

SiC 휘스커 보강 알루미나 복합재료에서 Slow Crack Growth 현상의 직접관찰 연구

손기선 · 김우상 · 이성학

포항공과대학교 항공재료연구소

(1995년 9월 27일 접수)

In Situ Observation of Slow Crack Growth in a Whisker-Reinforced Alumina Matrix Composite

Kee-Sun Sohn, Woo Sang Kim and Sunghak Lee

Center for Advanced Aerospace Mater., Pohang Univ. of Sci. and Tech., 790-784 Korea

(Received September 27, 1995)

요 약

본 연구에서는 SiC 휘스커로 보강된 알루미나복합재료를 applied moment double cantilever beam(AMDCB) 시편으로 제조하여 주사현미경 내에서 정적균열전파거동을 직접 관찰하였다. 본 연구에서 사용한 *in-situ* SEM 방법은 균열이 전파한 지역의 휘스커와 결정립 bridging을 자세히 관찰할 수 있음은 물론이고, 거시적인 응력확대 계수(stress intensity factor)도 동시에 구할 수 있는 장점을 가지고 있다. 실험결과 외부에서 가해진 응력확대 계수가 증가하더라도 미세균열전파속도가 감소하는 양상을 보임으로써 파괴인성-균열전파속도 곡선은 통상적인 멍급수법칙에서 벗어났다. 이 현상은 균열전파를 억제하는 R-curve 현상으로 설명될 수 있는데 이는 휘스커와 결정립 bridging에 기인한 균열단합에 의한 것이다. 한편, SiC 휘스커로 보강된 알루미나복합재료의 bridging 효과를 정량적으로 측정하기 위하여 수치해석적 방법을 이용하여 파괴인성-균열전파속도곡선으로부터 R-curve를 구할 수 있었다.

ABSTRACT

In this study, the subcritical crack growth behavior in an Al_2O_3 -SiC_w composite has been investigated using *in situ* fracture technique of applied moment double cantilever beam (AMDCB) specimens inside an SEM. This technique allows the detailed observation of whisker and grain bridging in the crack wake region. The experimental results indicated that the K_I - \dot{a} curve was deviated from the conventional power law form, and that there existed a region where the rate of microcrack growth was decreased with increasing the externally applied stress intensity factor. This behavior could be explained by arising crack growth resistance, i.e., R-curve behavior, which was associated with crack shielding due to whisker and grain bridging. The R-curve was also analyzed from the K_I - \dot{a} curve data in order to quantify the bridging effect in the Al_2O_3 -SiC_w composite.

Key words: Subcritical crack growth, *In situ* fracture technique, R-curve, Grain bridging, Whisker bridging, K_I - \dot{a} curve

1. 서 론

현재 세계적으로 각광을 받고 있는 세라믹 소재는 그 고유의 특성으로 고내열성, 화학적 안정성, 열 및 전기에 대한 절연성, 고강도, 투광성 등의 다양한 기능을 갖고 있으며, 계속된 제조기술의 발달에 따른 잠재적 성능으로

인하여 오늘날 철강, 플라스틱에 이은 “제 3의 소재”로 인식되고 있다. 그러나 세라믹 소재의 보다 광범위한 응용을 위해서는 먼저 해결해야 할 문제들이 있는데, 그 중에서도 대표적인 것이 세라믹의 최대 약점인 취성과 파괴현상이다. 이 취성과파괴는 그 고유의 공유결합 및 이온결합에서 기인하는 것이며, 엔진이나 가스 터빈 등

고기능 부품의 응용에 제약이 될 뿐 아니라, 상온 구조 재료로서의 응용시에도 신뢰도 및 수명 등에 장애요인이 되고 있다.

최근 들어 세라믹 소재의 파괴인성을 높여 취성파괴를 극복하기 위한 연구가 활발히 진행되고 있다. 현재까지의 연구결과에 의하면, 세라믹 소재에서 파괴인성의 증진은 R-curve 현상으로 설명되며, 이 R-curve 현상은 균열의 성장에 따라 파괴저항이 증가되는 것을 말한다. 또한 재료의 미세구조와 밀접한 관계를 갖고 있으며, 구체적인 강화기구에 따라 크게 미세균열에 의한 인성증가(microcracking toughening)나 상변태에 의한 인성증가(transformation toughening)와 같은 process zone 형성에 의한 toughening과 휘스커 bridging, fiber bridging, 결정립 bridging 등과 같은 bridging에 의한 toughening으로 나눌 수 있다¹⁾. 특히 SiC 휘스커 보강 알루미늄 복합재료 ($Al_2O_3-SiC_w$)에서는 bridging에 의한 toughening이 다른 toughening 기구보다 훨씬 효과적이며, 이러한 휘스커의 bridging에 의해 보통의 알루미늄 재료에 비해 두 배 이상의 높은 파괴인성을 나타내는 것으로 알려져 있다²⁻⁶⁾. 그러나 이제까지 toughening에 관한 많은 연구들은 파괴저항을 거시적인 관점에서 주로 해석하고 있기 때문에 toughening에 대한 근본적인 기구가 명확하게 규명되어 있지 않으며, 실험방법에 따라서는 서로 상반된 연구결과와 추론들이 제시되고 있는 실정이다. 특히 균열전파 등 미시적인 실험적 관찰에 의한 뒷받침이 결여되어 있어 미시적인 toughening 기구가 완전히 정립되어 있지 않으므로 재료의 파괴거동 및 파괴인성 증진기구를 보다 잘 이해하기 위해서는 취성파괴시 균열선단에서 발생하는 bridging 또는 microcracking과 같은 미시적 현상에 대하여 체계적으로 살펴 볼 필요가 있다.

이러한 요구에 맞추어 본 연구에서는 25 v/o SiC 휘스커로 보강된 Al_2O_3 복합재료에서 일어나는 파괴의 미시적 거동을 주사전자현미경(scanning electron microscope ; SEM)을 이용하여 직접 관찰하고, 균열전파 양상을 결정하는 제반 요인들에 대하여 알아 보았다. 이를 위하여 applied moment double cantilever beam(AMDCB) 방법⁷⁾을 이용하여 SEM 진공 chamber 내에서 subcritical slow crack growth 실험을 실시하여 $K_{I\dot{a}}$ curve를 구하였으며, bridging 현상 등을 포함한 파괴과정을 자세히 관찰하였다. 또한 측정된 $K_{I\dot{a}}$ curve로부터 간단한 수치해석 방법을 통해 R-curve를 산출하였으며, 이를 관찰된 미세파괴기구와 연관시킴으로써 $Al_2O_3-SiC_w$ 복합재료에서 일어나는 파괴인성의 증진기구를 정량 및 정성적으로 설명하였다.

Table 1. Mechanical Properties of an Alumina Matrix Composite and other Structural Materials.

Properties	Al_2O_3-25 v/o SiC_w	Al_2O_3
Density (g/cm^3)	3.74	3.90
Young's Modulus (GPa)	393	345
Shear Modulus(GPa)	160	140
Poisson's Ratio	0.23	0.23

2. 실험방법

본 실험에서 사용된 세라믹 재료는 25 v/o SiC 휘스커로 보강된 Al_2O_3 복합재료이다. $Al_2O_3-SiC_w$ 복합재료는 15~20 μm 의 길이의 SiC 휘스커를 고순도 Al_2O_3 분말과 혼합하여 가압소결(hot pressing)에 의하여 제조된 제품명 CC 7000의 상용화된 재료로서 Advanced Composite Materials Co.로부터 입수하였다. 기지인 Al_2O_3 의 결정립의 크기는 약 2~3 μm 이며, 제조회사로부터 얻은 세라믹 복합재료의 물성 및 상온 기계적 성질을 Table 1에 나타내었다.

