

## AE(Acoustic Emission)에 의한 세라믹 복합재료의 고인성화 기구 분석

장 병 국

쌍용양회공업(주)중앙연구소  
(1997년 8월 11일 접수)

### Analysis of Toughening Mechanism of Ceramic Composites by Acoustic Emission

Byung-Koog Jang

Ssangyong Research Center, Ssangyong Cement Industrial Co.  
(Received August 11, 1997)

#### 요 약

$Al_2O_3$ 의 미세구조 제어에 의한 고인성화 복합재료를 제조하기 위해서 hot-pressing 소결법에 의해  $Al_2O_3$ - $Y_2O_3$  혼합조성을 사용하여 등축상의 2차상이 분산된  $Al_2O_3/20$  vol%YAG 복합재료를 제조하고  $Al_2O_3$ - $La_2O_3$  혼합조성을 사용하여 봉상의 2차상이 분산된  $Al_2O_3/20$  vol% $LaAl_{11}O_{18}$  복합재료를 제조하였다. 그리고 분산시킨 2차상의 입자형태(등축상,봉상)가 복합재료의 고인성화에 미치는 영향을 규명하기 위해서 SENB법과 SEPB법에 의해 복합재료의 파괴인성 실험을 행하면서 AE(Acoustic Emission)에 의한 고인성화 기구의 해석을 행하였다. 특히, 고인성화 기구의 해석과 파괴인성의 정량적인 분석이 AE 수법을 이용하여 가능하였다. 알루미나 소결체에 비해서 복합재료에서는 분산상의 강화효과에 의해서 파괴인성이 향상하였다. 알루미나 소결체의 파괴인성은 약  $3.2$  MPam<sup>0.5</sup> 인데 비해, 등축상의 YAG 입자가 분산된  $Al_2O_3/20$  vol%YAG 복합재료의 파괴인성은  $4.7$  MPam<sup>0.5</sup>이며 봉상의  $LaAl_{11}O_{18}$  입자가 분산된  $Al_2O_3/20$  vol% $LaAl_{11}O_{18}$  복합재료의 파괴인성은 약  $6.2$  MPam<sup>0.5</sup> 이었다.  $Al_2O_3$  소결체에서는 frontal zone에서의 microcracking이나 wake zone에서의 grain bridging과 같은 고인성화 기구가 없었지만, 복합재료에서는 이러한 고인성 기구가 존재하였다. 특히 봉상의 입자가 분산된  $Al_2O_3/LaAl_{11}O_{18}$  복합재료의 파괴인성이 증가한 이유는 봉상입자에서 grain bridging에 의한 고인성화 기구가 현저하였기 때문이다.

#### ABSTRACT

$Al_2O_3/20$  vol%YAG composite containing equiaxed grains and  $Al_2O_3/20$  vol% $LaAl_{11}O_{18}$  composite containing elongated grains were fabricated using  $Al_2O_3$ - $Y_2O_3$  composition and  $Al_2O_3$ - $La_2O_3$  composition, respectively, by hot-pressing. In order to investigate the influence of microstructural control of second phase on toughening effect of toughened ceramic composites. AE (acoustic emission) measurements have been coupled with fracture toughness experiments (SENB and SEPB method). A separation of the fracture toughness and analysis of toughening mechanism was possible using the AE technique. The fracture toughness of hot-pressed materials was estimated to be  $3.2$  MPam<sup>0.5</sup> for monolithic alumina,  $4.7$  MPam<sup>0.5</sup> for  $Al_2O_3/20$  vol%YAG composite and  $6.2$  MPam<sup>0.5</sup> for  $Al_2O_3/20$  vol% $LaAl_{11}O_{18}$  composite. In monolithic  $Al_2O_3$ , toughening does not occur as a result of either microcracking or grain bridging, whereas, composites exhibit toughening effects by both microcracking in the frontal zone and grain bridging in the wake zone, resulting in an improvement of fracture toughness as compared with monolithic  $Al_2O_3$ . The fracture toughness of  $Al_2O_3/20$  vol% $LaAl_{11}O_{18}$  composite is higher than that of  $Al_2O_3/20$  vol%YAG composite. It may be attributed to the elongated microstructure of  $Al_2O_3/20$  vol% $LaAl_{11}O_{18}$  composite, resulting relatively greater bridging effect.

**Key words :** Composites, Microstructure, Acoustic emission, Elongated grain, Equiaxed grain, Fracture toughness, Toughening mechanism, Microcracking, Grain bridging

1. 서 론

입자분산 강화 복합재료의 고인성화 특성은 매트릭스에 존재하는 분산상의 성질과 미세구조의 특성에 크게 의존하며 그 중에서 매트릭스에 존재하는 분산상의 형태(등축상, 봉상, 침상)가 복합재료의 고인성화에 크게 영향을 미친다.<sup>1-3)</sup> 그 일례로서 세라믹스 매트릭스에 whisker, platelet 등을 첨가시킨 복합재료에서는 crack의 bridging 효과에 의한 파괴인성의 향상이 보고되고 있다.<sup>4,5)</sup>

또한, 이러한 복합재료에 있어서 모델링에 기초하여 계산방식의 연구에 의해 고인성화기구에 관하여 많은 연구가 행하여 지고 있다. 그러나 실험에 의한 고인성화기구의 해명과 파괴인성 증진에 대한 정량적인 mechanism은 아직도 명확하게 연구된 바 없고 파괴과정의 해명도 그렇게 간단하지는 않다.

한편 AE(acoustic emission)법은 최근, 재료의 신뢰성을 분석하는 재료평가로서 활발한 연구가 진행되고 있다.<sup>6-11)</sup> AE법은 비파괴 검사방법의 일종으로 다른 비파괴 검사법과는 달리, microcrack, 재료내부의 변형에 따르는 탄성파를 직접 검출하고 그 발생위치, 발생수, 신호강도로부터 개개의 발생된 microcrack등을 동적으로 검출하고 평가하는 수법이다

AE는 원리적으로는 지진파와 같고, 재료중에 microcrack이나 변형이 발생하면 탄성파가 방출되고, 세라믹재료내에서 초음파 대역의 탄성파로써 전파된다. 이 탄성파를 세라믹재료 표면에 부착시킨 압전소자를 사용한 AE 센서로 검출하고, 이 탄성파의 신호처리를 행함으로써 재료내의 microcrack의 발생이나 성장<sup>12,13)</sup>을 검출할 수가 있으므로 재료의 신뢰성 평가에 이용되어 왔다. 따라서 본 연구에서는 입자 분산 강화 수법을 이용하여 알루미늄나 소결체 중에 2차상의 분산상을 석출시킨 복합재료를 제조하여, 파괴인성의 측정에 AE법을 적용하여 입자분산강화 복합재료의 고인성화기구를 해명함과 동시에 파괴인성의 정량적인 분석을 행하였다.<sup>14,15)</sup>

