

## 알루미나 세라믹스의 R-curve 분석

김성진 · 손기선 · 이성학 · 백성기  
포항공과대학교 재료·금속공학과  
(1994년 4월 11일 접수)

### R-curve Analysis of Alumina Ceramics

Sungjin Kim, Keesun Sohn, Sunghak Lee and Sunggi Baik  
Department of Materials Science and Engineering  
Pohang University of Science and Technology(POSTECH)  
(Received April 11, 1994)

#### 요 약

다결정 알루미나에서 관찰되는 R-curve에서 최초 증가하는 부분의 인성증가 기구는 긴 길이의 균열에서 작용하는 인성기구, 즉 grain bridging 현상과는 차이가 있으리라고 판단된다. 균열의 선단에서 미세균열은 균열의 후미에서 bridging 형성을 유발하는 필수조건이기 때문이다. 이러한 가정을 증명하기 위하여 균열의 선단에서 미세균열의 발생을 관찰하기 위한 실험을 실시하였다. 결정입자의 크기가 약 10  $\mu\text{m}$ 인 알루미나를 이용하여 in-situ DCB 실험을 행하였다. 균열 진행면과 같은 면에서 균열선단에 미세균열의 발생이 관찰되었고, 이러한 관찰을 바탕으로 알루미나의 R-curve를 재해석 하고자 하였다.

#### ABSTRACT

It is suggested that the microstructural toughening process in the initial rising portion of R-curves observed in polycrystalline alumina should be different from the grain bridging mechanism identified in the long crack regime. Microcracking in the advancing crack front seems to be a prerequisite for the development of unbroken bridging ligaments behind the crack tip. In order to test such a proposition, attempts were made to identify experimentally the presence of microcracks in the frontal zone of propagating cracks. In-situ observation is made of crack growth in a miniature double cantilever beam specimen of a average grain size of 10  $\mu\text{m}$  alumina. Presence of a few microcracks was identified in front of crack tip on the propagating crack plane. The R-curves were re-evaluated based on the observation.

#### 1. 서 론

최근 구조 세라믹스분야에서, 고강도와 더불어 고인성화에 대한 관심이 증대되면서 인성을 증가시킬 수 있는 방안에 대한 연구가 활발히 수행되어 오고 있으며, 특히 균열의 길이 증가에 따라 균열저항(crack resistance), 즉 인성이 증가하는 R-curve 현상에 대해 다수의 연구결과가 보고되고 있다<sup>1-8, 12-25)</sup>. 여기서, R-curve라 함은 균열이 발생하여 진행함에 따라 파괴인성치가 계속 증가하여, 균열길이의 증가와 함께 균열성장에 필요한 외부 응력이 점점 증가하는 현상을 일컫는다.

1977년, Hübner와 Jillek<sup>20)</sup>에 의해 알루미나에서의 R-

curve 현상이 처음으로 보고된 이후, 알루미나의 강화 기구에 대해서는 많은 논의가 이루어지고 있다. 알루미나의 강화기구에 관한 초기의 논의에서는, 균열이 진행함에 따라 균열선단 주변에 미세균열이 발생함으로써 R-curve 현상이 나타나는 것으로 해석하였다<sup>9-11)</sup>. 그러나, 미세균열 기구로는 이와같은 실험적으로 확인된 R-curve 현상을 충분히 설명하지 못했을 뿐 아니라, 미세균열의 발생을 실제로 관찰할 수 없었다. 반면에, Swanson 등<sup>4)</sup>은 균열진행을 직접 관찰한 결과, 균열의 후미에 bridging이 형성된 결정립이 존재함을 발견하고, 이를 R-curve 현상의 주 요인으로 해석하였다. 또한, Knehan와 Steinbrech<sup>3)</sup>은 SENB(single edge notched beam) 시편에 긴

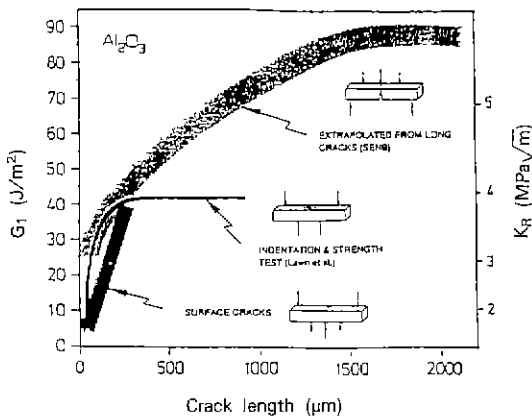


Fig. 1. R-curve behaviors of short and long cracks determined by various testing geometries<sup>34</sup>.

균열을 전파시켜 매우 뚜렷한 R-curve 현상을 관찰하였으며, 균열선단의 후미를 제거한 후에는 파괴인성치가 다시 원래의 수준으로 회복됨을 발견하여, 균열선단 후미에서의 wake 효과를 설명하였고, bridging 기구가 다결정 재료에서 파괴인성치 증가에 중요한 역할을 함을 밝혔다<sup>4,13,14,16</sup>.