$Al_2O_3-SiC_w$ 복합재료의 subcritical slow crack growth를 관찰하기 위하여 Freiman 등⁷⁾이 고안한 AMDCB 방법을 도입하였다. 이 방법은 K_I 값이 균열의 길이에 관계없이 시편에 가해주는 moment에만 의존하는 장점이 있어 취성재료에서도 균열의 성장속도를 낮출 수 있다⁸⁻¹⁰⁾. Fig. 1(a)에 AMDCB 시편의 형상과 크기를 나타내었다. 시편 중앙에는 홈(groove)을 만들어 균열이 빗나가는 것을 방지하였으며, 하중 초기에 균열이 쉽게 발생할 수 있도록 다이아몬드 휠을 이용하여 시편의 중앙에 반경이 약 70 μm 의 날카로운 노치를 삽입하였다. Fig. 1(b)는 시편 표면에서 일어나는 파괴를 연속적으로 관찰함으로써 파괴진행과정을 조사할 수 있는 *in situ* SEM AMDCB loading stage이다¹¹⁻¹⁴⁾. 이 장치를 사용하여 SEM 진공 chamber 밖으로 연결되어 있는 knob를 수동으로 회전시킴으로써 AMDCB 시편에 일정한 moment를 가하면서 균열의 진전을 측정하고, 동시에 그 순간의 파괴양상을 사진으로 기록할 수 있다. 또한 SEM에 부착된 고해상 모니터와 video tape recorder (VTR)를 사용하여 균열전파 거동을 연속적으로 기록한 후 frame by frame의 분석도 가능하기 때문에 정확한 균열전파속도의 측정은 물론, 파괴기구를 이해하는 데에도 유용하다. 장치에 부착되어 있는 load cell로부터 매순간의 하중값을 정확히 얻을 수 있으며, 이로부터 K_I

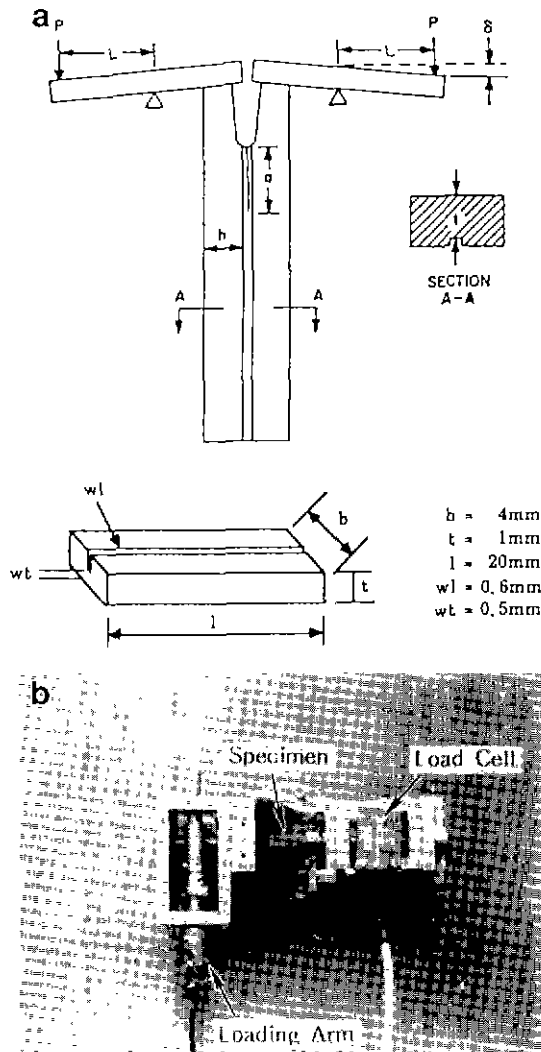


Fig. 1. (a) The configuration and dimensions of the DCB specimen employed in the applied moment type test, and (b) in situ fracture stage inserted into the SEM vacuum chamber.

값을 계산할 수 있다. AMDCB 방법을 이용할 경우 응력확대계수(K_I)는 다음과 같다⁷.

$$K_I = \frac{\sqrt{12} PL}{\sqrt{bh^3}} \quad (1)$$

여기서 P는 하중이고, L, t, b, h는 Fig. 1(a)에 나타난 시편의 규격이다. (1)식에서 보듯이 K_I 은 균열길이에 무관하고 하중에만 의존하기 때문에 K_I 값을 측정하기 쉽다.

K_I - \dot{a} curve를 구하는 방법은 Freiman⁷과 Beauchamp 등⁸의 방법과 같은 직접 측정법과 Evans¹³ 또는 Fett 등^{16,17}이 행하였던 것과 같은 하중이완(load relaxation)에 의한 간접 측정법으로 크게 나뉘어 진다. 본 연구에서는 직접 측정법을 채택하였다. 즉, 적절한 하중을 정하여 일정하게 고정시킨 상태에서 균열 진전을 지켜보면서 균열이 완전히 멈출 때까지 기다려 그 때의 균열길이를 측정하고, 이를 그 때까지의 시간으로 나누어줌으로써 그 하중에서의 균열전파 속도를 구하였다. 한편 이렇게 하나의 하중값에서의 전파속도를 구하고, 나뉠 조심스럽게 다시 하중을 증가시키고 같은 작업을 반복하여 또 다른 하중에서의 속도를 구하게 된다. 만약 하중을 증가시킬 때 균열의 급격한 전파가 발생하면, 그 이후의 결과는 의미가 없어지므로 균열이 급격하게 진행되지 않도록 주의하였다. 이는 R-curve 상의 bridging 영역의 크기(bridging zone size)를 결정하는 문제와 직결되는 것으로, R-curve 산출을 목적으로 하지 않는 일반적인 K_I - \dot{a} curve 측정에서는 큰 문제가 되지 않지만, K_I - \dot{a} curve로부터 R-curve를 산출하려고 할 때는 필수적으로 지켜야 하는 사항이다. 본 연구에서 측정한 시편의 경우에도 하중 증가시 약간의 균열전파가 있으나 이는 수십 μm 이내의 매우 제한된 영역에서의 안정된 미세균열전파이므로 무시할 수 있다. 한편, 초기 노치로부터의 균열전파 또는 비교적 높은 하중값에서의 균열전파와 같이 빠른 균열전파를 보이는 구간에서는 균열의 전파 속도를 측정하기가 매우 어렵다. 이러한 문제를 해결하기 위하여 본 연구에서는 in situ loading 장치에 부착되어 있는 load cell을 X-Y recorder에 연결하여 시간에 따른 하중을 관찰하는 방법을 사용하였다. 즉, 일정한 값을 유지하던 하중값이 갑자기 감소하는 점이 바로 급격한 균열전파가 발생한 시점이므로 이 점을 포착하여 그 때까지의 시간으로 균열전파속도를 구하였다.

