

SiC와 TiC 입자를 함유하는 Al₂O₃ 입자복합체의 균열저항거동과 기계적 성질

나상웅 · 이재형[†]

영남대학교 재료금속공학부
(2002년 3월 7일 접수; 2002년 4월 10일 승인)

R-Curve Behavior and Mechanical Properties of Al₂O₃ Composites Containing SiC and TiC Particles

Sangwoong Na and Jaehyung Lee[†]

School of Metallurgical and Materials Engineering, Yeungnam University, Kyongbuk 712-749, Korea
(Received March 7, 2002; Accepted April 10, 2002)

초 록

Al₂O₃/TiC/SiC, Al₂O₃/SiC 및 Al₂O₃/TiC 복합체들을 고온가압소결로 제조하여 이들의 균열저항거동과 기계적 성질을 비교해 보았다. Al₂O₃에 0.8 μm의 TiC가 30 vol% 첨가된 Al₂O₃/TiC는 단일체 Al₂O₃와 비슷한 균열저항거동을 보이며 파괴인성은 전반적으로 10% 이내의 증가를 보이는데 그쳤지만 강도는 약 30% 증가하였다. Al₂O₃에 3 μm SiC가 30 vol% 첨가된 Al₂O₃/SiC는 SiC 입자의 균열 접촉으로 인해 증가하는 균열저항거동을 뚜렷이 보이면서 파괴인성이 긴 균열에서 약 75% 증가하였으나 강도는 다소 감소했다. Al₂O₃/TiC에 SiC 입자가 30 vol% 첨가된 Al₂O₃/TiC/SiC 복합체의 경우 단일체 Al₂O₃에 비해 긴 균열 거리에서 파괴인성이 50% 이상 증가된 6.6 MPa·√m에 이르렀으며 강도 값도 약 20% 상승하였다. 그러나 큰 SiC 입자의 첨가로 인해 TiC 입자만 첨가된 Al₂O₃/TiC 복합체보다는 강도가 다소 낮았다. 또한 SiC 입자만 첨가된 Al₂O₃/SiC 복합체보다는 파괴인성이 다소 낮았는데, 이는 작은 TiC 입자들이 SiC 입계를 거칠게 만들어 균열 접촉을 일으키는 SiC 입자의 뽑힘 현상을 방해하였기 때문이다.

ABSTRACT

Particulate composites of Al₂O₃/TiC/SiC, Al₂O₃/TiC and Al₂O₃/SiC have been fabricated by hot pressing and their R-curve behaviors and mechanical properties were investigated. Al₂O₃ containing 30 vol% TiC particles showed higher toughness by 8% than that for monolithic alumina and its fracture strength was increased significantly by approximately 30%. On the other hand, the addition of 30 vol% SiC of 3 μm in Al₂O₃ decreased the fracture strength slightly but induced a rising R-curve behavior owing to the strong crack bridging of SiC particles. In case of Al₂O₃/TiC/SiC, a rising R-curve behavior was also observed and the fracture toughness reached 6.6 MPa·√m at the crack length of 1000 μm, which was lower than that of Al₂O₃/SiC, however, while the fracture strength was higher by about 20%. The fracture toughness seemed to be decreased as smaller TiC particles roughened the SiC interface and pullout of the SiC particles for crack bridging became less active.

Key words : Particulate composites, R-curve behavior, Fracture toughness, Particle bridging, Crack bridging

1. 서 론

세라믹스의 인성과 강도를 동시에 증가시키는 것은 쉽지 않다. 거의 예외에 속하지만, ZrO₂의 응력유기상변태를 이용하면 그 두 가지를 동시에 크게 향상시킬 수 있다.¹⁾ 그러나 이 방법은 항상 이용할 수 있는 것은 아니며 다른 방법들이 연구되어 왔으나 그 효과들은 떨어진 다. 그중 나노복합체, 이차상의 균열접속을 이용한 휘스커 보강 복합체, 자체인화 등을 이용한 세라믹스들은 인성과 강도를 동시에 증가시키는 대표적인 예이다.²⁻⁸⁾ 특히 구조세라믹스의 대표적인 재료인 알루미늄이나 인성과

강도의 향상을 위해서 많은 종류의 이차상 첨가에 관한 연구들이 있어 왔으며, 그 중 TiC 입자의 첨가는 약간의 인성증진과 함께 높은 강도와 경도의 증가를 가져와 현재 가장 널리 쓰이는 세라믹스 절삭공구로써 자리 매김하고 있다.²⁾

최근 Al₂O₃ 기지에 평균 3 μm의 비교적 큰 SiC 입자를 첨가하면 파괴인성이 크게 증가하는 것이 관찰되었으며, 이는 이차상 SiC 입자의 균열접속이 원인인 것으로 밝혀졌다.^{9,10)} 따라서 본 연구에서는 고강도의 Al₂O₃/TiC 복합체에 평균 3 μm의 SiC 입자를 첨가하여 인성을 증가시키 고자 시도하였다. Al₂O₃ 기지에 3 μm의 SiC 입자와 ZrO₂를 동시에 첨가하여 균열 접촉에 의한 인성증진기구와 상변태를 이용한 인성증진 기구가 상호간에 미치는 영향에

[†]Corresponding author : jhlee@yu.ac.kr

대해 고찰한 결과에 따르면, 복합체의 인성증진은 두 가지 이차상의 인성증진 분의 단순 합이 아니다.¹⁰⁾ 본 연구에서의 $Al_2O_3/TiC/SiC$ 복합재료는, 상변태 인성증진 기구는 물론 작동하지 않으나, 두 가지 이차상들이 서로 다른 열팽창계수를 가지고 있고, 입자 크기도 서로 다르다. 이러한 입자 복합체에서의 인성증진기구는 균열 편향과 입자 접촉으로 대별할 수 있으며, $Al_2O_3/TiC/SiC$ 는 이 두 가지 증진기구가 동시에 일어나는 계일 것으로 예상할 수 있다.⁹⁻¹⁴⁾ 따라서 본 연구의 목적은 균열편향을 일으키는 입자와 균열접촉을 유도하는 입자가 기지에 동시에 존재할 때, 이들이 서로의 인성증진의 역할에 어떻게 영향을 미칠 것인지 고찰하는 것이며, 이와 더불어 Al_2O_3/TiC 와 $Al_2O_3/TiC/SiC$ 복합체의 균열저항거동(R-커브 거동)과 기계적 특성을 관찰하고 단일체 알루미늄과 비교하는 것이다.

