

## SiC 휘스커 및 TiC 입자 강화 알루미나 복합재료의 기계적 성질과 미세조직

이영규 · 김준규 · 조원승 · 최상욱  
인하대학교 재료공학부  
(2000년 4월 18일 접수)

### Mechanical Properties and Microstructures of Alumina Composites Reinforced with SiC Whiskers and TiC Particles

Young-Gue Lee, Jun-Gyu Kim, Won-Seung Cho and Sang-Wook Choi  
Materials Science and Engineering, Inha University, Inchon, 402-751, Korea  
(Received April 18, 2000)

#### 초 록

TiC 입자 및 SiC 휘스커 단독 혹은 동시 첨가한 알루미나 복합재료를 열간 가압소결 (1850°C, 1 시간) 에 의하여 제조하여, 강도, 파괴인성 등의 기계적 물성과 미세조직을 조사하였다. 그 결과, 강도는 알루미나 단미에서는 360 MPa이었으나 20 vol% SiC 휘스커 첨가의 경우는 650 MPa, 20 vol% TiC 입자 첨가의 경우는 730 MPa를 나타내었으며, 파괴인성 또한 알루미나 단미의  $3.5 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 에서 각각  $5.5 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 와  $4.4 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 로 증가하였다. 그리고 SiC 휘스커 20 vol%와 TiC 입자를 2 vol% 동시 첨가한 복합재료의 강도와 파괴인성은 각각 800 MPa,  $5.3 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 로 비교적 높은 값을 나타내었다. 이와 같은 기계적 성질의 향상은 결정립 미세화 효과와 균열편향 효과에 기인한 것으로 생각된다.

#### ABSTRACT

Alumina composites reinforced with SiC whiskers only or combined with TiC particles were prepared by hot-pressing at 1850°C for 1 h. The mechanical properties and microstructures of composites were investigated in this study. By of addition either 20 vol% SiC whiskers or 20 vol% TiC particles, the flexural strength of alumina was increased from 360 MPa to 650 MPa or 730 MPa, respectively, and the  $K_{IC}$  was also increased from  $3.5 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$  to  $5.5 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$  or  $4.4 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ , respectively. In the case of composites with 20 vol% SiC whiskers and 2 vol% TiC particles, the flexural strength and  $K_{IC}$  showed relatively high values of 800 MPa and  $5.3 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ , respectively. The improvement of mechanical properties was considered to be due to both the smaller average grain size and the crack deflection.

**Key words :** Alumina, Composite, Microstructure, Mechanical properties

#### 1. 서 론

알루미나는 고경도, 고강도, 내식성, 전기절연성 등의 우수한 성능을 가지고 있기 때문에 구조 세라믹으로 널리 사용되고 있는 재료이다. 그러나 알루미나의 응용분야를 절삭 공구, 밸브 및 펌프부품, 압출 다이 등으로 확대시키기 위해서는 강도와 파괴인성 등의 기계적 성질의 향상이 요구된다. 따라서 선진각국에서는 강도 및 인성을 향상시키기 위한 방법으로 섬유, 입자, 휘스커 등의 강화제를 첨가한 복합재료에 대한 연구가 활발히 이루어져 왔다.

입자, 휘스커 강화 알루미나 복합재료는 섬유강화 복합재료에 비하여 종래의 분말 야금법에 의한 제조가 용이하다는 장점을 가지고 있어서 연구가 활발히 이루어져 왔다. 입자 복합재료의 경우, 알루미나 매트릭스에 나노 크기의 입자를 첨가시킴으로써 기계적 성질을 향상시키는 연구가 많이 이루어지고 있다.<sup>1,2)</sup> 휘스커 복합재료의 경우, 휘스커에 의한

균열편향효과 등에 의해 알루미나의 낮은 파괴인성을 향상시키고자 하는 연구가 진행되어 왔으며,<sup>3-5)</sup> SiC 휘스커 강화 알루미나 세라믹은 이미 절삭 공구로 실용화되고 있다.<sup>6)</sup> 그리고, 입자와 휘스커를 동시 첨가한 다중강화 알루미나 복합재료에 대한 연구도 이루어지고 있다.<sup>7-9)</sup> 그러나 다중강화 복합재료에 대한 종래의 연구를 살펴보면, 기계적 성질의 변화와 미세조직의 변화에 미치는 입자와 휘스커의 상대적 첨가량의 영향에 대한 연구가 부족한 상황이다. 또한, SiC 입자와 휘스커를 동시 첨가한 알루미나 복합재료에 관한 본 저자의 연구결과<sup>10)</sup>에 따르면, 다중강화 복합재료의 강도는 향상되지만, 첨가한 SiC 입자의 크기가  $0.15 \mu\text{m}$ 로 미세하고, 또한 SiC의 열팽창계수( $\alpha=4.5 \times 10^{-6}/\text{K}$ )가 알루미나의 열팽창계수( $\alpha=8.0 \times 10^{-6}/\text{K}$ )보다 작으므로<sup>11)</sup> 알루미나 매트릭스내에 도입된 잔류 인장응력으로 인해 균열편향 효과가 적게 나타나 파괴인성의 향상은 기대할 수 없었다.

따라서, 본 연구에서는 알루미나 매트릭스에의 입자 강화

재료써 열팽창계수가 알루미늄과 유사하고 약  $1.25 \mu\text{m}$ 의 TiC 입자( $\alpha=7.95 \times 10^{-6}/\text{K}$ )를 선택하였다. SiC 휘스커 복합재료, TiC 입자 복합재료 및 SiC 휘스커와 TiC 입자를 동시 첨가한 다중강화 복합재료를 열간 가압소결에 의해 제조한 후 미세조직의 변화 및 기계적 성질에 대하여 조사하여, 고강도 및 고인성을 갖는 알루미늄 다중강화 복합재료를 제조하고자 하였다.

