

SiC 휘스커 강화 Al_2O_3 복합재료의 고인화

김연직[†] · 송준희*

국립 익산대학 산업설비제어과
*전북대학교 공과대학 기계공학부 공업기술연구소

Toughening of SiC Whisker Reinforced Al_2O_3 Composite

Yon Jig Kim[†] and Jun Hee Song*

Dept. of Industrial Facilities Control, Iksan National College, Iksan 570-752
*Faculty of Mechanical Engineering, Research Institute of Industrial Technology,
Chonbuk National University, Chonju 561-756

(2004년 6월 14일 받음, 2004년 9월 6일 최종수정본 받음)

Abstract In this paper, the fracture toughness and mechanisms of failure in a random SiC-whisker/ Al_2O_3 ceramic composite were investigated using in situ observations during mode I(opening) loading. SiC_w/ Al_2O_3 composite was obtained by hot press sintering of Al_2O_3 powder and SiC whisker as the matrix and reinforcement, respectively. The whisker and powder were mixed using a turbo mill. The composite was produced at SiC whisker volume fraction of 0.3%. Compared with monolithic Al_2O_3 , fracture toughness enhancement was observed in SiC_w/ Al_2O_3 composite. This improved fracture toughness was attributed to SiC whisker bridging and crack deflection. SiC_w/ Al_2O_3 composite exhibited typically brittle fracture behavior, but a fracture process zone was observed in this composite. This means that the load versus load-line displacement curve of SiC_w/ Al_2O_3 composite from a fracture test may involve a small non-linear region near the peak load.

Key words fracture process zone, crack-tip microcracking zone, crack-flank fiber bridging, crack deflection, breakage, interfacial shear traction.

1. 서 론

내마모성, 내부식성과 내열성이 우수한 세라믹은 각종 극한조건에서 사용되는 구조물에서 금속을 대체할 수 있는 재료로 큰 매력을 지니고 있다. 그러나 화학적으로 안정하며 고강도이고 경량화에 유리하지만 충격하중에 약하고 그 거동이 취성적인 점으로 인해 구조재료로의 사용은 다소 제한적이다.^{1,2)} 따라서 세라믹재료의 장점을 살리면서 취성을 극복하는 것이 세라믹을 구조재료로 사용하는데 있어서 선결과제로 되고 있다.

취성의 극복이라는 과제는 곧 재료의 인성향상을 의미하는데, 소량의 첨가제를 넣어 세라믹의 상변태를 유도하는 방법으로는 큰 효과를 기대하기 어렵다. 그러나 세라믹에 각종 장·단섬유 또는 휘스커(whisker)를 복합화한다든지 이중입자를 분산시키는 방법 등은 인성 및 기계적 특성의 향상에 보다 유리한 적극적인 방법이며, 지금까지 많은 연구가 진행되고 있다.³⁻⁵⁾

한편, 세라믹재료의 효과적인 인성향상을 위해서는 재

료의 고인화기구를 규명하는 것이 필요하며, 이것을 토대로한 합리적인 재료설계를 통해 궁극적으로 금속재료와 같은 준취성 혹은 연성거동을 보이는 세라믹재료 즉 세라믹강(ceramic steel)⁶⁾의 출현을 기대할 수 있다. 이러한 관점에서 본 연구는 공업용 세라믹으로 가장 널리 사용되고 있는 Al_2O_3 에 SiC 휘스커를 강화한 세라믹 복합재료의 고인화기구를 밝히는데 초점을 맞추고 있다. SiC 휘스커 강화 Al_2O_3 (이하 SiC_w/ Al_2O_3) 복합재료의 파괴인성 측정에는 미국 재료시험법 협회에서 추천하고 있는 K_{IC} 시험과 간이 평가법인 IF시험(Indentation Fracture Test)을 이용하였으며, AE(Acoustic Emission)시험을 병행하여 재료의 미시적인 파괴과정을 검토하였다.