이 실험에서 균열길이의 측정은 균열진전속도를 구하는 데 있어 결정적인 부분으로 매우 정밀한 측정이 요구된다. 현재까지의 대부분의 연구자들은 마이크로미터와 연결된 50~200배 정도의 낮은 배율을 갖는 이동광학현미경을 이용하였기 때문에^{18,19} 많은 오류를 범할 가능성을 가지고 있었다. 그러나 본 연구에서는 주사전자현미경을 이용함으로써 균열의 길이를 보다 정확하게 측정할 수 있음은 물론, 파괴기구의 관찰도 병행할 수 있는 장점이 있다. 또한 기존의 subcritical slow crack growth 실험은 대기 중 혹은 조정된 습도 하에서 이루어지므로 응력부식현상을 피할 수 없었으나^{7, 15,20}, 본 연

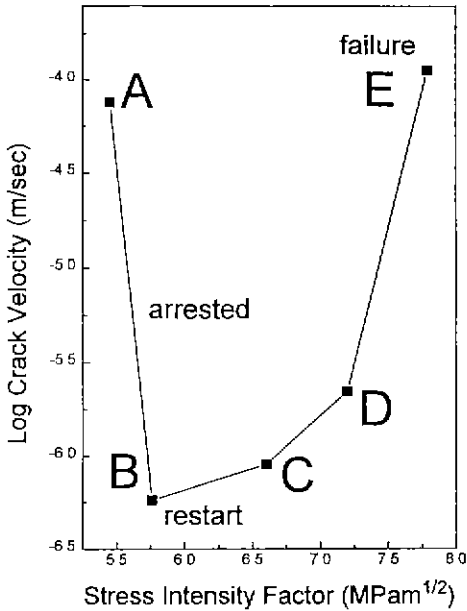


Fig. 2. Crack velocity as a function of applied stress intensity factor for the $Al_2O_3-SiC_w$ composite.

구에서는 10^{-6} torr 이상의 진공 중에서 실험이 진행되므로 환경의 영향을 받지 않는 실험결과를 얻을 수 있다.

3. 실험결과

3.1. 균열전파속도

AMDCB 방법으로부터 $Al_2O_3-SiC_w$ 복합재료에서 K_I 에 따른 균열전파속도(\dot{a})를 측정하여 Fig. 2에 나타내었다. 대개의 경우 $K_I-\dot{a}$ curve는 K_I 에 따라 \dot{a} 가 단순히 증가하는 전형적인 power law 형태를 나타내는 것으로 알려져 있다²⁰⁾. 그러나 본 연구에서 실측된 $K_I-\dot{a}$ curve의 형태는 기존의 power law 형태와는 다른 형태를 갖는다. 즉, 초기의 낮은 K_I 값에서는 매우 빠른 균열전파를 보이는 반면, K_I 값이 증가함에 따라 균열전파가 지연되는 현상을 보인다. Fig. 2의 왼쪽에 있는 점 A와 점 B를 연결하는 화살표는 노치에서 최초의 균열이 발생하는 현상을 나타낸 것이다. 이 때의 K_I 값은 매우 중요한 의미를 갖는데, wake effect가 배제된 상태에서의 파괴 인성($5.5 MPa\sqrt{m}$)을 나타낸다. 이와 같이 초기 노치에서는 $5.5 MPa\sqrt{m}$ 정도의 낮은 K_I 에서도 빠른 속도로 파괴가 일어나지만, 화살표가 아래로 거의 수직하게 내려오는 것은 균열진전이 거의 일어나지 않고 있음을 보여주는 것이다. 이는 초기 노치에서 빠른 파괴가 일어난

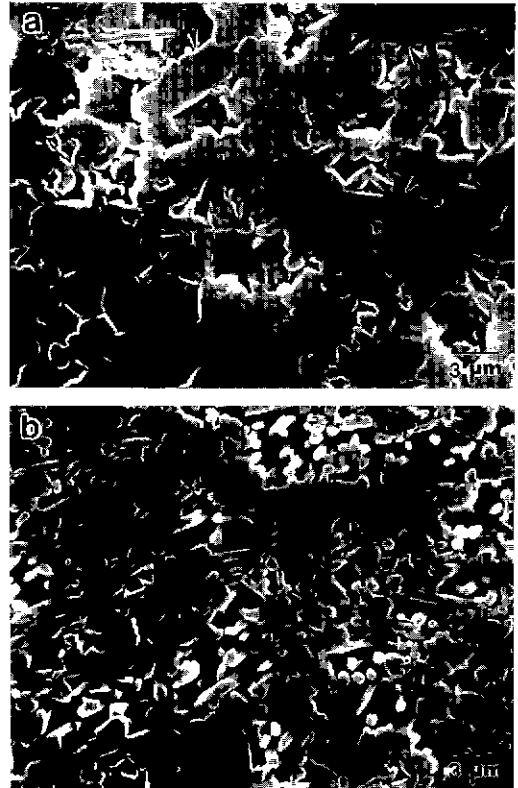


Fig. 3. SEM micrographs of the $Al_2O_3-SiC_w$ composite, showing (a) alumina grain structure (shallowly etched by phosphoric acid) and (b) whisker distribution (deeply etched by phosphoric acid). Arrows indicate rectangular-shaped alumina grains.

후에는 수 mm 이상의 긴 균열이 형성되며, 균열은 완전하게 발달된 wake를 포함하기 때문에 wake 영역에서의 저항에 의해 균열진전이 방해받는 것으로 설명될 수 있다. 한편 점 E 이후에는 급격한 파괴가 일어나 재료가 완전히 파단되며, 이 때의 K_I 값은 약 $7.7 MPa\sqrt{m}$ 로서 R-curve 상의 최대값, 즉 saturated toughness를 나타낸다.

3.2. 미세조직 및 미세파괴과정의 관찰

Fig. 3(a)~(b)는 SiC 휘스커 형상과 분포 및 Al_2O_3 결정립의 크기 등을 알기 위해 시편의 표면을 연마한 뒤 끓는 인산으로 에칭한 $Al_2O_3-SiC_w$ 복합재료의 미세조직을 보여 준다. Fig. 3(a)는 비교적 얇게 에칭한 미세조직으로 Al_2O_3 결정립의 형상 및 크기를 알 수 있다. 대부분의 결정립이 등방형이나, 화살표로 표시한 것과 같은 직사

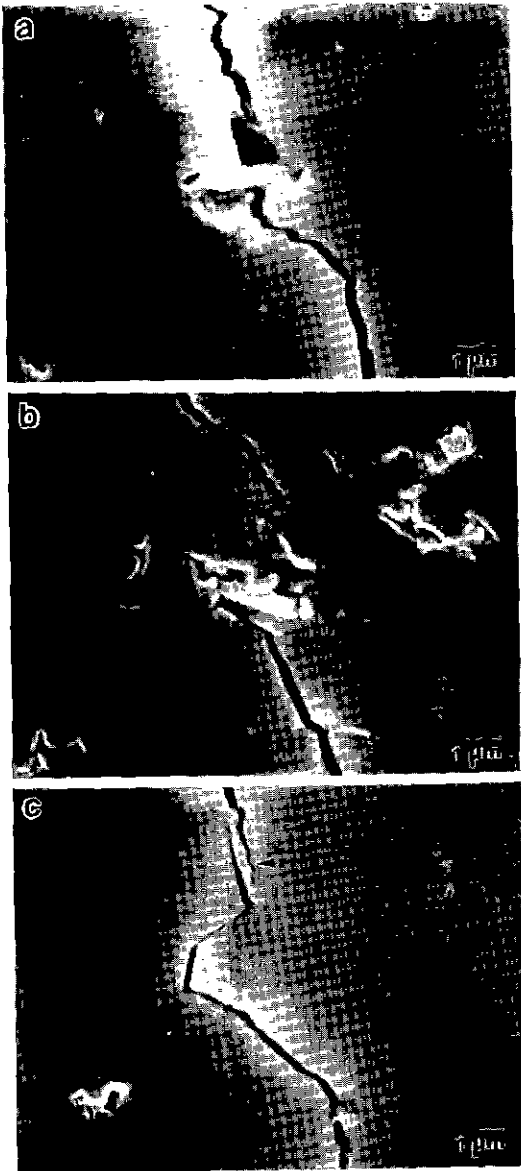


Fig. 4. (a)~(c) SEM micrographs of whisker-bridging elements near the wake region of the initially formed crack ($K_{I,0} = 5.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$). An arrow in (c) shows a slant whisker-bridge which has little bridging effect.