## 2. 실험방법

### 2.1. 시편제조

본 실험에서는 출발원료로  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ( $0.33 \mu\text{m}$ , AKP-30, Sumitomo Co. 일본), TiC(>99.9%,  $1.25 \mu\text{m}$ , Starck Co. 미국),  $\beta\text{-SiC}$  휘스커(TWS-100형, 직경;  $0.3\text{-}0.6 \mu\text{m}$ , 길이;  $5\text{-}15 \mu\text{m}$ , Tokai Carbon Co. 일본)를 사용하였으며 Table 1에 나타낸 조성의 시편을  $1800^\circ\text{C}\text{-}25 \text{ MPa}$ (가압응력),  $1850^\circ\text{C}\text{-}30 \text{ MPa}$ (가압응력) 조건으로 Ar 분위기에서 1시간 동안 소결하였다.

SiC 휘스커를 첨가한 시편의 제조에 있어서는, 먼저 휘스커를 첨가하지 않은 상태로 알루미늄 pot에서 70시간 동안 알루미늄불(직경  $10 \text{ mm}$ , 250개)을 사용하여 에틸 알콜중에서 1차 습식 밀링하였다. 이후 초음파 분산과 교반기를 동시에 사용하여 SiC 휘스커를 각각 첨가 분산시킨 후 알루미늄 pot에서 2시간 동안 에틸 알콜중에서 2차 습식 밀링하였다. 이때 볼 밀링에 의한 휘스커의 기계적 손상을 최소화하기 위하여 알루미늄 불의 수를 절반으로 줄여서 사용하였다. 그리고 휘스커를 첨가하지 않은 알루미늄 단미는 일정 조성으로 혼합후 72시간 동안 같은 조건하에서 볼 밀링하였다. 볼 밀링 후 분말을 건조하고, 체질하여  $1 \text{ mm}$  이하의 조립분말을 얻었으며, 열간 가압소결에 의해 소결체(직경  $60 \text{ mm}$ , 두께  $5 \text{ mm}$ )를 제조하였다. 제조된 시편은 다이아몬드 절삭기를 이용하여 절삭한 후 평면 연삭 및 입자크기가  $1 \mu\text{m}$ 와  $0.25 \mu\text{m}$ 인 다이아몬드 페이스트를 이용하여 경면 연마를 통해 사각시편( $3 \times 4 \times 35 \text{ mm}$ )을 제조하였다.

### 2.2. 물성 측정 및 미세구조 관찰

각 시편의 상대밀도는, 아르키메데스법을 이용하여 체적 밀도를 측정하고, 체적 밀도와 이론 밀도의 비로써 상대밀도를 계산하였다. 단, 이론 밀도는 원료분말의 조성 및 성분 원소의 밀도로부터 혼합법칙을 이용하여 계산하였다. 각 시편의 강도는 만능시험기를 이용하여 3점 굽힘강도(하부 지점 사이의 거리:  $20 \text{ mm}$ , 크로스헤드 속도;  $0.5 \text{ mm}/\text{min}$ )<sup>12)</sup>를 측정하였다. 시편의 파괴인성( $K_{IC}$ )은 압자 압입법(indentation fracture method)<sup>13)</sup>을 사용하여 측정하였다. 이때 하중과 비커스 압자 압입시간은  $98 \text{ N}$ 과 30초로 하였고 5회 측정된 값을 평균하여  $K_{IC}$ 을 구하였다. 시편의 경도는 Microhardness tester를 사용하여 KS L 1603<sup>14)</sup>에 의해 측정하였다. 이때 하중과 Vickers 압자 압입시간은  $98 \text{ N}$ 과 30초로 하였고 5회 측정하여 평균값을 구하였다. 그리고 가압소결에 의한 새로운 상의 생성여부를 확인하기 위하여 각 시편을 X선 회절분석(XRD : PW-1710, Philips, Cu  $K\alpha$ , 주사범위:  $20 \sim 70^\circ$ )하였다.

각 시편의 표면은 경면 연마 후 광학현미경으로 기공의 분포여부와 알루미늄 매트릭스내의 강화재 분포의 균일성을 조사하였다. 그리고 파단면과 비커스 압흔의 전파균열을 주사전자 현미경(SEM : X-650, Hitachi)으로 관찰하였다. 또한 알루미늄 매트릭스 내에서 TiC 입자와 SiC 휘스커 분포를 조사하기 위해 투과전자 현미경(TEM : CM200, Philips)을 이용하였다. TEM 관찰용 시편은 다이아몬드 절삭기를 사용하여 열간가압 방향에 수직인 면을  $4 \times 4 \text{ mm}^2$ 의 크기로 절단한 후, 다이아몬드 휠과 disk grinder를 사용하여 지름  $3 \text{ mm}$ , 두께  $75 \mu\text{m}$ 까지 기계적으로 연마하였다. 그 후 dimple grinder(Gatan사)와 다이아몬드 페이스트( $3 \mu\text{m}$ )를 사용하여 시편 중앙에서의 두께가  $10 \mu\text{m}$ 로 될 때까지 연마하였다. 최종적으로 이 시편들을 PIPS(Gatan사)를 사용하여 이온밀링(Ar, 입사각도  $3^\circ$ )을 한 후 전자선에 의한 대전 방지를 위해 카본을 시편의 양면에 얇게 코팅하였다.