2. 실험방법

본 실험에서 사용한 원료분말들은 평균입경 $0.2 \mu m$ 의 $\alpha-Al_2O_3$ ($>99.99\%$, AKP-50, Sumitomo Chemicals), 평균입경 $3 \mu m$ 의 $\alpha-SiC$ ($\sim 99.2\%$, F1200, Norton Co.), 평균입경 $1.2 \mu m$ 의 TiC(C.A.S., H. C. Starck Co. Inc., Germany)이며 기지의 소결거동에 영향을 미칠 수 있는 불순물, 특히 SiO_2 의 영향을 상쇄시키기 위해 MgO가 Mg-아세테이트($\sim 99\%$, Yacuri Pure Chemicals Co., Ltd, Japan)의 형태로 Al_2O_3 에 대해 $0.1 wt\%$ 첨가되었다.¹⁵⁾ 이차상은 각각 첨가될 때 기지에 대해 부피비로 $30 vol\%$ 이었으며, TiC와 SiC가 같이 첨가될 때는 먼저 기지에 대해 TiC를 $30 vol\%$ 첨가하고 다시 총 부피에 대해 SiC를 $30 vol\%$ 첨가하였다. SiC 분말을 제외한 원료분말들을 에틸알코올에 넣고 초음파 분산기로 5분간 미리 혼합시킨 후 우레탄 용기와 직경 $6 mm$ 의 고순도 알루미늄 불(99.9% , SSA-999, Nikkato Ceramics Co., Japan)을 사용하여 20시간 불밀하였으며, 평균입경 $3 \mu m$ 인 SiC 분말의 혼합은 분쇄를 최소화하기 위해 다른 분말들의 슬러리를 20시간 미리 불밀한 후 이에 별도로 첨가하여 30분간의 추가 불밀을 하였다. 20시간 불밀된 Al_2O_3/TiC 슬러리를 건조하여 입도 분포 조사를 한 결과 최대 입자크기가 $1 \mu m$ 이하였으며 원래 Al_2O_3 분말의 평균 입경이 $0.2 \mu m$ 임을 감안하면 불밀로 인해 모든 TiC 입자의 크기가 $1 \mu m$ 이하로 작아졌음을 알 수 있었다. 불밀된 슬러리는 회전증발건조기를 이용하여 건조시켰으며 $50 mesh$ 의 스테인리스 체를 통과시켰다.

본 연구의 모든 시편은 흑연발열체를 사용하는 고온가압소결로를 사용하여 아르곤 가스 분위기 하에서 $30 MPa$ 의 압력을 가하여 제조되었다. Al_2O_3 의 경우 $1450^\circ C$ 에서 1시간, Al_2O_3/TiC 복합체는 $1750^\circ C$ 에서 1시간 그리고 Al_2O_3/SiC 와 $Al_2O_3/TiC/SiC$ 복합체의 경우 $1800^\circ C$ 에서 1

시간 가압소결을 하여 이론밀도에 가까운 소결체를 얻었으며 아르키메데스 법을 이용한 밀도측정과 미세구조 사진에서 기공이 거의 존재하지 않음을 확인하였다. 가압소결된 시편은 $30 \times 30 \times 10 mm$ 의 크기였으며 이는 $3 \times 3 \times 30 mm$ 의 막대시편으로 가공되었다. 시편의 표면은 $170 grit$ 과 $600 grit$ 의 다이아몬드 휠의 순서로 연삭되었다. 강도나 파괴인성 측정을 위한 시편의 파괴면은 고온가압소결시 가압방향에 수직인 면이었으며, 길이방향으로 $15 \mu m$ 다이아몬드 천과 $6 \mu m$ 다이아몬드 페이스트를 이용하여 모따기가 되었고, $6 \mu m$, $1 \mu m$ 그리고 $0.25 \mu m$ 다이아몬드 페이스트를 사용하여 순서대로 표면연마되었다. 굽힘강도는 $600 grit$ 다이아몬드 휠로 연삭된 시편과 기계연삭 후 순차적으로 $0.25 \mu m$ 다이아몬드 페이스트까지 연마된 두 종류의 시편들에 대해 측정되었다.

R-커브(균열저항곡선)는 R. F. Krause의 방법을 따라서 얻어졌다.¹⁶⁾ 일본 Matsuzawa Seiki사의 비커스 경도기(DVK-2S)와 일본 Shimadzu사의 만능시험기(Autograph 500)를 사용하여, inner span의 길이는 $10 mm$, outer span의 길이는 $20 mm$ 그리고 crosshead의 속도는 $0.5 mm/min$ 으로 하여 압입 후 4점 곡강도(indentation strength in bending)를 구하였다. 압입하중은 $4.9 N$ 에서 $196 N$ 까지 변화시켰으며 본 논문에서 나오는 모든 압입강도값은 5개 또는 6개의 시편을 시험하여 얻은 평균값이다. 시편들의 탄성계수는 Panametrics사의 Pulser-Receiver를 이용하여 초음파 펄스법으로 측정되었다. 또한 대부분의 시편들은 주사전자현미경(일본 Hitachi사 S-4200)으로 연마면의 압입 균열과 파단면 그리고 열에칭된 면이 관찰되었다.

