

알루미나 복합재료의 기계적 성질과 미세조직에 미치는 SiC 휘스커 및 입자 첨가의 영향

이영규 · 김준규 · 조원승 · 최상욱
인하대학교 재료공학부
(2000년 4월 18일 접수)

Effects of SiC Whisker and Particle on Mechanical Properties and Microstructure of Alumina Composites

Young-Gue Lee, Jun-Gyu Kim, Won-Seung Cho and Sang-Wook Choi

School of Materials Science and Engineering, Inha University, Inchon, 402-751, Korea

(Received April 18, 2000)

초 록

알루미나 단미의 기계적 성질을 향상시키고자, 1850°C에서 1시간 동안 열간 가압소결에 의하여 SiC 입자 및 SiC 휘스커를 단독으로 혹은 동시에 첨가한 알루미나 복합재료를 제조하여 기계적 성질과 미세조직을 조사하였다. 20 vol%의 SiC 입자 혹은 휘스커 첨가에 의하여, 알루미나 복합재료의 강도는 단미의 360 MPa에서 각각 640 MPa, 650 MPa로 향상되었다. 20 vol%의 SiC 입자 혹은 휘스커를 첨가한 복합재료의 파괴인성은 각각 $3.5 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$, $5.5 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 를 나타내었다. 20 vol%의 SiC 휘스커와 2 vol%의 SiC 입자를 동시에 첨가한 다중강화 복합재료의 강도와 파괴인성은 각각 790 MPa, $5.0 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 로 증가하였다. 이와 같이 알루미나 단미에 비해 강도 및 파괴인성이 향상된 것은 입자에 의한 결정립 미세화 효과와 휘스커에 의한 균열편향, pull-out의 영향으로 생각된다.

ABSTRACT

In order to improve mechanical properties of alumina monolith, alumina composites reinforced with SiC particles and/or SiC whiskers were prepared by hot-pressing at 1850°C for 1 h. In this study, the mechanical properties and microstructures of alumina composites were investigated. By the addition of 20 vol% SiC particles or SiC whiskers, the flexural strengths of alumina composites were increased from 360 MPa of alumina monolith up to 640 MPa or 650 MPa, respectively. The fracture toughness of composites with 20 vol% SiC particles or SiC whiskers showed $3.5 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ or $5.5 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$, respectively. The flexural strength and fracture toughness of multi-toughened composites with 20 vol% SiC whiskers and 2 vol% SiC particles were increased to 790 MPa and $5.0 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$, respectively. This improvement of flexural strength and fracture toughness compared with alumina monolith was considered to be mainly due to the grain size refinement by particles, and crack deflection and pull-out by whiskers.

Key words : Alumina composite, Microstructure, Strength, Fracture toughness

1. 서 론

알루미나는 알루미늄과 산소와의 강한 결합으로 인해 산화물 중에서 가장 경도가 높고, 화학적으로도 안정하다. 따라서 내마모성, 내식성 등을 이용한 구조 세라믹으로 널리 사용되고 있으나, 파괴인성이 낮은 단점을 가지고 있다. 따라서 알루미나의 응용분야를 더욱 확대시키기 위해서는 강도와 파괴인성 등의 기계적 성질의 향상이 요구된다. 알루미나의 강도 및 인성을 향상시키기 위한 방법으로 섬유,¹⁾ 입자,^{2,3)} 휘스커^{4,8)} 등의 강화재를 첨가한 복합재료에 대한 연구가 활발히 이루어져 왔다. 이 중에서도 입자 및 휘스커 강화 복합재료는 섬유강화 복합재료에 비하여 종래의 분말 야금법에 의한 제조가 용이하다는 장점을 가지고 있다.

휘스커 첨가 복합재료는 주로 휘스커에 의한 균열편향 (crack deflection), pull-out, 가교 (bridging) 등^{4,6)}의 고인성 기구에 의한 파괴인성의 향상이 기대되므로 1980년대 초반부터 연구되어 왔다. 휘스커 복합재료에 있어서의 첨가 휘스커로는 SiC 및 Si_3N_4 등이 연구되어 왔으며, 이중 SiC 휘스커는 고온에서 화학적으로 안정하며 고탄성인 장점을 가지고 있으므로 널리 사용되고 있다. 특히, SiC 휘스커를 첨가한 알루미나 복합재료는 Ni기 초합금(Inconel 718)의 절삭에 있어서, 사이알론 등의 기존 공구재료에 비하여 우수한 절삭성능을 나타내고 있어,^{9,10)} 현재 절삭공구로서 실용화 되고있다. 한편, Niihara 등에 의하면 조대한 SiC 입자에 의한 pinning 효과와 미세한 SiC 입자의 Al_2O_3 입내 혼입에 의한 부입계 (sub-grain boundary)의 발생이 알루미

나 매트릭스를 더욱 미세화시켜 강도를 향상시키는 것으로 보고하고 있다.²⁾

이상의 휘스커 및 입자 첨가 복합재료에 관한 연구결과에 의하면, 휘스커 첨가 복합재료는 입자 첨가 복합재료에 비해 파괴인성의 향상폭은 크나, SiC 휘스커의 첨가량이 증가함에 따라 비용이 크게 증가하고, 휘스커들의 응집에 의하여 강도가 낮아지는 문제점이 있다. 입자 복합재료는 휘스커 복합재료와 비교하여 파괴인성의 향상 폭은 작으나 강도가 증가하는 장점을 가지고 있다.