## 3. 결과 및 고찰

우선, 복합재료가 치밀화되는 가압소결 조건을 조사하기 위해, Table 1의 시편 중 M, P, W 시편에 대하여  $1800^\circ\text{C}\text{-}25 \text{ MPa}$ ,  $1850^\circ\text{C}\text{-}30 \text{ MPa}$ , Ar 분위기에서 1시간 동안 열간 가압소결에 의하여 시편을 제조하여 소결체의 상대밀도를 조사한 결과를 Fig. 1에 나타내었다.  $1800^\circ\text{C}\text{-}25 \text{ MPa}$ 의 소결조건에서, 알루미늄 단미 M과 20 vol%의 TiC 입자를 첨가한 P 시편의 경우에는 소결체의 상대밀도가 99.5% 이상 치밀화 되었으나, 20 vol%의 SiC 휘스커를 첨가한 W 시편에서는 98.2%로 치밀화되지 못하였다. 따라서, 소결온도와 압력을  $1850^\circ\text{C}$ ,  $30 \text{ MPa}$ 로 증가시켜 시편을 소결한 결과, 모든 시편이 99.5% 이상 치밀화된 값을 보였다.

Fig. 2에는 매트릭스와 강화재간의 반응생성물의 존재여

Table 1. Compositions and Symbol of Specimens

| Content of reinforcement (vol%) |              |       | Symbol of specimens |
|---------------------------------|--------------|-------|---------------------|
| SiC whisker                     | TiC particle | Total |                     |
| 0                               | 0            | 0     | M                   |
| 0                               | 20           | 20    | P                   |
| 5                               | 15           |       | H1                  |
| 10                              | 10           |       | H2                  |
| 15                              | 5            |       | H3                  |
| 20                              | 0            |       | W                   |
| 20                              | 2            | 22    | H4                  |
| 20                              | 5            | 25    | H5                  |

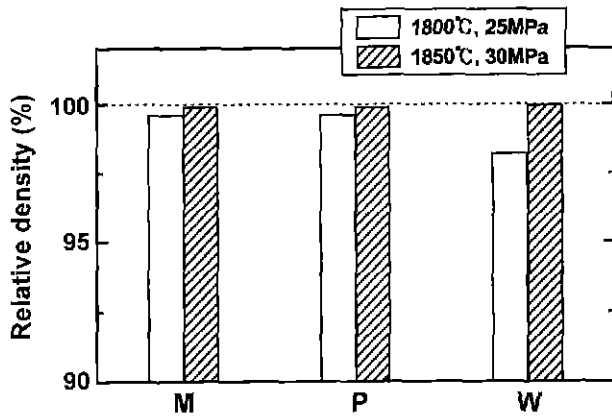


Fig. 1. Relative density of monolith and two kinds of alumina composites hot-pressed at 1800°C under 25 MPa and at 1850°C under 30 MPa for 1 h in Ar atmosphere.

부를 확인하기 위하여 XRD 분석을 행한 결과를 나타낸다. 그림에서 보는 바와 같이  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>,  $\beta$ -SiC, TiC 피크만이 관찰되므로 1850°C의 고온하에서도 매트릭스/강화재 간의 반응에 의해 대량의 새로운 상은 생성되지 않은 것으로 생각된다.

Fig. 3에 가압방향에 수직인 면과 평행인 면을 경면 연마 후 광학현미경으로 관찰한 결과를 나타내었다. 그림에서 보는 바와 같이 모든 시편에서 잔류 미세기공은 관찰되지 않았다. 다만, 알루미나 단미의 경우 관찰되는 검은색 지역은 잔류기공들은 아니고, 입자들의 조대화(14  $\mu$ m)로 인해 취약해져서 경면 연마시 입자들이 탈락된 결과이다. 한편 TiC 입자 및 SiC 휘스커들이 시편 내에 균일하게 분포되어 있음을 알 수 있으며, 휘스커를 첨가한 시편의 경우, 가압방향에 수직인 면에서 휘스커가 장축방향으로 무질서하게 배열되어 있는 것을 확인할 수 있다.

다음으로, 알루미나의 기계적 성질에 미치는 TiC 입자 및 SiC 휘스커 첨가의 영향을 조사하기 위하여, Table 1에 나

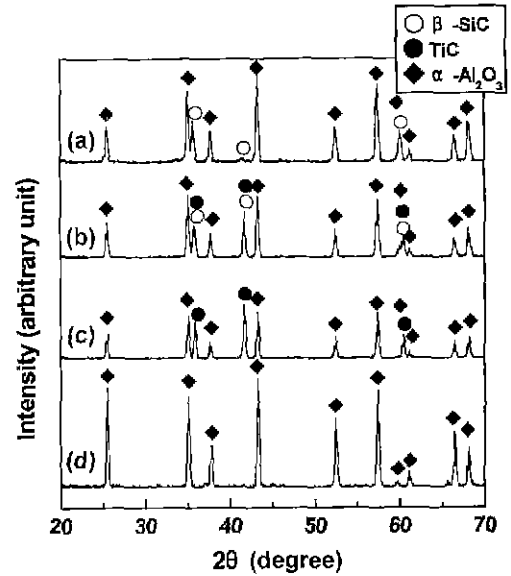


Fig. 2. XRD patterns of specimens hot-pressed at 1850°C for 1 h: (a) W, (b) H4, (c) p, and (d) M.

타낸 6종류의 시편(M, P, H1, H2, H3 및 W 시편), 즉 TiC 입자와 SiC 휘스커를 단독으로 20 vol%씩 첨가한 시편(P와 W 시편)과 강화재의 전체 첨가량을 20 vol%로 유지시키고 TiC 입자 첨가량에 대한 상대적인 SiC 휘스커의 첨가량을 증가시킨 시편(H1, H2 및 H3 시편)을 1850°C, 30 MPa의 소결조건에서 제조하여 상대밀도(D<sub>s</sub>), 굽힘강도(FS), 파괴인성(K<sub>IC</sub>) 및 경도(H<sub>v</sub>)를 측정하였다. 그 결과를 Fig. 4에 나타난 바와 같이, 상대밀도(D<sub>s</sub>)는 조성에 관계없이 모든 시편이 99.5% 이상 치밀화된 값을 보였다.