2. 실험 방법

2.1 재료 및 시험편

본 연구를 위해 탄화물계 세라믹으로 내열성이 우수하고 고강도 및 고탄성인 SiC 휘스커를 대표적인 산화물계 세라믹인 Al_2O_3 에 강화시킨 SiC_w/ Al_2O_3 복합재료를 제작하였다. SiC 휘스커의 체적함유량과 aspect ratio는

[†]E-Mail : yonjig@iksan.ac.kr

Table 1. Mechanical properties of SiC whisker and Al₂O₃ ceramics.

Material	Young's Modulus (GPa)	Thermal expansion coefficient (10 ⁻⁶ /°C)
SiC whisker	840	4.8
Al ₂ O ₃ ceramic	400	8.5

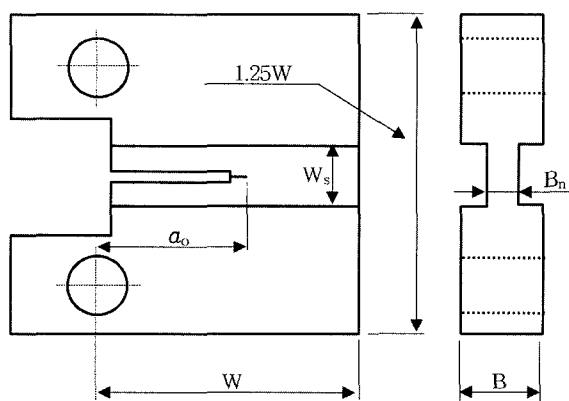
각각 $V_f=0.3$ Vol.%, $l_f/d_f=42.86$ 이며, 터보밀링을 이용하여 3차원 random분산 혼합 후 금형내에서 예비성형체를 제작하고, 핫프레스(Hot Press; 이하 HP)에 의해 가압 소결하였다. 사용한 SiC 휘스커와 Al₂O₃의 종탄성계수와 열팽창계수는 Table 1과 같다.

파괴인성의 측정을 위해 ASTM E 1820⁷⁾의 규격에 맞춰 Fig. 1과 같은 시험편을 제작하였으며, 시험편의 크기효과(size effect)를 조사하기 위해 두께를 10 mm와 14 mm 두 종류로 하였다(이하 각각 Small-CT, Large-CT 시험편). 또한 균열이 시험편의 중앙면을 따라 안내되도록 Small-CT 시험편과 Large-CT 시험편의 양쪽면에 깊이 3 mm의 side groove를 가공하였다. 피로 예균열(pre-crack)은 재료의 특성상 slotting machine을 이용한 인공노치의 가공으로 대신하였으며, 노치 뿌리반경의 영향을 검토하기 위해 노치 곡률반경(r_n)을 0.39 mm와 0.78 mm의 두 종류로 하였다.

각 시험편에 대한 상세한 치수를 Table 2에 정리하였다.

2.2 실험방법

K_{IC} 시험은 ASTM E 1820⁷⁾ 규격에 의해 실온에서 변위 제어 형식의 10 ton형 Instron 만능시험기를 이용하였으

**Fig. 1.** CT specimen configuration of SiC_w/Al₂O₃ composite.**Table 2.** Specifications of CT specimens.

Specimen	W(mm)	W - a ₀ (mm)	B (mm)	B _n (mm)	W _s (mm)	r _n (mm)
Small-CT	24	11	10	4	4	0.39
	24	11	10	4	4	0.78
Large-CT	48	21	14	8	4	0.39

며, cross head speed는 0.2 mm/min으로 하였다. 또한 시험편에 편심하중이 걸리는 것을 방지하기 위해 load cell과 시험편 jig사이에 universal joint를 체결하였다. 시험 중 하중과 하중선변위의 관계(이하 하중-변위 관계, P-Δ선도)는 load cell에서 검출되는 전압과 시험편의 attachable edge에 장착한 clip gage의 전압을 X-Y 레코더를 통해 기록하여 얻었다. 각 조건당 3개의 시험편을 대상으로 시험을 행하였으며, 그 평균값을 파괴인성값으로 결정하였다.