따라서, 본 연구에서는 휘스커 복합재료, 입자 복합재료 및 휘스커 및 입자 강화재를 동시에 첨가한 다중강화(multi-toughened) 복합재료를 제조하여, 휘스커에 의한 파괴인성 향상기기와 입자에 의한 매트릭스 결정립의 미세화 효과에 의하여 알루미나의 파괴인성 및 강도를 향상시키고자 하였다. 또한, 제조한 복합재료의 미세조직 관찰을 통하여 파괴인성 및 강도 등의 기계적 성질에 미치는 SiC 휘스커와 입자첨가의 영향에 대하여 고찰하였다.

2. 실험방법

2.1. 시편제조

본 실험에서는 출발원료로 α-Al₂O₃ (0.33 μm, AKP-30, Sumitomo Co. 일본), SiC (>99.9%, 0.15 μm), β-SiC 휘스커 (TWS-100형, 직경; 0.3-0.6 μm, 길이; 5-15 μm, Tokai Carbon Co. 일본)를 사용하였다. Table 1에는 본 실험에서 제조한 시편의 조성을 나타내었다. 알루미나에 SiC 입자 및 SiC 휘스커를 20 vol%씩 단독 첨가한 P 및 W 시편, 그리고 알루미나에 SiC 입자와 SiC 휘스커를 동시 첨가한 H1~H5 시편을 제조하였다.

SiC 휘스커를 첨가한 시편의 제조에 있어서는, 우선, 알루미나 분말을 알루미나 볼밀 (350 ml)에서 70시간 동안 알루미나 볼 (직경 10 mm, 250개)을 사용하여 에틸 알콜 중에서 1차 습식 밀링하였다. 이후 SiC 휘스커를 첨가하여 초음파 분산과 교반기를 동시에 사용해서 20분 동안 분산시

킨 후 2시간 동안 에틸 알콜 중에서 2차 습식 밀링하였다. 이때 볼 밀링에 의한 휘스커의 기계적 손상을 최소화하기 위하여 알루미나 볼의 수를 절반으로 줄여서 사용하였다.

그리고 휘스커를 첨가하지 않은 시편은 각 원료를 일정 조성으로 혼합 후 72시간 동안 같은 조건에서 볼 밀링하여 혼합분말을 얻었다. 얻어진 혼합분말을 건조한 후, 체질하여 1 mm이하의 조립분말을 얻었으며, 1850°C, Ar 분위기에서 1시간 동안 30 MPa의 압력으로 열간 가압소결하여 소결체 (직경 60 mm, 두께 5 mm)를 제조하였다. 제조된 시편은 다이아몬드 절삭기를 이용하여 절삭한 후 평면연삭 하였다. 그리고 다이아몬드 페이스트(입도가 1 μm와 0.25 μm)를 사용하여 경면 연마하여 사각시편 (3×4×35 mm)을 제조하였다.

2.2. 물성 측정 및 미세구조 관찰

시편의 상대밀도는 각 시편을 파라핀 내에서 기포가 발생하지 않을 때까지 가열하여 파라핀을 함침시킨 후 수중 무게를 측정하여 다음 식에 의해 부피 밀도¹¹⁾를 측정하고, 부피밀도와 이론밀도의 비로써 상대밀도를 계산하였다. 단, 이론밀도는 원료분말의 조성과 성분원소의 밀도로부터 혼합법칙 (rule of mixture)을 이용하여 계산하였다.

시편의 강도는 만능시험기 (대경정밀공업(주), R300)를 이용하여 KS L 1591의 굽힘 강도 시험 방법¹²⁾에 따라 측정하였다. 시편의 두께와 너비는 마이크로미터를 이용하여 측정하였고, 각 시편은 다이아몬드 휠을 사용하여 모떼기를 하였다. 하부 지점 사이의 거리는 20 mm로 하였으며 시험편의 하중점에 크로스 헤드 속도 0.5 mm/min로 하중을 가하여, 시험편이 파괴될 때까지의 최대 하중을 측정하여 3점 굽힘강도를 측정하였다. 시편의 파괴인성은 압자 압입법 (indentation fracture method; IF법)¹³⁾을 사용하여 측정하였다. 압자 압입법은 각 시편을 경면 연마한 후 Microhardness tester (Wilson Instruments, TUKON MODEL 300)를 사용하여 98 N의 하중으로 Vickers 압흔을 도입한 후 한 시편당 5회 측정 후 평균하여 파괴인성을 측정하였다. 시편의 경도는 Microhardness tester를 사용하여 KS L 1603¹⁴⁾에 의해 측정하였다. 이때 하중과 Vickers 압자 압입시간은 98 N과 30 초로 하였고 5 회 측정하여 평균값을 구하였다.

광학현미경을 이용하여 각 시편의 기공분포 여부를 조사하였다. 그리고 파단면, Vickers 압흔의 전파균열과 결정립과의 상호작용을 주사 전자현미경 (SEM: X-4200, Hitachi)으로 조사하였다. 그리고 가압소결에 의한 새로운 상의 생성여부를 확인하기 위하여 각 시편을 X선 회절분석 (XRD: PW-1710, Philips, Cu Kα, 주사범위: 20~70°)하였다.