강도는 알루미나 단미에 비하여 TiC 입자와 SiC 휘스커를 첨가한 경우 크게 증가되어, 입자강화 복합재료(P)와 휘스커 강화 복합재료(W)에서 각각 730 MPa, 650 MPa로 알루미나 단미의 360 MPa에 비교하여 각각 2.0과 1.8배

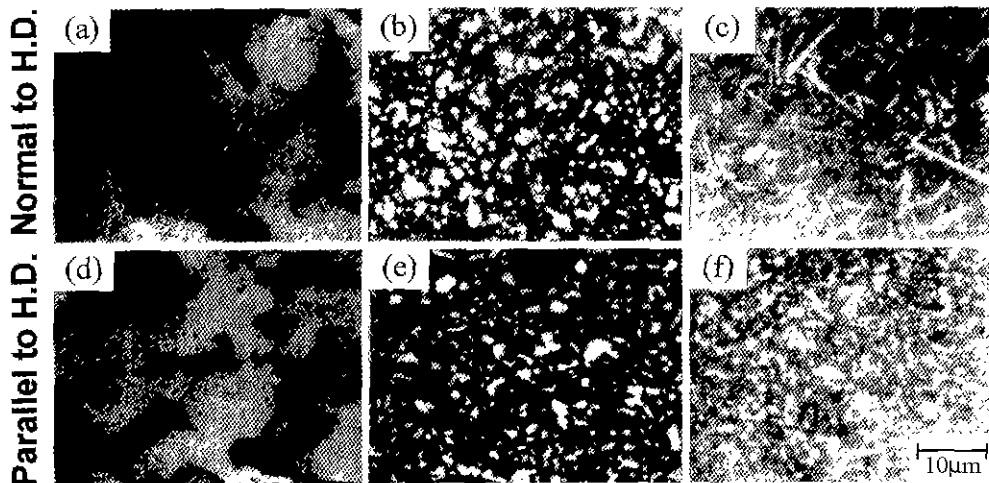


Fig. 3. Optical micrographs of polished surface for specimens hot-pressed at 1850°C for 1 h: (a) and (d) M, (b) and (e) P, (c) and (f) W.

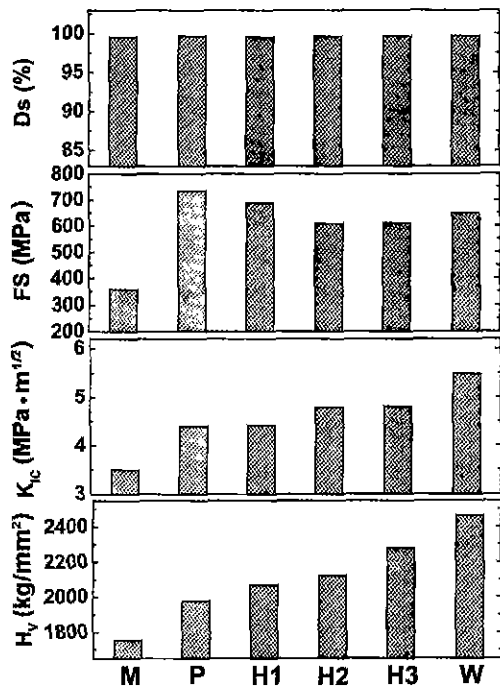


Fig. 4. Physical and mechanical properties of alumina composites with TiC reinforcement which were prepared by hot-pressing at 1850°C for 1 h. (D<sub>s</sub>: relative density, FS: flexural strength, K<sub>IC</sub>: fracture toughness, H<sub>v</sub>: hardness).

증가하였다. 그러나 TiC 입자와 SiC 휘스커의 전체 첨가량을 20 vol%로 일정하게 하고 SiC 휘스커의 첨가량을 상대적으로 증가시킨 다중강화 복합재료(H1~H3 시편)의 강도는 입자 단독 첨가에 비하여 약간 감소하는 경향을 나타내었다.

파괴인성은 전술한 바와 같이 압자 압입법을 사용하여 측정하였는데, 알루미늄 단미의 경우 1850°C의 고온에서 제조한 시편은 조대한 결정립 성장으로 인해 취약해져 정확한 파괴인성 값을 측정할 수가 없었다. 따라서, 1500°C에서 30 MPa의 가압조건하에서 제조한 알루미늄에 대해 측정된 결과 3.5 MPa·m<sup>1/2</sup>을 나타내었다. 20 vol%의 휘스커 단독첨가의 경우에는 알루미늄 단미에 비해 높은 값인 5.5 MPa·m<sup>1/2</sup>을 나타내었는데, 이 값은 Kanamaru 등<sup>9)</sup>의 실험에서 얻은 6.5 MPa·m<sup>1/2</sup> 보다는 낮은 값을 나타내었다. 이는 휘스커의 직경차에서 비롯된 것으로 생각된다. Becher 등<sup>3)</sup>은 휘스커 첨가에 따른 파괴인성의 증가는 휘스커의 직경의 1/2승에 비례한다고 제안하였다. 본 실험에서 사용한 휘스커가 직경 0.3 μm인 것과 비교하여 Kanamaru 등이 사용한 휘스커의 직경이 0.5 μm이었기 때문에 파괴인성이 약간 낮게 나타난 것으로 생각된다. TiC 입자 단독첨가의 경우에는 4.4 MPa·m<sup>1/2</sup>을 나타내어 알루미늄 단미의 3.5 MPa·m<sup>1/2</sup>에 비해 높은 값을 나타내었다. 그리고, TiC 입자와 휘스커를 동시 첨가한 H1~H3 시편의 파괴인성은 휘스커 첨가량

