

소결법에 의한 ZrO_2 /Metal계 경사기능재료에 관한 연구(II)

정연길 · 최성철

한양대학교 공과대학 무기재료공학과
(1994년 9월 7일 접수)

A Study on Zirconia/Metal Functionally Gradient Materials by Sintering Method(II)

Yeon-Gil Jung and Sung-Churl Choi

Dept. of Inorg. Mat. Eng., Hanyang University

(Received September 7, 1994)

요 약

경사기능재료(FGMs)의 기계적 특성 및 잔류응력을 고찰하기 위하여 disc형태의 TZP/Ni계와 TZP/SUS304계의 경사기능재료를 분말야금법으로 열간가압소결하였으며, 미세구조 및 응력분포를 경사기능재료와 비교하기 위하여 동일한 방법으로 접합재료를 제조하였다. 경사기능재료의 계면 연속성과 미세구조를 EPMA, WDS, 광학현미경 및 SEM을 이용하여 관찰하였고, 파괴단면으로부터 경사기능재료의 파괴는 제조공정에 기인하는 결함에 의한다는 것을 알 수 있었다. 그리고 파괴의 원인이 되는 균열이 잔류응력에 의해 경사기능재료에 형성된 것을 관찰할 수 있었으며, 이것은 유한요소법(finite element method)에 의한 응력분포 분석에서도 예측되었다. 각 조성의 복합체와 층간의 계면에서 유기되는 잔류응력은 소결온도와 재료상수에 지배적인 영향을 받았으며, 결국 조성의 경사화로 계면 안정성과 잔류응력의 완화를 기대할 수 있었다.

ABSTRACT

To analyze the mechanical property and the residual stress in functionally gradient materials(FGMs), disc-type TZP/Ni- and TZP/SUS304-FGM were hot pressed using powder metallurgy compared with directly bonded materials which were fabricated by the same method. The continuous interface and the microstructure of FGMs were characterized by EPMA, WDS, optical microscope and SEM. By fractography, the fracture behavior of FGMs was mainly influenced by the defects which originated from the fabrication process. And the defect-like cracks in the FGMs induced by the residual stress have been shown to cause failure. This fact has well corresponded to the analysis of the residual stress distribution by Finite Element Method (FEM). The residual stress generated on the interface (between each layer, and matrix and second phase, respectively) were dominantly influenced on the sintering temperature and the material constants. As a consequence, the interfacial stability and the relaxation of residual stress could be obtained through compositional gradient.

Key words: Mechanical property, Residual stress, Functionally Gradient Materials (FGMs), Finite Element Method (FEM), Interfacial stability

1. 서 론

항공·우주용 재료에서는 현격한 온도차가 재료의 양쪽 표면 사이에서 형성되며, 결국 재료내부에는 큰 열응력이 발생하게 된다. 이와 같은 극한 환경에서 사용이 가능한 내열성 방어재료로는 내산화성, 고온강도, 열차폐성, 내열충격성 등의 특성이 요구되어지며, 이러한 재료개발의 한 방법으로써 복합재료가 대두되었다¹⁻⁵⁾. 한

편, 초고온 재료의 응용을 위해 금속과 세라믹스의 접합에 관한 많은 연구가 활발히 진행되고 있으나, 접합 재료의 내열강도를 지배하는 요인인 잔류응력을 극복하기 위해서 해결해야 할 문제점들이 많다⁶⁻¹²⁾. 접합재료의 제조시 형성되는 잔류응력은 주로 세라믹스와 금속간 계면에서의 열팽창계수, 영율 등 재료간의 제반 물성차이에 기인하는 것으로, 접합재료의 파괴강도를 넘는 매우 높은 응력이다. 이때 잔류응력이 계면이나 세라믹스 부

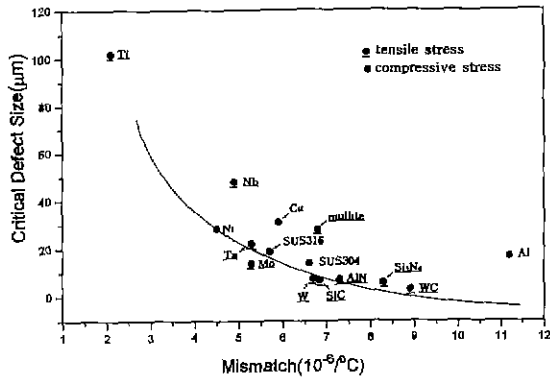


Fig. 1. Effect of thermal expansion coefficient mismatch on critical defect size in ZrO₂-metal and ZrO₂-ceramic joining at 1250°C¹⁷⁾.

분에 인장응력으로 형성되는 경우가 가장 치명적이다. 따라서 조성 및 구조를 연속적으로 변화시켜 재료간의 불연속성을 극소화한 경사기능재료(Functionally Gradient Material : 이하 FGMs로 약함)의 개발은 이러한 잔류응력의 완화를 통해 재료의 응용 제한성을 극복하게 되었다¹³⁻¹⁶⁾.

본 연구에서는 열차단성, 내마모성 및 내식성 등이 우수한 3 mol% Y₂O₃-ZrO₂(TZP)를 세라믹으로 사용하였다. 그리고 Fig.1에서 나타냈듯이 TZP와 접합하여 TZP에 압축응력을 유발시키고, 접합물길간의 열팽창계수 차에 의해 세라믹스 측에 발생하는 임계균열 크기의 허용범위가 최대인 nickel을, 그리고 nickel 보다 허용범위는 작지만 다용도로 많이 이용되고 있는 stainless steel 304를 금속으로 선택하였다¹⁷⁾. 파괴단면으로 제조 과정 중 FGMs에 유기되는 잔류응력이 파괴에 미치는 영향을 관찰하였으며, 접합재료와 비교하여 FGMs의 잔류응력 분포를 유한요소법(FEM)으로 분석하였다.