상기와 같은 실험적 결과들이 발표됨에 따라, 알루미늄 나에서의 R-curve 거동을 해석하기 위한 많은 모델들이 제안되었으나, 이들은 모두 결정립 bridging 기구가 모든 범위의 균열길이에 적용될 수 있다고 가정하였다. 그러나, Fig. 1에서 예시하는 바와 같이, 실험적으로 밝혀진 사실은 균열길이가 수십 μm 이하의 짧은 균열영역의 R-curve는, 수백 μm 이상, 혹은 수 mm 정도의 긴 균열영역에서 구한 R-curve로부터 외삽한 결과와 잘 맞지 않음이 발견되었다<sup>20</sup>. 결정립 bridging 기구를 근간으로 긴 균열영역에서 해석한 R-curve와 짧은 균열영역에서 실험적으로 측정된 R-curve 사이에는 상당한 차이가 있음을 의미하며, 짧은 균열영역에서는 다른 기구, 특히, 미세균열기구가 무세하게 작용할 수 있을 것이라 가정해 볼 수 있다. 즉, 균열선단에서의 미세균열은 bridging 결정립이 생기기 위해서는 필수적이라 판단되며, 이 미세균열의 영향도 R-curve에 매우 중요한 역할을 하리라 판단되기 때문이다. 따라서 알루미늄의 경우 균열진행에 따라서 두가지 이상의 인성화기구가 복합적으로 작용할 가능성이 존재하며, 실제로 PZT 재료의 경우, 복합인성화기구에 의한 R-curve 해석이 시도되어<sup>26</sup>, PZT의 짧은 균열영역에서는 domain switching에 의한 인성증진이 지배적이고, 긴 균열영역에서는 미세균열이 지배적인 인성화 기구임이 밝혀졌다<sup>26</sup>.

현재까지 보고된 바에 의하면, 알루미늄에서 미세균열이 직접적으로 관찰된 예는 없는 것으로 알려져 있다. 다만, 음향방출(Acoustic emission)방법으로 미세균열발생을 간접적으로 확인한 결과는 발표된 바 있다<sup>25,28</sup>. 따라서 본 연구에서는, 우선 균열의 진행을 주사전자현미경을 이용해서 직접 관찰하였으며, 특히 in-situ 파괴시험을 실시하여 균열의 진행을 균열선단 부분을 중심으로 세밀하게 관찰하여 미세균열 형성을 확인하고, 이를 바탕으로 지금까지 발표된 R-curve를 재해석하였다.

## 2. R-curve 이론

R-curve를 유발시키는 기구에는 균열편향(crack deflection), 균열 branching<sup>29,30</sup>, 상변태 유기 파괴인성강화<sup>29,31</sup>, 미세균열 파괴인성강화<sup>6-11</sup>, 결정립 bridging<sup>4,5,13-21</sup> 등이 알려져 있다. 이들 중 알루미늄의 경우, 앞에서 언급한 바와 같이, 미세균열 파괴인성강화와 결정립 bridging 기구가 주요 기구로 이해되고 있으며, 이에 대한 상세한 이론적 해석도 발표된 바 있다. 이들에 대한 이론을 간략하게 정리하여 보면 다음과 같다.

### 2.1. 미세균열 기구

미세균열 기구는 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>와 같이 이방성을 갖는 재료에서나<sup>6-11</sup> PZT의 경우에서와 같이 내부에 많은 응력이 존재할 경우, 균열 선단에 응력 집중이 일어나는 영역에서 미세균열을 유발하여 에너지의 흡수가 일어나, 재료의 파괴인성이 증가하는 현상을 일컫는다. 많은 수의 미세균열이 주 균열의 주위에서 발생하는 이유는, 열팽창 계수나 탄성계수의 이방성에 의해서 결정입계에 잔존하는 인장응력 때문일 것으로 생각된다. 이러한 인장응력을 줄이기 위해 결정입계에 미세균열이 생기게 된다면, 결국 생긴 미세균열의 양만큼 부피팽창의 효과가 일어나서 주 균열에 단힘응력이 발생한다<sup>7</sup>. 이를 이론적으로 해석할 경우, frontal process zone에서의 탄성계수의 감소에 의한 균열선단의 shileiding 효과와 process zone 후미에서 미세균열이 생기면서 발생하는 부피팽창(dilatation) 효과를 고려해야 하며<sup>6,11</sup>, 인성을 증가시키는 최적의 미세균열 밀도를 예측할 수 있다. 미세균열 밀도가 최적치보다도 높아질 경우에는, 균열합체 기구에 의해서, 균열이 진행하기 쉬운 경로로 작용하게 되어 오히려 인성의 감소를 유발하게 될 것이기 때문이다. 여러 연구자들은 이러한 가정하에서 미세균열 발생에 의한 임계 인성치의 증가를 계산하였다<sup>6,9,10,11</sup>.

2.2. Grain Bridging 기구

결정립 bridging은 균열선단 후미에서 완전히 분리되지 않은 입자, 결정립, 휘스커 등이 외부응력을 공유하게 되어, 균열의 진행을 억제하는 현상을 말한다. 휘스커를 첨가할 경우, 휘스커가 bridging site로 남게 되고, 보통의 다결정 재료에서는 완전분리가 되지 않은 결정립이 bridging site로 남게 된다. 이러한 bridge들은 수 mm 정도까지 균열이 진행하더라도 잔존하여, 균열성장을 억제하고 상당한 인성 증가를 가져오는 것으로 알려져 있다. 따라서, bridging 기구는, 균열의 길이가 상당히 큰 영역에서의 R-curve 현상을 잘 설명할 수 있다. 결정립이 bridging site가 되는 경우에는 결정립이 뽑힘(pullout) 또는, 상호잠김(interlocking) 현상에 의해, 균열선단을 shielding하게 되는데, 알루미나에서는 균열선단 후미에서의 결정립 bridging이 주 인성 증진기구로 알려져 왔으며<sup>4,5,13-21</sup>, 이에 바탕을 둔 모델로 R-curve를 해석하고 있다. 그러나, 앞에서 언급한 바와 같이, 균열의 길이가 수  $\mu\text{m}$  정도인 영역에서는 잘 일치되나, 수십  $\mu\text{m}$  정도 영역의 R-curve의 해석에는 적절치 않음이 실험적으로 밝혀지고 있다.