3. 결과 및 고찰

3.1. 열처리 면과 표면 균열 및 파단면

Fig. 1은 연마된 시편의 열처리 면이다. 단일체 알루미늄과 Al_2O_3/SiC 의 경우 $1300^\circ C$ 에서 30분 열처리하였으며, Al_2O_3/TiC 와 $Al_2O_3/TiC/SiC$ 의 경우 $1350^\circ C$ 에서 30분 열처리하였다. 단일체 알루미늄은 매우 균일한 미세조직을 보여주고 있다. Al_2O_3/TiC 에서는, EDS 분석 결과 TiC는 비교적 밝은 색을 띠는 것으로 나타났는데, 미세한 TiC 입자는 주로 알루미늄 기지의 내부에, $1 \mu m$ 크기 이상의 입자는 독립적으로 알루미늄 결정립 사이에 혼재되어 있는 것을 볼 수 있다. 또한 고온에서의 소결에도 불구하고 TiC 입자의 첨가로 인해 기지의 결정립 크기가 단일체 알루미늄에서 보다 다소 작은 것을 알 수 있다. Al_2O_3/SiC 복합체는 알루미늄 기지 결정립의 크기가 첨가해준 입자크기와 비슷하며 평균입경 $3 \mu m$ 의 비정형 SiC 입자가 알루미늄 결정립 사이에 균일하게 혼재되어 있음을 알 수 있다. $Al_2O_3/TiC/SiC$ 의 경우 작은 TiC 입자와 SiC의 동시첨가로 인한 결정립 성장의 방해로 SiC 입자를 제외한 결

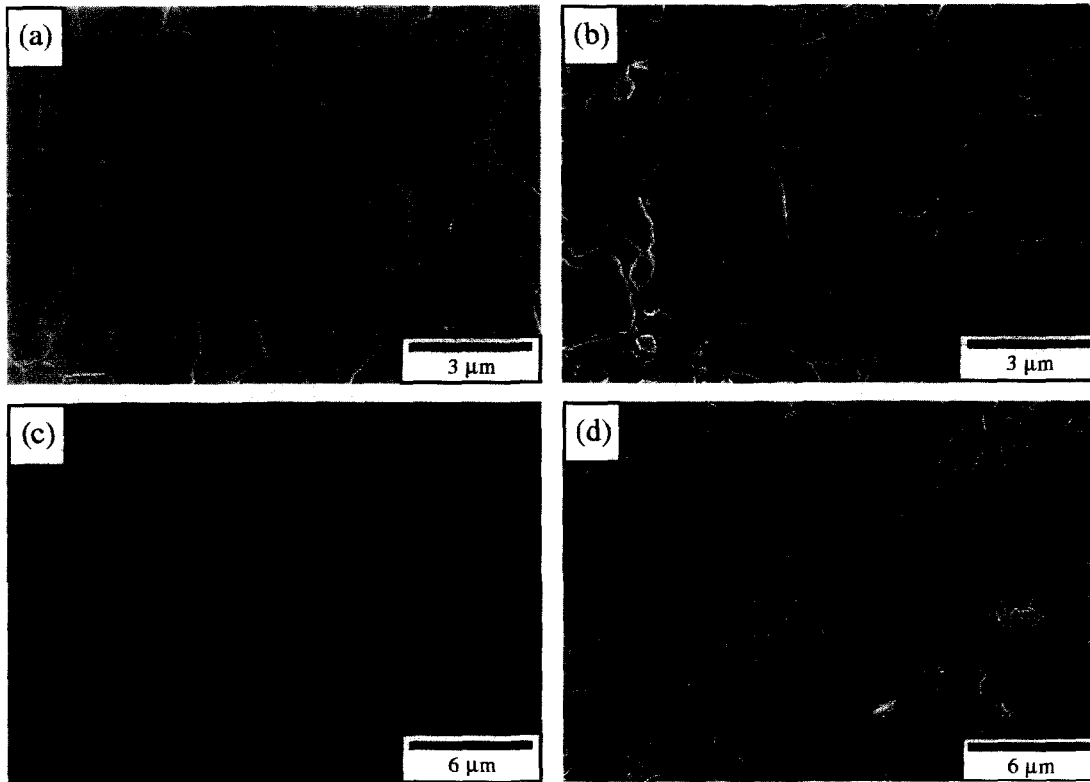


Fig. 1. SEM micrographs of thermally etched surfaces of (a) Al₂O₃, (b) Al₂O₃/30 vol% TiC, (c) Al₂O₃/30 vol% SiC and (d) Al₂O₃/TiC/30 vol% SiC.