2. 실험방법

2.1. 출발물질 및 제조공정

본 연구에서는 3 mol% Y₂O₃를 함유한 정방정 지르코니아 다결정체(Tetragonal Zirconia Polycrystal ; 이하 TZP로 약함, Tosho Corp., 99.9%), TZP와 열팽창계수 차가 유사한 nickel(Nilaco Corp., 99.8% ; 이하 Ni로 약함), 그리고 TZP와 비교적 열팽창계수 차가 큰 stainless steel 304(Nilaco Corp., 99.8% ; 이하 SUS304로 약함) 분말을 출발원료로 사용하였으며, 출발원료의 특성을 Table 1에서 나타내었다. 시험편의 제작은 비용이 효율적인 기술로서 일반적인 소결장치로서도 가능하고 산업적으로 널리 알려져 있는 분말야금법을 이용하였으며^{4,18-20)}, 그에 대한 제조 공정도는 Fig.2에서 자세히 나타내었다. TZP와 금속분말 중 금속의 조성구배가 10 vol%가 되도록 평량하여 3Y-TZP 혼합분쇄분을 이용하여, 2-propanol을 습식용매로 12시간 동안 습식혼합 분쇄하였다. Fig.3에서는 습식혼합 분쇄한 후의 입도 분포를 나타내었는데, 세라믹으로 사용한 TZP는 0.13 μm, 금속으로 사용한 Ni와 SUS304는 각각 5.65 μm 및 5.11 μm의 평균입경을 나타내었다. 건조시 금속과 TZP의 불균질 분산을 억제하기 위해 증탕기에서 bar stirrer를 이용하여 건조하였으며, 항온 건조조에서 완전히 건조한 후 조성원료로 사용하였다. 건조된 분말을 마노유발에서 분쇄한 후, disc형태의 steel die을 이용하여 형태만을 유지할 수 있을 정도의 낮은 압력으로 각 조성 별로 성형체를 제작하였다. 이때, 금속의 부피분율이 90% 이상인 조성에서의 성형체 제작을 위해 1 wt%의 PVA를 첨가하였다. 각 조성의 성형체를 흑연 sleeve에 10 vol%와 100 vol%의 조성구배를 두고 적층하였으며, 세라믹스와 금속의 소결수축이 일어나는 속도의 차에 기인하는 격판 소결결

Table 1. Properties of Raw Materials

Properties	Density (10 ³ Kg/cm ³)	Melting point (°C)	Thermal conductivity (W/mK)	Average coefficient of thermal expansions (10 ⁻⁶ /°C)	Modulus of elasticity (GPa)	Poisson's ratio	Mean particle size (μm)
TZP*	6.05	2715	3.3(20°C) 2.9(600°C) 2.3(1000°C)	9.6(20~400°C) 11.8(20~1000°C)	186(20°C)	0.31	0.3
SUS304**	8.06	1400~1450	16.2(20~100°C) 21.5(20~500°C)	17.2(20~100°C) 18.4(20~538°C)	193(20°C)	0.3	2~10
Ni***	8.9	1450 (1425~1450)	88(20°C) 62(20~500°C)	13.3(20~100°C) 16.3(20~900°C)	204(20°C)	0.3	3~7

*3 mol% Y₂O₃-doped Tetragonal Zirconia Polycrystal. **Stainless and 304. ***Nickel.

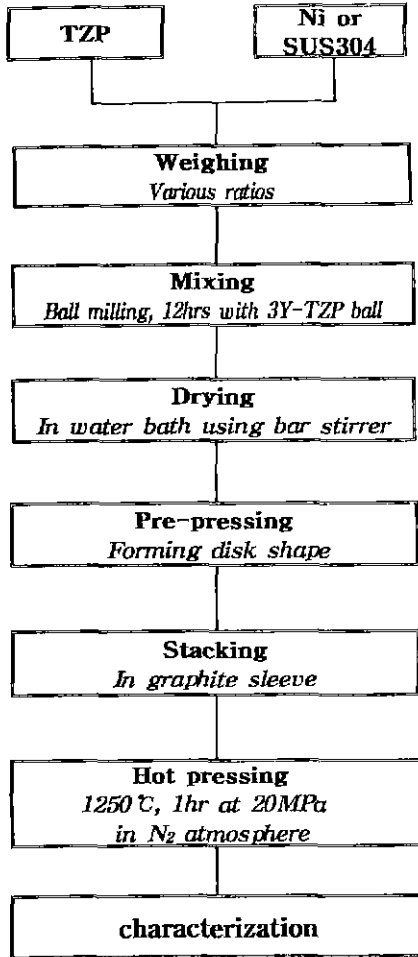


Fig. 2. Schematic diagram of experimental procedure.

함들을 제어하기 위해 20 MPa의 압력으로 1250°C, 1시간 유지하는 조건으로 열간가압소결(hot pressing)을 행하였다. 이때, 잔류응력의 완화를 위하여 모든 성형체의 소결시 승온속도와 냉각속도를 5°C/min로 하였다.

2.2. 특성분석

각 조성의 소결체에서 금속의 부피분율 변화에 따른 밀도 변화를 KSL 3114에 의거하여 측정하였고, Vicker's hardness tester(model DVKH-1, Japan)을 이용하여 각 조성에서의 경도를 측정하였다. FGMs의 미세구조 및 조성 연속성을 관찰하기 위해 광학현미경(Leica, Reichert Metaplan 2), 주사현미경(SEM, Jeol J-Sm-3c), 그리고 EPMA 및 WDS(Jeol, JAX-8600)를 이용하였다. 시험편의 냉각과정 중 형성되는 잔류응력을 접합재료와

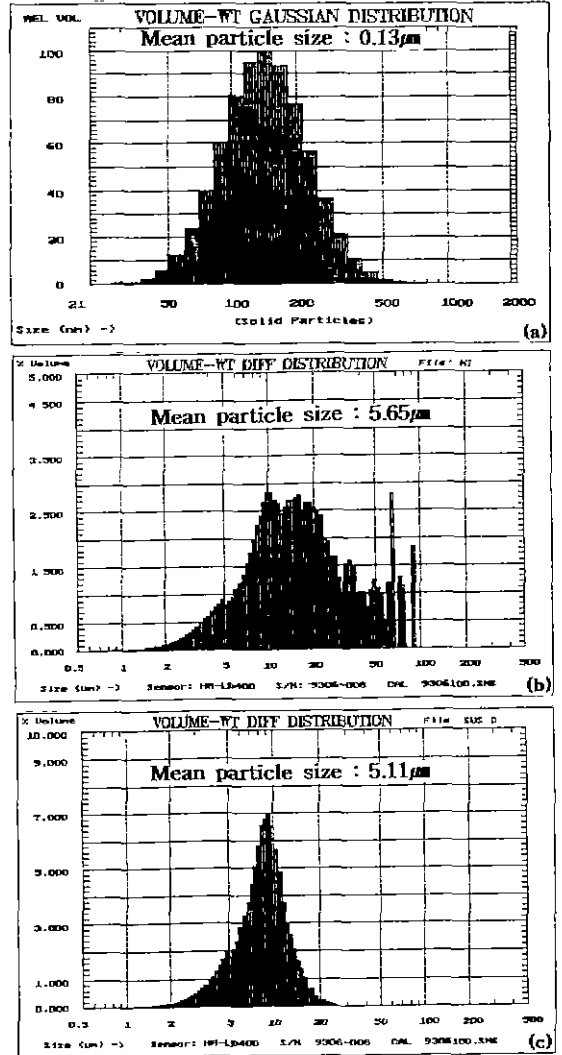


Fig. 3. Particle size distribution of starting materials; (a) TZP, (b) Ni, and (c) SUS304.

