439-446 (1997).
9. J. E. Hensley, Jr., S. H. Risbud, J. R. Groza and K. Yamazaki, "Plasma-Activated Sintering of Aluminum Nitride," *J. Mater. Eng. Perform.*, **2**(5), 665-670 (1993).
10. J. S. Ha, E. Heury, K. W. Song, S. W. Jang and P. S. Ji, "Assessment of Ductile-Brittle Transition Behavior of Cr Mo Steel by Small Punch Test," 대한기계학회 추계학술대회논문집 A, 1065-1070 (1997).
11. J. H. Song, J. K. Lim and S. H. Shung, "Evaluation of Fracture Toughness and AE Characteristics in Functionally Gradient Material by means of MSP Test," 대한기계학회 논문집, **19**(3), 631-638 (1995).
12. Special Publication of Natl. Aerospace Lab., FGM 개발을 위한 SP/MSP시험법, 항공우주기술연구소, Japan, 1992.
13. M. Saito, H. Takahashi, H. D. Jeong, A. Kawasaki and R. Watanabe, "Evaluation of Fracture Toughness for Metal/Ceramics Composite Materials by Means of Miniaturized Specimen Technique," 일본기계학회 논문집(A편), **57**, 50-57(1991).
14. L. Gao, T. S. Yen and J. K. Gue, "Influence of ZrO₂ Particle Size on Toughening in HOT-Pressed Y-TZP," Advances in Ceramics, Vol. 24, Science and Technology Zirconia III, The American Ceramic Society, Inc., 1998.
15. E. Fleury and J. S. Ha, "Small Punch Test to Estimate the Mechanical Properties of Steel of Steam Power Plant: I. Mechanical Strength," *Inter. J. Press. Vess. and Pip.*, **75**, 699-706 (1998).