SiC 강화재 첨가에 따른 알루미나의 미세조직 변화를 조사하기 위해 투과 전자현미경(TEM: CM200, Philips)을 이용하였다. 그리고 결정립내외 입계에 존재하는 2차상의 분석을 위해 EDX분석을 행하였다. TEM 관찰용 시편은 다이

Table 1. Compositions and Symbol of Specimens

Content of SiC reinforcement (Vol%)			Symbol of specimens
Whisker	Particle	Total	
0	0	0	M
0	20	20	P
5	15		H1
10	10		H2
15	5		H3
20	0		W
20	2	22	H4
20	5	25	H5

아몬드 절삭기를 사용하여 열간가압에 수직한 면을 $4 \times 4 \text{ mm}^2$ 의 크기로 절단한 후, 다이아몬드 휠과 disk grinder (Gatan사)를 사용하여 지름 3 mm^2 , 두께 $75 \mu\text{m}$ 까지 기계적으로 연마하였다. 그후 dimple grinder (Gatan사)와 다이아몬드 페이스트를 사용하여 시편 중앙에서의 두께가 $10 \mu\text{m}$ 로 될 때까지 연마하였다. 최종적으로 이 시편들을 PIPS (Gatan사)를 사용하여 이온밀링 (Ar, 입사각도 4.5°)을 한 후 전자선에 의한 대전방지를 위해 카본을 시편의 양면에 얇게 코팅하였다.

3. 결과 및 고찰

우선, Table 1의 조성 중 알루미나 단미 (M)와 SiC 강화재의 총 첨가량이 20 vol%일때의 5가지 조성 P, H1, H2, H3, W 시편들에 대하여 상대밀도 (Ds), 굽힘강도 (FS), 파괴인성 (K_{IC}), 경도 (H_V)를 측정하여 Fig. 1에 나타내었다. 그림에 나타낸 바와 같이 소결체의 상대밀도는 조성에 관계없이 1850°C 에서 1시간동안 30 MPa 의 열간 가압조건에서 모든 시편이 99.5%이상 치밀화된 값을 보였다. 참고로, 본 실험에서 1850°C 의 고온에서 소결한 이유는 휘스커와 입자를 동시에 첨가한 시편의 경우, 1800°C 의 소결온도에서 상대밀도가 98.2%로 치밀화 되지 못했기 때문이다.

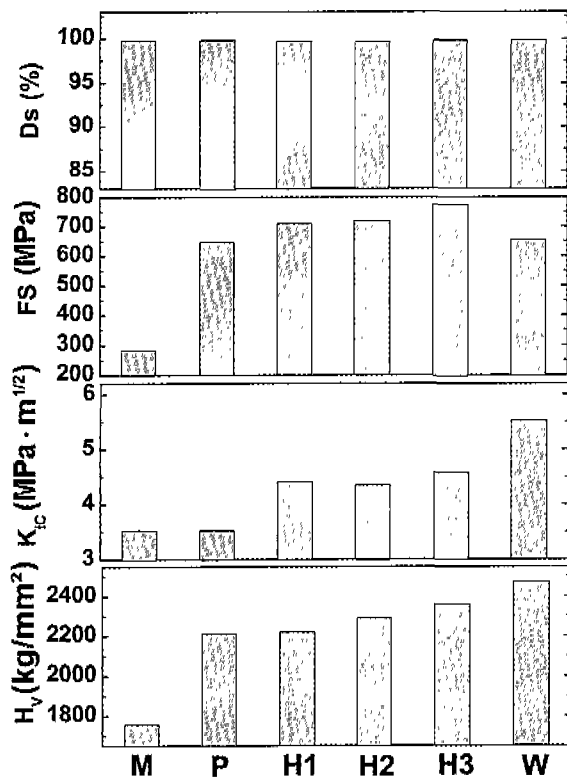


Fig. 1. Relative density (Ds), flexural strength (FS), fracture toughness (K_{IC}) and hardness (H_V) of alumina monolith and composites.

굽힘강도는 알루미나 단미의 360 MPa 과 비교하여, 입자 강화 복합재료(P)는 640 MPa , 휘스커 강화 복합재료 (W)의 경우는 650 MPa 로 약 1.8배 증가하였다. SiC 강화재의 첨가량을 20 vol%로 일정하게 하고 SiC 입자 및 SiC 휘스커의 첨가량을 변화시켜 첨가한 다중강화 복합재료 (H1~H3)의 경우 강도는 입자 혹은 휘스커를 단독으로 첨가한 시편에 비하여 약간 증가하는 경향을 나타내었다. 다중강화 복합재료중에서도 휘스커의 첨가량이 15 vol%이고 입자의 첨가량이 5 vol%인 H3 시편의 강도가 770 MPa 로 가장 높았다.