이 상대적으로 많아질 수록 높은 값을 나타내었다. 이상의 결과로부터 휘스커 복합재료와 다중강화 복합재료에서 입자 복합재료에 비해 파괴인성이 증가하였으나 강도는 낮은 것으로 나타났다. 그 원인을 조사하기 위해, SEM 조직상에서 파괴원을 조사한 결과, 휘스커 복합재료에서는 입자 복합재료에 비해 파괴원의 크기가 증가함을 알 수 있었다. 일반적으로, 침상의 휘스커는 응집하는 경향이 있으며, 이 응집체가 소결후에도 그대로 잔류하여 파괴원으로 작용하였다고 생각된다.

다음으로 경도는 알루미늄 단미에 비해 입자 복합재료에서 높게 나타났고, 휘스커를 첨가한 복합재료(H1~H3 시편과 W 시편)에서는 휘스커 첨가량이 상대적으로 많아질수록 높게 나타났다. 이것은 SiC 휘스커(600 GPa)의 탄성계수가 매트릭스인 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>의 탄성계수(370 GPa)<sup>15)</sup>와 TiC 입자의 탄성계수(490 GPa) 보다 높기 때문으로 생각된다.

이상의 결과로부터, 복합재료의 파괴인성은 휘스커 첨가량이 높은 W 시편에서, 강도는 입자를 첨가한 P 시편에서 높게 나타났다. 따라서 휘스커의 첨가량을 20 vol%로 유지시키고 TiC 입자를 2 vol%와 5 vol% 추가로 첨가한 H4와 H5 시편의 굽힘강도 및 파괴인성을 조사하여 Fig. 5에 나타내었다. 그림에서 보는 바와 같이, 굽힘강도는 SiC 휘스커에 소량인 2 vol%의 TiC 입자를 첨가시켰을 때 SiC 휘스커 단독첨가의 경우보다 790 MPa로 약 20% 상승하였다. 그리고 파괴인성은 5.3 MPa·m<sup>1/2</sup>로 SiC 휘스커 단독첨가에 비해 약간 감소된 값을 나타내었다. 그러나, 5 vol%의 TiC 입자를 첨가한 H5 시편의 강도는 2 vol%의 TiC를 첨가한 H4 시편보다 감소하였는데, 이는 강화제의 총 첨

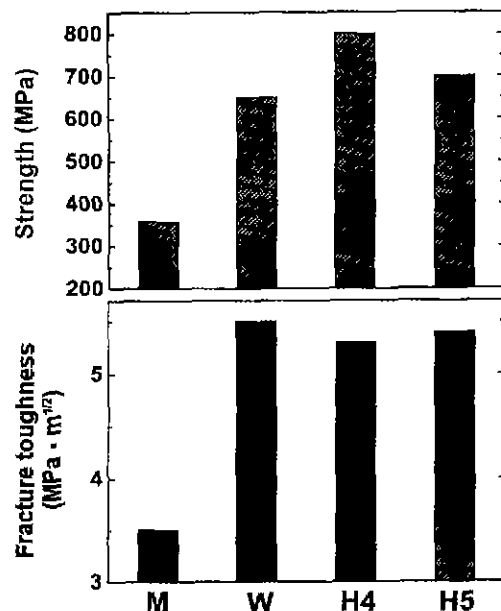


Fig. 5. Flexural strength and fracture toughness of monolith, whisker-reinforced composite and multi-toughened composites.

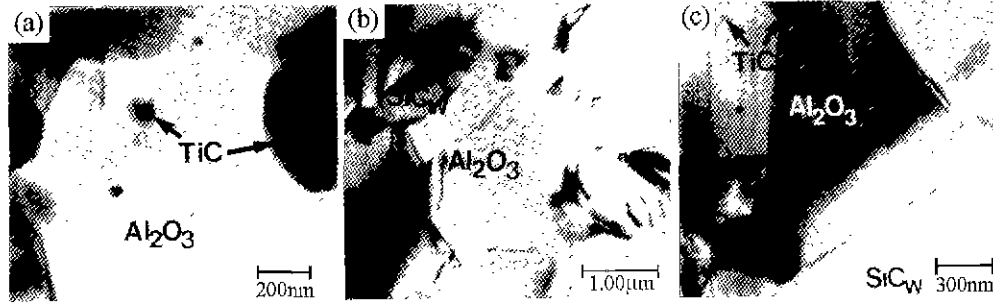


Fig. 6. Bright field TEM images for three kinds of alumina composites: (a) P, (b) W, and (c) H4.

가량이 증가할수록 소결성의 저하로 인한 상대밀도의 감소에 기인한다고 생각된다.