3. 실험방법

3.1. 시편 제조

본 실험에서 제조된 시편은 일본 SUMITOMO사의 순도 99.997%인 알루미나 분말(AKP 3000)을 사용하여, 다른 첨가제를 사용하지 않고 소결하여 제조하였다. 성형 과정은 먼저 분말을 시편의 형태를 유지할 정도의 작은 압력으로 1차 성형하였고, 1차 성형후, 냉간 가압 성형(CIP)을 2.5 ton/cm<sup>2</sup>의 압력으로 행하였다. 성형체는 지름 14 mm의 펠렛형태와 45×10×10 mm의 막대형태로 하였다. 소결은 텅스텐을 발열체로 한 전기저항로를 이용하여, 성형체를 알루미나 도가니에 넣고 같은 분말로 채워 덮은 후에, 아르곤 가스를 흘리면서 1700°C에서 1시간 소결하였다. 소결체의 밀도는 이론밀도의 약 98.5%를 보였다. Fig. 2는 소결후의 미세구조를 나타내고 있으며, 결정입자의 평균크기는 약 10  $\mu\text{m}$  정도이고, 비교적 고른 입도 분포를 보이고 있다.

3.2. 균열의 관찰

3.2.1. 직접관찰

소결된 시편을 2×2×10 mm로 절단하여 SiC연마지 1000번까지 연마한 후, 압인(indentation)할 면은 6  $\mu\text{m}$ , 3  $\mu\text{m}$ , 1  $\mu\text{m}$ 의 다이아몬드 분말을 이용하여 차례로 연



Fig. 2. SEM micrograph of the alumina specimen after thermal etching at 1500°C during 1 hr.

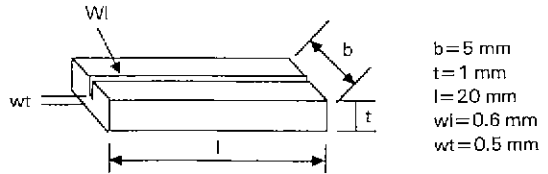


Fig. 3. Specimen geometry and dimensions for in-situ DCB test.

마하였다. 연마된 시편의 인장응력이 걸릴 면은 시편의 길이방향 중심선 상의 세부분에 5 N(Newton)으로 압인하였다. 압인이 부여된 시편을 3-point bending법으로 파단시킨 후, 압인한 곳으로부터 파괴가 일어났는지 확인하고, 나머지 파괴가 일어나지 않은 압흔 2곳에서의 균열진행을 주사전자현미경으로 관찰하였다.

3.2.2. In-situ DCB(Double Cantilever Beam) 파괴시험

위 방법으로는 하중이 걸리지 않은 상태에서 균열을 관찰하게 됨으로 하중이 가해진 상태에서 발생된 미세 균열이 하중이 제거됨에 따라 다시 닫히는 경우가 발생할 수 있으리라 예상되어, in-situ로 하중을 가하면서 균열의 진행을 관찰하고자 하였다. 시편은 Fig. 3과 같이 20×4×1 mm로 가공한 후, 0.5×0.6 mm 크기의 홈을 만들었으

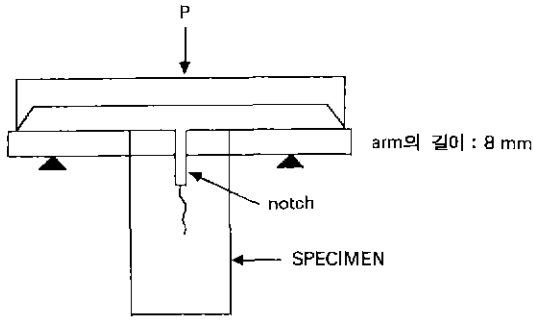


Fig. 4. Testing configuration of in-situ DCB test. Notch was made by 150  $\mu\text{m}$  thickness diamond wheel.

며, 150  $\mu\text{m}$  다이아몬드 휠로 0.6 mm의 노치(notch)를 만들었다. in-situ DCB법을 위한 시편제작을 위해서는, Fig. 4와 같이 에폭시(epoxy)를 이용하여 loading arm을 부착하였다. 준비된 시편은, 관찰하고자 하는 면을 gold coating한 후, 주사전자현미경 내부에 위치시켜 하중을 가하면서 균열의 진행거동을 관찰하였다.