한편, 파괴인성은 전술한 바와 같이 압자 압입법을 사용하여 측정하였는데, 알루미나 단미의 경우 1850°C 의 고온에서 제조한 시편은 조대한 결정립 성장으로 인해 취약해져 정확한 파괴인성 값을 측정할 수가 없었다. 따라서, 소결온도를 1500°C 로 낮춘후 30 MPa 의 가압조건하에서 제조한 알루미나에 대해 측정한 결과 $3.5 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 을 나타내었다. 20 vol%의 휘스커를 단독으로 첨가한 W 시편의 파괴인성은 $5.5 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 을 나타내었으며, SiC 입자를 단독으로 첨가한 P 시편의 경우에는 $3.5 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 로 단미와 비슷한 값을 나타내었다. SiC 입자와 휘스커를 동시에 첨가한 다중강화 복합재료의 파괴인성은 입자 복합재료와 휘스커 복합재료의 중간정도의 값을 나타내었다. 경도는 알루미나 단미, 입자 복합재료, 다중강화 복합재료, 휘스커 복합재료의 순으로 높게 나타났다. 이것은 매트릭스인 Al_2O_3 의 탄성계수 (370 GPa)에 비해, SiC 입자 및 SiC 휘스커의 탄성계수가 각각 440 GPa 와 600 GPa ¹⁵⁾로 높기 때문인 것으로 생각된다.

이상의 알루미나의 강도 및 파괴인성에 미치는 SiC 입자 및 휘스커의 영향을 종합하면, 굽힘강도는 입자와 휘스커를 동시에 첨가한 H3 시편에서 가장 높았고, 파괴인성은 휘스커를 20 vol% 첨가한 W 시편에서 가장 높았다. 따라서 W 시편의 강도를 향상시키기 위해 W 시편에 추가로 2 vol%, 5 vol%의 입자를 각각 첨가한 H4와 H5 시편의 굽힘강도와 파괴인성을 조사하여 Fig. 2에 나타내었다. 그림에서 보는 바와 같이, 굽힘강도는 H4와 H5 시편에서 각각 790 MPa 과 780 MPa 로 W 시편의 650 MPa 에 비해 약 20%씩 상승하였다. 그리고 파괴인성은 H4와 H5 시편에서 약 $5.0 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 로 W 시편의 $5.5 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 에 비해 약간 감소된 값을 나타내었으나, 전술한 Fig. 1의 H3 시편의 파괴인성보다는 높은 값을 보였다.

한편, 본 실험에서는 1850°C 의 고온에서 제조하였으므로, 매트릭스와 강화재간의 반응여부를 확인하기 위하여 M, P, W 및 H4 시편에 대하여 XRD 분석을 행하였으며, 그 결과를 Fig. 3에 나타낸다. $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, $\beta\text{-SiC}$ 이외에 새로운 상은 관찰되지 않았다. 따라서, 고온에서도 SiC 강화재는 안정한 상태로 존재함을 알 수 있다. 다음으로 알루미나 매트릭스내에 존재하는 SiC 강화재의 분포상태를 조사하기 위해 P, W, H4의 세가지 시편의 미세조직을 TEM으로 조사

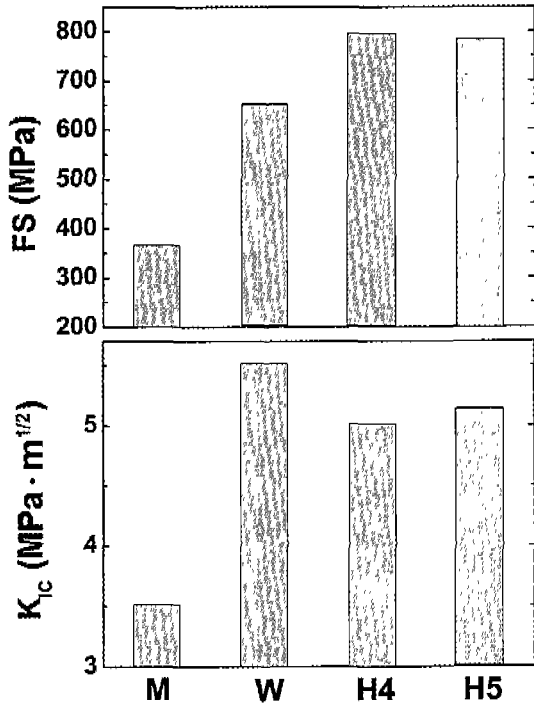


Fig. 2. Flexural strength and fracture toughness of monolith, whisker-reinforced composite and multi-toughened composites.

하였다. Fig. 4에서 보는 것과 같이, SiC 입자는 알루미나 결정립의 입내와 입계에 존재하였는데, SiC 입자크기가 약 0.1 μm 이하일 때는 주로 알루미나 결정립내에, 0.1 μm 이상일 때는 결정립계에 존재하였다. SiC 입자의 크기에 따른 입내와 입계분포의 차이는 알루미나 입계가 이동중에 SiC 입자와 같은 제 2상을 만나게 되면 제 2상이 차지하는 만큼의 입계면적이 감소된다. 따라서, 제 2상에 의해 고정된 입계가 제 2상으로부터 이탈되기 위해서는 이 감소된 에너지 $\pi r^2 \gamma_{gb}$ (r : 제 2상의 반경, γ_{gb} : 입계 에너지)만큼의 에너지가 추가적으로 필요하다.¹⁶⁾ 따라서 SiC 입자의 크기가 작은 경우에는 추가적으로 필요한 에너지가 적어서 알루미나 입내에 존재하게 되지만 조대한 SiC 입자의 경우에는