각형 모양의 결정립들도 종종 발견된다. Fig. 3(b)는 보다 깊게 예칭한 것으로 SiC 휘스커의 형상과 분포를 자세히 알 수 있다. SiC 휘스커는 평균 지름 $0.5 \mu\text{m}$, 길이 $2 \sim 5 \mu\text{m}$ 로서 성형시 받은 압력으로 인하여 대부분 부러진 상태이고, 압력을 받은 방향과 압력 방향에 수직인 방

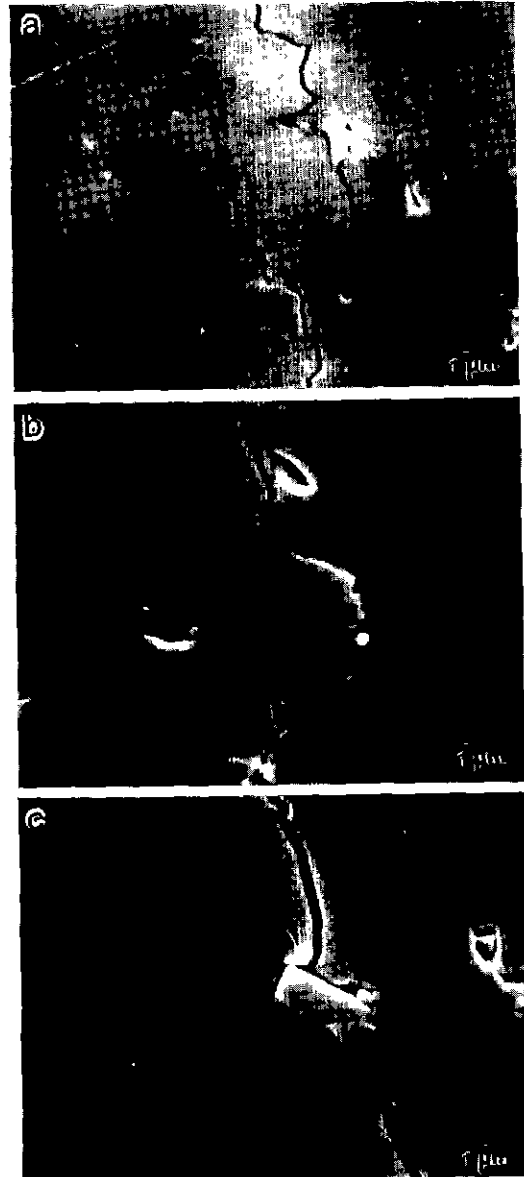


Fig. 5. SEM micrographs of grain-bridging elements near the wake region of the initially formed crack ($K_{I,0} = 5.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$). Micrographs were taken in the area of (a) 0.54 mm, (b) 1.1 mm, and (c) 2 mm away from the crack tip. An arrow in (c) shows an interlocking a rectangular-shaped grain.

향으로 대체로 균일하게 분포되어 있으며, 대부분의 휘스커는 결정립계에 위치하고 있음을 알 수 있다.

Fig. 4(a)~(c)와 Fig. 5(a)~(c)는 AMDCB 시편에서 노

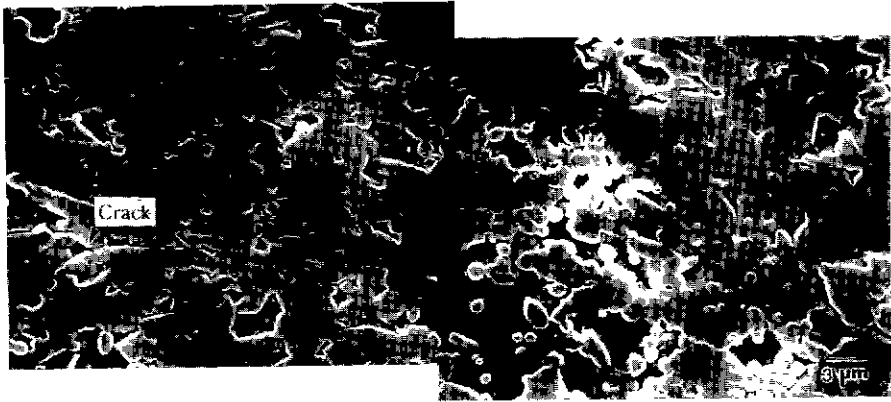


Fig. 6. SEM micrograph near the crack wake region, showing that microcracks are hardly observed.

치로부터 최초로 발생한 균열에 대한 SEM 사진들로 Fig. 2의 점 A의 상태에서 형성된 균열의 선단으로부터 2 mm 정도의 영역내에서 발견된 여러 형태의 bridging 현상들을 보여 준다. 일반적으로 bridging은 bridge가 되는 대상이 무엇인가에 따라 휘스커 bridging²⁻⁷⁾과 결정립 bridging²¹⁻²³⁾으로 나눌 수 있다. Fig. 4(a)~(c)는 휘스커 bridging을 보여 주는 것으로 하나의 휘스커가 bridge로 작용하는 경우(Fig. 4(a)) 외에도 여러 개의 휘스커가 하나의 bridge로 작용하는 경우(Fig. 4(b))도 있다. Fig. 4(c)의 화살표로 표시된 영역에서는 Fig. 4(a)~(b)에서와는 달리 휘스커가 균열과 거의 평행하게 배치되어 있는 것을 볼 수 있는데, 이 경우에는 pull-out이 거의 발생하지 않기 때문에 상대적으로 적은 bridging 효과만을 갖게 된다. 이러한 관찰로부터 휘스커의 분포가 균열전파에 큰 역할을 하고 있음을 알 수 있다.

Fig. 5(a)~(c)는 결정립에 의한 bridging을 보여 준다. Fig. 5(a)는 bridging의 비교적 초기현상으로 bridge에 의해 양쪽의 균열이 아직 만나지 못한 상태를 나타내고 있으며, Fig. 5(b)는 이미 균열과 분리된 bridge를 보여 주고 있다. 이러한 차이는 균열선단으로부터의 거리를 비교함으로써 이해될 수 있는데, 이는 균열선단에 가까울수록 강력한 bridge가 존재한다는 것을 의미한다. 즉, Fig. 5(a)는 균열선단으로부터 약 540 μm 떨어진 영역에서의 bridge로서 균열선단으로부터 약 1.1 mm 정도 떨어진 곳에서의 bridge(Fig. 5(b))보다 월등히 높은 균열 닫힘응력을 보이고 있음을 알 수 있다. Fig. 5(c)는 결정립에 의한 bridging의 한 특이한 예로서 Fig. 3에서 언급한 바 있는 직사각형 모양을 가진 특정한 결정립에 의해서 발생하는 bridging이다. 화살표로 표시된 영역을 살펴보면, 직사각형 모양의 결정립의 한쪽 모서리에 의해

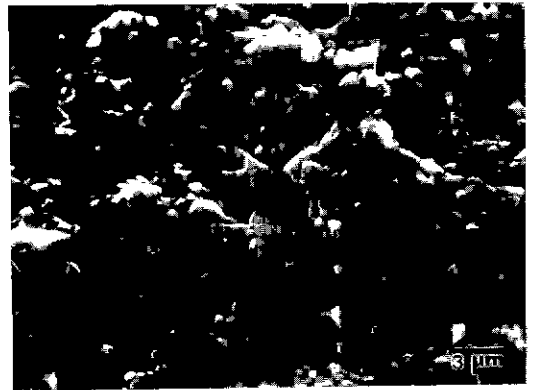


Fig. 7. SEM fractograph of the fractured DCB specimen, showing that the major fracture mode is intergranular one, together with a small amount of transgranular fracture and whisker pull-outs.