한편 K_{IC} 시험과 병행한 AE시험에는 PAC(Physical Acoustic Corporation)사의 320 LOCAN AT Analyzer를 사용하였으며, 광대역형 센서(UT1000)를 시험편의 상부에 직접 부착하여 AE신호를 검출하였다. 센서를 통해 검출된 신호는 전치증폭기(preamplifier)에서 60 dB로 증폭시킨 다음 100 kHz의 고주파 필터링을 행하고, AE analyzer에서 다시 20 dB로 증폭하였다. 이때 문턱(threshold)값을 43 dB로 설정하여 각종 noise의 영향을 최소화하였다.

IF시험은 JIS R 1607⁸⁾ 규정에 따라 Vickers 경도기(AKASHI사, AVK 모델)를 이용하여 행하였다. 시료의 표면을 #1500까지의 연마지와 다이아몬드 페이스트를 이용하여 경면으로 연마한 다음 Vickers 경도기의 압자를 압입하였다. 이때 압입하중과 유지시간은 각각 190N(20 kgf)과 15초로 하였으며, 시험 후 공기중의 수분과 반응하여 균열이 서서히 성장하는 slow crack growth의 영향을 배제하기 위해 시험 후 바로 편광현미경을 이용하여 압흔의 크기와 균열길이를 측정하였다.

SiC_w/Al₂O₃ 복합재료의 고인화기구 및 파면양상은 시험된 시료의 파면과 그 측면을 JOEL사의 JFC-1100E Ion Sputter를 이용하여 금(Au)이온 코팅을 행한 후, 주사전자현미경(JOEL사, JSM-840A Scanning Microscope)과 편광현미경(Nikon사, Microphot EPI-U2)을 통해 관찰하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1 SiC_w/Al₂O₃ 복합재료의 파괴거동

Fig. 2는 Small-CT 시험편과 Large-CT 시험편에 대한 대표적인 P-Δ선도이다. 시험편의 크기에 관계없이 최대하중까지 거의 직선적인 선형관계를 보여주며, 최대하중점에서 약간 정체를 한 후 곧바로 급격한 파괴를 일으키는 전형적인 취성파괴의 양상을 보여주고 있다. 이는 본 연

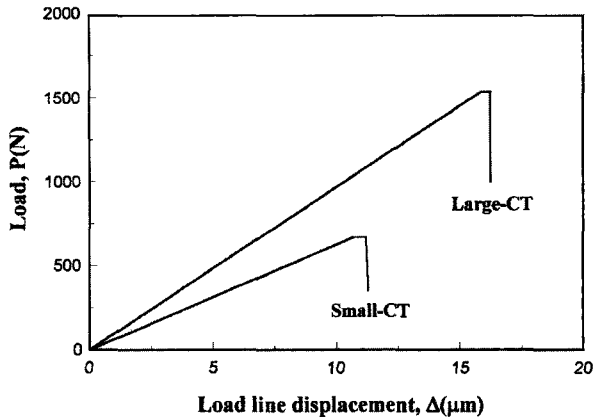


Fig. 2. Load-load line displacement curves of small and large CT specimens.

구에서와 같은 정도의 SiC 휘스커를 첨가한 것으로는 하중-변위관계에 큰 변화를 기대할 수 없음을 시사한다. 그러나 일반적으로 세라믹재료가 구조용으로 널리 이용되지 못하는 요인중의 하나는 금속재료에서는 흔히 볼 수 있는 항복점 이후의 변형경화(strain hardening)구간이 존재하지 않는다는 점이며, 이러한 점에 착안한다면 Fig. 2에서 최대하중점에 도달한 후 작지만 약간의 정재구간이 존재한다는 것은 금속재료와 유사한 변형경화구간을 유도할 수 있다는 가능성을 보여준다고 할 수 있다.