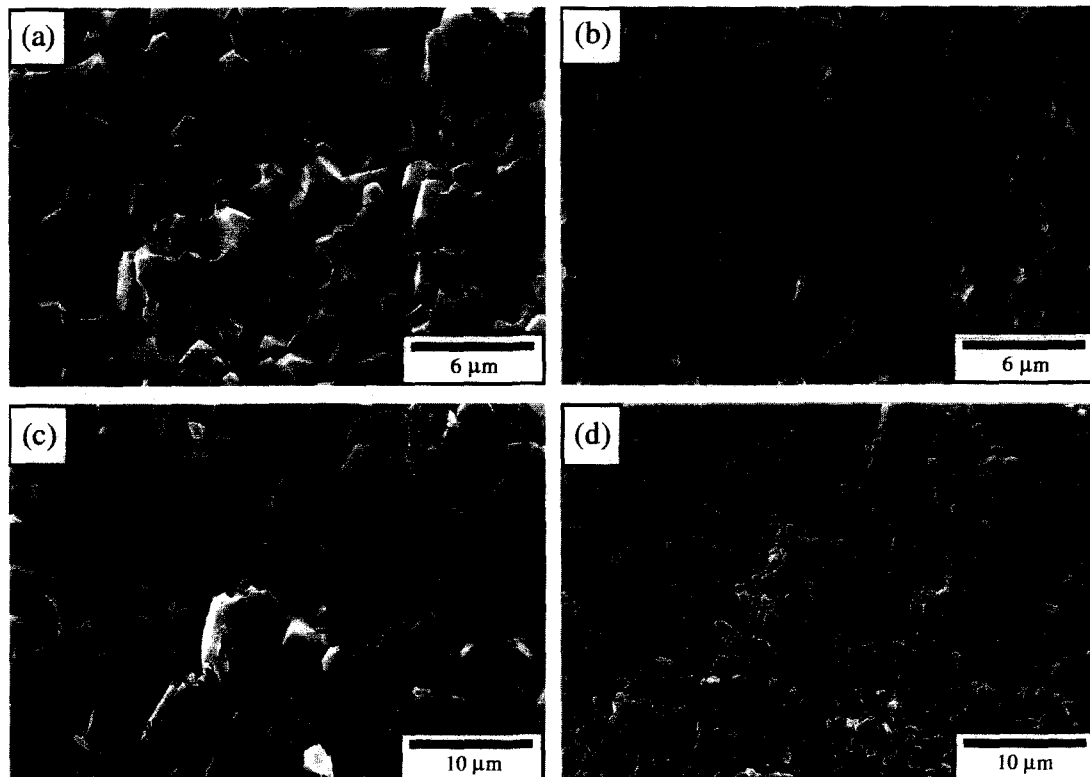


Fig. 2. SEM micrographs of fracture surfaces of (a) Al₂O₃, (b) Al₂O₃/30 vol% TiC, (c) Al₂O₃/30 vol% SiC and (d) Al₂O₃/TiC/30 vol% SiC.

정립 크기는 주로 $1\ \mu\text{m}$ 이하로 각각의 복합체들 중에서 가장 작았다. Fig. 2는 각 시편의 파단면 사진이다. 모든 사진에서 입계파괴가 많이 관찰되는데 단일체 알루미나의 경우 입내파괴에 비해 입계파괴가 매우 많았음을 알 수 있다. 이에 따라 이방성을 띄는 단일결정립들 상호간의 열팽창 계수 차이로 인한 비교적 약한 결정립접속을 예상할 수 있다. 결정립 크기의 증가에 따른 불순물, 기공 등의 영향을 무시할 때 파괴양상은 결정립 크기가 증가할수록 입내파괴비가 증가하는 것으로 알려져 있다.¹⁷⁾ 본 연구에서는 단일체 알루미나에서 81%의 입계파괴가 관찰되었으며, 미세한 미세구조를 보이는 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiC}$ 의 경우 파괴양상은 주로 입계파괴로 나타나 위의 이론을 잘 따르고 있음을 알 수 있었다. $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ 는 입내와 입계파괴가 혼재되어 있으며, 비정형의 SiC 입자가 뿔힌 흔적들이 자주 보인다. 따라서, 다음절에서 논의되겠지만, SiC 입자의 균열접속으로 인한 증가하는 R-커브 거동이 예상된다. $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiC}/\text{SiC}$ 또한 기지와 TiC 입자 영역에서는 입계를 통한 파괴가 주로 보이나, SiC 입자들은 기지에서 뿔어나간 흔적보다 절단된 흔적을 더 자주 볼 수 있다. Fig. 3은 각 시편의 균열경로이다. 모든 균열은 연마면에 Vickers 압자를 이용하여 10 Kgf의 압입으로 생성되었다. 단일체 알루미나와 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiC}$ 의 경우에도 균열의 구불거림이 관찰되었으나, 전체적으로 입자의 접속 흔적은 적었

으며, 이에 반해 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ 의 경우 여러 지점에서 SiC 입자의 접속 흔적들을 찾을 수 있었다. $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiC}/\text{SiC}$ 의 경우 균열 경로를 따라 여러 지점에서 SiC 입자의 접속 또는 결정립의 접속이 관찰되었으나 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ 보다는 적게 관찰되었다.

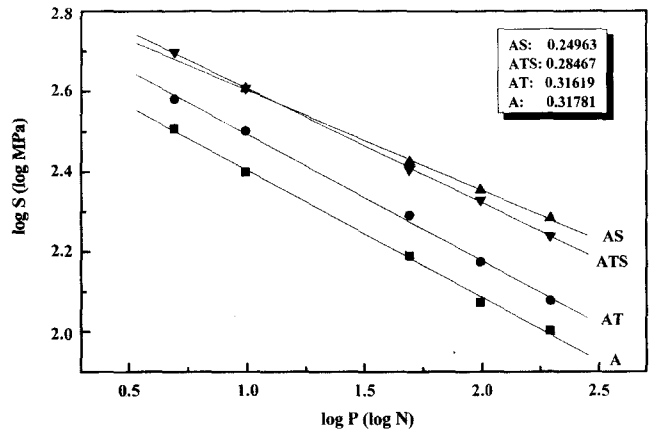


Fig. 4. Log strength versus log indentation load for Al_2O_3 (A), $\text{Al}_2\text{O}_3/30\ \text{vol}\% \text{TiC}$ (AT), $\text{Al}_2\text{O}_3/30\ \text{vol}\% \text{SiC}$ (AS) and $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiC}/30\ \text{vol}\% \text{SiC}$ (ATS). Numbers in parentheses are the slopes of the lines obtained by the least square method.