#### 4. 실험결과 및 고찰

##### 4.1. 균열의 진행관찰

##### 4.1.1. 압인균열(Indentation Crack)

Fig. 5는 막대형태 시편의 세 지점에 압흔을 부여하여 균열을 전파시킨 후, 아직 파괴가 일어나지는 않았으나, 크게 성장한 균열의 진행 양상을 보여주고 있다. 그림에서 보는 바와 같이 균열은 zigzag 형태로 진행하였으며, 중간에 균열의 branching이 일어남에 따라 두 갈래로 갈라져서 진행하였음을 알 수 있다. 또한, 1~2개의 결정립을 사이에 두고, 균열의 진행방향으로 미세균열이 형성되었고, 가공에서 생긴 미세균열은 균열이 이미 지나고 난 후에도 잔류하고 있음을 알 수 있다. 화살표로 표시된 부분은 미세균열을 표시한 것이다. 미세균열은 균열의 전반부에서 많이 관찰할 수 있었으나, cloud 형태로 많은 미세균열이 생성되기 보다는 3~4개의 미세균열이 균열이 진전하는 면(in plane)에서만 관찰되었다. 균열의 진행은 우선 3~4개의 미세균열이 전반부에 형성되고, 주 균열이 이미 형성된 미세균열과 연결되어 이루어지면서 진행하는 양상을 보였다. 따라서, 미세균열의 생성은 많은 수가 동시에 생성되지는 않았으나, 주 균열 진행에 선행되는 중요한 요인으로 관찰되었다.

##### 4.1.2. In-situ DCB

Fig. 6은 in-situ 파괴시험 기기를 이용하여 DCB 방법으로 균열의 성장을 관찰한 결과이다. 이때 균열선단에서 노치선단까지의 거리는 약 1 mm 정도이며, 250  $\mu\text{m}$  정도

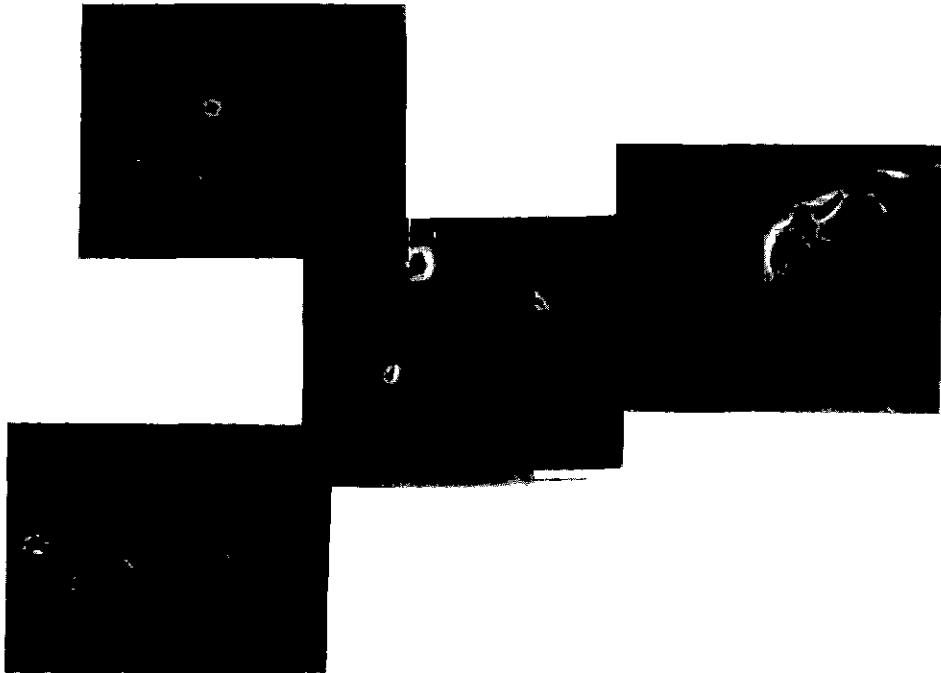


Fig. 5. SEM micrographs of surface crack after indentation and fracture. Arrows indicate microcracks.