다음으로 복합재료의 미세조직내의 강화제의 분포상태를 조사하기 위해 W, P 및 H4 시편을 TEM으로 관찰한 결과를 Fig. 6에 나타내었다. 그림에서 보는 것과 같이 TiC 입자는 알루미늄의 입내와 입계에 고루 분포하였는데, 입자크기가 약  $0.1 \mu\text{m}$ 일때는 입내에 분포하며 그 이상의 크기에서는 주로 입계에 분포하였다. 이것은 알루미늄 입계가 이동중에 TiC 입자와 같은 제 2상을 만나게 되면 제 2상이 차지하는 만큼의 입계면적이 감소된다. 따라서, 제 2상에 의해 고정된 입계가 제 2상으로부터 이탈되기 위해서는 이 감소된 에너지  $\pi^2 \gamma_{\text{gb}}$  만큼의 에너지가 추가적으로 필요하다. 따라서 TiC 입자의 크기가 작은 경우에는 추가적으로 필요한 에너지가 적어서 알루미늄 입내에 존재하게 되지만 조대한 TiC 입자의 경우에는 필요한 에너지가 크기 때문에 알루미늄 입계에 분포하게 되는 것으로 여겨진다. 한편, SiC 휘스커의 경우에는 주로 입계에 위치하였고, H4 시편의 경우에는 입자와 휘스커 첨가에서와 유사한 강화제의 분포상태를 나타내었다.

알루미늄 세라믹스의 강도에 미치는 인자로서는 전술한 파괴원 이외에도, 결정립의 크기가 큰 영향을 미치므로, 각 시편에 대한 알루미늄 결정립 크기를 TEM 조직상에서 조사한 결과, W 시편의 경우에는 결정립의 크기가 약  $2.3 \mu\text{m}$ 이었으며, P 시편의 경우에는  $1.8 \mu\text{m}$ 를 나타내었다. 따라서 SiC 휘스커 보다는 TiC 입자를 첨가한 경우가 결정립의 미세화를 더욱 촉진시키는 효과가 있음을 알 수 있다. 한편, 소결후 냉각과정에서 발생하는 잔류응력으로 인해 입자 주위에서의 부입계(sub-grain boundary)가 형성되고, 이 부입계가 결정립의 미세화에 영향을 미칠 가능성이 있으나,<sup>1,16)</sup> TiC 입자주위에서는 부입계를 관찰할 수 없었다. 그리고 H4 시편의 경우의 결정립의 크기는  $2.0 \mu\text{m}$ 를 나타내어, 20 vol%의 SiC 휘스커와 더불어 소량의 TiC 입자를 동시첨가 한 경우에도 미세화 효과가 큰 것을 알 수 있다. 따라서, H4 시편에서 굽힘강도가 향상된 것으로 생각한다.

다음으로, SiC 휘스커 및 TiC 입자 첨가에 따른 파괴인성의 향상 기구에 대해 고찰한다. 세라믹 복합재료의 파괴인성 향상기구로서는, (1) pull-out, (2) 미세균열, (3) 열팽

창계수의 차에 기인한 매트릭스에의 압축응력의 부가, (4) 균열편향, (5) 가교 등이 있으며, 이러한 기구에 의해 균열의 전파에 따른 에너지 소비가 증가하여 파괴인성의 증가에 기여한다.

우선, pull-out과 미세균열을 조사하기 위해, 각 시편의 파단면을 관찰한 결과 Fig. 7에 나타난 바와 같이, 알루미늄 단미의 경우에는 주로 입내파괴의 양상을 나타내었으며, 휘스커와 TiC 입자의 강화제를 첨가시킬 경우 입내파괴와 입계파괴가 혼재한 파단형태를 나타내었다. 또한 휘스커 첨가 조성인 W와 H4 시편의 경우 휘스커가 pull-out된 흔적을 소량 관찰할 수 있었다. 그러나, 모든 시편에서 미세균열은 발견되지 않았다.

(3)의 열팽창계수의 차에 기인한 매트릭스에의 압축응력의 부가기구가 발현되기 위해서는 강화제의 열팽창계수가 매트릭스의 열팽창계수보다 커야 한다. 하지만 본 실험의 경우, 알루미늄( $\alpha=8.0 \times 10^{-6}/\text{K}$ ) 매트릭스에 비하여 SiC( $\alpha=4.5 \times 10^{-6}/\text{K}$ ) 휘스커의 열팽창계수<sup>11)</sup>가 상대적으로 작기 때문에 압축응력의 부가에 의한 파괴인성 향상기구의 발현은 기대할 수 없다. 그리고 TiC 입자 복합재료 역시 TiC의 열팽창계수 ( $\alpha=7.95 \times 10^{-6}/\text{K}$ )<sup>16)</sup>가  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 의 열팽창계수에 비해 약간 작으므로 약한 인장응력이 발생이 예상된다. 참고로, 소결후 냉각과정중 약  $1000^\circ\text{C}$  이하에서 잔류응력이 발생한다고 가정하여<sup>17)</sup> 계산한 결과 TiC 입자복합의 경우 약 8

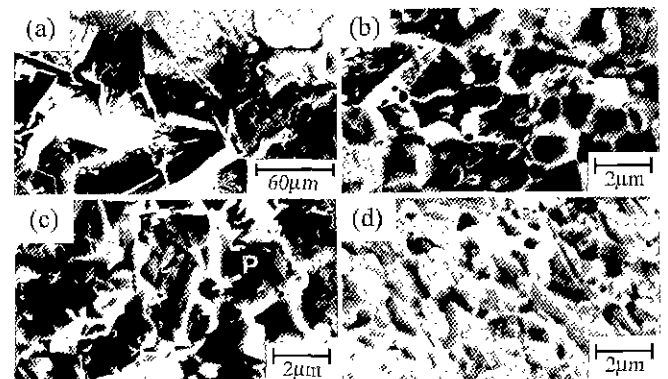


Fig. 7. Fracture surfaces of specimens which were hot-pressed at  $1850^\circ\text{C}$  for 1 h: (a) M, (b) P, (c) W and (d) H4. P in Fig. (c) denotes pull-out.