2. 실험방법

2.1. 알루미늄나와 복합재료의 제조

본 실험에서 사용한 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>의 원료분말로서는 일본 Taimer사의 고순도 α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 분말이며, 평균입경은 0.2 μm이었다. 첨가제로서는 일본 Shun-Etsu Chemical사의 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 분말과 Nihon Yttrium사의 La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 분말을 이용하였다. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>와 첨가제의 균일혼합을 위해서 메탄올을 용매로 하고, 알루미늄나 불을 이용하여 폴리에틸렌 용기 내에서 24시간 동안 습식 볼 밀링(ball milling)을 행하였다. 혼합된 분말을 dry oven에서 충분히 cake 상태로

건조시켰다. 건조된 분말을 유발에서 미세하게 분쇄하였다. 이렇게 준비된 혼합분말을 내부가 BN로 코팅된 40×50 mm의 카본플드안에 넣고 hot-press 소결로에서 hot-pressing에 의해 복합재료 소결체를 제조하였다. 기존 세라믹스 소재로서 알루미늄나는 1500°C, 1hr의 조건에서 hot-pressing함으로써 소결체를 제조하였다. 분산상의 입자형태가 복합재료의 고인성화에 미치는 영향을 분석하기 위해서, 2차상의 입자형태가 등축상을 가진 YAG(yttrium aluminum garnet, Y<sub>3</sub>Al<sub>5</sub>O<sub>12</sub>)와 봉상의 입자형태를 가진 LaAl<sub>11</sub>O<sub>18</sub>(lanthanum-β-alumina)상을 각각 분산상으로 하였다. 본 연구에 사용된 모델 복합재료로서는 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/20 vol%YAG와 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/20 vol%LaAl<sub>11</sub>O<sub>18</sub> 소결체를 이용하였다. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/20 vol%YAG 복합재료의 제조는 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>와 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 혼합분말을 이용하여 1500°C, 2hr. Ar 분위기에서 Hot-pressing함으로써 소결체를 제조하였다. 이때 소결중의 YAG상의 생성반응식은 다음과 같다.



Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/20 vol%LaAl<sub>11</sub>O<sub>18</sub> 복합재료의 제조는 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>와 La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 혼합분말을 이용하여 1500°C, 2hr, Ar 분위기에서 Hot-pressing 함으로써 소결체를 제조하였다.

이때, 소결중의 LaAl<sub>11</sub>O<sub>18</sub>상의 생성반응식은 다음과 같다.

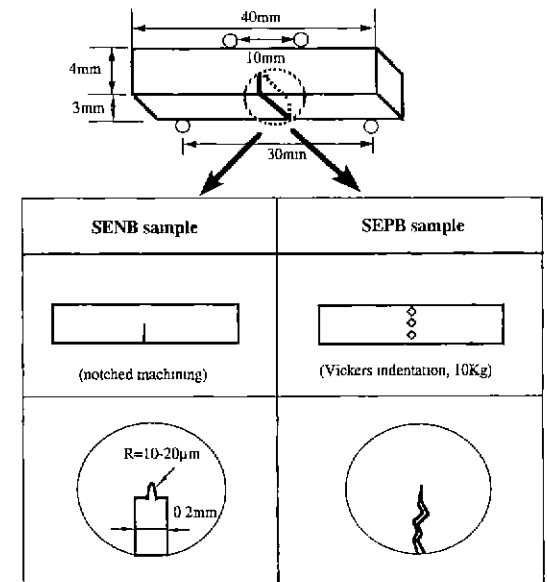
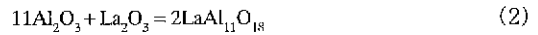


Fig. 1. Preparation of specimen for SENB & SEPB in fracture toughness test.

2.2. 파괴인성 측정용 시편의 제조

파괴인성 시험의 시험편은 JIS R1607-90 규격에 의해 Fig. 1에 나타낸바와 같이 3×4×40 mm의 크기로 가공하였다. 여기서 SENB(single edge notched beam)용의 시험편은 노치 가공기를 이용하여 두께 200 μm의 노치를 생성시킨후 0.1 mm의 탄소강의 면도날과 0.3 μm의 다이아몬드 페이스트를 이용하여 notch 끝의 선단을 R: 10~20 μm으로 하였다.

SEPB(single edge pre-cracked beam)용의 시험편은 비커스 경도계를 이용하여 시험편의 인장면의 중앙에 비커스 입자를 98N의 하중으로 3군데 각인시켜 median crack을 생성시킨 다음, 이 crack을 균열전파의 기점으로 하였다. 이 시험편을 균열전파용 치구(일본 마루토사 제품, MZ-603)를 이용하여 bridging-indentation법에 의해 예비 균열로써 pop-in-crack을 생성시켰다. Fig. 1의 하단부에 예비 crack을 생성시킨 SENB와 SEPB 샘플의 시험편을 나타내었다.

2.3. 파괴인성 시험과 AE(acoustic emission) 계측시스템

파괴인성 시험은 Fig. 2처럼 상부 span 10 mm, 하부 span 30 mm로 각기 7개의 시편을 준비하여 상온 대기 중에서 cross head speed 0.1 mm/mm의 조건하에서 4점 굽힘 시험을 행함으로써 평균값으로 측정하였다. 예비균열 부근에서의 하중증가에 따른 변형량을 검출하기 위해서 시험편의 뒷면에 길이 5.0 mm의 strain gage를 부착시켜서 하중을 증가시키에 따라서 변형에 의해서 발생하는 stram의 크기를 측정하였다. 또한, 파괴인성의 정량화와 함께 예비균열 부근에서 발생하는 microcrack의 발생과 재료변형(bridging 현상 등)의 검출을 통한 고인성화 기구를 분석하기 위해서 시험편의 한 쪽면에 고감도 AE sensor(압전센서, Fuji ceramics. M-304)를 부착시켜 AE 신호의 계측을 행하였다. 그리고

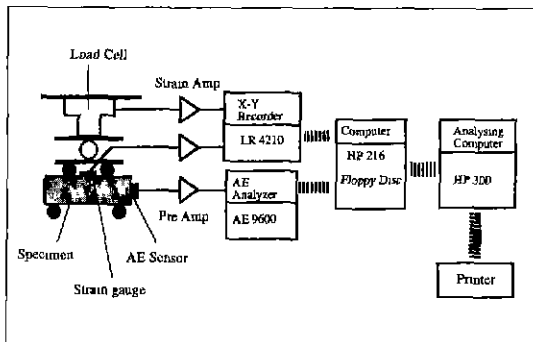


Fig. 2. Schematic diagram of AE(Acoustic Emission) system used for experiments with SENB & SEPB methods in fracture toughness tests.

pre-amp로 증폭시킨 AE 신호는 AE 해석장치(NF사, AE 9600)에 기록시켜 컴퓨터로 해석하였다. Fig. 2에서 AE 계측시스템의 구성과 역할을 자세히 설명하면 다음과 같다. AE 센서(압전센서)는 하중의 증가에 따라서 파괴인성 측정용 재료 내부에서 발생한 microcrack의 발생이나 재료변형에 의해 생긴 AE를 표면 진동으로 검출하는 변환소자이다. pre amp(pre-amplifier)는 AE 센서로부터 출력된 미약한 전압을 증폭시키는 증폭기 역할을 한다.