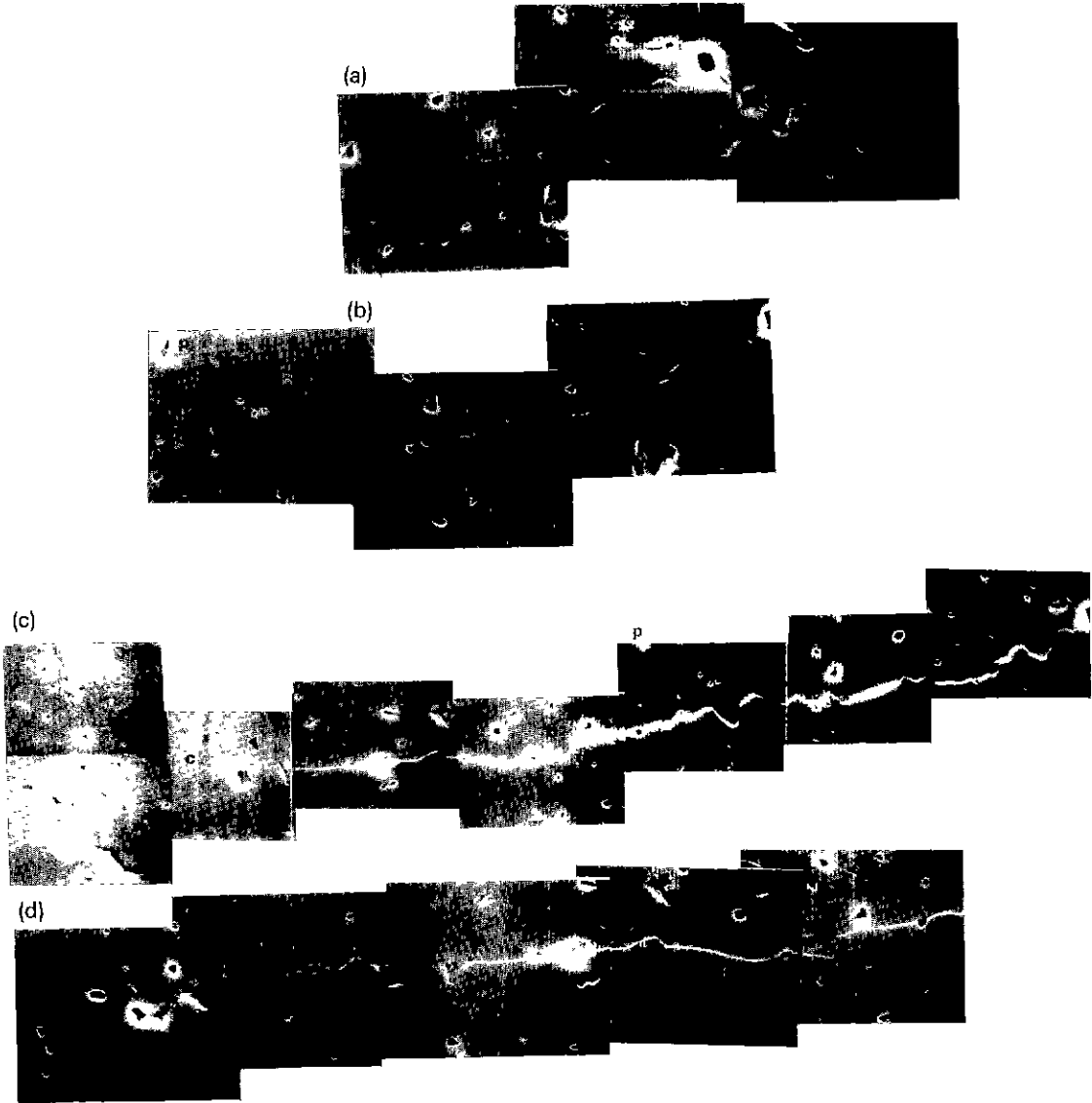
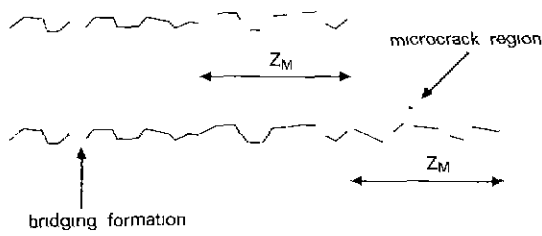


Fig. 6. SEM micrographs of crack propagation during in-situ DCB testing.

(a) load 1 kg,  $K_A=2.28 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ , (b) load 1.2 kg,  $K_A=2.73 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ , (c) load 2 kg,  $K_A=4.57 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ ,  
 (d) load 2.5 kg,  $K_A=5.7 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ .

길이까지의 균열진행을 관찰하였다. 여기에서도 압인균열과 마찬가지로 미세균열 cloud의 생성은 없었으며, 간혹 잔류기공의 주변에 생성된 미세균열을 관찰할 수 있었다(P로 표시). 반면 bridging된 결정립은 균열성장과 함께 계속 관찰되었다(a, b, c로 표시). Fig. 6의 (a), (b), (c), (d)에서 표시된 바와 같이 일부는 하중이 증가함에 따라 주 균열과의 연결이 이루어졌고(화살표로 표시), 일부는 주 균열이 약 250  $\mu\text{m}$  정도 자랄 때까지 계속 bri-

dging site로 남아 있었다(a, b, c로 표시). 여기서, (a)는 하중을 1 kg,  $K_A=2.28 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 이었을 때, 미세균열을 중심으로 핀잡힌 경우로서, 균열은 zigzag 형태로 진행하였고, 미세균열의 앞부분에 연결이 되지 않은 미세균열이 보인다. (b), (c), (d)는 각각 하중을 1.2 kg, 2 kg, 2.5 kg로 증가시켰을 경우, 즉  $K_A$ 는  $2.73 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ ,  $4.57 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ ,  $5.7 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 에 해당하는 경우를 나타내고 있다. (b)는 (a)에 비해서 균열이 30  $\mu\text{m}$  정도 더 진행하



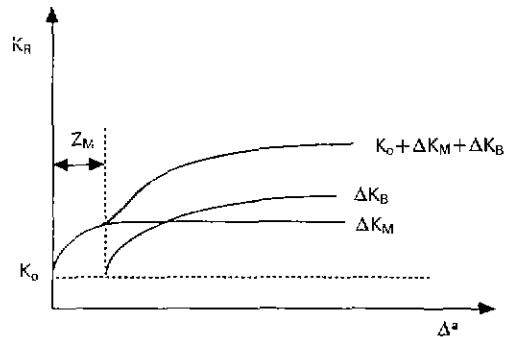
**Fig. 7.** Schematic representation of crack propagation sequence and bridging formation.  
 $Z_M$ : microcrack zone size