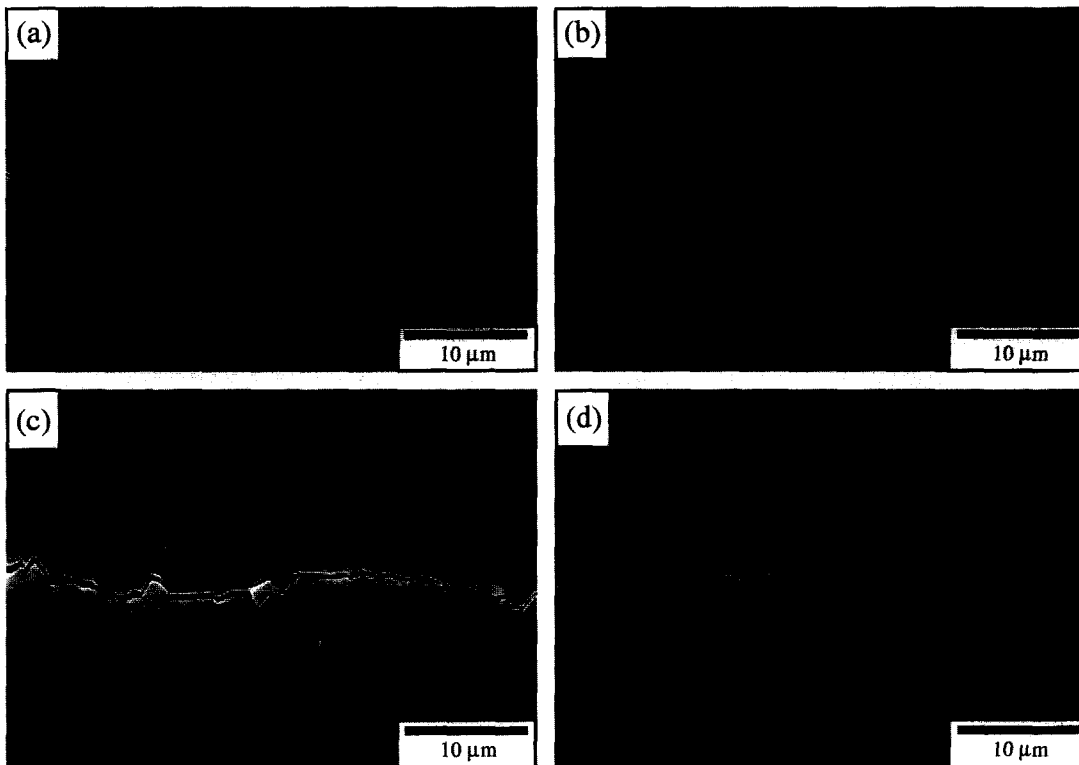


Fig. 3. SEM micrographs of indentation crack paths of (a) Al_2O_3 , (b) $\text{Al}_2\text{O}_3/30\ \text{vol}\% \text{TiC}$, (c) $\text{Al}_2\text{O}_3/30\ \text{vol}\% \text{SiC}$ and (d) $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiC}/30\ \text{vol}\% \text{SiC}$.

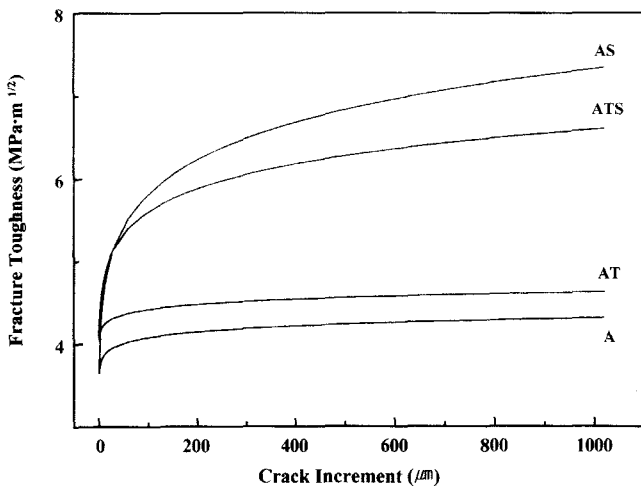


Fig. 5. R-curves for Al₂O₃(A), Al₂O₃/30 vol% TiC(AT), Al₂O₃/30 vol% SiC(AS) and Al₂O₃/TiC/30 vol% SiC(ATS).

3.2. 압입하중 대 압입강도 기울기와 R-커브

Fig. 4는 균열저항곡선을 나타내기 위한 압입강도 대 압입하중의 그래프이다. 일반적으로 시편에 가해지는 압입하중이 증가하면 압입 후 파괴강도는 감소하며 기울기의 절대값이 1/3에 접근할수록 균열의 증가에 따른 파괴인성의 증가는 줄어든다.¹⁶⁾ 단일체 알루미늄의 경우 기울기의 절대값은 0.32로 전혀 균열저항을 보이지 않는 한계 기울기의 절대값인 1/3에 가까웠으며, Al₂O₃/TiC의 경우에도 단일체 알루미늄과 같은 기울기를 보이고 있다. Al₂O₃/SiC의 경우 기울기의 절대값이 0.24로 비교적 완만하여 긴 균열에서의 균열저항력이 매우 클 것으로 예상되며 Al₂O₃/TiC/SiC는 초기 압입강도 값이 Al₂O₃/SiC와 비슷하나 높은 하중에서 강도 값이 낮아져 기울기의 절대값이 0.28이었다. Fig. 5에 단일체 알루미늄과 각 복합체들의 R-커브를 나타내었다. 단일체 알루미늄과 Al₂O₃/TiC의 경우 균열저항력이 빠르게 포화되어 짧은 길이 구간에서부터 직선에 가까운 R-커브를 보이고 있으며, SiC가 첨가된 시편의 경우 비교적 완만하게 파괴저항력 값이 계속적으로 증가하고 있음을 알 수 있다. Al₂O₃/TiC의 균열저항력은 단일체 알루미늄에 비해 긴 균열거리(1000 μm)에서 0.34 MPa·√m의 미소한 파괴인성 증가를 보였는데, 이는 단지 TiC 입자의 첨가로 인해 R-커브 형태에는 크게 영향을 미치지 않는 균열 편향의 효과만 약간 높아졌기 때문이라고 추측된다. 입계파괴가 일어나는 대부분의 결정립 또는 입자는 균열의 벌어짐 변위가 커짐에 따라 뿔하게 되며 이때 뿔해지는 결정립 또는 입자와 기지 사이에서 발생하는 쿨롬 마찰력(Coulomb friction)때문에 균열 선단 뒤로 닫힘 응력(closure stress)이 발생되어 균열 선단의 진행을 막게 되는데 이러한 접속력은 마찰력이 커질수록 더욱 증가하게 되며 이는 이미 여러 연구에서 밝혀진 바 있다.^{10,18,19)} TiC의 열팽창계수는 $7.4 \times 10^{-6}/K$ 로 알