AE analyzer는 증폭기를 통과한 신호를 처리하고 기록, 표시하는 신호처리 해석장치인 것이다. 그리고 X-Y Recorder는 파괴인성 측정시 하중의 증가에 따른 재료의 변형량을 측정하기 위한 것이다.

3. 결과 및 고찰

3.1. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 및 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 복합재료의 제조와 미세구조

소결중에 매트릭스인 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>와 첨가제인(Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)와의 반응에 의해서 2차상을 생성시켰는지의 여부를 확인하기 위해서 복합재료의 X-선 회절 분석을 행하였고 그 결과를 Fig. 3에 나타내었다. Fig. 3(A)는 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/20

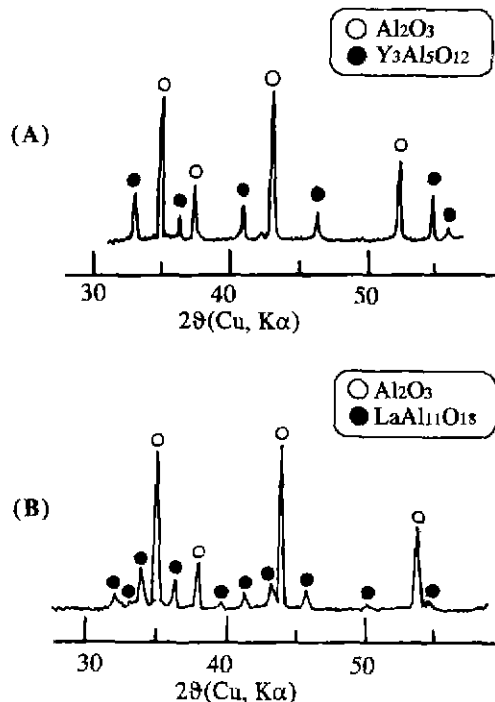


Fig. 3. XRD analysis of hot-pressed composites; (a) Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/20 vol%Y<sub>3</sub>Al<sub>5</sub>O<sub>12</sub> composite and (b) Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/20 vol%LaAl<sub>11</sub>O<sub>18</sub> composite.

vol%YAG 복합재료를 제조할 목적으로  $Al_2O_3$ 에  $Y_2O_3$ 를 첨가시킨 조성을 소결시킨 복합재료의 X-선 회절 분석 결과인데  $Al_2O_3$ 와  $Y_2O_3$ 가 반응하여 2차상으로 존재하는 YAG상의 존재가 확인되었다. Fig. 3(B)는  $Al_2O_3/20$  vol% $LaAl_{11}O_{18}$  복합재료를 제조할 목적으로  $Al_2O_3$ 에  $La_2O_3$ 를 첨가시킨 조성을 소결시킨 복합재료의 X-선 회절 분석 결과인데,  $Al_2O_3$ 와  $La_2O_3$ 가 반응하여 2차상으로 존재하는  $LaAl_{11}O_{18}$ 상의 존재가 확인 되었다. Fig. 3에서

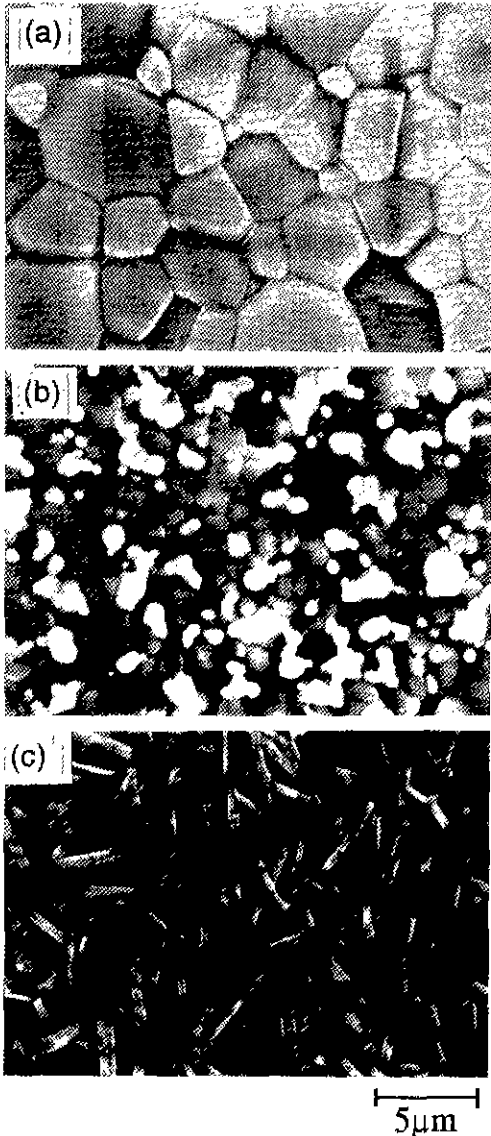


Fig. 4. SEM photographs of thermal etched surfaces of hot-pressed specimens: (a) alumina, (b)  $Al_2O_3/20$  vol% $Y,Al_5O_{12}$  composite and (c)  $Al_2O_3/20$  vol%  $LaAl_{11}O_{18}$  composite

같이 각각의 복합재료의 경우 첨가제로 사용한  $Y_2O_3$ ,  $La_2O_3$ 상이 검출되지 않는 것으로 미루어 보아서 첨가제  $Y_2O_3$ 는  $Al_2O_3$ 와 충분히 반응하여 전부 YAG상을 생성하였고, 첨가제  $La_2O_3$ 는  $Al_2O_3$ 와 반응하여  $LaAl_{11}O_{18}$ 상을 생성하여 2차상으로 존재함을 알 수가 있다. 그리고, hot-pressing에 의해 제조한 결과 치밀한 소결체가 얻어졌으며, 상대밀도는 각각 알루미늄이 100%,  $Al_2O_3/20$  vol%YAG 복합재료는 99.9%,  $Al_2O_3/20$  vol% $LaAl_{11}O_{18}$ 는 99.8% 이었다.