였다. (a)와 비교하면 삼각형으로 표시된 부분은 연결이 되었고, a로 표시된 부분은 연결이 되지 않은 bridging site이다. 역시 균열선단 앞에는 연결되지 않은 미세균열이 있음을 알 수 있다. (c)는 (b)에 비해 균열이 120  $\mu\text{m}$  정도 더 진행한 경우로서, a로 표시된 부분은 (a), (b)에서 관찰되었던 bridging이 아직까지 연결이 되지 않은 상태로 남아있는 부분이고, b와 c는 하중이 증가함에 따라 새로이 발생한 bridging site들이다. (d)는 (c)에 비해 10  $\mu\text{m}$  정도의 균열의 진행이 있었다. (c)의 균열선단 부분이 어떤 양상으로 진행하였는지 확연히 보여주고 있다. b는 여전히 연결이 되지 않은 상태로 남아 있었다. 결론적으로 균열의 길이가 약 250  $\mu\text{m}$  정도 성장하는 과정에서 균열선단 앞에 미세균열이 우선 생성되고, 이것이 하나씩 연결이 되면서 균열의 진행이 이루어졌고, 완전히 연결이 이루어지지 못하는 경우에는 bridging site로 남게 되는 양상을 보여준다. 한가지 특기할 만한 결과는 미세균열의 발생이 균열선단 주위로 cloud를 형성하는 것이 아니라 알루미늄에서는 균열의 진행면과 동일한 면에서 주로 관찰된 점이다. 이는 균열의 선단에서 균열의 진행면과 같은 평면상에서 최대의 인장응력을 갖게 되는 점에 비추어 당연한 일이라고 판단된다.

Fig. 7은 이와같은 직접 관찰결과를 바탕으로 균열의 진행양상을 도식화한 것이다. 알루미늄의 균열 진행은 균열선단에 균열진행면과 같은 면상에 몇개의 미세균열이 발생하고, 미세균열이 주 균열과 연결이 이루어지면서 균열이 자라게 되는 것으로 보인다. 미세균열이 형성되는 영역의 크기( $Z_M$ )는 외부응력, 즉  $K$ 값에 따라서 결정되며, 본 실험을 통해서 얻어진  $Z_M$ 값은 약 30~50  $\mu\text{m}$  정도의 값을 갖는 것으로 확인할 수 있었다.

#### 4.2. R-curve 재해석

본 실험에서는 DCB 방법으로 하중을 가한 시편의 균열선단 부근의 위치까지 20000배의 고배율로, 250  $\mu\text{m}$



**Fig. 8.** Re-interpretation of R-curves in alumina. The contribution of microcracking ( $\Delta K_M$ ) is significant in short crack region in front of advancing crack.

정도의 균열선단 영역을 관찰하였기 때문에 정확한 균열선단의 자취(trace)를 알 수 있었다. 지금까지는 균열 선단에서 가장 energy dissipation이 클 것으로 판단되는 균열 후미에서의 bridging만으로 R-curve를 해석하였기 때문에, Fig. 1에서와 같이 짧은 균열영역에서의 R-curve 해석이 어려웠다고 판단된다. 균열후미 2~3 mm 정도의 영역에서 bridging 응력이나 균열열림변위(crack open displacement, COD)를 측정하는 것이 정확한 R-curve 측정에 효과적이지 못함을 알 수 있다.

본 실험의 주사전자현미경 관찰 결과들로 볼 때, 균열선단의 약 30~50  $\mu\text{m}$  정도의 영역에서의 인성증진 효과는 상당히 클 것으로 생각되며, 기존의 긴 균열의 R-curve 실험으로는 잘 알 수 없는, 균열이 극히 작을 때의 R-curve 값과 밀접한 연관이 있으리라 유추된다. 실제로, 균열의 길이가 30~50  $\mu\text{m}$  영역 정도에서의 R-curve는 측정이 거의 불가능할 뿐아니라, 균열선단 부근에서의 미세균열 발생을 직접적으로 확인하기는 더욱 불가능하여 R-curve 해석에서 무시되어 왔다. 본 실험에서 사용한 평균결정입도 약 10  $\mu\text{m}$  정도의 알루미늄에서는 30~50  $\mu\text{m}$  정도의 영역에서 미세균열이 관찰되었고, 이 부근에서의 인성값은 실제로 균열이 전혀 없을 때의 기본인성(intrinsic toughness), 즉, 단결정에서 측정된 인성치보다도 훨씬 큰 값이다. 단결정 알루미늄, 즉, 사파이어를 이용하여 측정된 인성치는 약 1.5~1.9  $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 의 값을 갖는 것으로 알려져 있으며, 반면에 긴 균열의 R-curve 측정치의 외삽에 의해서 짧은 균열 영역(수  $\mu\text{m}$ )에서 측정된 인성치는 대략 3  $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 로서 (Fig. 1 참조), 1~1.5  $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$  정도의 차이가 있음을 알 수 있다. Bridging 결정립이 형성되기에는 아직 균열성

장이 충분히 이루어지지 않은 짧은 균열영역이므로 이러한 차이를 결정립 bridging 기구로 해석함은 불합리하며, 따라서 다른 적절한 해석이 요구된다. 여러 연구자들<sup>13,17,19,21,32-34,36)</sup>에 의해 측정된 R-curve에서 균열길이 가 아주 작은 영역에서의 인성값은 균열선단 앞에 생기는 미세균열에 의해  $\Delta K_M$ (균열길이 가 작은 영역에서 미세균열에 의한 인성치의 증가)만큼 증가된 값이라고 해석하는 것이 타당하다. 즉 알루미나의 R-curve는 다음의 세가지 항의 합으로 나타낼 수 있다.