금속재료에서 변형경화구간의 존재는 균열선단에 소성영역이 발생하고 있음을 의미한다. 따라서 세라믹 복합재료에 파괴직전 하중의 증가가 완만하거나 거의 없는 일종의 하중정체구간이 나타난다면 금속재료의 소성영역에 대응하는 균열선단 미소균열영역(crack-tip microcracking zone) 또는 파괴진행영역(fracture process zone)⁹⁾이 형성되었음을 암시한다.

Fig. 3은 CT 시험편의 균열 측면사진이다. 전체적으로 균열이 편향(deflection)에 의해 지그재그 형상으로 진행하고 있으며, SiC 휘스커의 가교(bridging)현상을 확인할 수 있다. 따라서 파괴과정중 파괴진행영역이 형성되고 있는 것으로 판단된다. 그러나 시험된 모든 시험편에서 전체 균열길이에 비해 이러한 섬유가교의 발생빈도는 높지 않았다. 결국 SiC 휘스커의 이러한 복합조건에서는 균열면에 큰 섬유가교영역(crack-flank fiber bridging zone), 즉 대형의 파괴진행영역을 기대하기는 어렵지만 그 가능성을 엿볼 수 있다.

이러한 관찰로부터 Fig. 4와 같이 금속재료와 유사한 거동을 보이는 세라믹 복합재료의 제작이 가능하며, 이의 성패는 파괴진행영역과 균열선단 미소균열영역을 어떻게 동시에 실현하는가에 달려있음을 알 수 있다. 이를 위해서는 다양한 복합조건을 갖는 SiC_w/Al₂O₃ 복합재에 대한 연구가 더욱 진행되어야 할 것으로 생각된다.

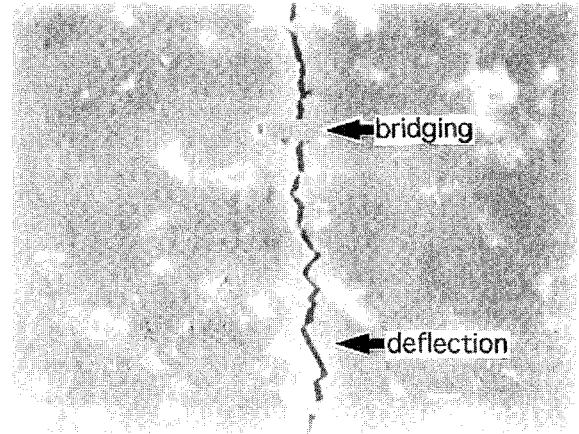


Fig. 3. SEM photograph of fracture process zone.

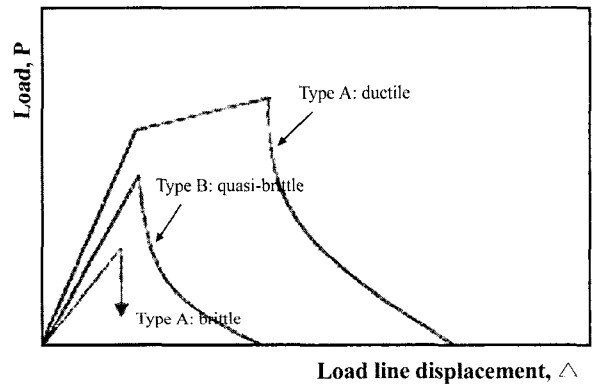


Fig. 4. Schematic illustration of 3 types of fracture mode in brittle matrix composites.