Fig. 4는  $1500^\circ C$ 에서 thermal etching을 시킨 각각의 소결체의 미세구조의 SEM 분석결과이다. Fig. 4(A)는 기준재료로서  $Al_2O_3$  소결체의 미세구조 사진이다. SEM 사진에서와 같이  $Al_2O_3$  matrix의 입자는 전형적인 등축상의 형태를 나타내었다. Fig. 4(B)는  $Al_2O_3$ 에  $Y_2O_3$ 를 첨가시킨 조성을 소결시킴으로써 얻어진  $Al_2O_3/20$  vol%YAG 복합재료의 미세구조는 사진인데, 하얗게 보이는 등축상(equiaxed grain)의 입자가 소결시에  $Al_2O_3$ 와  $Y_2O_3$ 가 반응하여 생성된 YAG 상이다.

한편, 봉상(elongated grain)이 분산된 복합재료를 제조하기 위해서  $Al_2O_3$ 에  $La_2O_3$ 를 첨가시킨 조성을 소결 시킴으로써 얻어진  $Al_2O_3/20$  vol% $LaAl_{11}O_{18}$  복합재료의 미세구조 결과를 Fig. 4(C)에 나타내었다. 여기서 elongated grain으로 보이는 입자가 석출한 lanthanum- $\beta$ -alumina 상이다. Fig. 4(B),(C)의 미세구조에서 보는바와 같이 분산상의 입자형태가 등축상(equiaxed grain), 봉상(elongated grain)을 가진 치밀한 복합재료를 성공적으로 제조할 수 있었다. 그림 4의 결과로부터, 매트릭스의 평균입경은 각각, 알루미늄이 약  $5\mu m$ ,  $Al_2O_3/YAG$  복합재료가 약  $2.5\mu m$ ,  $Al_2O_3/LaAl_{11}O_{18}$ 가 약  $2\mu m$ 이다.

### 3.2. 파괴인성 실험과 AE 발생 거동

Fig. 5-7은 각각의 SENB 시편과 SEPB 시편을 이용하여 Fig. 2에 준해서 파괴인성 측정을 행하면서 하중(load)과 변형(strain)과의 관계와, 발생하는 AE event(사상수)와 strain과의 관계를 나타낸 실험결과이다. 즉 Fig. 5는  $Al_2O_3$  소결체의 결과를, Fig. 6은  $Al_2O_3/20$  vol%YAG 소결체의 결과를, Fig7은  $Al_2O_3/20$  vol%  $LaAl_{11}O_{18}$  소결체의 결과를 나타내었다. Fig. 5(A),6(A),7(A)에서 보는바와 같이 SENB법에 의한 파괴인성 측정시, 하중(load)-변형(strain)과의 관계는 파괴(최대응력점)에 이를 때까지 직선의 관계를 나타내었다. AE를 이용하여 파괴역학에 근거한 신뢰성 평가에서, 일정한 폭을 가진 예비 균열을 도입한 재료(예, SENB, CT등의 시편)에 외부에서 응력을 가하면 crack 선단 부근에는 microcrack이 발생한다. 이 때에 microcrack의 생성시에

탄성파의 AE가 발생하여 이를 AE 검출용 센서에 의하여 검출하여 파괴과정을 해석하면 microcrack의 생성과 성장 그리고 재료변형(bridging등)에 의한 고인성화 기구를 해석할 수가 있다.

따라서 Fig. 5(A), 6(A), 7(A)에서, 발생하는 AE event와 strain과의 관계에서 초기의 인가하중에는 AE event가 전혀 발생하지 않는 것으로 미루어 보아서, 이 경우에는 재료가 인가된 응력에 충분히 견디는 단계로 microcrack이 발생하지 않다가, 재료가 파괴되기 직전에 AE event curve가 급격히 상승하는 것으로 보아서 파단 직전에 microcrack이 다량 발생하여 최대의 하

중에서 재료가 파괴되는 것으로 고려된다. 그러나 Fig. 5(B),6(B),7(B)에서 관찰되는 바와 같이 SEPB법에 의한 파괴인성 측정시 하중(load)-변형(strain)과의 관계는 곡선관계를 나타내고 있다. 또한 하중을 가함에 따라 발생한 AE event의 curve 양상은 SENB 결과와 다른 경향을 나타내고 있다. 즉, SEPB 시편의 경우 Fig. 1에서 나타낸 바와 같이 생성된 예비 crack의 선단은 SENB 시편의 경우와 달리 매우 예리함으로 약간의 하중에서도 생성된 예비 crack이 벌어지려고 한다. 따라서 인가된 하중의 증가에 따라서 닫혀진 예비 crack은 서서히 벌어지면서 균열전파가 동반되고 그에 따라서 재

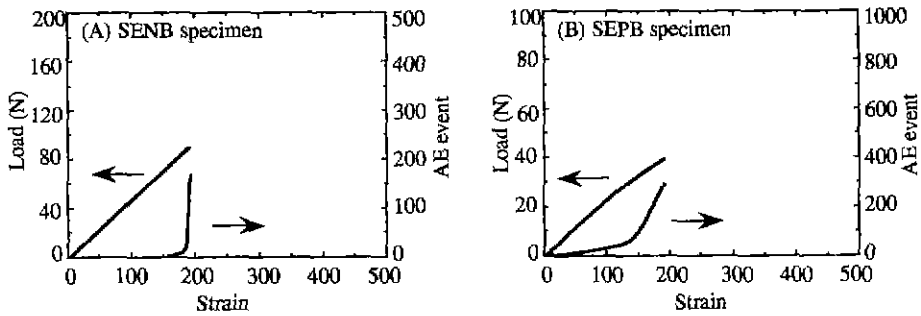


Fig. 5. Load-strain curve and AE event-strain curve of SENB and SEP specimen of monolithic alumina

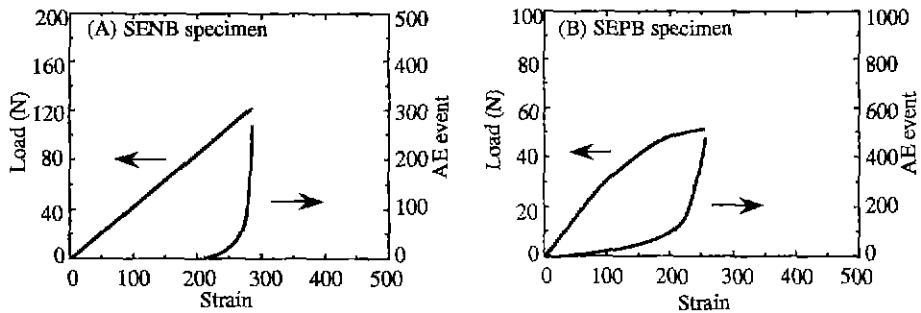


Fig. 6. Load-strain curve and AE event-strain curve of SENB and SEP specimen of  $Al_2O_3/20 \text{ vol}\%Y_3Al_5O_{12}$  composites.