반대편이 세게 늘린 흔적을 관찰할 수 있는데, 이는 다른 여러 재료들에서도 관찰된 바 있는 소위 interlocking을 보여 준다²¹⁾. 이성과 같은 파괴기구의 관찰로부터 Al₂O₃-SiC₂ 복합재료의 파괴인성의 증가효과(R-curve effect or wake effect)는 주로 bridging에 의한 것이며, 이러한 휘스커 bridging이나 결정립 bridging은 그 기여도나 발생빈도에 있어서 거의 동등하게 발생한다는 것도 알 수 있다. 다만 결정립 bridging에 있어서는 휘스커 bridging보다 낮은 bridging force를 갖기 때문에 그 효과가 감소된다고 보고되어 있다⁶⁾.

균열선단의 앞부분을 관찰해 보면, 제조시 이미 형성된 미세기공(micropore)은 소량 존재하나, 파괴인성의 증진에 직접적으로 영향을 줄 수 있는 미세균열의 생성은 거의 관찰되지 않는다(Fig. 6). 다만 균열의 전파경

로로 발전되는 미세균열은 많이 관찰되는데, 이러한 미세균열에 의한 강화효과는 거의 없다. 더우기 최근에는 미세균열형성에 의한 파괴인성증진기구(microcracking toughening mechanism)는 특수한 경우를 제외하면 그 효과는 거의 없는 것으로 알려지고 있다^{2,6,19)}. 따라서 $Al_2O_3-SiC_w$ 복합재료의 R-curve 현상은 미세균열에 의한 것보다는 주로 bridging에 의한 것이라 할 수 있다.

Fig. 7은 완전히 균열이 전파되어 파단된 DCB 시편의 파면을 보여 준다. 많은 휘스커 pull-out들이 관찰되며, 주된 파괴형태는 입계파괴이나 약간의 입내파괴도 발견된다. 일반 알루미늄과는 달리 $Al_2O_3-SiC_w$ 복합재료의 경우 휘스커들이 입계로의 균열전파를 방해하기 때문에²⁴⁾ 상당량 입내파괴도 관찰되며, 입내파괴의 분율은 약 20%에 이른다.

4. 결과 및 고찰

4.1. $K_I-\dot{a}$ Curve

기존의 subcritical slow crack growth 실험은 주로 대기중의 수분에 의한 응력부식현상에 초점을 맞추어 연구되어 왔다^{15,20)}. 일반적으로 subcritical slow crack growth는 두 단계로 나뉘어 설명되어 왔는데, 그 첫 단계는 매우 낮은 하중하에서 파괴가 일어나는 과정으로 일종의 응력부식에 의한 열적활성화과정과 확산율속단계에 의한 과정으로 이해될 수 있다. 즉, 이 단계에서의 균열 전파는 균열선단에 확산되어 들어간 수분이 균열 선단의 분자결합을 해체시키는 일련의 화학적 작용을 일으킴으로써 이루어진다. 따라서 이러한 첫번째 단계는 실제 정상적인 대기 중에서는 상당히 발생하기 어렵고 특별히 시험을 위해 조작된 상황, 즉 조정된 습도를 갖는 대기 또는 수용액 내에서만 발생하는 현상이다. 가해지는 하중이 증가하게 되면 어떠한 환경(주로 습도)에서도 환경에 관계없이 하중에만 의존하여 균열전파가 일어나는 구간이 발생하게 된다. 이러한 구간이 subcritical slow crack growth의 두번째 단계가 되며, 소위 power law region이라 하고, 수식적으로는 $\dot{a}=AK_I^n$ 으로 나타낸다^{15,20)}. 본 연구에서는 모든 균열성장과정이 진공 중에서 이루어지므로 첫 단계가 되는 열적활성화과정과 확산율속단계에 의한 과정은 나타나지 않는다. 이는 Fig. 2에서 볼 수 있듯이 매우 낮은 하중에서는 파괴가 전혀 일어나지 않는다는 것과 일치되며, 이에 따라 본 연구에서는 power law region에 관한 것이 보다 중요하게 된다. Power law region에서 일어나는 전형적인

$K_I-\dot{a}$ curve는 log plot으로 나타냈을 경우 직선적으로 증가하는 단순한 모양을 갖게 되는 것이 보통이나, $K_I-\dot{a}$ curve의 형태가 위에서 설명한 전형적인 power law에 의한 것이 아니고, 오히려 그 반대의 형상을 가질 수도 있다고 보고된 바 있다^{16,17)}. 즉, 가하는 K_I 값이 증가함에도 불구하고 균열의 진전속도가 줄어드는 구간이 존재한다는 것이다. 대개 이러한 현상은 R-curve 현상을 보이는 고인성 세라믹 재료의 $K_I-\dot{a}$ curve에서 나타나고 있다. 이 경우에는 단순한 power law 형태를 갖지 않으며, K_I 이 증가함에 따라 균열진전이 정지 혹은 감소하는 특성을 보이게 된다.

하중을 증가시켜도 균열진전이 없는 이유는 균열 주위에 형성된 wake에 의한 저항 때문인 것으로 추정할 수 있다. 시편에 도입한 노치의 선단반경은 약 70 μm 정도로서, 고전적인 파괴역학적 관점에서 보면 노치에서 파괴가 일어나는 K_I 값은 반경이 거의 없는 날카로운 균열선단에서의 K_I 값에 비해 훨씬 큰 값을 보여야 하나²⁵⁾, 실측된 결과는 그 반대의 현상을 보이고 있다. 역학적으로 날카로운 균열선단에서의 응력집중은 기계 가공으로 만든 무딘 노치의 선단에서의 응력집중보다 훨씬 우수하므로, 날카로운 균열선단에서 파괴저항은 무딘 노치에서의 파괴저항보다 훨씬 작은 것이 일반적이다. 그러나 Fig. 2에서 볼 수 있듯이 균열이 생성되어 있는 상황에서 균열이 진전하는 K_I 값(점 B~E)은 무딘 노치선단에서 순간적인 파괴를 일으키는 K_I 값(점 A)보다 상당히 크다. 이는 $Al_2O_3-SiC_w$ 복합재료와 같이 극도로 취약한 재료에서는 소성변형을 수반하는 금속재료와는 달리 노치반경의 영향이 비교적 덜하다는 사실과 더불어, 날카로운 균열은 wake를 가지고 있어 R-curve에 의한 영향을 충분히 받지만 가공된 무딘 노치는 wake를 가지고 있지 않아 R-curve의 영향을 받지 못하기 때문이다. 이와 비슷한 예로서 같은 재료를 이용하여 반복압축하중을 가해 비교적 날카로운 precrack을 만든 후 파괴인성을 측정한 경우에는 파괴인성값이 불과 5.8 $MPa\sqrt{m}$ 정도밖에 못 미친 것을 들 수 있다²¹⁾. 이는 시편에 예리한 균열이 생성되기는 하였지만 반복된 압축하중에 의해 wake 효과(bridging 효과)가 대부분 제거되었기 때문인 것으로 추측할 수 있다.