$$K_R = K_0 + \Delta K_M + \Delta K_B$$

$K_0$  : intrinsic toughness

$\Delta K_M$  : microcracking contribution

$\Delta K_B$  : bridging contribution

실험적으로 입증된 짧은 균열 R-curve와 긴 균열 R-curve의 차이는 짧은 균열 영역에서의 이러한 미세균열에 의한  $\Delta K_M$ 의 차이 때문인 것으로 생각된다. Fig. 8은 위와 같은 관점에서 R-curve를 재해석한 개략도를 보여준다. 즉, R-curve를 균열선단에서의 미세균열에 의한 부분( $\Delta K_M$ )과 균열성장 때문에 bridging에 의한 부분( $\Delta K_B$ )의 합으로 볼 수 있으며,  $\Delta K_M(\Delta a)$ 는 균열이  $Z_M$ 만큼 성장할 때까지 급하게 증가한 후에 곧 일정한 값에 도달하게 되며,  $\Delta K_B(\Delta a)$ 는  $Z_M$ 에서 수 mm에 이르도록 매우 완만하게 계속 증가하는 형태를 갖는 것으로 해석할 수 있다.  $Z_M$ 의 크기는 본 실험에서 사용한 10  $\mu m$  크기의 결정립을 갖는 알루미나에서 약 30~50  $\mu m$ 로 측정되었으나, 결정립의 크기나 형태에 따라서 큰 차이가 있을 것으로 예상된다. 문제는 결정립의 크기가 작아질 경우에 본 실험에서와 같이 미세균열 발생을 직접관찰 하기가 더욱 어려워져 실험적으로  $Z_M$ 를 측정하기가 쉽지 않을 것으로 예상된다. 그러나,  $Z_M$ 의 결정립의 크기와 모양에 따른 영향에 대한 분석은 향후 중요한 과제로 남아 있다.

### 5. 결 론

주사전자현미경을 이용하여 결정립의 크기가 10  $\mu m$  정도인 알루미나의 균열의 진행을 관찰해본 결과, 미세균열은 균열선단의 전방부에 생기고, 균열의 진행은 하중증가에 따라 미세균열이 연결되면서 이루어 졌다. 이러한 미세균열의 연결과정에서 균열이 1 mm 정도까지 진행할 때까지 주 균열 부위와 완전히 연결이 되지 않은 부분은 bridging site로 남아 있었고, 미세균열은 균열 선단에 cloud형태로 형성되는 것이 아니라, 주 균열과

같은 면을 따라 형성되는 것이 관찰되었다. 긴 균열 R-curve와 짧은 균열 R-curve의 차이는 이러한 30~50  $\mu m$  정도의 미세균열 영역의 영향으로 생기는 짧은 균열영역에서의  $\Delta K_M$ 값 때문으로 판단된다.

### REFERENCES

1. R.W. Rice and R.C. Pohanka, "Grain-size Dependence of Spontaneous Cracking in Ceramics," *J. Am. Ceram. Soc.*, **62**(11-12), 559-563 (1979).
2. R.W. Rice, S.W. Freiman and P.F. Becher, "Grain-size Dependence of Fracture Energy in Ceramics," *J. Am. Ceram. Soc.*, **64**(6), 345-354 (1981).
3. R. Knehans and R. Steinbrech, "Memory Effects of Crack Resistance During Slow Crack Growth in Notched  $Al_2O_3$  Bend Specimen," *J. Mat. Sci. Lett.*, **1**, 327-329 (1982).
4. P.L. Swanson, C.J. Fairbanks, B.R. Lawn, Y.W. Mai and B.J. Hockey, "Crack-Interface Grain Bridging as a Fracture Resistance Mechanism in Ceramics: I, Experimental Study of Alumina," *J. Am. Ceram. Soc.*, **70**, 279-89 (1987).
5. Y.W. Mai and B.R. Lawn, "Crack-Interface Grain Bridging as a Fracture Resistance Mechanism in Ceramics: II, Theoretical Fracture Mechanics Model," *J. Am. Ceram. Soc.*, **70**, 289-294 (1987).
6. A.G. Evans and K.T. Faber, "Crack Growth Resistance of Microcracking Brittle Materials," *J. Am. Ceram. Soc.*, **67**, 255-260 (1984).
7. D.R. Clarke, "A Simple Calculation of Process-Zone Toughening by Microcracking," *J. Am. Ceram. Soc.*, **67**, C 15-16 (1984).
8. B.R. Lawn, "Fundamental Condition for the Existence of Microcrack Clouds in Monophase Ceramics," *J. Euro. Ceram. Soc.*, **7**, 17-20 (1991).
9. A.G. Evans and Y. Fu, "Some Effects of Microcracks on the Mechanical Properties of Brittle Solids-II. Microcrack Toughening," *Acta Metall.*, **33**(8), 1525-1531 (1985).
10. Hongda Cai, B. Moran and K.T. Faber, "Analysis of a Microcrack Prototype and Its Implications for Microcrack Toughening," *J. Am. Ceram. Soc.*, **74**(7), 1695-1698 (1991).
11. J.W. Hutchinson, "Crack Tip Shielding by Microcracking in Brittle Solids," *Acta Metall.*, **35**(7), 1605-1619 (1985).
12. B. Mussler, M.V. Swain and N. Claussen, "Dependence of Fracture Toughness of Alumina on Grain Size and Test Technique," *J. Am. Ceram. Soc.*, **65**(11), 566-572 (1982).