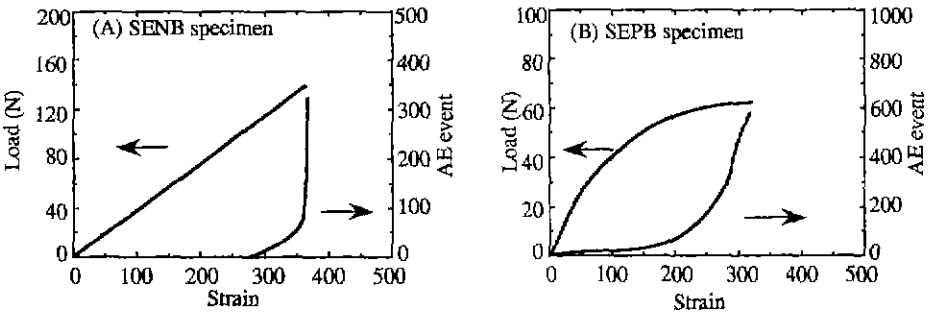


Fig. 7. Load-strain curve and AE event-strain curve of SENB and SEP specimen of  $Al_2O_3/20 \text{ vol}\%LaAl_{11}O_{18}$  composites.

료도 변형되어 Fig. 5(B), 6(B), 7(B)의 하중-변형과의 관계는 curve 형태를 나타내고 있다. 또한 발생한 AE event와 변형과의 관계에서 보는바와 같이, SENB 시편의 경우와는 달리, 인가하중 초기부터 AE event가 검출되고 있음을 알 수가 있다. 즉, 인가하중 초기부터 발생한 AE는 SENB 시편의 경우처럼 microcrack의 생성에 의한 것이 아니고, 시편에 도입시킨 예비균열이 단려진 상태로 있다가, 응력을 받음에 따라, 미세적으로 균열의 벌어짐에 의해 재료내부에서 매트릭스의 미세변형에 의해 발생한 것이다. 그러므로, SEPB시편은 SENB시편과 달리 예비균열의 선단이 매우 예리함으로, 단려진 예비균열의 벌어짐과 동시에 균열이 진전할 때, 균열위에 위치한 2차상에서 grain bridging에 의한 toughening이 존재할 가능성을 뒷받침해 주고 있다. 그러나, 인가하중의 증가에 따라서 microcrack의 생성에 의한 AE생성도 존재하겠지만, 특히, 최대 하중에서 파단전에 많은 AE event가 생성되는 결과로부터 예비 균열전파와 따라 grain bridging 효과는 더 우수하다고 고려된다.

Fig. 8-10은 Fig. 5-7의 파괴인성 실험에서 하중을 증가시키기에 따라서 산출된 응력확대계수( $K_I$ )와 누적 AE event와의 관계를 나타내었다. 여기서 응력확대계수 (stress intensity factor,  $K_I$ )는 다음식에 의해서 산출하

였다.<sup>16)</sup>

$$K_I = \frac{Y \cdot G \cdot a^{3/2}}{(1-a)^{3/2}} \tag{3}$$

$$Y = 1.989 - 1.326 \cdot \alpha - \alpha \frac{(1-\alpha)}{(1+\alpha)} \tag{4}$$

$$(3.49 - 0.68\alpha + 1.35 \cdot \alpha^2)$$

$$G = \frac{3P(L_1 - L_2)}{2bd^2} \tag{5}$$

여기서, a: 발생된 예비 crack 길이, P: 인가하중, Y: 형상인자, G: 계산된 강도,  $L_1$ : 4점 꺾임 파괴 인성 시험시의 하부 Span 길이,  $L_2$ : 4점 꺾임 파괴인성 시험시의 상부 Span 길이, b: 시편의 폭, d: 시편의 두께

Fig. 8-10에서 응력확대계수( $K_I$ )가 증가함에 따라 누적 AE event수는 곡선적으로 증가하고 있는 경향을 나타내고 있다. 같은 시편이라도 SENB와 SEPB의 응력확대계수와 AE event 결과는 다르므로 동일한 시편일지라도 SENB법과 SEPB법에 의한 상대적인 파괴인성의 결과는 다를 것이라고 예상된다. 우선, SENB 파괴인성

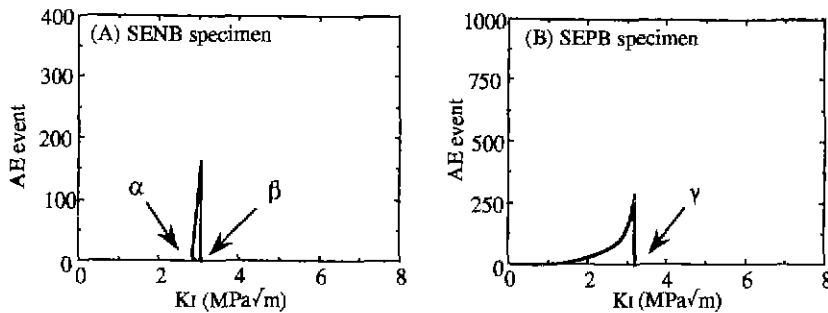


Fig. 8. The relationship of stress intensity factor( $K_I$ )-AE event for SENB and SEPB specimen of monolithic alumina.

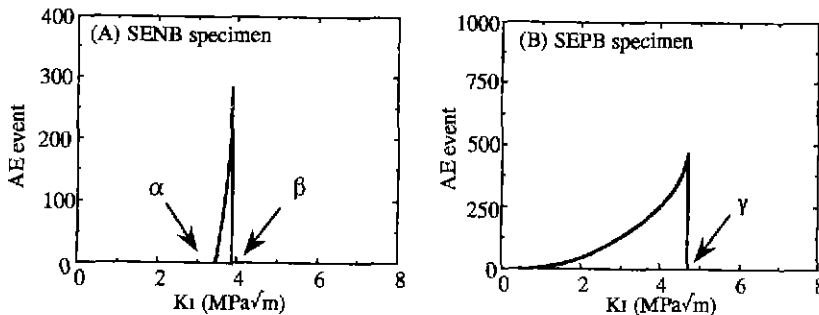


Fig. 9. The relationship of stress intensity factor( $K_I$ )-AE event for SENB and SEPB specimen of  $Al_2O_3/20 \text{ vol\% } Y_3Al_5O_{12}$  composites.