4.2. 파괴기구

Fig. 8는 Fig. 2에서 나타나는 점 A~E의 파괴과정을 도식적으로 보여 주는 그림으로 실제 파괴의 전 과정을 VTR을 이용하여 녹화한 후 이를 자세히 분석한 결과를 토대로 도시한 것이다. 먼저 Fig. 8(a)은 초기 노치로부터

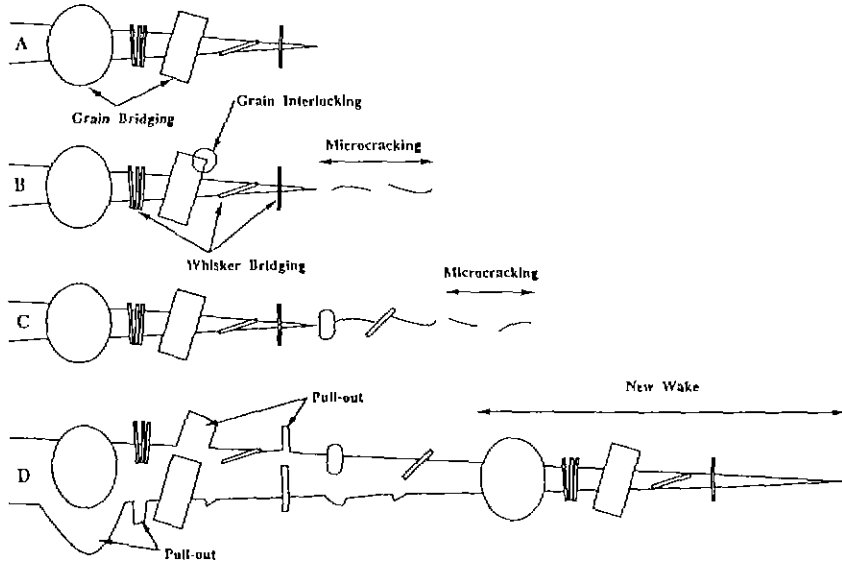


Fig. 8. Schematic diagrams showing fracturing process during slow crack growth: (a) crack initiation from the machined notch tip, (b)~(c) slow crack growth including microcrack formation and coalescence, and (d) relatively fast crack propagation due to catastrophic failure of all bridges in the wake region and subsequently the formation of new wake.

급격하게 파괴가 진행되었을 때(Fig. 2의 점 A) 생성된 균열을 보여 준다. 여기서 균열선단으로부터 수 mm의 거리에 걸쳐 잘 발달된 wake가 존재하며, 이 wake는 주로 결정립과 휘스커에 의한 bridge들로 이루어진다. 하중을 증가시켜 K_I 값이 점차 커지게 되면, Fig. 8(a)의 균열선단에서 미세균열들이 발생하고 이들이 서로 합체되어 균열이 전파되며(Fig. 8(b)~(c)), 이러한 과정은 Fig. 2의 점 B~D에서 보이는 파괴과정과 일치하게 된다. 이 단계에서는 초기 노치로부터의 파괴에 비해 균열전파가 매우 안정하게 일어나며, 균열의 진전은 수백 μm 정도로 초기 노치로부터의 파괴에 의한 균열길이보다 상당히 작다. Fig. 8(d)에서의 파괴형태는 Fig. 8(b)~(c)에서의 미세균열에 의한 소규모 균열진전에 비해 상당히 큰 폭으로 균열이 진전되는 것을 나타낸다. 이는 Fig. 2의 점 E와 상응하는 것으로 Fig. 2의 점 A~D, 즉 Fig. 8(b)~(c)에서의 균열전파는 이전부터 존재하던 균열의 bridge들이 거의 파괴되지 않은 상태에서 미세균열이 형성되는 과정을 보이는 반면, Fig. 2의 점 E, 즉 Fig. 8(d)에서의 균열전파는 이전 균열의 bridge들이 모두 파괴되면서 비교적 많은 양의 균열진전이 일어남을 보여 준다. 이 때 새로 전파되는 균열의 길이는 대개 수 mm 정도이다. 그리고 이러한 균열전파가 일어나고 난 후에는 급격하게 파괴가 진행되어 균열진전속도를 측정하기 어

렵다(Fig. 2의 오른쪽 화살표).

4.3. 파괴인성 증진기구

3.2. 절에서 보듯이 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiC}_w$ 복합재료에서 파괴인성을 증진시키는 주된 파괴기구는 bridging이다. 이론적으로는 microcracking에 의한 파괴인성의 증진도 기대할 수는 있으나, 실제 관찰 결과 microcracking에 의한 기여는 거의 없는 것으로 밝혀졌다. 실제 파괴과정에서 균열선단의 앞 부분의 균열평면(crack plane) 상에서는 microcracking이 발생하기는 하나, 이는 곧 균열선단과 연결되어 파괴인성의 증진을 유발하기보다는 오히려 균열진전에 수월한 경로를 제공하는 역할을 하게 된다. 즉 파괴인성 증진에 기여할 수 있을 정도의 광범위한 영역에서는 미세균열군(microcrack cloud)은 관찰되지 않으며, 따라서 미세균열 형성에 의한 파괴인성 증진은 없는 것으로 확인할 수 있다.

$\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiC}_w$ 복합재료에서 발견되는 bridging의 형태는 크게 휘스커에 의한 bridging과 결정립에 의한 bridging으로 나눌 수 있다. 이러한 두 bridging의 출현빈도는 거의 비슷한 수준이며, 따라서 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiC}_w$ 복합재료의 파괴인성 증진의 원인은 보강재, 즉 휘스커에 의한 것만이 아니라, 휘스커와 결정립 모두에 의한 것임을 알 수 있다. Fig. 4(a)~(c)에 의하면 휘스커 bridging은 균

열과 휘스커가 이루는 각도에 따라 그 효과가 다르며, bridge를 이루는 휘스커의 갯수에 의해서도 크게 좌우된다. 충분한 pull-out 효과를 보기 위해서는 휘스커는 되도록 균열과 직각에 가깝도록 배치되는 것이 유리하다. 또한 하나의 휘스커로 bridge를 이루는 것보다는 여러 개가 서로 엇키듯이 배열되면서 하나의 bridge를 이루는 것이 더욱 유리할 수 있다. 결정립에 의한 bridging은 보강재를 첨가하지 않은 다결정 세라믹 재료에서 R-curve가 발생하는 주 원인으로 많은 연구가 되어 왔으나^{18,19,21-23}, $Al_2O_3-SiC_w$ 복합재료에서는 주로 휘스커의 역할만 강조되어 결정립에 의한 bridging은 상대적으로 무시되어 왔다. 그러나 본 연구에서 파괴과정을 직접 관찰해 본 결과 결정립에 의한 bridging은 복합재료에 있어서도 중요하다는 것을 알 수 있다. 일반적으로 결정립 bridging은 결정립의 크기나 형상에 의해 크게 영향을 받는데, Fig. 5(c)에서와 같이 특이한 모양을 한 bridge에서는 bridge의 한 모퉁이가 기지와 물려서 상당한 마찰효과를 나타낼 수 있다. 이러한 현상을 interlocking이라 하며²², 이를 효과적으로 이용하여 파괴인성을 증진시키기 위해서는 제조시 특별한 처리를 함으로써 결정립의 형상을 제어할 필요가 있다. 또한 bridge들은 반드시 하나의 결정립 또는 하나의 휘스커로만 이루어지지 않고, 서로 몇 개씩 붙어서 동시에 하나의 bridge를 이룰 수도 있다. 예를 들어, 결정립만 두 개 모여서 하나의 bridge를 이루든지, 혹은 결정립 몇 개와 결정립계에 존재하는 휘스커들이 하나의 bridge를 이루든지 하는 것이다. 실제로 Fig. 5(a)에서는 상당히 큰 bridge를 보여 주는데, 이것이 정확히 어떠한 것들로 이루어진 bridge인지는 알 수 없지만, 적어도 하나의 결정립에 의한 것이 아니라는 것을 알 수 있다. 좀 더 포괄적으로 생각해 보면, 균열발생 초기에 볼 수 있는 미세균열들 사이에서 파괴되지 않고 남아 있는 휘스커 또는 결정립들은 거의 모두 bridge로 볼 수 있다.