루미늄의 열팽창계수($8 \times 10^{-6}/K$)와 비슷하여 소결 후 냉각 시 잔존응력의 존재가 미미하므로 기지와 입자의 접촉 시 국부적인 잔류응력이 쿨롬 마찰력에 기여하는 정도가 단일체 알루미늄에서의 이방성으로 인한 마찰력 정도에 불과하고 또한 TiC 입자크기도 매우 작으므로 균열 접속력이 작다. Al₂O₃/SiC의 경우 기지인 알루미늄에 이차상으로 열팽창 계수가 작은 SiC 입자가 첨가되어 냉각 시 SiC 입자의 원주방향으로는 압축응력이 발생되고 접선방향으로는 인장응력이 발생되어 균열이 SiC 입자로 유도되나 균열경로와 파괴단면 사진에서와 같이 균열이 강한 공유결합으로 이루어져있는 SiC 입자를 파괴하고 지나가지 못하여 입자주위를 돌아 나가게 된다. 이에 따라 균열 평면의 상하 변위가 충분히 커져 입자를 뿔아 내려할 때 균열 평면의 상하에 끼워져 있는 입자에 가해지는 점자력(clamping stress)으로 입자가 강한 접촉을 이룬다. Al₂O₃/SiC는 균열 거리가 1000 μm로 증가하였을 때 파괴인성이 7.45 MPa·√m로 이차상을 같은 부피로 첨가한 Al₂O₃/TiC의 경우보다 균열저항력 증가량이 9배 이상이었다. 물론 기지의 크기가 증가하였고 첨가해 준 이차상의 크기가 더 크므로 입자접속 또는 결정립접속의 크기가 증가하는 것은 당연하나 기지의 접속력은 SiC 입자로부터 발생하는 인장응력 때문에 결정립크기의 증가로 인한 접속력 증가비 보다 SiC 입자 첨가에 따른 인장응력으로 인한 약화가 더욱 크다.¹⁰⁾ 그리고 Lawn등의 연구에 따르면 본 실험에서 알루미늄 기지의 크기 증가 범위는 전체적인 파괴인성의 변화에 미치는 영향에 대해 무시할 수 있으며, 또한 본 논문에서 언급되지는 않았지만 첨가해준 TiC 입자와 비슷한 크기인 1 μm SiC 입자를 같은 부피로 넣어 R-커브를 구한 예가 있는데 이때의 파괴인성 증가비도 Al₂O₃/TiC에 비해 5배 이상이었다.¹⁸⁾ Al₂O₃/TiC/SiC는 TiC와 SiC의 동시 첨가로 각각의 인성증가분이 더하여져 Al₂O₃/SiC 보다도 높은 인성치를 나타낼 것으로 기대했으나 균열거리 1000 μm에서 파괴인성이 6.6 MPa·√m로 기대에는 미치지 못하였다. Al₂O₃/TiC/SiC의 경우 SiC 입자와 또 다른 이차상인 TiC 그리고 기지인 Al₂O₃ 사이의 열팽창계수 차이로 인해 발생하는 SiC 입자주위의 인장응력을 고려할 때, TiC와 Al₂O₃는 Selsing이 제안한 이론에 의해 서로 비슷한 응력을 SiC 입자로부터 받으므로, 기지에 미치는 SiC 입자의 인장응력과 SiC 입자가 기지로부터 받는 압축응력의 관점에서 볼 때 SiC 입자의 균열접속력에는 영향을 끼치지 않아야 한다.²⁰⁾ 오히려 균열이 강한 TiC 입자를 돌아가서 균열편향이나 약한 균열접속의 현상으로 기지의 인성을 조금이나마 강화시켜 SiC 입자의 균열접속과 더불어 단일체 알루미늄에서 TiC 입자의 첨가로 인한 인성증진 분과 SiC 입자의 첨가로 인한 인성증진 분의 합으로 나타날 것을 기대할 수 있다. 그러나 앞서 보여진 파괴 단면과 균열 경로의 미세구조

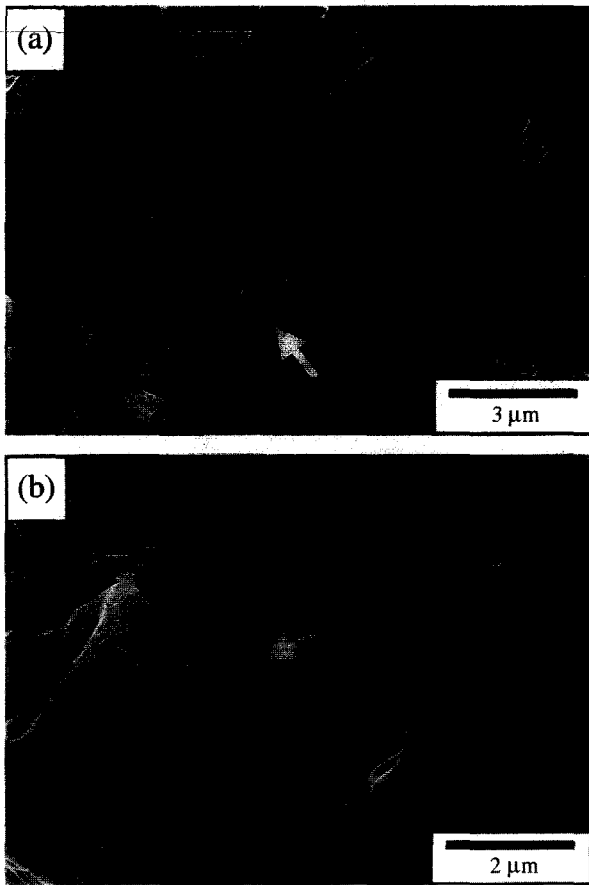


Fig. 6. SEM micrographs of interfaces of SiC particles: (a) $Al_2O_3/TiC/30 \text{ vol\% SiC}$ and (b) $Al_2O_3/30 \text{ vol\% SiC}$.

사진에서 SiC 입자의 균열접속 흔적은 Al_2O_3/SiC 보다 그 빈도가 낮았고 오히려 접속을 일으켜야 하는 SiC 입자가 절단되어 있는 모습을 여러 군데에서 발견할 수 있었으며 이는 긴 균열 거리에서 낮은 파괴인성을 나타내는 원인으로 예측된다.