3.2 파괴인성평가

Fig. 2의 P-Δ선도로 부터 본 시험에 사용된 SiC_w/Al₂O₃ 복합재료의 거동이 대단히 취성적임을 알 수 있다. 따라서 선형탄성파괴역학적인 방법⁷⁾으로 파괴인성값(K_{IC})을 계산하는 것이 가능하다. 파괴인성값의 계산에는 side groove의 영향을 감안하여 유효시험편두께(B_{eff})¹⁰⁾를 적용하였으며, 임계응력확대계수 즉 파괴인성 평가식은 다음과 같다.

$$K_{IC} = \frac{PY}{B_{eff}W^{1/2}} \left[\frac{2 + a_0/W}{(1 - a_0/W)^{3/2}} \right]$$

$$Y = 0.886 + 4.64 \left(\frac{a_0}{W} \right) - 13.32 \left(\frac{a_0}{W} \right)^2 + 14.72 \left(\frac{a_0}{W} \right)^3 - 5.6 \left(\frac{a_0}{W} \right)^4 \quad (1)$$

$$B_{eff} = \frac{B - (B - B_n)^2}{B}$$

여기서 P는 작용하중, Y는 시험편의 형상계수, B는 시

Table 3. Fracture toughness values of SiC_w/Al₂O₃ composite.

Specimen	Notch radius (mm)	K _{IC} (MPa√m)			Ave. K _{IC} (MPa√m)	Total Ave. (MPa√m)
Small-CT	0.39	6.26	6.79	6.55	6.53	6.58
	0.78	7.49	5.60	6.05	6.38	
Large-CT	0.39	6.77	7.35	6.34	6.82	

험편의 두께, B_{eff}는 시험편의 유효두께, W는 시험편의 폭, a₀는 초기 균열길이, B_n은 균열진행부의 시험편두께이다.

Table 3은 평면변형을 파괴인성시험 결과를 나타낸 것이다. Small-CT시험편인 경우 0.39 mm와 0.78 mm의 노치반경에 대해 각각 6.53, 6.38 MPa√m의 파괴인성값을 보여주고 있어서 노치반경의 영향은 크지 않음을 알 수 있다. 또한 노치반경이 0.39 mm인 Large-CT시험편에서는 약 6.82 MPa√m의 파괴인성값을 얻었다. 이것은 같은 노치반경의 Small-CT시험편에 대해 약 4.4% 정도의 편차에 불과하므로 시험편의 크기에 따른 영향도 없는 것으로 생각된다.

한편 파괴인성의 평가는 재료의 개발단계에 있어서 매우 중요하며, 간단한 방법을 통해 신속하고 정확하게 구할 수 있어야 한다. 이러한 목적으로 파괴인성의 간이 평가법인 IF법(Indentation Fracture Method)⁸⁾이 널리 이용되고 있으나 복합재료에 대한 적용 예는 많지 않다. 이 방법에서는 mode I(opening mode)형태의 시험을 통한 파괴인성, K_{IC}와 구분하기 위해 파괴인성을 K_C로 표기하고 있으며, 그 평가식은 다음과 같다.

$$K_C = 0.018 \left(\frac{E}{H_V} \right)^{1/2} \left(\frac{P}{c^{3/2}} \right) = 0.026 \frac{E^{1/2} P^{1/2} a}{c^{3/2}} \quad (2)$$

여기서 E는 탄성계수, H_V는 비커스경도, P는 압입하중, c는 압흔의 모서리에서 발달한 평균 균열길이이며, a는 압흔의 평균 대각선길이의 절반이다.

Table 4는 IF법을 통해 구한 K_C값을 Al₂O₃ 단체의 파괴인성값과 함께 표기한 것이다. 여기서 K_C값은 IF법을 7회 실시하여 얻은 값의 평균치이다.

IF법으로 얻은 파괴인성값은 약 6.96로 평면변형을 파괴인성시험에서의 6.58에 비해 약 5.8%의 편차를 보이고 있다. 이러한 편차의 주된 요인으로는 압흔의 모서리

에서 성장한 균열의 선단을 명확히 구분하는 것이 어렵다는데 있다. 따라서 전반적으로 파괴인성값이 과대평가되는 경향을 보이지만 본 시험에서의 편차가 5.8%로 매우 적다는 점은 IF법을 통해 만족할만한 결과를 얻을 수 있는 것으로 판단된다.