4.4. R-Curve의 결정

Subcritical slow crack growth data로부터 수학적 방법으로 R-curve를 산출할 수 있는 방법은 근래에 들어 Fett과 Munz^{16,17}에 의해 보고되었다. 그들의 연구의 기본개념은 실제로 균열을 진전시키는 구동력이 되는 응력확대계수(stress intensity factor)는 외부에서 가해준 응력확대계수보다 작다는 것으로부터 시작된다. 따라서 이러한 두 응력확대계수들간의 차이가 바로 toughening의 양이 되고, 이를 수식으로 전개하면 다음과 같다.

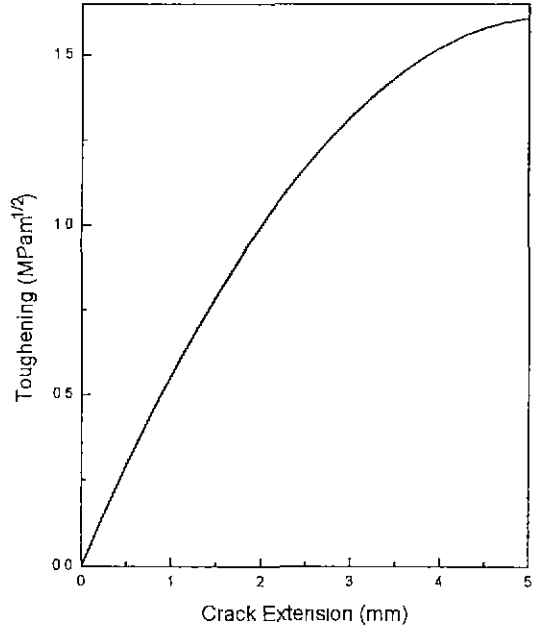


Fig. 9. Crack resistance curve calculated from the $K_{I,app}$ vs a curve of Fig. 2.

$$K_{I,tip} = K_{I,app} - K_{I,s} \quad (2)$$

$K_{I,tip}$: real stress intensity factor

$K_{I,app}$: applied stress intensity factor

$K_{I,s}$: shielding stress intensity factor

실제로 균열을 진전시키는 구동력은 $K_{I,tip}$ 이므로 power law 속도식은 다음과 같이 변형될 수 있다.

$$\dot{a} = A(K_{I,tip})^n = A[K_{I,app} - K_{I,s}]^n \quad (3)$$

또한 shielding intensity factor(R-curve)를 다음과 같이 가정하면^{16,17},

$$K_{I,s} = K_{I,s,max} [2C\Delta a - (C\Delta a)^2] \text{ for } \Delta a \leq l/C \quad (4)$$

이 된다. 식 (3)와 (4)를 합치고 그림 2의 결과에 대입하면 미정계수들인 A , n , C , $K_{I,s,max}$ 모두를 구할 수 있으며, 따라서 R-curve도 구할 수 있다. Fig. 9는 이러한 방법으로 구한 R-curve를 보여 준다.

본 연구에서 수학적 전개에 의해 산출된 R-curve는 wake 효과(bridging 효과)에 의해 toughening된 양을 어느 정도 정량적으로 나타내는 데는 적합하다 그러나 실제 재료의 파괴저항을 나타내는 R-curve는 얻을 수 없다. Fig. 9에서의 toughening은 그 최대치가 약 $1.6 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ 로서 비교적 적은 값을 나타내고 있으므로 \times

료의 실제 R-curve는 wake가 없을 때의 파괴인성값(intrinsic toughness)에 Fig 9의 toughening을 더하여 얻을 수 있다. 그러나 $Al_2O_3-SiC_w$ 복합재료 고유의 파괴인성은 알 수 없기 때문에 실제의 R-curve는 구할 수 없다. 따라서 본 연구에서는 재료 고유의 파괴인성을 구하기 위하여 다음과 같은 과정을 도입하였다. 즉, 실제 균열 전파시험 중에 측정된 응력확대계수의 측정치들은 Fig. 2에서와 같이 $5.5 \sim 7.8 MPa\sqrt{m}$ 의 영역이며, 이 때 완전한 wake를 형성하고 있는 것으로 추정할 수 있는 비교적 긴 균열에서의 측정치인 $7.8 MPa\sqrt{m}$ 를 실제 R-curve 상의 최대값(saturated toughness)으로 간주한다면, 다음과 같은 관계식에 의해

$$K_R = K_0 - K_I, \tag{5}$$

K_R : real R-curve

K_0 : intrinsic toughness

K_I : toughening due to wake effect

K_R 에 $7.8 MPa\sqrt{m}$ 를, 그리고 K_I 에 $1.6 MPa\sqrt{m}$ 를 대입함으로써 wake가 없을 때의 파괴인성인 K_0 는 $6.2 MPa\sqrt{m}$ 로 결정될 수 있다. 그러나 이론적으로 $Al_2O_3-SiC_w$ 재료의 K_0 값은 단상 다결정 알루미늄의 K_0 값과 같아야 하며²⁴, 단상 다결정 알루미늄의 K_0 값은 $1.5 \sim 2.5 MPa\sqrt{m}$ 인 것으로 알려져 있다^{23,25}. 따라서 본 연구에서 산출한 K_0 값은 추정치에 비해 상당히 큰 값이며, 이로부터 $Al_2O_3-SiC_w$ 재료에서는 wake 효과에 의한 R-curve 현상 이외에도 K_0 값 자체를 증가시키는 제 3의 파괴인성 증진기구가 작용하고 있음을 유추할 수 있다. 이러한 기구로서 휘스커의 첨가로 인한 균열경로의 심한 굽힘 현상²⁶⁻²⁸이 가장 주된 요인으로 볼 수 있다. 즉, 균열 선단에서 휘스커에 의해 균열의 전파가 정중앙으로 이루어지지 못하고 꺾임으로써 균열성장구동력을 높이는 효과를 가져오게 된다. 실제로 $Al_2O_3-SiC_w$ 의 파괴인성 증진(R-curve) 자체를 오로지 균열굽힘현상에서만 설명하려는 시도까지 있는 것으로 보면²⁶, 균열굽힘현상은 wake 효과보다 상당히 우세할 수 있으며, 따라서 본 연구에서도 wake 효과에 의한 파괴인성증진이 약 $1.6 MPa\sqrt{m}$ 인데 반해, K_0 의 증진은 약 $4 MPa\sqrt{m}$ 까지 되는 결과를 얻게 된 것이다. 또 다른 기구로서는 휘스커 첨가에 의한 입내파괴의 증가를 들 수 있다. 위에서 언급한 단상 다결정 알루미늄의 K_0 값인 $1.5 \sim 2.5 MPa\sqrt{m}$ 는 입계파괴를 전제로 한 값이기 때문에 실제 파괴가 입내로도 상당량 일어난다면 그 값은 더 커질 수 있다²⁴. 이와 같은 두 요인은 측정된 비교적 큰 K_0 값의 정당성을 충분히 설명할 수 있으며, 따라서 R-curve의 신뢰도 또한

입증될 수 있다.