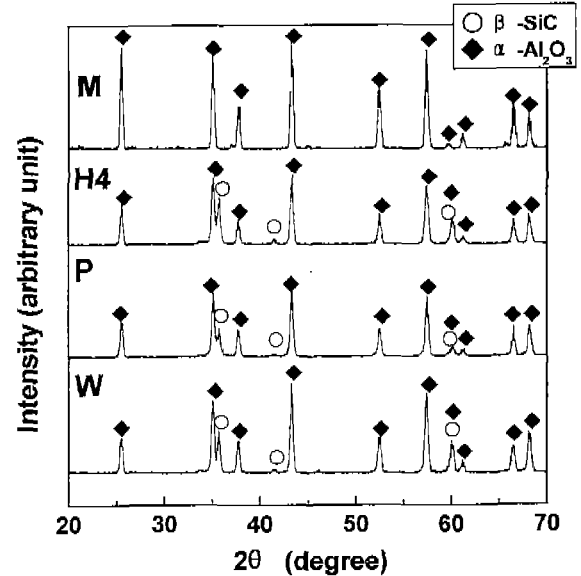


Fig. 3. XRD patterns for three kinds of hot pressed alumina monolith and composites.

필요한 에너지가 크기 때문에 알루미나 입계에 분포하게 되는 것으로 여겨진다. 다음으로 W시편에서 SiC 휘스커는 주로 입계에 위치하였으며, 그리고 H4 시편의 경우에도 두 단독첨가와 같은 양상의 조직내 강화재의 분포상태를 나타내었다.

다음으로 강도에 미치는 인자에 대해 고찰해 보았다. 세라믹스의 강도를 지배하는 인자로서는 결정립의 입경, 파괴원, 매트릭스와 강화재간의 열팽창계수의 차이에 의한 잔류응력 등이 있다.

먼저, 각 시편의 결정립 크기를 TEM조직상에서 조사한 결과 W 시편의 경우에는 결정립크기가 약 2.3 μm이었으며, P 시편의 경우에는 1.0 μm를 나타내었다. 그리고 동시첨가의 경우인 H4 시편의 경우는 1.2 μm를 나타내었다. 세가지 시편중에서 SiC 입자를 첨가한 시편에서 결정립 미세화 효과가 큼을 알 수 있으며, 이는 SiC 입자에 의한 알루미나 결정입계의 이동을 방해하는 효과와 더불어 소위 피

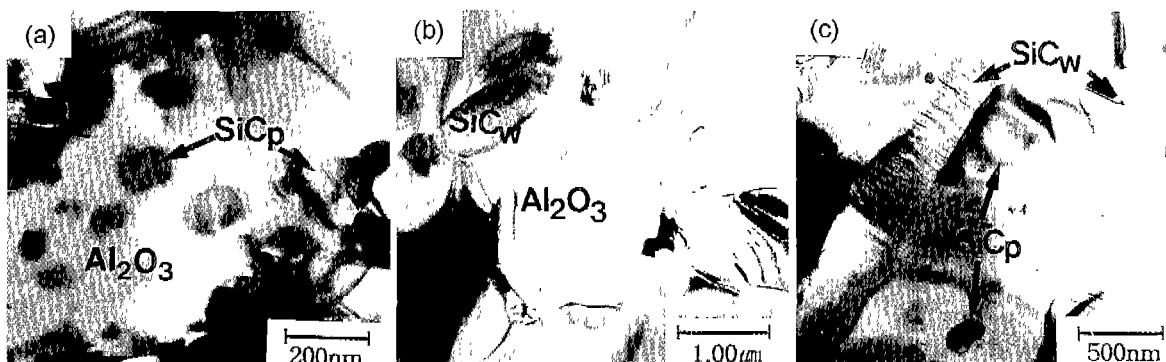


Fig. 4. Bright field TEM images of three kinds of alumina composites: (a) P, (b) W and (c) H4.

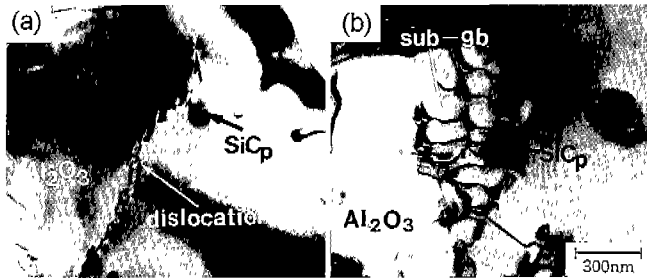


Fig. 5. TEM images of H4 specimen: (a) shows that SiC particle impedes the movement of dislocation and (b) shows sub-grain boundaries (sub-gb) around SiC particle within the Al_2O_3 grain.

닝 (pinning)현상에 의하여 알루미늄 결정립들이 미세화된 결과로 생각한다.