Fig. 6(a)에 $Al_2O_3/TiC/SiC$ 복합체의 절단된 SiC 입자 사진이 보이는데, 미세한 Al_2O_3 결정립과 TiC 입자가 SiC 입자를 둘러싸고 있으며, 화살표 방향에서 가리키는 SiC 입자의 면에 SiC 입자의 굴곡을 따라 밀착되었던 Al_2O_3 결정립과 TiC 입자가 만든 입계홈(grain-boundary grooves) 흔적들을 발견할 수 있다. $Al_2O_3/TiC/SiC$ 복합체에서는 작은 Al_2O_3 결정립과 TiC 입자로 인해 SiC 입자와 거친 계면을 만드는 입계홈의 흔적들이 많았다. 반면에 Al_2O_3/SiC 복합체에서는 SiC 입자가 뿔혀나간 자리를 보여주고 있는 Fig. 6(b)의 사진에서와 같이 계면에 입계홈이 훨씬 적었다. 그러므로 $Al_2O_3/TiC/SiC$ 에서는 입계홈에 의한 거친 계면으로 인해 너무 강한 마찰력이 SiC 입자에 작용하여 SiC 입자가 뿔히지 못하고 균열이 SiC 입자를 관통한 것으로 보인다. 이는 SiC 입자의 균열접속을 저해하여 긴 균열에서의 파괴인성의 저하를 초래했을 것이다.

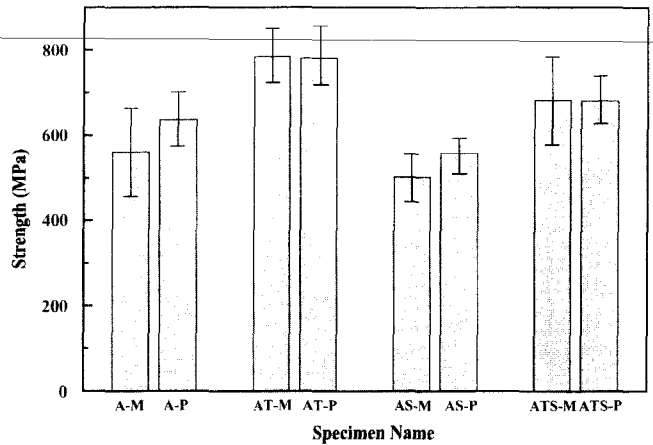


Fig. 7. Four point Bend strength of $Al_2O_3(A)$, $Al_2O_3/30 \text{ vol\% TiC(AT)}$, $Al_2O_3/30 \text{ vol\% SiC(AS)}$ and $Al_2O_3/TiC/30 \text{ vol\% SiC(ATS)}$.

3.3. 굽힘강도, 탄성계수 및 경도

Fig. 7은 각 시편들의 4점 굽힘강도 그래프이다. 강도 측정에는 데이터 포인트 당 5-7개 정도의 시편들이 사용되었는데 연삭시편은 600 grit의 다이아몬드 휠에서 가공되었으며 연마시편은 연삭으로 인한 잔류응력을 고려하여 6 μm , 1 μm , 0.25 μm 의 다이아몬드 페이스트를 이용하여 충분한 깊이로 연마되었다.²¹⁾ 단일체 알루미늄의 경우 고온에서의 가압소결로 인하여 600 MPa에 달하는 높은 강도를 보이고 있으며, Al_2O_3/TiC 의 경우 미세하고 강한 TiC 입자의 첨가로 인해 800 MPa에 달하는 강도를 보였다. Al_2O_3/SiC 는 알루미늄 결정립의 크기증가와 SiC 입자의 첨가로 인해 단일체 알루미늄에 비해 강도의 감소가 일어났으며, $Al_2O_3/TiC/SiC$ 는 Al_2O_3/TiC 보다는 강도가 다소 낮았으나 단일체 알루미늄에 비해서는 약 25% 높았다. Fig. 8은 각 시편들의 탄성계수와 경도 그래프이다. 탄성계수는 단순 혼합법칙에서 예측할 수 있는 경향성을

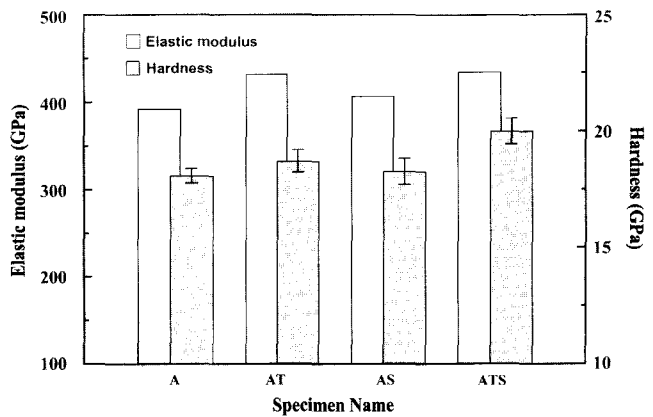


Fig. 8. Elastic modulus and Vickers hardness of $Al_2O_3(A)$, $Al_2O_3/30 \text{ vol\% TiC(AT)}$, $Al_2O_3/30 \text{ vol\% SiC(AS)}$ and $Al_2O_3/TiC/30 \text{ vol\% SiC(ATS)}$.

대체적으로 따르고 있으며 SiC 입자보다 TiC 입자가 첨가되었을 때 더 높았다. 경도는 TiC 입자와 SiC 입자가 동시에 첨가된 Al₂O₃/TiC/SiC 시편이 20 GPa로 가장 높았으며 단일체 알루미나와 Al₂O₃/SiC에 비해 10% 정도 그리고 Al₂O₃/TiC에 비해서는 7% 향상된 높은 값을 보였다.

4. 결 론

단일체 알루미나에 이차상으로 SiC와 TiC를 첨가하였을 때 R-커브 거동과 기계적인 성질이 어떻게 변화되었는가에 대한 결론은 다음과 같다.

1. Al₂O₃/30 vol% TiC 복합체는 입내와 입계에 존재하는 TiC 입자의 영향으로 높은 파괴강도를 나타내었으나 인성의 증가는 약 10% 정도에 그쳤으며, Al₂O₃/SiC 입자 복합체는 SiC 입자의 강한 입자접속으로 균열길이 1000 μm에서 7.35 MPa·√m의 높은 파괴인성 값을 나타내었으나 단일체 알루미나에 비하여 강도가 약 10% 감소하였다.