비교하여 유한요소법(Ansys-Version 4.4A)으로 분석하였다. TZP와 금속간의 물성 차에 의해 재료내부 및 계면에서 형성되는 잔류응력을 이론적인 식을 이용하여 계산하였으며, 식에 적용된 이론적인 열팽창계수 값과 실제의 열팽창계수 값의 비교를 위해 TMA(Thermoflex, Rigaku, Japan)을 이용하여 각 조성에서의 열팽창계수를 측정하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1. 소결 특성 및 미세구조

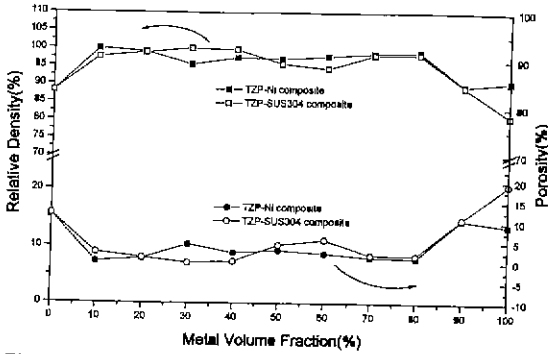


Fig. 4. Effect of metal volume fraction on relative density and porosity in TZP-metal system.

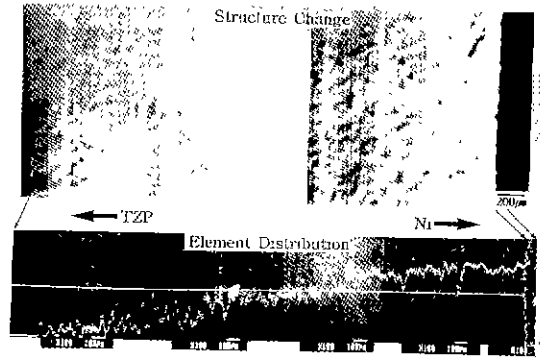


Fig. 6. Multilayer structure and Ni distribution of the TZP/Ni-FGM with 10 vol% variation.

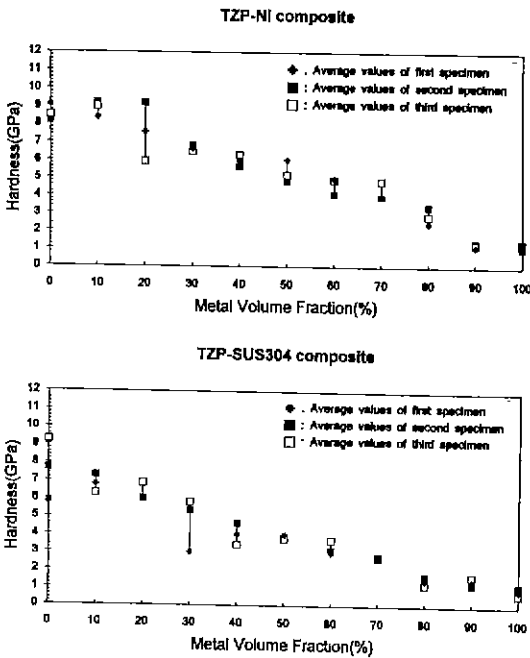


Fig. 5. Effect of metal volume fraction on Vicker's hardness in TZP-metal system.

금속의 부피분율에 따른 상대밀도 및 기공율의 변화를 Fig. 4에서 나타내었다. 소결온도의 영향으로 TZP(100%)의 경우는 상대적으로 낮은 밀도를 나타내었으며, 금속의 부피분율이 증가함에 따른 급속한 밀도의 증가는 금속 입자의 빠른 확산속도에 기인하는 것이다²¹⁾. 한편, 금속의 부피분율이 90% 이상인 경우, 낮은 밀도를 나타내는 것은 시험편의 성형(forming)을 위해 첨가한 PVA의 영향으로 생각되어진다. 그리고 각 조성에서의 이론밀도에 대한 상대밀도의 차를 기공율로 가정하여 이것을 Fig. 4에 상대밀도와 같이 나타내었다. 이러한 기공은 잔류응력

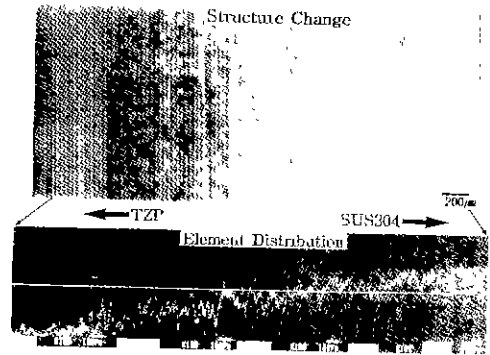


Fig. 7. Multilayer structure and SUS304(Fe) distribution of the TZP/SUS304-FGM with 10 vol% variation.

완화와 열충격성 및 열차폐성 등의 열적 특성을 향상시키는 반면, 기계적 특성의 저하를 초래하므로 적절한 제어가 필요하다고 생각된다. Fig. 5는 금속의 부피분율에 따른 각 조성에서의 경도변화를 보여주고 있다. 상대적으로 낮은 경도값을 갖는 금속의 영향으로 금속의 부피분율이 증가함에 따라 점차적으로 감소하는 경향을 나타내었다. 일반적으로 경도값은 소결밀도 및 출발원료의 특성에 영향을 받는 물성값으로 같은 부피분율의 TZP/Ni와 TZP/SUS304 복합체에서도 경도값의 차이가 나타나게 된다. 그러나 10 vol%의 금속이 첨가된 경우에는 TZP에 비해 경도의 감소가 일어나지 않았으며, 이것은 앞에서 언급한 소결밀도의 영향 때문인 것으로 판단된다.

Fig. 6, 7에서는 10 vol%의 조성변화를 갖는 TZP/Ni-와 TZP/SUS304-FGM의 다층층 구조와 EPMA에 의한 금속원소의 분포를 나타내었다. 이것들로부터 단계적인