5. 결 론

$Al_2O_3-SiC_w$ 복합재료의 K_I - a curve는 R-curve 효과에 의해 단순증가형의 power law 형태를 벗어난다. 즉, K_I 증가함에도 불구하고 균열진전이 멈추거나 혹은 감소되는 구간을 갖는다.

2. $Al_2O_3-SiC_w$ 복합재료에서 R-curve 현상의 원인은 bridging이며, 이는 휘스커에 의한 것과 결정립에 의한 것이 있다.

3. K_I - a curve의 단계별 파괴과정을 VTR을 이용하여 조사한 결과, bridge들이 완전 한 상태로 보전되면서 진행되는 균열은 매우 느린 속도로 전파되는 반면, 대부분의 bridge들이 동시에 파괴되면서 진행되는 균열전파는 매우 빠르게 진행되며, 균열이 진전한 길이도 비교적 길다.

4. $Al_2O_3-SiC_w$ 복합재료의 파괴인성 증진기구는 bridging에 의한 R-curve 효과외에도 재료의 intrinsic toughness 자체를 높이는 제 3의 기구(균열굽힘, 입내파괴 분율의 증가)가 존재하며, 이는 bridging보다 큰 효과를 나타내는 것으로 조사되었다.

후 기

본 연구에서 미세파괴과정 관찰시험의 idea와 관찰결과의 해석에 많은 도움을 주신 포항공과대학교 백성기 교수님께 감사 드립니다.

REFERENCES

1. A.G. Evans, "Perspective on the Development of High-Toughness Ceramics," *J. Am. Ceram. Soc.*, **73**(2), 187-206 (1990).
2. J. Rodel, E.R. Fuller, Jr. and B.R. Lawn, "In Situ Observation of Toughening Processes in Alumina Reinforced with Silicon Carbide Whiskers," *J. Am. Ceram. Soc.*, **74**(12), 3154-3157 (1991).
3. G.H. Campbell, M. Rühle, B.J. Dalgleish, and A.G. Evans, "Whisker Toughening: A Comparison between Aluminium Oxide and Silicon Nitride Toughened with Silicon Carbide," *J. Am. Ceram. Soc.*, **73**(3), 521-530 (1990).
4. P.F. Becher, C.H. Hsueh, P. Angelini, and T.N. Tieg, "Toughening Behavior in Whisker-Reinforced Ceramic Matrix Composites," *J. Am. Ceram. Soc.*, **71**(12).

- 1050-1061 (1988).
5. J. Homeny and W.L. Vaughn, "R-Curve Behavior in a Silicon Carbide Whisker/Alumina Matrix Composite," *J. Am Ceram Soc.*, **73**(7), 2060-2062 (1990).
 6. P.F. Becher, P. Angelini, W.H. Warwick, and T.N. Tieg, "Elevated-Temperature-Delayed Failure of Alumina Reinforced with 20 vol% Silicon Carbide Whiskers," *J. Am Ceram Soc.*, **73**(1), 91-96 (1990).
 7. S.W. Freiman, D.R. Mulville, and P.W. Mast, "Crack Propagation Studies in Brittle Materials," *J. Mater. Sci.*, **8**, 1527-1533 (1973).
 8. E.K. Beauchamp and S.L. Monroe, "Effect of Crack-Interface Bridging on Subcritical Crack Growth in Ferrites," *J. Am. Ceram. Soc.*, **72**(7), 1179-1184 (1989).
 9. C.C. Wu, K.R. Mckinney, and D. Lewis, "Grooving and Off-Center Crack Effects on Applied-Moment Double-Cantilever Beam Test," *J. Am Ceram Soc.*, **67**(8), C166-C168 (1984).
 10. S. Baik, S.M. Lee, and B.S. Min, "R-Curve Behavior of PZT Ceramics near Morphotropic Phase Boundary," pp. 371-386 in *Fracture Mechanics of Ceramics*, Vol. 9. R.C. Bradt, D.P.H. Hasselman, D. Munz, M. Sakai, and V. Ya. Shavchenko Plenum Press, New York. (1991)
 11. K-S Sohn, S. Lee, and S. Baik, "Analytical Modeling for Bridging Stress Function Involving Grain Size Distribution in a Polycrystalline Alumina," *J. Am Ceram Soc.*, **78**(5), 1401-05 (1995).
 12. K-S Sohn, S. Lee, and N.J. Kim, "In-Situ Observation of Microfracture Processes in an 8090 Al-Li Alloy Plate," *Mater Sci Eng. A*, **A163**, 11-21 (1993).
 13. K-S Sohn, S. Lee, and N.J. Kim, "Deformation and Fracture Behavior of an 8090 Al-Li Alloy at Cryogenic Temperature," *Scripta Metall. et Mater.*, **32**(8), 1255-60 (1995).
 14. S. Lee, K-S Sohn, I.M. Park, and K. Cho, "Effect of Applied Pressure on Mechanical Properties of Squeeze Cast Mg Matrix Composites," *Met Mater.*, **1**, 37-46 (1995).
 15. A.G. Evans, "A Method for Evaluating the Time-Dependent Failure Characteristics of Brittle Materials and Its Application to Polycrystalline Alumina," *J. Mater. Sci.*, **7**, 1137-1146 (1972).
 16. T. Fett and D. Munz, "Subcritical Crack Growth of Macrocracks in Alumina with R-Curve Behavior," *J. Am Ceram Soc.*, **75**(4), 958-963 (1992).
 17. T. Fett and D. Munz, "Subcritical Crack Growth of Macrocracks in Zirconia," *J Mater Sci Lett.*, **10**, 1103-1106 (1991).
 18. R.W. Stembrecht and O Schmenkel, "Crack-Resistance Curves of Surface Cracks in Alumina," *J. Am. Ceram. Soc.*, **71**(5), C271-C273 (1988).
 19. M.V. Swain, "R-Curve Behavior in a Polycrystalline Alumina Material," *J. Mater. Sci Lett.*, **5**, 1313-1315 (1986).
 20. W.D. Kingery, H.K. Bowen, and D.R. Uhlmann, "Introduction to Ceramics," A Wiley-Interscience Publication, John Wiley & Sons, New York, Chap. 15 (1976).
 21. 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 on Alumina," *J Am. Ceram. Soc.*, **70**(4), 279-289 (1987).
 22. 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).
 23. J. Rodel, J.F. Kelly and B.R. Lawn, "In Situ Measurements of Bridged Crack Interface in the Scanning Electron Microscope," *J Am. Ceram. Soc.*, **73**(11), 3313-3318 (1990).
 24. 조경복, 이성학, 표성규, 장영원, "Al₂O₃의 Al₂O₃-SiC_n 복합재료의 동적 및 정적 파괴인성에 관한 연구," 한국요업학회지, **27**, 457-464 (1990).
 25. D Broek, "Elementary Engineering Fracture Mechanics." Martinus Nijhoff Publishers, Dordrecht, (1986).
 26. K.T. Faber and A.G. Evans, "Crack Deflection Process-I Theory," *Acta Metall.*, **31**(4), 565-576 (1983).
 27. K.T. Faber and A.G. Evans, "Crack Deflection Process-II Experiment," *Acta Metall.*, **31**(4), 577-584 (1983)
 28. H. Liu, K.L. Weisskopf, and G. Petzow, "Crack Deflection Process for Hot-Pressed Whisker-Reinforced Ceramic Composites," *J. Am. Ceram. Soc.*, **72**(4), 559-563 (1989)