Fig. 5에 SiC 입자에 20 vol% SiC 휘스커와 2 vol% SiC 입자를 동시 첨가한 H4 시편의 TEM관찰 결과를 나타낸다. Fig. 5(a)는 알루미늄 입내에 존재하는 SiC 입자에 의하여 전위의 진행이 방해되는 것을 보여주며, Fig. 5(b)는 입내에 분포하는 SiC 입자주위에 많은 부입계 (sub-grain boundary)들이 발생한 것을 보여주고 있다. 따라서 매트릭스의 미세화에 부입계의 발생이 영향을 미쳤을 가능성도 있는 것으로 생각된다. Niihara는 산화물계 나노 복합재료에서의 나노입자의 역할에 대하여, 입자와 매트릭스간의 열팽창 계수의 차이에서 기인한 국부적 응력은 전위를 발생시키고 입내에 존재하는 나노입자들이 전위의 이동을 방해하여 pile-up됨으로써 부입계를 생성하는 것으로 보고²⁾한 바 있으며, 이러한 현상이 매트릭스를 미세화시키는 하나의 원인으로 생각된다. 한편, 20 vol%의 SiC 휘스커와 2 vol%의 SiC 입자를 동시첨가한 H4 시편, 즉 다중강화 복합재료에서 결정립 미세화 효과가 큰 것을 알 수 있었다. 따라서, 알루미늄 다중강화 복합재료의 굽힘강도가 향상된 것은 알루미늄 결정립이 휘스커 단독첨가의 경우보다 입자동시 첨가에 의하여 더욱 더 미세화되었기 때문으로 생각된다. 한편, 휘스커 복합재료의 경우 파괴인성이 입자 복합재료에 비해 증가하였음에도 불구하고 강도가 감소한 이유를 조사하기 위해, 파괴원을 SEM 조직상에서 조사한 결과, 휘스커를 첨가한 복합재료에서 휘스커의 응집체로 구성된 파괴원의 크기가 증가하는 경향을 보였다.

다음으로, 알루미늄 매트릭스의 열팽창계수 ($8.0 \times 10^{-6}/K$)에 비하여 SiC의 열팽창계수 ($4.5 \times 10^{-6}/K$)가 작기 때문에 매트릭스에 잔류 인장응력이 발생한다. 따라서 소결후 냉각 과정에서 SiC 입자 주위에 발생하는 잔류응력을 계산하였다. 시편의 소결온도는 $1850^\circ C$ 이지만 냉각시 약 $1000^\circ C$ 부근까지는 크립 (creep)에 의한 소성변형 (plastic deformation)으로 잔류응력이 발생하지 않고 그 이하의 온도에서부터 잔류 응력이 발생한다. 따라서 ΔT 를 $1000^\circ C$ 로 하여 잔류응력^{17,18)}을 계산한 결과 약 330 MPa의 강한 인장응력

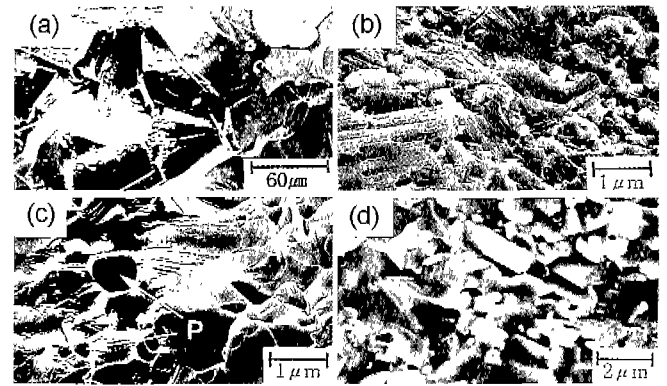


Fig. 6. Fracture surface of each specimen: (a) M, (b) P, (c) W and (d) H4. P in fig. (c) denotes pull-out.

이 매트릭스에 발생한다.

Fig. 6에는 SEM을 이용하여 파단면을 관찰한 결과를 나타내었다. 그림에 나타낸 바와 같이 알루미늄 단미의 경우에는 조대한 결정립에서 입내파괴의 양상을 나타내었으며, SiC 입자 첨가의 경우에도 주로 입내파괴의 양상을 보였다. 이것은 전술한 SiC 입자 주위의 인장응력에 의하여 균열이 알루미늄 입내로 유도되기 때문으로 생각된다. 휘스커와 SiC 입자의 강화제를 첨가시킬 경우 입내파괴와 입계파괴가 혼재한 파단형태를 나타내었다. 또한 휘스커를 첨가한 W와 H4 시편의 경우에서 휘스커의 pull-out이 소량 관찰되었다. 그러나, 모든 시편에서 미세균열은 관찰되지 않았다.