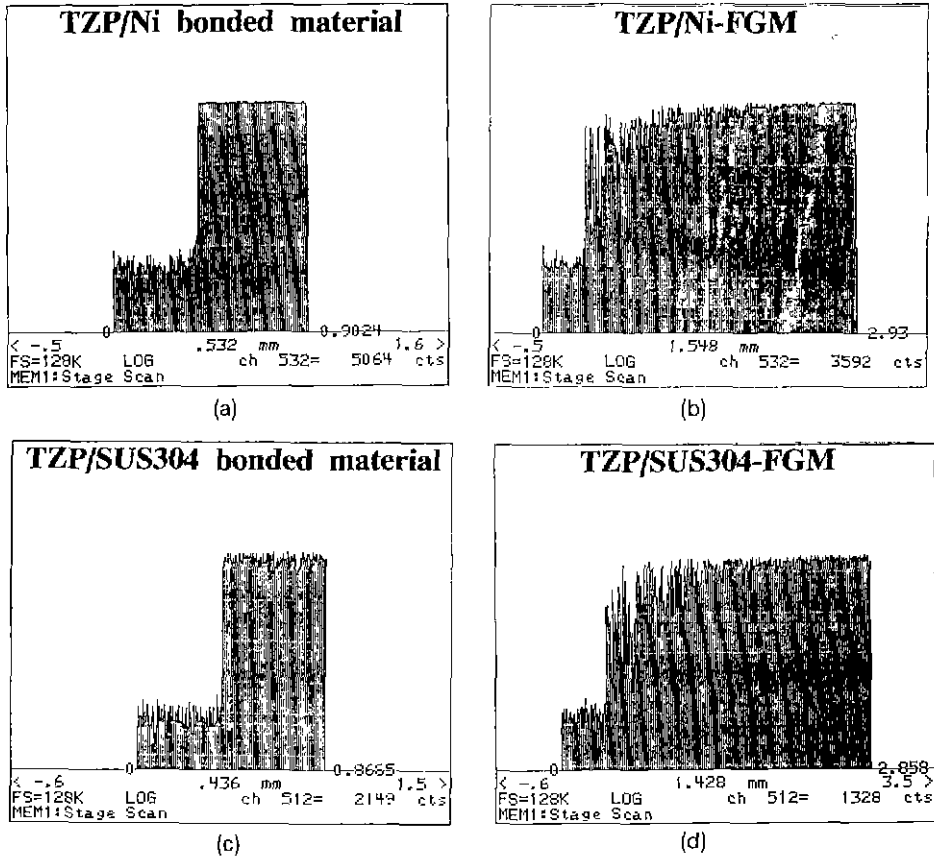


Fig. 8. Element distribution as a function of the layer number by WDS.
(a) and (b) Ni distribution, (c) and (d) SUS304 distribution

조성 연속성을 관찰할 수 있었으며, 이러한 연속성은 소결법으로 제조하는 경우 나타나는 일반적인 현상이다^{21,22)}. 한편, 적층법으로 FGMs를 제조하는 경우, 조성 제어가 가능한 층의 두께는 0.2 mm로 보고되고 있으나^{4,22)}, Fig. 6, 7에서 처럼 세라믹스 층에서 0.2 mm 이하의 조성제어가 가능하였으며, 층의 두께는 원료분말의 형상이나 적층방법에 의존하게 된다. 따라서 출발물질의 입도 분포와 성형체의 두께를 조절함으로써 각 층 및 재료 전체의 두께제어가 가능할 것이다. Fig. 8에서는 WDS를 사용하여 접합재료와 10 vol%의 조성구배를 갖는 FGM에서의 금속원소들의 분포 상태를 log함수로 나타내었다. 여기에서도 단계적이기는 하지만 FGM의 조성 연속성을 관찰할 수 있었다. Fig. 9는 TZP/Ni와 TZP/SUS304-FGM의 중간층(30 vol%~40 vol%의 금속입자가 2차상으로 분포된 부분)에서의 파괴단면을 나타낸 것으로, 냉각시 재료내부 및 입계에 유기된 잔류응력의 영향으로 파괴단면에 수직으로 발생된 균열과 금

속입자들 주위의 결함들이 끊어지거나 금속입자들이 떨어져 나간 것을 관찰할 수 있었다. 그리고 Fig. 9(b)에서는 Fig. 9(a)에서 관측되지 않았던 금속입자의 파괴를 보여 주고 있으며, 이러한 금속입자의 파괴는 세라믹스와 금속입자 간의 열팽창계수 차에 의해 형성되는 잔류응력이 TZP/Ni 복합체 보다 TZP/SUS304 복합체가 크며, 금속입자로 사용한 SUS304의 파괴강도가 Ni 보다 작기 때문인 것으로 생각된다. Fig. 10으로 부터 FGMs의 파괴는 제조과정 중에 형성된 응집체나 큰 기공에도 영향을 받는다는 것을 알 수 있었다.

3.2. FEM 분석

서로 다른 두 물질을 이용하여 접합재료나 FGMs를 제조할 경우, 재료내부와 계면에서는 커다란 잔류응력이 발생하게 되며, 이는 고온제조공정에 있어서의 특유한 성질이다^{23,28)}. 제조시 유기된 잔류응력은 시험편의 파괴에 지배적인 역할을 하여 극한 환경에서의 응용을 어렵게

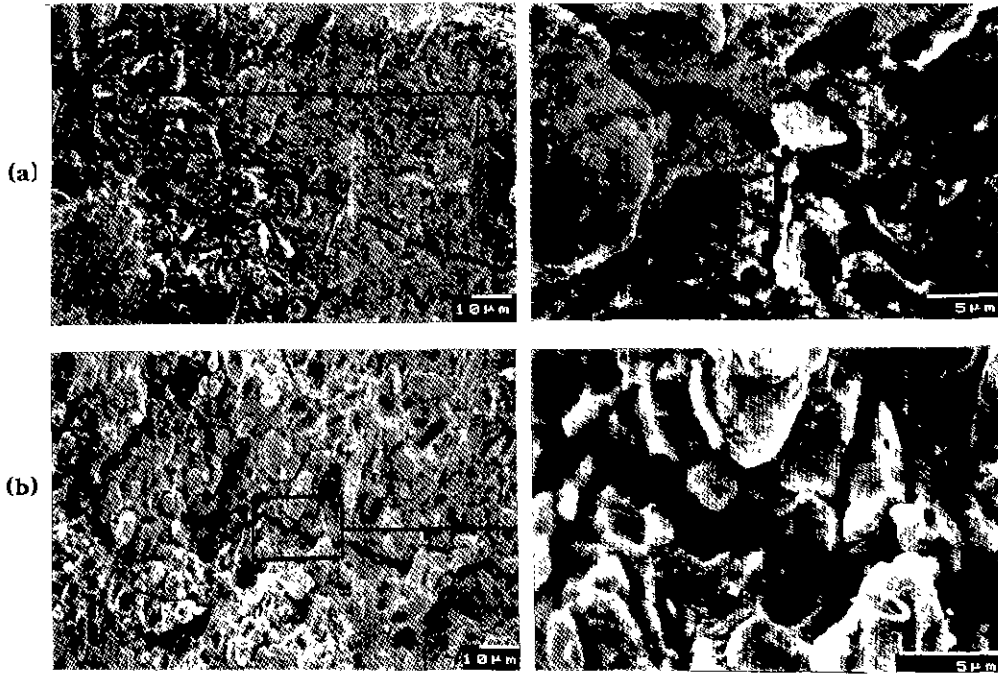


Fig. 9. Scanning electron micrographs of fracture surface in TZP/M-FGM with 10 vol% variation; (a) TZP/Ni-FGM and (b) TZP/SUS304-FGM.