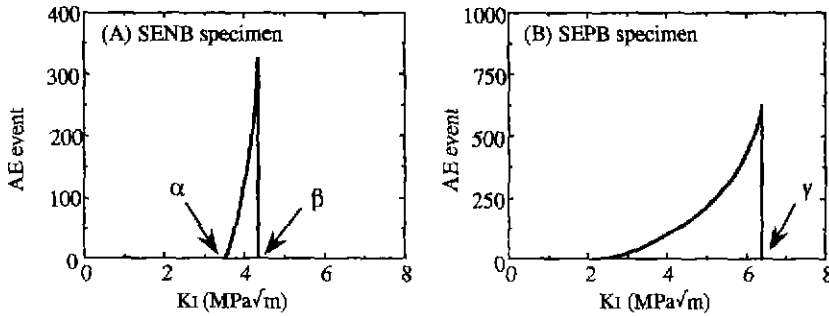


Fig. 10. The relationship of stress intensity factor( $K_I$ )-AE event for SENB and SEPB specimen of  $Al_2O_3/20\text{ vol\% } LaAl_{11}O_{18}$  composites.

시험법의 결과로부터 AE event의 발생과 응력확대계수와와의 관계에서 최초의 AE event가 발생한  $\alpha$ 점의 응력확대계수는 재료의 고유파괴인성(intrinsic fracture toughness)으로 고려된다. 왜냐하면, 파괴인성은 재료의 질간성질(toughness)을 나타내는 값이므로, 응력의 증가에 따라 AE의 최초의 발생점인  $\alpha$ 점은 재료의 파단근원을 제공해주는 microcrack발생이 시작되는 점이기 때문에, 재료의 고유파괴인성으로 간주할 수 있다. 그리고 최대의 AE event의 응력확대계수점  $\beta$ 까지는 microcracking에 의한 toughening이 존재한다고 고려된다. 왜냐하면, AE수법을 이용한 재료의 신뢰성평가 연구결과로부터, CT시편 등 기계가공에 의해 인위적으로 notch형 type의 예비균열(균열이 일정한 폭을 가짐)을 도입한 시편의 경우, 외부에서 응력을 가하면 crack 선단 부근에는 microcrack이 발생한다고 보고되고 있다. 따라서, SENB시편 경우도 notch형 type의 예비균열의 형상이므로 발생한 AE는 microcrack의 생성과 성장에 의한 것이라고 볼 수 있다. 또한, AE법을 사용한 재료의 특성평가의 연구 결과로부터, 금속 또는 세라믹의 경우 외부에서 응력이 걸려서 재료가 파단직전에 발생한 AE는 microcracking에 의한 것이라고 보고되고 있다.<sup>14-16)</sup>

이러한 microcracking에 의한 toughening은 예비 crack 선단에 불연속적으로 microcrack이 발생하여 인가된 하중을 흡수하여 main crack 선단에서의 응력집중을 감소시켜 파괴인성을 향상시키는 toughening mechanism 이다.<sup>12,13,17)</sup> 특히 복합재료에서는 2차상의 존재에 의해 microcracking에 의한 toughening이 존재한다고 고려된다.

한편, SEPB법에 의한 파괴인성 실험의 경우 Fig. 8(B), Fig. 9(B), Fig. 10(B)의 결과에서부터 하중의 증가에 따라서 계산된 응력확대계수( $K_I$ )와 누적 AE event와 관계에서 최대응력확대계수( $\gamma$ 점)는 Fig. 8(B)의 알루미늄나 소결체에 비해서 Fig. 9(B)의  $Al_2O_3/20\text{ vol\% } YAG$  경우가 크고, 이것에 비해서 Fig. 10(B)의

$Al_2O_3/20\text{ vol\% } LaAl_{11}O_{18}$ 의 경우가 더 크다. 여기서 최대 응력확대계수가 각각의 재료의 최대의 파괴인성 값인 것이다. 이것은 2차상의 입자강화 복합재료화에 의해 monolithic 소결체의 파괴인성을 증진시킬 수 있음을 의미한다. 특히, 분산상의 입자형태가 등축상에 비해(Fig. 9(B)) 봉상입자에 의한 복합재료(Fig. 10(B))의 경우가 최대 응력확대계수  $\gamma$ 점이 큼으로 파괴인성값이 더 큼을 알수가 있다. 그러나, 알루미늄나시편의 경우는 SENB와 SEPB법에 관계없이 파괴인성은 큰 차이가 없다. 이러한 분석결과로부터 세라믹 소결체에서 미세구조제어가 매우 중요하며, 이는 재료의 특성치에도 결정적으로 영향을 미침을 알 수가 있다. SEPB시편에 도입된 예비균열선단의 예리한 형상에 의해 균열전파위에 놓여있는 2차상에서 bridging효과가 존재할 수 있다. 일반적으로 grain-bridging이 존재 하기 위해서는 두가지 방법이 있는데, 첫째, 알루미늄나와 같은 monolith의 경우는 입경이 큰 입자일 경우이고 (수십 $\mu m$ 이상), 둘째는 2차상분산에 의한 복합재료의 제조이다(특히, whisker처럼 봉상입자 복합재료). 그림 4에서와 같이 알루미늄나 매트릭스의 평균입경은 약  $5\mu m$ 이하이므로 본 연구에서는 알루미늄나 매트릭스 입자크기에 의한 grain-bridging효과가 거의 존재할 수 없으며, 그 결과 알루미늄나에서는 파괴인성의 향상이 없었다. 그런데, 복합재료에서는 파괴인성의 증가가 있으므로 2차상에서 grain-bridging효과가 존재한다는 것을 뒷받침해주고 있다. 특히, 2차상의 입자형태가 등축상입자 보다는 봉상입자에서 bridging에 의한 toughening mechanism이 우세하다는 것을 알수가 있고, 이러한 bridging에 의한 toughening은 주로 예비 crack의 wake zone 부근에 존재하는 2차상에서 crack의 벌어짐을 닫으려고 하는 힘이 작용함으로써 상대적인 파괴인성값이 향상되는 toughening mechanism이다.<sup>18,19)</sup> 즉, 예비 crack상에서 2차상으로 존재하는 분산상들의 입자가 가교 역할(bridging)을 함으로써 예비 crack의 벌어짐을 방지하면서, 외부에서 가해지는 응력을 흡수함

으로써 toughening 효과가 생기는 것이다. 이상의 SENB와 SEPB법에 의한 파괴인성값을 정리하여 Fig. 11에 나타내었다. Fig. 11에서 각 재료의 경우, 파괴인성의 성분을 나타내는데 있어서, 바표시는 scattering정도를 나타낸 것이고, 막대그래프는 평균값이다. 여기서, 각각의 파괴인성값의 정량적인 분리는 위에서 설명한 고인성화 기구의 설명에 근거하여 Fig. 8-10의 결과에서 구했다. 즉, SENB에 의한 파괴인성 결과값으로부터, 재료의 고유 파괴인성( $K_{In}$ )은 AE event의 최초 발생점인 Fig. 8-10에서  $\alpha$ 점의 응력확대계수값이고, microcracking에

의한 toughening은 AE event의 최초 발생점으로부터 최대 AE event를 나타내는  $\beta$ 점까지의 응력확대계수 증가분에서 구하였다. 또한, bridging에 의한 toughening효과는 SEPB법에 의한 파괴인성 측정값으로부터, 최대 응력확대계수인  $\gamma$ 점에서의 값에서 SENB법의 경우 최대 응력확대계수인  $\beta$ 값의 차이에서 구할 수 있었다. Fig. 11의 결과에서  $Al_2O_3$  소결체에서는 재료고유의 파괴인성( $K_{In}$ )은 복합재료에 비하여 작고, 특히 microcracking이나 bridging에 의한 toughening 효과는 거의 없었다.