다음으로, 세라믹 복합재료의 고인성기구인 균열편향 효과에 대하여 살펴보기 위하여 M, P, W 그리고 H4 시편에 대하여 비커스 압흔을 시편의 열간가압 방향에 수직한 면에도입시켰을 때의 균열의 전파를 SEM으로 관찰해 보았다. 그 결과 Fig. 7에서 보는 바와 같이 알루미늄 단미에 비하여 휘스커 강화제를 첨가한 두 조성 W와 H4 시편의 경우에는 대체로 균열편향이 많이 발생하는 것을 알 수 있었다. 그리고 휘스커에 의한 가교는 적게 관찰되었다. 휘스커 복합재료의 고인성기구인 가교가 비교적 적게 관찰된 것은 균열첨단의 응력이 휘스커의 탄성영역 (혹은 파단응력) 범위내에서는 휘스커에 의한 가교기구가 작용하나, 균열첨단의 응력이 점차 증가하여 휘스커의 파단응력을 초과하면 휘스커가 파단되기 때문으로 생각된다. 그러나 SiC 입자 단독첨가의 경우 균열이 거의 직선적으로 진행하였다. 이것은 매트릭스가 $1.0 \mu m$ 로 미세화되어 알루미늄 입자자체에 의한 균열편향 효과가 감소한 것이외에도, 첨가한 SiC 입자의 크기가 미세 ($0.15 \mu m$)하기 때문에 SiC 입자에 의한 균열편향 효과가 작게 나타난 것으로 생각된다. Fig. 7의 균열편향 효과를 정량적으로 평가하기 위해 균열의 편향각도 (θ)의 상대빈도(F)를 Fig. 8에 나타내었다. 여기서, F- θ 곡선이 오른쪽 쪽에 위치할수록 고 각도까지 편향되는 것을 의미하며, 고 각도까지 결정립들의 계면을 따라 균열이 전파하기 쉬운 것을 의미한다. 그림에서 알루미늄 단미와 비교하여 휘스커 강

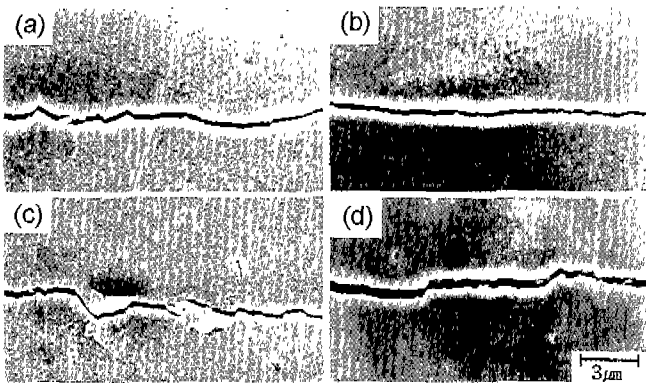


Fig. 7. SEM micrographs of cracks induced by Vickers indenter in each specimen: (a) M, (b) P, (c) W and (d) H4.

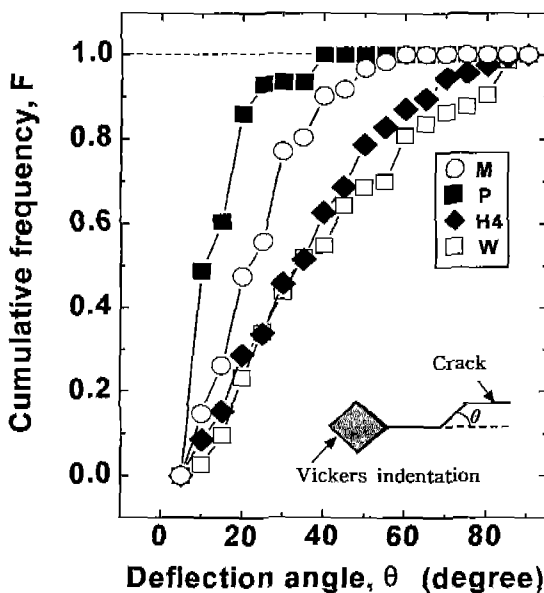


Fig. 8. Cumulative frequency of deflection angle of crack segment to main crack direction for monolith and three kinds of alumina composites.

화재를 첨가 했을 때 균열편향 효과가 큰 것을 알 수 있다. 그러나 SiC 입자를 첨가한 시편은 알루미나 단미보다도 균열편향 효과가 적었다. 그리고 휘스커 및 입자를 동시에 첨가한 H4 시편은 W 시편의 경우에 비해 균열편향 효과가 약간 적은 것을 알 수 있는데, 이것은 전술한 바와 같이 H4 시편의 경우 알루미나 결정립의 크기가 1.2 μm 로 W시편의 2.3 μm 보다 작기 때문에 미세한 알루미나 결정립으로 인해 균열 편향각도가 감소하였기 때문으로 생각된다.

이상의 실험 결과를 종합하면, SiC 휘스커 복합재료의 경우 주로 균열편향 효과와 휘스커의 가교 (bridging) 등에 의해 파괴인성이 증가하는 것으로 생각된다. 입자 복합재료의 경우에는 결정립 미세화 효과에 의해 강도는 증가하나 균열 편향 효과를 크게 기대할 수 없으므로 파괴인성은 증가하지 않는 것으로 생각된다. SiC 휘스커와 SiC 입자를 동시에 첨

가한 다중강화 복합재료의 경우는 SiC 휘스커 단독 첨가와 비교하여 매트릭스의 결정립 크기가 더 작기 때문에 강도가 향상되나, 알루미나 결정립이 미세해져 알루미나 결정립 자체에 의한 균열 편향 효과 등의 감소로 파괴인성이 약간 감소한 것으로 생각된다.