결국 세라믹 복합재료에 대한 IF법의 적용은 충분한 신뢰성을 가진다고 할 수 있으며, 균열의 선단을 명확히 구분할 수 있는 방안이 제시된다면 더욱 합리적인 파괴인성 평가법으로 활용범위를 확대하는 것이 가능할 것으로 생각된다.

3.3. SiC_w/Al₂O₃ 복합재료의 파괴기구

Table 4에서 알 수 있는 바와 같이 SiC 휘스커를 0.3 Vol.%를 함유한 본 시험재의 경우 Al₂O₃ 단체(K_{IC}≃3.30)에 비해 약 2배의 높은 파괴인성을 보여주고 있다. P-△선도(Fig. 2) 자체는 여전히 취성적인 거동을 보이지만 파괴인성이 향상된 점은 대단히 흥미롭다.

Fig. 5는 대표적인 AE 시험결과를 보여준다. 시험 초기부터 비교적 작용하중이 작은 구간에서는 작은 에너지의 AE신호가 감지되고 있으며, 그 발생빈도는 많지 않다. 또한 같은 위치에서의 count수가 매우 작은 것으로 보아 저주파수형의 신호임을 알 수 있다. 그러나 하중이 점점 증가하여 최대하중의 약 1/2 정도에 이르면 상대적으로 count수가 증가한 고주파수형의 큰 에너지를 갖는 AE신호가 검출되고 있다. 이것은 시험편의 노치선단에 미시균열들이 발생하고 있음을 의미한다. 이때 발생한 미시균열들은 이후 최대하중에 이르기전까지는 거시적인 주균열로의 성장이 지연되며, 다만 국부적인 미소 파괴과정을 갖는 것으로 생각된다. 이 영역에서 검출된 AE신호들은 여전히 낮은 에너지를 갖고 있으며, 다만 시험 초기보다도 비교적 count의 수가 다소 증가한 형태를 보여준다.

한편 최대하중점부근에 이르러서는 다시 큰 에너지를

Table 4. Fracture toughness values obtained by IF test method.

Specimen	K _C (MPa√m)			Ave. K _C (MPa√m)
SiC _w /Al ₂ O ₃ composite	5.59	6.96	7.51	6.99
	7.93	5.60	8.12	
Al ₂ O ₃ matrix	4.03	2.96	3.31	3.80
	2.85	3.06	3.10	

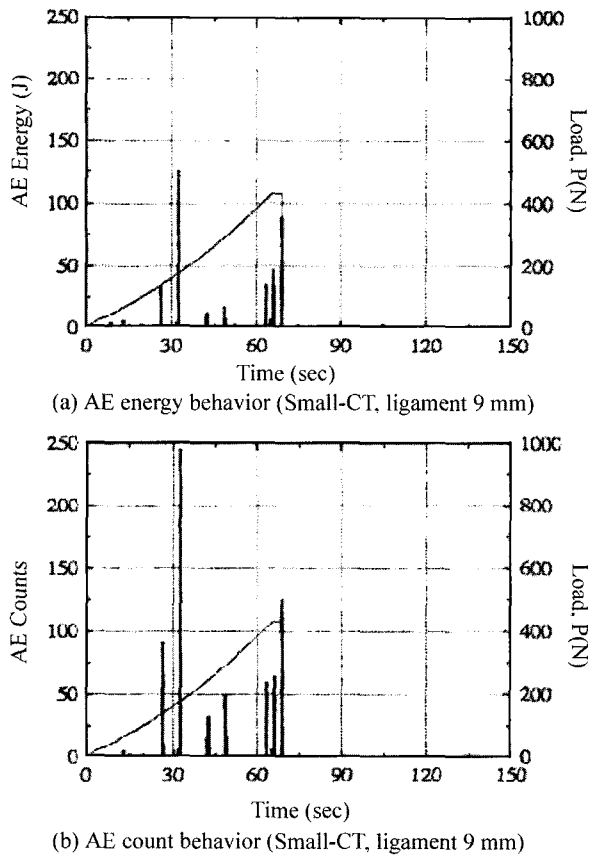


Fig. 5. AE behavior of SiC_w/Al₂O₃ composite during the test time.