이것에 비하여 복합재료의 경우, 파괴인성( $K_{total}$ )은  $Al_2O_3$ 에 비해서 microcracking( $\Delta K_{Mi}$ )과 bridging( $\Delta K_{Br}$ )에 의해 현저한 증진효과가 있음을 알 수가 있다. 특히, 등축상의 2차상이 분산된  $Al_2O_3/20 vol\% YAG$  복합재료에 비해서 봉상의 2차상이 분산된  $Al_2O_3/20 vol\% LaAl_{11}O_{18}$  복합재료가 파괴인성이 높았으며, 이는 bridging에 의한 toughening 효과가 크게 기여하였기 때문이다.

이러한 결과로부터 복합재료에서의 고인성화는 매트릭스에 존재하는 분산상의 입자형태에 크게 의존하고 등축 분산상에 비해서 봉상 분산상의 강화방법이 고인성화에 크게 기여하는 것을 알 수가 있다. 한편, 세라믹의 경우, 입자의 평균입경이 클수록 파괴인성값은 높으며, 이것의 주된 이유는 R-curve효과와 관계가 있는 것이다. 이런 효과가 존재하기 위해서는, 알루미늄의 평균입경이 수십  $\mu m$ 이상이어야 하는데, 본 연구에서는 5  $\mu m$ 이하임으로 파괴인성에 미치는 입자크기의 영향은 없는 것으로 고려된다.

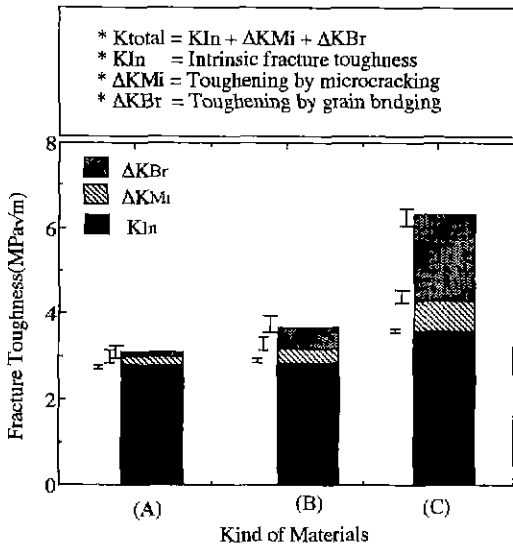


Fig. 11. Separation of toughened fracture toughness for alumina & composites from SENB & SEPB results: (a) alumina. (b)  $Al_2O_3/20 vol\% Y_3Al_5O_{12}$  composite and (c)  $Al_2O_3/20 vol\% LaAl_{11}O_{18}$  composite.

### 3.3. 고인성화 기구의 해석

Fig. 11에서 설명한 고인성화 기구를 뒷받침하기 위해서 TEM관찰에 의해 균열전파의 미세구조분석을 행하였다. Fig. 12는  $Al_2O_3/20 vol\% LaAl_{11}O_{18}$  복합재료의 경우, 2차상에서 균열전파과정에서의 고인성화 현상(화살

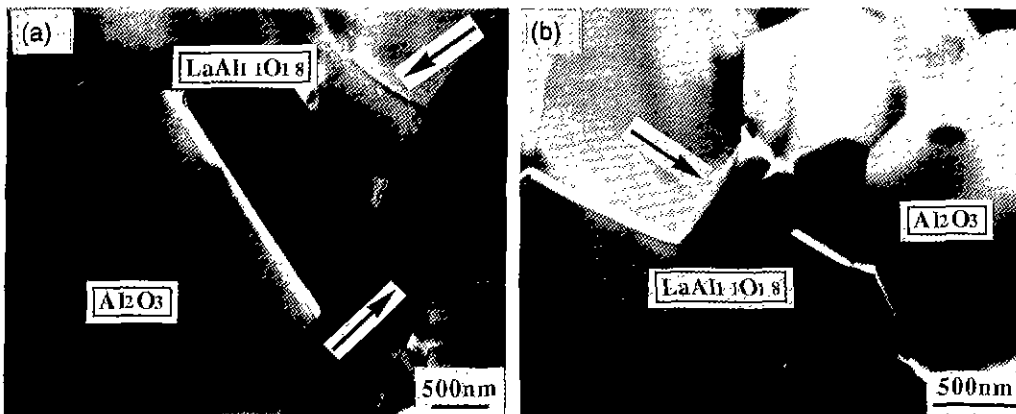


Fig. 12. TEM photographs of  $Al_2O_3/20 vol\% LaAl_{11}O_{18}$  composite (a) microcracking and (b) grain bridging



표 표시)을 나타낸 것으로 각각 Fig. 12(A)는 microcracking현상과 Fig. 12(B)는 bridging현상을 보여주고 있는데, TEM사진에서 하안선은 전파된 균열이다. 이러한 파괴인성의 실험결과와 미세구조 관찰결과에 근거하여 복합재료에서의 파괴과정은 다음과 같이 설명할 수가 있다. 세라믹 재료에서의 toughening mechanism은 크게 2가지로 분류할 수가 있다. 첫번째는 예비 crack의 전방부근인 frontal zone에서의 microcracking에 의한 것이고<sup>12,13)</sup>, 두번째는 예비 crack의 진전에 따른 후방부근인 wake zone에서의 grain bridging이다.<sup>18,19)</sup>

frontal zone에서의 microcracking 기구는 다음과 같이 설명될 수 있다.