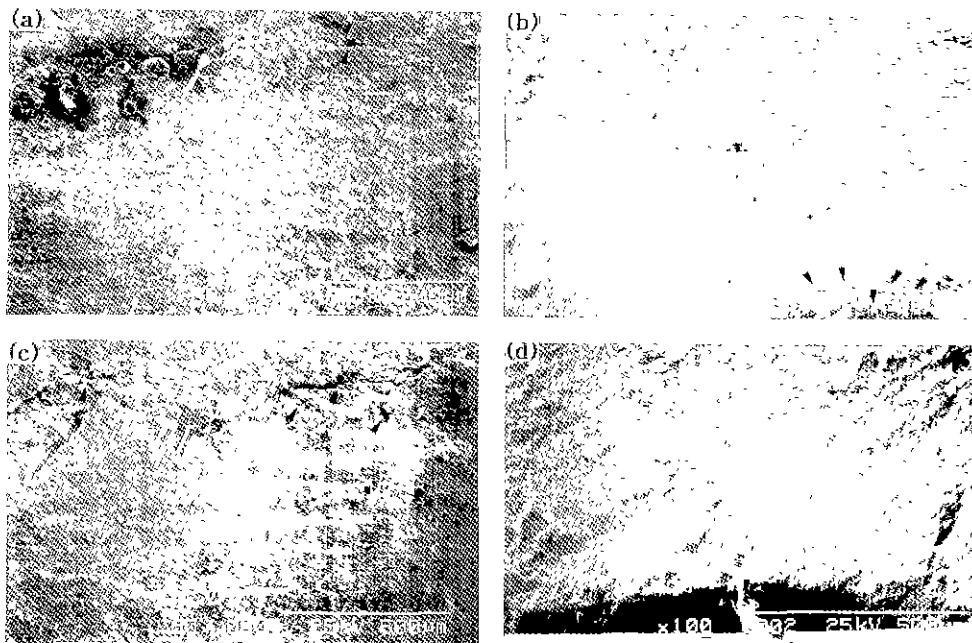


Fig. 10. Fracture surface micrographs showing failure origins such as agglomeration (a, c), pore (a, c) and machining damage (b, d); (a) and (b) TZP/Ni-FGM, (c) and (d) TZP/SUS304-FGM.

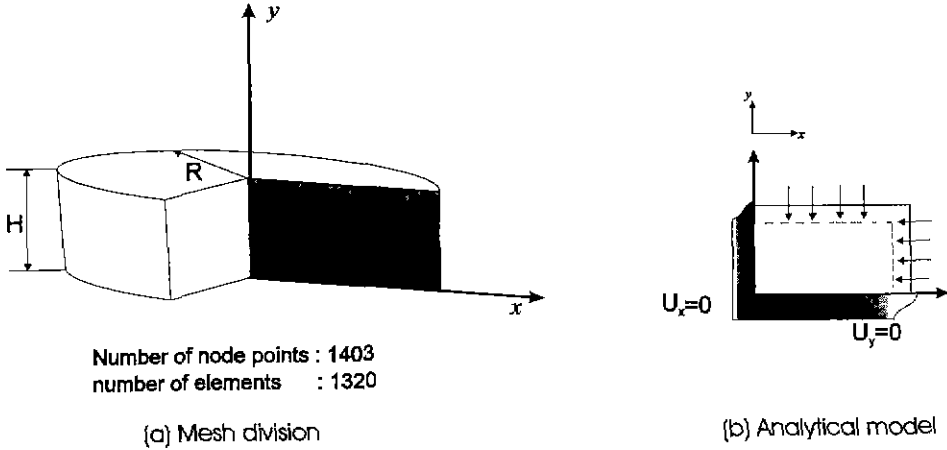


Fig. 11. Mesh division and analytical model for finite element method.

만든다. 그러므로 두 물질의 물성값 및 성질이 유사한 것을 선택하여 최적의 재료설계로 재료에 형성되는 잔류응력을 최소화하고자 하는 많은 연구가 행하여지고 있다^{9-13,23)}. 따라서 이러한 최적의 재료설계를 위해 유한요소법(FEM)을 이용하게 되는데, 본 연구에서도 이를 이용하여 재료내부와 제면에서의 잔류응력 분포를 분석하였다. 이 때 유한요소 해석 프로그램으로는 범용적인 열응력 및 구조해석 프로그램인 Ansys(version 4.4A)를 사용하였다. 유한요소법의 해석모델로는 실제 접합실험의 표준 시험편으로도 종종 이용되고, 유한요소 해석이 비교적 용이한 축대칭 회전원통체를 이용하였다. 그리고 Fig. 11에 보인 것처럼 사각형의 isoparametrics 요소를 사용하여 원통모델의 종단면의 우측 반쪽을 node 수 1403, 요소수 1320으로 요소 분할하였으며, 이 때의 경계조건으로는 두 축에 의한 변화만을 고려한 2차원적인 모델을 사용하였다. 해석모델의 크기는 제조한 시험편의 크기와 같은 $\phi 30 \times 2.75$ mm로 설정하였으며, 유한요소 해석은 증간 층을 갖지 않는 경우(직접 접합)와 9개의 증간층을 갖는 경우(FGMs)에 대하여 행하였다. 이 때, 각 층의 두께는 2.5 mm로 균일하다고 가정하였으며, 유한요소법에 의한 잔류응력의 계산을 위해서 필요한 각 조성에서의 재료의 영율, 열팽창계수 그리고 포아슨비의 물성값은 Table 1에서 주어진 출발물질의 기본 물성값을 다음의 식 (1)~(4)²⁴⁻²⁶⁾에 적용하여 이론적으로 구하였다.

$$E_0 = E_c \frac{E_c + (E_m - E_c)V_m^{2/3}}{E_c + (E_m - E_c)(V_m^{2/3} - V_m)} \quad (1)$$

$$\alpha_0 = \frac{\alpha_m K_m V_m + \alpha_c K_c (1 - V_m)}{K_m V_m + K_c (1 - V_m)} \quad (2)$$

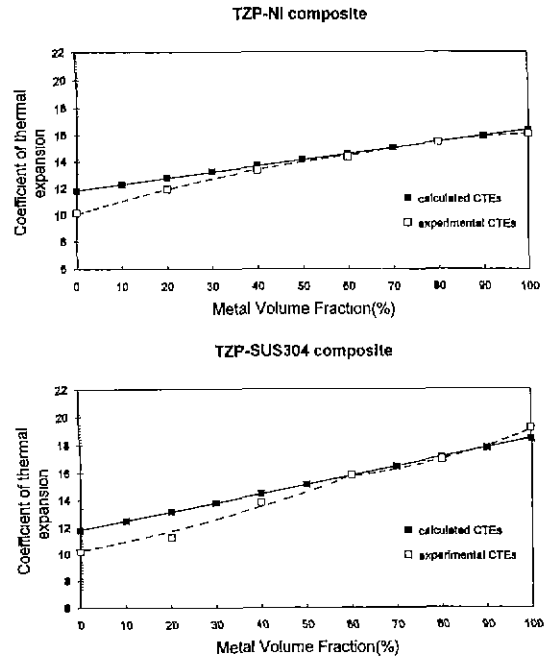


Fig. 12. The average coefficient of thermal expansions of TZP-Ni and TZP-SUS304 composite from room temperature to 1000°C. The calculated values of CTEs of TZP-Ni and TZP-SUS304 composite were average over room temperature to 900°C and 500°C range, respectively.