2. Al₂O₃/30 vol% TiC 복합체에 3 μm SiC 입자를 첨가하였을 때, 증가하는 R-커브 거동을 보였으며, 1000 μm에서 단일체 알루미나 보다 50% 높은 6.6 MPa·√m의 파괴인성을 나타내었는데 이는 기지와 열팽창계수 차이가 많이 나는 SiC 입자의 첨가로 인한 균열접속 때문이었다. 그러나 긴 균열길이에서의 파괴인성이 Al₂O₃/30 vol% SiC 보다 낮은 이유는 SiC 계면이 Al₂O₃와 TiC와의 입계 흡으로 인해 거칠어져 SiC 입자의 뺨힘 현상이 감소하였기 때문이다. 반면에 TiC 입자의 첨가는 기지를 미세하게 하여 20% 정도의 강도증가를 가져왔다.

3. Al₂O₃/TiC/SiC 입자복합체는 단일체 알루미나에 비해 강도가 약 35% 높았고, 경도도 Al₂O₃/TiC 보다도 높은 20 GPa이었다. 증가하는 R-커브 거동으로 인한 높은 균열저항력까지 고려하면, 이 복합체는 내마모재료로서 여러 가지 좋은 특성들을 지니고 있다.

감사의 글

이 논문은 1999학년도 영남대학교 학술연구조성비지원에 의한 것임.

REFERENCES

1. D. B. Marshall and M. V. Swamin, "Crack Resistance Curves in Magnesia-partially-stabilized Zirconia," *J. Am. Ceram. Soc.*, **71** [6] 399-407 (1988).
2. T. Sornakumar, "Advanced Ceramic-ceramic Composite Tool Materials for Metal Cutting Application," *Key Engineering Materials*, **114** 173-88 (1996).
3. R. F. Krause, Jr., E. R. Fuller, Jr. and J. F. Rhodes, "Fracture Resistance Behavior of Silicon Carbide Whisker-reinforced Alumina Composites with Different Porosities," *J. Am.*

- Ceram. Soc.*, **73** [3] 559-66 (1990).
4. J. Homeny and W. L. Vaughn, "R-curve Behavior in a Silicon Carbide Whisker-alumina Matrix Composite," *J. Am. Ceram. Soc.*, **73** [7] 2060-62 (1990).
5. K. Niihara and A. Nakahira, "Particles-strengthened Oxide Ceramics, Nanocomposites," pp. 637-64 in *Advanced Structural Inorganic Composites*. Ed. by p. Vincentini. Elsevier Science Publishers, Trieste, Italy (1990).
6. K. Niihara and A. Nakahira, "Strengthening and Toughening Mechanisms in nanocomposite Ceramics," *Ann. Chim. (paris)*, **16** 479-86 (1991).
7. W-J. Kim, Y-G. Lee, W-S. Cho and S-W. Choi, "Mechanical Properties and Microstructures of Self-toughened Silicon Nitride Ceramic Prepared by Microstructural Control(in Kor)," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **36** [4] 432-43 (1999).
8. C. W. Li and J. Yamanis, "Super-Tough Silicon Nitride with R-curve Behavior," *Ceram. Eng. Sic. Proc.*, **10** [7-8] 632-45 (1989).
9. K. S. Park, S. W. Lee and J. H. Lee, "R-curve Behavior of Particulate Composites of Al₂O₃ containing SiC and ZrO₂: I. Experiment(in Kor)," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **37** [4] 359-67 (2000).
10. S. W. Na and J. H. Lee, "R-curve Behavior of Particulate Composites of Al₂O₃ Containing SiC and ZrO₂: II. Theoretical Analysis(in Kor)," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **37** [4] 368-75 (2000).
11. H. Endo, M. Ueki and H. Kubo, "Microstructure and Mechanical Properties of Hot-pressed SiC-TiC Composites," *J. Mat. Sci.*, **26** 3769-74 (1991).
12. C. H. McMurtry, W. D. G. Boecker, S. G. Seshadri, J. S. Zanghie and J. E. Garnier, "Microstructure and Material Properties of SiC-TiB₂ Particulate Composites," *Am. Ceram. Soc. Bull.*, **66** [2] 325-29 (1987).
13. K. T. Faber and A. G. Evans, "Crack Deflection Processes-I. Theory," *Acta Metall.*, **31** [4] 565-76 (1983).
14. K. T. Faber and A. G. Evans, "Crack Deflection Processes-II. Experiment," *Acta Metall.*, **31** [4] 577-84 (1983).
15. S. J. Benjamin and M. P. Harmer, "A History of the Role of MgO in the Sintering of α-Al₂O₃," *Ceram. Transactions*, **7** 13-49 (1990).
16. R. F. Krause, Jr., "Rising Fracture Toughness from the Bending Strength of Indented Alumina Beams," *J. Am. Ceram. Soc.*, **71** [5] 338-42 (1988).
17. K. Yasuda, J. Tatami, Y. Matsuo and S. Kimura, "Stochastic Analysis for Influence of Grain Size on Fraction of Transgranular Fracture in Poly Crystalline Ceramics(in Jpn.)," *J. Ceram. Soc. Jpn., Int. Edition*, **10** 885-88 (1994).
18. S. W. Na, S. W. Lee and J. H. Lee, "Crack Bridging Phenomena in Al₂O₃/SiC Composites," *Proceedings of the 17th International Korea-Japan Seminar on Ceramics*, 421-25 (2000).
19. P. Chantikul, S. J. Bennison and B. R. Lawn, "Role of Grain Size in the Strength and R-curve Properties of Alumina," *J. Am. Ceram. Soc.*, **73** [8] 2419-27 (1990).
20. J. Selsing, "Internal Stresses in Ceramics," *J. Am. Ceram. Soc.*, **44** [8] 419 (1961).
21. I. A. Chou, H. M. Chan and M. P. Harmer, "Machining-induced Surface Residual Stress Behavior in Al₂O₃-SiC Nanocomposites," *J. Am. Ceram. Soc.*, **79** [9] 2403-09 (1996).