갖는 상대적으로 고주파형인 AE신호가 검출되고 있어서 이 시점에서 노치선단의 미시균열이 거시균열로 성장하여 파괴에 이르는 것으로 판단된다. 재료의 파괴과정중에 나타나는 이러한 형태의 AE신호특성은 다른 종류의 세라믹재료에서도 흔히 관찰된다.¹¹⁾

Fig. 6은 시험편의 파면사진이다. 지그재그 형태의 균열진전(crack deflection)으로 인한 파면의 요철을 볼 수 있으며, 휘스커의 가교현상 이후 인발(pull-out) 혹은 절단(breakage)된 흔적과 계면박리(debonding) 등을 관찰할 수 있다. 이러한 미소파괴기구들은 재료의 파괴인성을 향상시키는 요인으로 작용하게 되는데, 균열의 진행방향에 배치된 SiC 휘스커의 경우 Al₂O₃의 선팽창계수가 크기 때문에 하중이 증가할 때 휘스커를 압축하는 계면전단 수축응력이 발생하여 균열선단의 응력확대계수를 감소시킨다. 이 응력이 한계에 이르면 계면박리로 이어지며, 휘스커의 배열상태에 따라 균열편향(crack deflection)을 유발시킨다.

또한 섬유가교현상을 일으킨 파괴진행영역은 스프링과 같은 역할을하여 균열면을 닫아 균열성장을 지연시키며, 균열이 진전함에 따라 선단의 균열면에는 새로운 스프링이 생겨나고 후방의 파괴진행영역에 있는 스프링들은 그

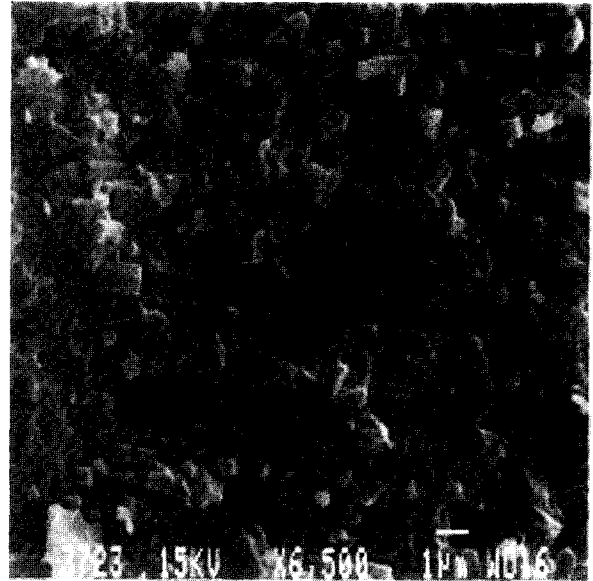


Fig. 6. SEM observation of fracture surface.

들의 탄성한도나 계면강도를 초과할 때 섬유인발이나 섬유절단을 일으킨다. 더욱이 거시균열의 발생직후 파괴진행영역에 가교상태를 유지하고 있는 휘스커들은 그들의 탄성한도와 계면강도의 크기, 가교의 발생빈도에 따라 금속재료의 변형경화구간과 유사한 하중정체구간의 가시화에 중요한 역할을 할 것으로 기대된다.