$$v_0 = v_c(1 - V_m) + v_m V_m \quad (3)$$

$$K_m = E_m/2(1 - v_m), K_c = E_c/2(1 - v_c) \quad (4)$$

여기서 아랫첨자 c와 m은 각각 세라믹스와 금속을 의

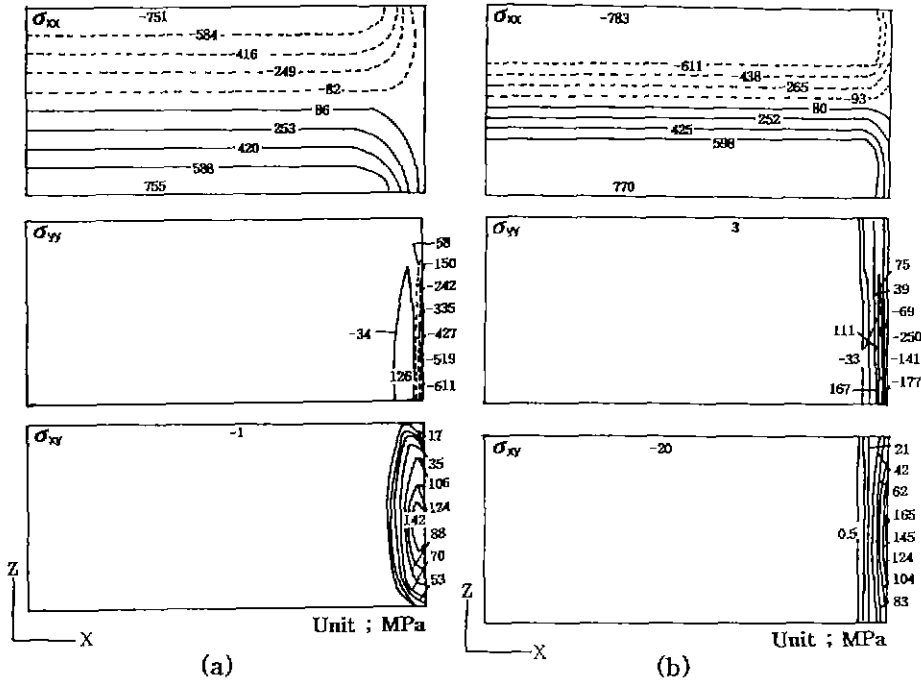


Fig. 13. Comparison of residual stress distribution.
 (a) compositionally graded TZP/Ni, (b) directly bonded TZP/Ni

미하며, E_0 , α_0 그리고 ν_0 는 각 조성에서의 열팽창계수, 포아슨비를 나타낸다. 각 조성에서의 포아슨비는 잔류응력에 별다른 영향을 주지 않으므로 선형함수로 표현하였다. 실제의 복합체에서는 pore를 함유하고 있으나 유한요소 해석에는 pore에 의한 물성 값의 변화를 고려하지 않았다. 그리고 잔류응력의 발생에 중요한 역할을 하게 되는 각 조성에서의 열팽창계수를 실제 측정값과 이론적으로 계산한 값을 비교하여 Fig. 12에서 나타내었다. Fig. 12에서 나타난 것과 같이 실험한 값과 계산한 값은 매우 유사하였으며, 두 값에서 차이가 나는 것은 계산식에서 고려하지 않은 pore와 미세구조의 영향으로 생각되어진다. 따라서 이론적으로 계산한 열팽창계수 값을 적용하여도 큰 오차는 나타나지 않을 것으로 기대되어진다.

2차원적 모델에 의한 유한요소 해석으로는 σ_{xx} (원주방향 응력), σ_{yy} (축방향 응력), σ_{xy} (비틀림방향 응력)의 3가지 응력이 나타나게 된다. Fig. 13와 Fig. 14에서는 소결온도에서 실온까지($\Delta T = 1230^\circ\text{C}$) 냉각시켰을 때, 완전한 탄성체이며 소성변형이 일어나지 않는다는 가정하에서 유한요소 해석으로 TZP/Ni계와 TZP/SUS304계의 접합재료 및 FGMs에서 유기되는 잔류응력 분포를 나

타내었다. 접합재료의 경우, σ_{xy} , σ_{yy} 가 두 재료들 간의 가장자리에서 심각한 응력집중을 나타내었으며, 이들 σ_{yy} , σ_{xy} 는 가장자리에서 멀어질수록 급격히 감소하는 경향을 나타내었다. 그리고 σ_{yy} 는 가장자리에서 인장응력을 나타내었다. 한편, σ_{xx} 는 중앙부의 위쪽과 아래쪽에서 커다란 잔류응력을 나타내었으며, 이것은 가장자리로 갈수록 감소하였다. 또한 계면 근처로 갈수록 응력이 집중됨을 관찰할 수 있었다. 결국, 접합재료에서는 두 재료간의 계면 및 가장자리에서 매우 심각한 응력집중이 형성되며, 이러한 응력의 집중은 접합체의 파괴를 유발시키는 원인이 된다. 한편, 경사조성된 중간층을 도입한 FGM의 응력분포도인 Fig. 13(a), 14(a)에서 볼 수 있듯이 전체적으로 접합재료에 비해 응력의 집중은 완화되었으며, 앞에서 예측한 것과 같이 열팽창계수 차가 작은 TZP/Ni-FGM이 TZP/SUS304-FGM 보다 작은 잔류응력이 형성되어졌으며, 이로서 TZP/Ni-FGM이 잔류응력에 의한 균열의 형성에 대해 TZP/SUS304-FGM 보다 안정하다는 것을 알 수 있었다.

결과적으로 시험편의 전반적인 영역에서 인장응력을 나타내는 σ_{xx} 가 균열형성의 주 원인이며, 이것은 잔류응력에 의한 파괴를 일으키는 주 응력성분이 경사조성의

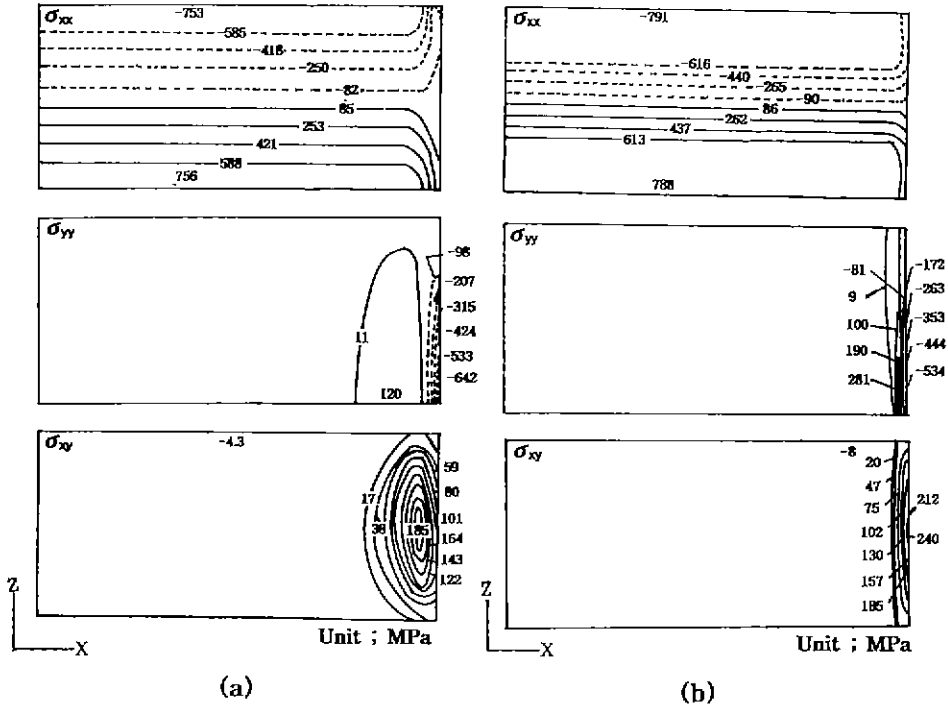


Fig. 14. Comparison of residual stress distribution.
 (a) compositionally graded TZP/SUS304, (b) directly bonded TZP/SUS304