Fig. 8-10의  $\alpha$ 점처럼 최초의 microcrack이 발생하기 시작하고 인가된 하중이 증가함에 따라 재료가 파괴되기 위해서는 발생한 microcrack 끼리 연결되어 합체되어 지지 않으면 안된다. 이 단계에서 새로운 microcrack이 발생하여 microcracking에 의한 toughening을 일으키게 된다. 또한, 균열 후방에서의 toughening 기구는 예비 균열 후방에서의 wake zone에서 분산상의 존재에 의해서 2차상에서의 bridging에 의한 toughening이 발생한 후에 최종적으로 최대의 응력에서 재료는 파괴에 이르게 된다. 이러한 toughening 기구는 상호 복합적으로 공존하며 이로써 복합재료에서의 고인성화는 가능하게 된다.

#### 4. 결 론

2차상의 입자분산 강화에 의한 복합재료에서의 고인성화 효과를 해명하기 위해서 1500°C에서 hot-pressing을 행한 결과,  $Al_2O_3/20 \text{ vol\% YAG}$  복합재료와  $Al_2O_3/20 \text{ vol\% LaAl}_{11}\text{O}_{18}$  복합재료를 제조하고 SENB법과 SEPB법에 의한 파괴인성 실험을 행함과 동시에 AE 측정을 행함으로써 다음과 같은 결론이 얻어졌다.

1.  $Al_2O_3\text{-}Y_2O_3$ 의 조성을 이용하여 소결중의 반응에 의해서 등축상의 2차상이 존재하는  $Al_2O_3/20 \text{ vol\% YAG}$  복합재료와  $Al_2O_3\text{-}La_2O_3$ 의 조성을 이용하여 봉상의 2차상이 존재하는  $Al_2O_3/20 \text{ vol\% LaAl}_{11}\text{O}_{18}$  복합재료를 제조하였다.

2. SENB, SEPB법에 의한 파괴인성 실험과 동시에 AE 측정을 행함으로써, 고인성화 기구의 해석과 정량적인 분석이 가능하였으며,  $Al_2O_3$  소결체의 경우는 toughening 효과가 없었지만, 복합재료의 경우는 균열 전방에서의 microcracking에 의한 toughening과 균열 후방에서 2차상에서의 bridging에 의한 toughening 효과에 의해서 파괴인성이 증가하였다.

3. 복합재료에서 고인성과 효과는 등축 분산상의  $Al_2O_3/20 \text{ vol\% YAG}$  복합재료가 4.7 MPam<sup>0.5</sup>인데 비해 봉상 분

산상의  $Al_2O_3/20 \text{ vol\% LaAl}_{11}\text{O}_{18}$  복합재료가 6.2 MPam<sup>0.5</sup>로써 더 현저하였으며, 이러한 파괴인성 증진은 elongated grain에서 grain bridging에 의한 고인성화 기구가 작용하였기 때문이다.

#### REFERENCES

1. J. Homeny and W.L. Voughn, "R-Curve Behavior in a SiC Whisker/Alumina Matrix Composites," *J. Am. Ceram. Soc.*, **73**(7) 2009-15 (1990).
2. D.B. Marshall and J.J. Ratto, "Enhanced Fracture Toughness in Layered Microcomposites of Ce-ZrO<sub>2</sub> and Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>," *J. Am. Ceram. Soc.*, **74**(12) 2979-87 (1991)
3. P.F. Becher, "Microstructural Design of Toughened ceramics," *J. Am. Ceram. Soc.*, **74**(2) 255-69 (1991)
4. W. Rice, "Toughening in Ceramic Particulate and Whisker Composite," *Ceram. Eng. Sci. Proc.*, **11**(7-8) 667-94 (1990).
5. C. Nischuk, M.M. Seibold, N.A. Tiavitzky and N. Claussen, "Effect of Processing Mechanical Properties of Platelet-Reinforced Mullite Composites," *J. Am. Ceram. Soc.*, **74**(10) 2464-68 (1991).
6. Z. Gong, E.O. Nyborg and G. Oommen, "Acoustic Emission Monitoring of Steel Rail Road Bridges," *Materials Evaluation*, **50**(7) 883-87 (1992).
7. L.H. Chen, C.T. Cheng and S.E. Chen, "Determination of Fracture Parameter of Mortar and Concrete Beams by using Acoustic Emission," *Materials Evaluation*, **50**(7) 888-94 (1992).
8. M. Enoki, D. Valentini, H. Tsuda and T. Kishi, "Characterization of Debonding Process of Fiber-Reinforced Composites by Acoustic Emission," *Nondestruct. Test. Eval.* 8-9, 857-68 (1992).
9. Y. Kogo and Y. Kagawa, "Mapping of Failure Process in Whisker-Ceramics Composites using Acoustic Emission Parameter," *J. Mater. Sci. Let.*, **8**, 44-46 (1989).
10. T. Kishi, M. Enoki and H. Tsuda, "Interface and Strength in Ceramic Matrix Composites" pp. 103-110 in *Materials Science and Engineering*, A143, Elsevier Sequoia, Netherlands, 1991.
11. M. Shiwa, H. Inaba and T. Kishi, "Development of the High Sensitivity and Low Noise Integrated Acoustic emission Sensor," *Japanese Society for Non-Destructive Inspection*, **42**(12) 374-82 (1990).
12. L.X. Han, R. Warren and S. Suresh, "An experimental Study of Toughening and Degradation due to Microcracking in a Ceramic Composite," *Acta Metall.*, **40**(2) 259-74 (1992).
13. N. Claussen, J. Steeb and R.F. Pabst, "Effect of Induced Microcracking on the Fracture Toughness of Ceramics," *Ceramic Bulletin*, **56**(6) 559-62 (1977).
14. Y. Yamada and T. Kishi, "Acoustic Emission Study

- for Fracture Origin of Sintered Mullite in 4-Point Bending Test," *J. of Ceram. Soc of Jpn*, **98**(3) 273-79 (1990).
15. A. Okuno, M. Shiwa and T. Kishi, "AE Analysis of Fracture Mechanisms of Beta-Alumina during Four Point Bending Test," *J. of Ceram. Soc of Jpn*, **98**(1) 98-103 (1990).
  16. S. Torizuka and T. Kishi, "Toughening Mechanism of  $TiB_2$  by AE", PP 205-210, in Proceeding of 9 th Nation Conference on Acoustic Emission, Edited by T. Kishi, Japan, 1993.
  17. A. G. Evans and K. T. Faber, "Toughening of Ceramics by Circumferential Microcracking," *J. Am. Ceram. Soc.*, **64**(7) 394-98 (1981).
  18. R.F. Cook, B.R. Lawn and C.J. Fairbanks, "Microstructure-Strength Properties in Ceramics: I, Effect of crack Size on Toughness," *J. Am. Ceram. Soc.*, **68**(4) 604 (1985).
  19. S.J. Bennison and B.R. Lawn, "Flaw Tolerance in Ceramics with Rising Crack-Resistance Characteristics," *J. Mater. Sci.*, 24,3169 (1989).