이상의 관찰결과를 토대로 SiC_w/Al₂O₃ 복합재료의 파괴기구는 다음과 같이 정리할 수 있다. 시험초기 하중이 증가함에 따라 노치선단 부근에는 계면박리 등과 같은 국부적인 파괴가 일어나고 최대하중의 약 1/2 정도에 이르면 이들 국부적인 파괴의 합체에 의해 노치선단에 미시균열이 발생한다. 이때 파괴진행영역에 형성된 일부 휘스커들의 가교현상과 노치선단영역에서의 국부적인 계면박리는 응력확대계수를 감소시켜 미시균열이 거시적인 주균열로 성장하는 것을 지연시킨다. 이후 하중이 증가하면서 파괴진행영역에서 가교현상을 일으킨 휘스커들이 일부 인발되거나 절단되고, 균열선단에는 새로운 균열면이 형성되지만 그 크기는 매우 작으며, 이러한 상태는 최대하중에 이를 때 까지 유지된다. 결국 최대하중에 도달하면 파괴진행영역에 있는 휘스커들의 가교상태를 유지하는 능력은 한계에 이르게 되어 인발이나 절단을 일으키는데 이때 하중은 더 이상 증가하지 않는다. 휘스커의 인발과 절단이 어느정도 진행되면 미시균열은 휘스커의 계면박리방향에 따라 균열편향을 일으키면서 지그재그 형태의 거시균열로 급속히 성장하여 재료를 파단시킨다.

4. 결 론

K_{IC} 시험 및 IF법을 이용한 파괴인성 평가를 통해 SiC

휘스커 강화 Al_2O_3 복합재료의 고인화기구를 조사하였다. 연구결과를 정리해 보면 다음과 같다.

1. 세라믹 복합재료의 파괴인성 평가는 종래의 평면변형을 파괴인성시험 이외에 간이 평가법인 IF법에 의한 평가도 충분한 신뢰성을 가지는 것으로 판단된다.

2. 본 시험에 사용된 SiC_w/Al_2O_3 복합재료는 Al_2O_3 단체에 비해 약 2배 정도의 향상된 파괴인성을 보여주었으며, 그 주요 원인으로는 ① SiC 휘스커들이 가교현상을 일으킨 파괴진행영역에 의해 유발되는 균열면을 닫으려는 힘, ② 균열선단영역에서 Al_2O_3 와 SiC 휘스커의 선팽창계수의 차이로 인해 발생하는 계면전단수축응력, ③ 균열진전시 SiC 휘스커의 계면박리에 의한 균열편향과 ④ 최종 파괴과정에서 SiC 휘스커의 인발 및 절단 등을 들 수 있다.

3. 본 시험재의 경우 극히 일부의 SiC 휘스커가 가교현상을 일으킨 파괴진행영역이 형성됨으로써 P- Δ 선도에 약간의 하중 정체구간이 존재한다는 것을 확인하였다.

4. 균열선단 미소균열영역과 파괴진행영역을 동시에 형성시킬 수 있다면 금속재료와 같은 하중-변위 거동을 보이는 세라믹 복합재료의 제작이 가능할 것으로 판단된다.

참 고 문 헌

1. M. F. Ashby and D. R. H. Jones, International Series on Materials Science and Technology, 39, 162-177, Pergamon Press, Oxford, England (1986).
2. J. E. Ritter, Fundamentals of Ceramic Engineering, p.191-221, P. Vincenzini, Elsevier Applied Science, London & New York(1991).
3. S. K. Lee and C. H. Kim, J. American Ceramic Soc., **77**(6), 1655 (1994).
4. K. T. Faber and A. G. Evans, Acta Metallurgy, **31**(4), 565 (1983).
5. H. Liu, M. E. Fine and H. S. Cheng, J. American Ceramic Soc., **77**(1), 179 (1994).
6. R. C. Garvie, R. H. Hannink and R. T. Pascoe, Ceramic Steel, **258**(703), Nature, London (1975).
7. ASTM E 1820, Annual Book of ASTM Standards, 3.01, 1000 (2000).
8. JIS R 1607, Japanese Standards Association (1995).
9. V. C. Li and T. Hashida, J. Mater. Sci. Letters, **12**, 898 (1993).
10. T. Hashida and V. C. Li, J. American Ceramic Soc., **77**(6), 1553 (1994).
11. Y. J. Kim, T. Hashida, H. Takahashi, K. Fujii and M. Kanazawa, J. Japan Thermal Spraying Soc., **33**(2), 73. (1996).