크기, 즉 $2R/H(R$: 반경, H : 경사두께)가 40 이상일 때는 σ_{yy} 로 표면에서 균열이, 40 이하일 때는 σ_{xy} 로 계면에서의 박리가 일어날 수 있다는 Itoh et al.²⁷⁾의 보고와 잘 일치하는 결과이다. 그리고 접합재료와 FGMs에 대한 유한요소 해석으로부터 경사기술을 도입함으로써 계면에 형성되는 파괴적인 응력집중이 감소된다는 것을 알 수 있었고, 잔류응력에 의한 균열이나 파괴가 일어나지 않는 재료의 제조 가능성을 예측할 수 있었다.

3.3. 잔류응력 분석

FGM과 접합재료의 제조시 발생하는 잔류응력으로는 한 조성 내에서 기지상과 분산상의 물성 차에 의한 것, 그리고 물성이 다른 두 물체의 계면에서 형성되는 것으로 각각 구분할 수 있다. 따라서 수정된 Eshelby model²⁸⁻³⁰⁾을 이용하여 한 조성 내에서 기지상과 분산상에 유기되는 잔류응력을 계산하였으며, 금속이 60 vol% 이상일 때는 금속을 기지상으로 가정하였다. 다음으로 Kimura et al.⁶⁻⁸⁾이 제시한 식을 이용하여 FGMs와 접합재료에서 TZP와 접하는 계면에서 발생하는 잔류응력을 계산하였다. Fig. 15, 16에서 나타냈듯이 한 조성 내에서 기지와 분산상에 유기되는 잔류응력들은 두 물질의 열팽창계수

차에 의존하며, TZP/Ni 복합체가 TZP/SUS304 복합체보다 약 400 MPa 정도의 낮은 응력이 형성되었다. 이러한 값들의 차는 Fig. 9(b)에서 나타난 SUS304 입자의 파괴에 영향을 미치게 된다. TZP와 접하는 계면에서 발생하는 잔류응력을 Fig. 17에서 나타내었는데, 중간층의 수가 증가함에 따라 층간의 제반 물성(열팽창계수, 영률, 포아슨비 등)의 차가 줄어들고, 따라서 잔류응력이 급격히 감소됨을 관찰할 수 있었다. 같은 수의 중간층을 갖는 시험편에서도 기공이 존재하지 않는다고 가정할 완전 치밀체(이론적으로 가정한 시험편)보다 기공이 존재하는 시험편(제조된 시험편)의 계면에서 유기되는 잔류응력이 현저히 저하되었으며, 이것으로부터 기공이 잔류응력 완화에 중요한 역할을 한다는 것을 알 수 있었다. 그러나 실제의 응력분포는 Kimura et al.⁶⁻⁸⁾에 의해 제시된 식보다는 복잡할 뿐만 아니라 재료내부 및 계면에서 균일하게 형성되지 않는다.^{17,28-30)}

4. 결 론

소결 특성의 향상을 위해 열간가압소결로 접합재료 및 10 vol%의 조성구배를 갖는 FGMs을 제조하였으며,

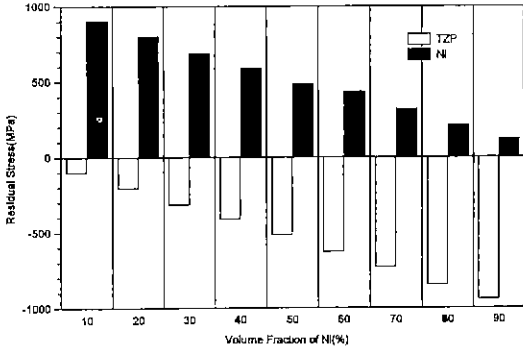


Fig. 15. Relationship between residual stress and volume fraction of nickel in each TZP-Ni composite.

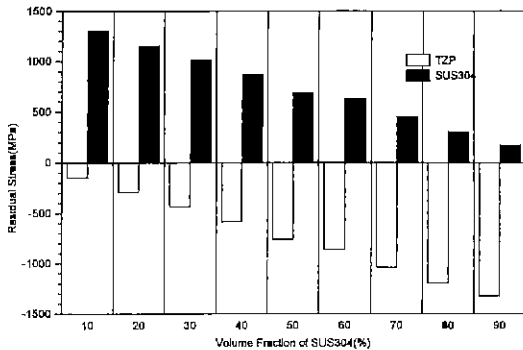


Fig. 16. Relationship between residual stress and volume fraction of SUS304 in TZP-SUS304 composite.

이 때 FGMs에서 세라믹스의 부피분율이 증가함에 따라 0.2 mm 이하의 두께까지 조성제어가 가능하였다. 그리고 광학현미경과 EPMA 및 WDS를 통해 단계적이지만 FGMs의 조성에 대한 연속성을 관찰할 수 있었다. 냉각 과정 중 열팽창계수 및 영율 등의 재료물성 차에 의해 재료내부에 유발되는 잔류응력은 TZP/Ni계가 TZP/SUS304계 보다 약 400 MPa이 작았으며, 이러한 잔류응력의 차이로 균열전파시 TZP/SUS304계에서 금속입자의 파괴를 관찰할 수 있었다. 또한 FGMs의 파괴는 냉각시 형성되는 잔류응력과 제조공정에서 기인하는 결함에 영향을 받는다는 것을 알 수 있었다.

유한요소법으로 재료내부에 유기되는 잔류응력 분포를 분석함으로써 중간층을 갖는 FGMs이 접합재료 보다 응력집중이 완화된다는 것을 알 수 있었다. 또한 TZP/Ni-FGM이 TZP/SUS304-FGM 보다 작은 잔류응력을 형성 하였으며, 그에 따라 균열형성에 대한 안정성을 예측할

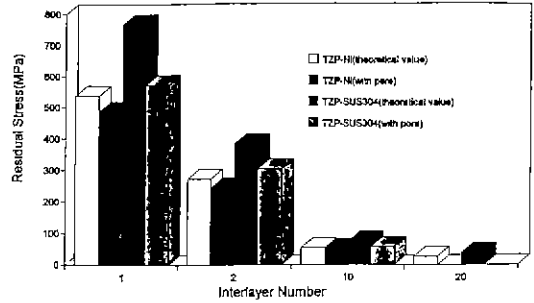


Fig. 17. Effect of interlayer number and porosity on residual stress in TZP-Metal system.