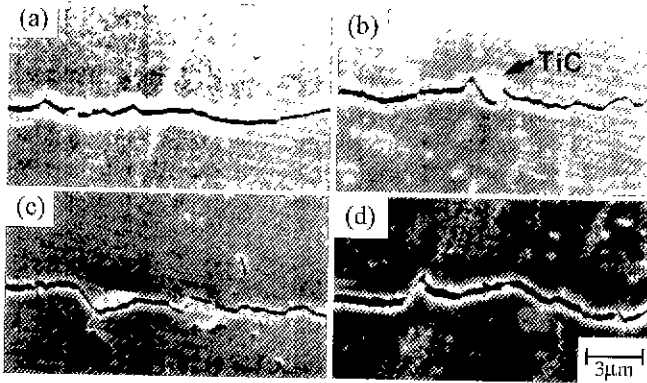


Fig. 8. SEM micrographs of cracks induced by Vickers indenter in specimens: (a) M, (b) P, (c) W, and (d) H4.

MPa의 약한 인장응력이 매트릭스에 발생한다.

다음으로 균열편향 효과에 대하여 살펴보기 위하여, M, P, W 그리고 H4 시편에 대하여 비커스 압흔을 시편의 열간가압 방향에 수직한 면에 도입시켰을 때의 균열의 전파를 SEM으로 관찰하였다. 그 결과 Fig. 8에서 보는 바와 같이 알루미늄 단미에 비하여 강화재를 첨가한 경우 대체로 균열편향이 많이 발생하는 것을 알 수 있었다. 그리고 휘스커에 의한 가교도 관찰되었으며, TiC 입자첨가의 경우 균열이 TiC 입자를 관통하지 못하고 우회하고 있는 것을 관찰할 수 있었다. Fig. 8의 균열편향 효과를 정량적으로 평가하기 위해 균열의 편향각도( $\theta$ )의 상대빈도(F)를 Fig. 9에 나타내었다. 여기서, F- $\theta$  곡선이 오른쪽에 위치할수록 고 각도까지 편향되는 것을 의미한다. 따라서, 그림에서 알루미늄 단미에 비하여 강화재를 첨가했을 때, 균열편향 효과가 크며, 특히 SiC 휘스커를 복합한 W 시편에서 균열편향 효과가 가장 큰

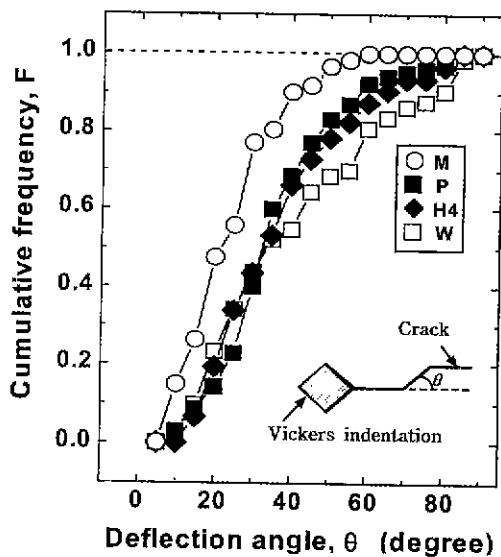


Fig. 9. Cumulative frequency of deflection angle of crack segment to main crack direction for monolith and three kinds of composites.

것을 알 수 있다. 휘스커 복합재료에서 SiC 휘스커의 장축 방향(axial)으로는 압축응력이 발생하고 알루미늄 매트릭스에는 인장응력이 발생하게 된다. 따라서 이것은 결과적으로 휘스커를 강화시키고 또한 휘스커의 탄성계수가 알루미늄에 비하여 크기 때문에 전파하는 균열이 휘스커와 예각으로 만날 경우 균열은 휘스커를 관통하지 않고 약한 계면을 따라 전파했을 것으로 생각된다.

휘스커 및 입자를 동시 첨가한 H4 시편은 W 시편의 경우가 균열편향 효과가 적게 나타났다. 이것은 TEM 관찰결과에서 전술한 바와 같이 H4 시편의 경우, 매트릭스를 구성하는 알루미늄 결정립이 W 시편보다 미세하기 때문에 알루미늄 결정립 자체에 의한 균열편향 효과가 감소하였기 때문으로 생각된다.

한편, TiC 복합재료에서도 어느 정도 균열편향 효과가 관찰되었다. 일반적으로, 입자에 의한 균열편향 효과는 매트릭스에 잔류 인장응력이 발생할 때 적게 나타나지만, 본 실험에서 제조한 TiC 입자 복합재료의 경우에는 매트릭스에 발생한 잔류 인장응력이 작고, 또한 고탄성의 조대한 TiC 입자가 존재하므로 균열이 입자를 관통하지 못하고 우회함으로써 균열편향 효과가 증가된 것으로 생각된다.

이상의 실험 결과를 종합하면, 복합재료에서의 파괴인성 증가는 강화재 첨가에 따른 균열편향 효과에 주로 기인한 것으로 보이며 특히 SiC 휘스커의 균열편향 효과가 TiC 입자의 경우보다 크기 때문에 휘스커의 첨가량이 클수록 파괴인성의 증가가 크다고 생각된다. SiC 휘스커와 소량의 TiC 입자를 동시 첨가시킨 다중강화 복합재료의 경우는 SiC 휘스커 단독첨가와 비교하여 알루미늄 결정립의 미세화로 인해 강도는 증가하였으나, 파괴인성은 약간 감소하였다. 일반적으로 매트릭스를 구성하는 결정립의 크기가 미세할수록 균열편향 효과가 감소하므로, 다중강화 복합재료에서 SiC 휘스커 복합재료에 비해, 파괴인성이 약간 감소한 것은 알루미늄 결정립의 미세화로 인해 균열편향 효과가 감소하였기 때문으로 생각된다.