4. 결 론

알루미나에 SiC 휘스커 및 입자를 단독으로 혹은 동시에 첨가하여 제조한 알루미나 복합재료의 기계적 성질과 미세조직을 조사하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 굽힘강도는 알루미나에 20 vol%의 SiC 입자 혹은 SiC 휘스커를 단독 첨가함으로써 360 MPa에서 640 MPa 과 650 MPa로 각각 약 1.8배 증가하였다. 이와 같이 알루미나 단미에 비해 입자 또는 휘스커를 첨가한 복합재료에서 강도가 증가한 것은 입자첨가의 경우에는 주로 결정립 미세화 효과에 의한 것으로 생각되며, 휘스커 첨가의 경우에는 결정립 미세화 효과뿐만 아니라 균열편향 및 pull-out 효과 등에 의해 파괴인성이 향상되었기 때문으로 생각된다.

2. 알루미나에 20 vol% 휘스커와 2 vol% SiC 입자를 동시에 첨가한 다중강화 복합재료의 굽힘강도는 790 MPa을 나타내었으며, 그때의 파괴인성은 5.0 $\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 였다. 다중강화 복합재료는 알루미나 단미에 비해 강도 및 파괴인성이 높게 나타났는데, 이는 주로 휘스커에 의한 균열편향 및 pull-out 효과 등의 증가와 입자에 의한 미세화 효과에 주로 기인한 것으로 생각되어진다.

3. 파단면 관찰결과, 알루미나에서는 주로 입내파괴가 관찰되었으나, 휘스커를 첨가한 복합재료의 경우에는 입계파괴와 입내파괴가 혼재한 파괴양상을 보였다. TEM관찰 결과 조대한 SiC 입자는 주로 결정립계에 존재하였으나, 미세한 입자 (0.1 μm 이하)는 알루미나 결정립내에 혼입된 것을 관찰할 수 있었다. SiC 휘스커의 경우는 주로 알루미나의 결정립계에 존재하였다. 그리고 SiC 입자를 첨가한 복합재료의 경우, 알루미나 입내에 혼입된 SiC 입자주위에 부입계 (sub-grain boundary)가 형성되었다.

감사의 글

본 연구는 한국과학재단 핵심연구과제 연구비 (981-0801-002-2)지원으로 수행되었으며, 이에 감사드립니다.

REFERENCES

1. I. W. Donald and P. W. Mcmillan, "Ceramic-matrix Composites," *J. Mater. Sci.*, **11**, 949-972 (1976).
2. K. Niihara, "New Design Concept of Structural Ceramics; Ceramic Nanocomposites," *Jpn. J. Ceram. Soc.*, **99**(10), 974-982 (1991).

3. Y.-W. Kim and J.-G. Lee, "Pressureless Sintering of Alumina Titanium Carbide Composites," *J. Am. Ceram. Soc.*, **72**(8), 1333-1337 (1989).
4. P. F. Becher, C. H. Hsueh, P. A. Angelini and T. N. Tiegs, "Toughening Behavior in Whisker-Reinforced Ceramic Matrix Composites," *J. Am. Ceram. Soc.*, **71**(12), 1050-1061 (1988).
5. J. Homeny, W. L. Vaughn and M. K. Ferber, "Processing and Mechanical Properties of SiC-Whisker-Al₂O₃-Matrix Composites," *Am. Ceram. Soc. Bull.*, **67**(2), 333-338 (1987).
6. R. K. Covila, "Fracture of Hot-pressed Alumina and SiC-Whisker-Reinforced Alumina Composite," *J. Mater. Sci.*, **23**, 3782-3791 (1988).
7. A. C. Solomah, W. Reichert, V. Rondinella, L. Esposito and E. Toscano, "Mechanical Properties, Thermal Shock Resistance, and Thermal Stability of Zirconia-Toughened Alumina-10 vol% Silicon Carbide Whisker Ceramic Matrix Composite," *J. Am. Ceram. Soc.*, **73**(3), 740-743 (1990).
8. M. B. Ricoult, "Oxidation Behavior of SiC-Whisker-Reinforced Alumina-Zirconia Composites," *J. Am. Ceram. Soc.*, **74**(8), 1793-1802 (1991).
9. R. Warren, *Ceramic-Matrix Composites*, pp. 265-267, Chapman and Hall, New York, 1992.
10. 양민양, 절삭공구; 이론과 실제, pp. 77-96, 청문각, 서울, 1997.
11. 山口 喬, "セラミックスのキャラクタリゼーション技術," *セラミックス*, **19**(6), 520-529 (1984).
12. 공업진흥청장, "고성능 요업제품의 굽힘 강도 시험 방법," 한국공업규격 KSL 1591, 한국공업표준협회, 1984.
13. 新原皓一, "セラミックスの力學的的特性評價," *セラミックス*, **20**(1), 12-18 (1985).
14. 공업진흥청장, "고성능 요업 재료의 비커스 경도 시험 방법," 한국공업규격 KSL 1603, 한국공업표준협회, 1992.
15. R. Warren, *Ceramic-Matrix Composites*, pp. 248-249, Chapman and Hall, New York, 1992.
16. 이준근, 세라믹스의 소결, pp. 101-109, 반도출판사, 서울, 1994.
17. 이준근, 세라믹스의 소결, pp. 126-129, 반도출판사, 서울, 1994.
18. R. Warren, *Ceramic-Matrix Composites*, pp. 72-74, Chapman and Hall, New York, 1992.