수 있었다. 그리고 2R/H가 40 이하인 접합재료 및 FGMs의 균열형성 및 파괴에 대한 주 응력은 σ_{xy} (비틀림 응력)이라는 것을 확인할 수 있었다. 따라서 두 물질의 제반물성 차가 유사한 것을 선택하여 최적의 재료설계를 함으로써 극한 환경에 응용 가능한 재료를 제조할 수 있을 것이다.

재료내부와 세라믹스와 접하는 계면에서 형성되는 잔류응력들은 모두 두 물질의 열팽창계수 차와 시험편의 제조온도에 의존함을 예측할 수 있었고, 세라믹스의 계면에서 유기되는 잔류응력은 중간층의 수가 증가함에 따라 급격한 감소를 나타내었고, 또한 이것은 미세기공에 의해서도 감소하는 경향을 나타내었다.

감사의 글

본 연구는 1993년도 한국과학기술연구원 연구비 지원(과제 번호 : 92-23-00-10)에 의한 결과입니다. 이에 감사드립니다.

REFERENCES

1. T. Hirai, "Functionally Gradient Materials," *J. Japan Soc. Powder and Powder Met.*, 37(2), 240 (1990).
2. Wolfgang G. J. Bunk, "Advanced Aerospace Materials," *Proc the 1st Int. Sympo. on FGM*, 1-2 (1990).
3. M. Koizumi, "Challenging to the Inhomogeneous Materials Production - Status and Aspects-," *Proc. the 1st Int. Sympo. on FGM*, 3-4 (1990).
4. R. Watanabe and A. Kawasaki, "Development of Functionally Gradient Materials via Powder Metallurgy," *J. Japan Soc. Powder and Powder Met.*, 39(4), 279-286 (1992).
5. M. Nino and Y. Ishibashi, "傾斜機能材料の展望," *日本複合材料學會誌*, 16(1), 14-21 (1990).

6. O. Kimura and T. Kawashima, "Analysis of Thermal Stresses in a Ceramic-Metal Joint," *J. Japan Soc. Powder and Powder Met.*, **34**(8), 325-330 (1987).
7. O. Kimura, "Analysis of Thermal Stresses in a Ceramic-Metal Joint(II)," *J. Japan Soc. Powder and Powder Met.*, **34**(9), 518-521 (1987).
8. O. Kimura and T. Kawashima, "Analysis of Thermal Stresses in a Ceramic-Metal Joint(III)," *J. Japan Soc. Powder and Powder Met.*, **36**(1), 1-6 (1989).
9. Y. Itoh, Y. Ishiwata and H. Kashiwaya, "Residual Stress Characteristics of Ceramics Coating," *日本 Ceramics協會 學術論文集*, **97**(7), 747-752 (1989).
10. J.H. Selverian, D. O'Neil and S. Kang, "Ceramic-to-Metal Joints: Part I-Joint Design," *Am. Ceram. Soc. Bull.*, **71**(9), 1403-1409 (1992).
11. J.H. Selverian and S. Kang, "Ceramic-to-Metal Joints: Part II-Performance and Strength Prediction," *Am. Ceram. Soc. Bull.*, **71**(10), 1511-1520 (1992).
12. M.L. Santella, "A Review of Techniques for Joining Advanced Ceramics," *Ceram. Bull.*, **71**(6), 947-954 (1992).
13. T. Hirano and K. Wakashima, "傾斜機能材料の設計," *日本複合材料學會誌*, **17**(2), 45-52 (1991).
14. M. Koizumi, "Recent progress of Functionally Gradient Materials in Japan," *Ceram. Eng. Sci. Proc.*, **13**(7-8), 333-347 (1992).
15. M. Nino, "Origin and Evolution of FGM," *Ceramics*, **29**(3), 179-181 (1994).
16. Y. Miyamoto, "The Functionally Gradient Materials," *Ceramics*, **29**(3), 214-223 (1994).
17. O.M. Akselsen, "Advances in Brazing of Ceramics," *J. Mat. Sci.*, **27**, 1989-2000 (1992).
18. Y. Shinohara, I. Shiota and R. Watanabe, "傾斜機能材料の合成," *日本複合材料學會誌*, **17**(5), 179-185 (1991).
19. H. Takebe, T. Teshima, M. Nakashima and K. Morinaga, "Powder Processing Technique for Development of Zirconia-Nickel Functionally Gradient Materials," *J. Ceram. Soc. Japan.*, **100**(4), 387-391 (1992).
20. B. Ilschner, "Gradient Materials by Powder Metallurgy and by Galvanofforming," *Proc. the 1st Int. Sympo. on FGM*, 101-106 (1990).
21. Y.G. Jung and S.C. Choi, "A Study on Zirconia/Metal Functionally Gradient Materials by Sintering Method (I)," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **31**(3), 321-329 (1994).
22. A. Kawasaki, H. Hirose, H. Hashimoto and R. Watanabe, "Fabrication of Sintered Functionally Gradient Material by Powder Spray Forming Process," *J. Japan Soc. Powder and Powder Met.*, **37**(7), 922-928 (1990).
23. A. Kawasaki and R. Watanabe, "Finite Element Analysis of Thermal Stress of the Metal/Ceramic Multi-Layer Composites with Controlled Compositional Gradients," *J. Japan. Inst. Metals*, **51**(6), 525-529 (1987).
24. W.D. Kingery, H.H. Bowen and D.R. Uhlman, "Introduction to Ceramics," *John Wiley & Sons* (1976).
25. R. Kondo, "Porous Materials," *Gihoudo* (1986).
26. N. Noda and T. Tsuji, "Steady Thermal Stresses in a Plate of Functionally Gradient Material," *Proc. the 1st Int. Sympo. on FGM*, 339-344 (1990).
27. Y. Itoh and H. Kashiwaya, "Residual Stress Characteristics of Functionally Gradient Materials," *J. Ceram. Soc. Japan.*, **100**(4), 476-481 (1992).
28. M. Taya, S. Hayashi, Albert S. Kobayashi and H. S. Yoon, "Toughening of a Particulate-Reinforced Ceramic-Matrix Composite by Thermal Residual Stress," *J. Am Ceram Soc.*, **73**(5), 1382-1391 (1990).
29. K. Wakashima, Y. Suzuki and S. Umekawa, "A Micro-Mechanical Prediction of Initial Yield Surface of Unidirectional Composite," *J. Compos. Mat.*, **13**, 288-302 (1979).
30. Y. Takao and M. Taya, "Thermal Expansion Coefficients and Thermal Stresses in an Aligned Shot Fiber Composite with Application to a Short Carbon Fiber/Aluminum," *J. Appl. Mech.*, **52**, 806-810 (1985).