13. R.F. Cook, C.J. Fairbanks, B.R. Lawn and Yiu-Wing Mai, "Crack Resistance by Interfacial Bridging: Its Role in Determining Strength Characteristics," *J. Mat. Res.*, **2**(3), 345-356 (1987).
14. Y. Maniette, M. Inagaki and M. Sakai, "Fracture Toughness on Crack Bridging of a Silicon Nitride Ceramic," *J. Eur. Ceram. Soc.*, **7**, 255-263 (1991).
15. Chun-Hway Hsueh and P.F. Becher, "Evaluation of Bridging Stress from R-curve Behavior for Non-transforming Ceramics," *J. Am. Ceram. Soc.*, **71**(5), C234-C237 (1988).
16. Y.W. Mai and B.R. Lawn, "Crack-Interface Grain Bridging as a Fracture Resistance Mechanism in Ceramics: II. Theoretical Fracture Mechanics Model," *J. Am. Ceram. Soc.*, **70**(4), 289-294 (1987).
17. R.F. Krause, Jr., "Rising Fracture Toughness from the Bending Strength of Indented Alumina Beams," *J. Am. Ceram. Soc.*, **71**(5), 338-343 (1988).
18. Andreas Reichl and R.W. Steinbrech, "Determination of Crack Bridging Forces in Alumina," *J. Am. Ceram. Soc.*, **71**(6), C299-C301 (1988).
19. M.V. Swain, "R-curve Behavior in a Polycrystalline Alumina Material," *J. Mat. Sci. Lett.*, (5), 1313-1315 (1986).
20. N. Ramachandran and D.K. Shetty, "Rising Crack Growth Resistance(R-curve) Behavior of Toughened Alumina and Silicon Nitride," *J. Am. Ceram. Soc.*, **74**(10), 2634-2641 (1991).
21. R.W. Steinbrech, A. Reichl and W. Schaarwachter, "R-curve Behavior of Long Cracks in Alumina," *J. Am. Ceram. Soc.*, **73**(7), 2009-2015 (1990).
22. R.W. Steinbrech and O. Schmenkel, "Crack-Resistance Curves of Surface Cracks in Alumina," *J. Am. Ceram. Soc.*, **71**(5), C271-C273 (1988).
23. R.M. McMeeking and A.G. Evans, "Mechanics of Transformation Toughening in Brittle Materials," *J. Am. Ceram. Soc.*, **65**(5), 242-247 (1982).
24. M.V. Swain and R.H. Hannik, "R-curve Behavior of Zirconia Ceramics," *Advances in Ceramics*, Vol. 12, Am. Ceram. Soc., Columbus, OH (1983).
25. H. Hubner and W. Jillek, "Subcritical Crack Extension and Crack Resistance in Polycrystalline Alumina," *J. Mater. Sci.*, **12**(1), 117-125 (1977).
26. S. Baik and S.M. Lee, "R-curve Behavior of PZT Ceramics Near Morphotropic Phase Boundary," p.371 in *Fracture Mechanics of Ceramics*, Vol. 8 ed.by R.C. Bradt et al. Plenum Press, New York (1986).
27. Teruo Kishi, Shuichi Wakayama and Shiro Kohara, "Microfracture Process during Fracture Toughness Testing in Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Ceramics evaluated by AE Source Characterization," p.85 in *Fracture Mechanics of Ceramics*, Vol. 8 ed.by R.C. Bradt et al. Plenum Press, New York (1986).
28. A. Quinten and W. Arnold, "Observation of Stable Crack Growth Using a Scanning Acoustic Microscope," *Mat. Sci. Eng.*, **A122**, 15-19 (1989).
29. H.E. Lutz, N. Claussen and M.V. Swain, "K<sup>R</sup>-curve Behavior of Duplex-Ceramics," *J. Am. Ceram. Soc.*, **74**(1), 11-18 (1983).
30. K.T. Faber and A.G. Evans, "Crack Deflection Process-I. Theory, II. Experiment," *Acta Metall.*, **31**(4), 565-584 (1983).
31. D.B. Marshall, A.G. Evans and M. Drory, "Transformation Toughening in Ceramics," pp. 289-307 in *Fracture Mechanics of Ceramics*, Vol. 6 ed. by R.C. Bradt et al. Plenum Press, New York (1983).
32. R.F. Cook, B.R. Lawn and C.J. Fairbanks, "Micro-structure-Strength Properties in Ceramics: I. Effect of Crack Size on Toughness," *J. Am. Ceram. Soc.*, **68**(11), 604-615 (1985).
33. P. Chantikul, G.R. Antis, B.R. Lawn and D.B. Marshall, "A Critical Evaluation of Indentation Techniques for Measuring Fracture Toughness: II. Strength Method," *J. Am. Ceram. Soc.*, **64**(9), 539-543 (1981).
34. R.W. Steinbrech, "R-curve Behavior of Ceramics," p. 187 in *Fracture Mechanics of Ceramics*, Vol. 9 ed. by R.C. Bradt et al. Plenum Press, New York (1992).
35. P. Chantikul, "Role of Grain Size in the Strength and R-curve Properties of Alumina," *J. Am. Ceram. Soc.*, **73**, 2419-2427 (1990).
36. S.J. Bennison and B.R. Lawn, "Role of Interfacial Grain-Bridging Sliding Friction in the Crack-Resistance and Strength Properties of Non-transforming Ceramics," *Acta Metall.*, **37**(10), 2659-2671 (1989).