#### 4. 결 론

알루미늄에 TiC 입자 및 SiC 휘스커를 각각 단독으로 첨가한 복합재료와 입자와 휘스커를 동시 첨가한 다중강화 복합재료의 기계적 물성과 미세조직의 변화를 조사하여 다음과 같은 결과를 얻었다.

1. 굽힘강도는 알루미늄에 TiC 입자 혹은 SiC 휘스커를 첨가함으로써 360 MPa에서 730과 650 MPa로 각각 2.0, 1.8배 증가하였다. 이와 같이 알루미늄 단미에 비해 입자 또는 휘스커를 첨가한 복합재료에서 강도가 크게 증가한 것은 주로 결정립 미세화 효과와 파괴인성의 증가에 기인한 것으로 생각된다.
2. 복합재료의 파괴인성은 알루미늄 단미의 3.5 MPa ·

$m^{1/2}$ 에 비해, TiC 입자를 첨가한 경우에는  $4.4 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ , TiC 입자와 SiC 휘스커를 동시 복합화 경우에는  $4.2 \sim 4.8 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ , SiC 휘스커를 첨가한 경우에는  $5.5 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 로 나타났다. 휘스커 복합재료에서 가장 높은 값을 나타내었는데, 이는 주로 휘스커에 의한 균열편향 효과에 기인하며, 기타 pull-out 등도 기여한 것으로 생각된다. 입자 복합재료에서의 파괴인성의 향상은 고강도의 조대한 TiC 입자에 의한 균열편향 효과에 기인한 것으로 생각된다.

3. 다중강화 복합재료에서, TiC 입자에 대한 SiC 휘스커의 상대적 첨가량이 증가할수록 파괴인성은 증가하였으나, 강도는 감소하는 경향을 보였다. SiC 휘스커 20 vol%와 TiC 입자 2 vol% 동시 첨가한 다중강화 복합재료의 파괴인성은  $5.3 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 로, SiC 휘스커 20 vol% 첨가한 경우보다 다소 감소하였으나, 강도값은 800 MPa로 약 20% 증가하였다. 이것은 SiC 휘스커와 TiC 입자의 동시 첨가에 의해 알루미늄 결정립의 미세화가 촉진되었기 때문으로 생각된다.

### 감사의 글

본 연구는 한국과학재단 핵심연구과제 연구비(981-0801-002-2)지원으로 수행되었으며, 이에 감사드립니다.

### REFERENCES

1. K. Niihara, "New Design Concept of Structural Ceramics: Ceramic Nanocomposites," *J. Ceram. Soc. Jpn.*, **99**(10), 974-982 (1991).
2. K.-W. Chae and D.-Y. Kim, "Sintering of  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -TiC Composite in the Presence of Liquid Phase," *J. Am. Ceram. Soc.*, **78**(1), 257-59 (1995).
3. P. F. Becher, C. H. Hsueh, P. A. Angelini and T. N. Tieg, "Toughening Behavior in Whisker-Reinforced Ceramic Matrix Composites," *J. Am. Ceram. Soc.*, **71**(12), 1050-61 (1988).
4. J. Homeny, W. L. Vaughn and M. K. Ferber, "Processing and Mechanical Properties of SiC-Whisker- $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Matrix Composites," *Am. Ceram. Soc. Bull.*, **67**(2), 333-38 (1987).
5. R. K. Covila, "Fracture of Hot-pressed Alumina and SiC-Whisker-Reinforced Alumina Composite," *J. Mater. Sci.*, **23**, 3782-3791 (1988).
6. 양민양, "절삭공구; 이론과 실제," pp. 77-96, 청문각, 서울, 1997.
7. A. C. Solomah, W. Reichert, V. Rondinella, L. Esposito and E. Toscano, "Mechanical Properties, Thermal Shock Resistance, and Thermal Stability of Zirconia-Toughened Alumina-10 vol% Silicon Carbide Whisker Ceramic Matrix Composite," *J. Am. Ceram. Soc.*, **73**(3), 740-43 (1990).
8. M. B. Ricoult, "Oxidation Behavior of SiC-Whisker-Reinforced Alumina-Zirconia Composites," *J. Am. Ceram. Soc.*, **74**(8), 1793-802 (1991).
9. M. Kanamaru, T. Tatsuno and T. Kusaka, "Hot-Pressed  $\text{Al}_2\text{O}_3$ /SiC Whisker/TiC Nano-Composites," *J. Ceram. Soc. Jpn.*, **100**(4), 408-412 (1992).
10. 이영규, 김준규, 조원승, 최상욱, "알루미늄의 기계적 성질에 미치는 SiC 휘스커 및 입자 첨가의 영향," 한국세라믹학회지, 계제예정 (2000).
11. R. Warren, *Ceramic-Matrix Composites*, pp. 1-11, Chapman and Hall, New York, 1992.
12. 공업진흥청장, "고성능 요업제품의 굽힘 강도 시험 방법," 한국공업규격 KSL 1591, 한국공업표준협회, 1984.
13. K. Niihara, "Indentation Microfracture of Ceramics," *Ceramics*, **20**(1), 12-18 (1985).
14. 공업진흥청장, "고성능 요업 재료의 비커스 경도 시험 방법," 한국공업규격 KSL 1603, 한국공업표준협회, 1992.
15. R. Warren, *Ceramic-Matrix Composites*, pp. 248-249, Chapman and Hall, New York, 1992.
16. 이준근, "세라믹스의 소결," pp. 101-109, 반도출판사, 서울, 1994.
17. R. Warren, *Ceramic-Matrix Composites*, pp. 72-74, Chapman and Hall, New York, 1992.