

## Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/LaAl<sub>11</sub>O<sub>18</sub> 복합재료의 인성증진

장병국 · 우상국

한국에너지기술연구소

(1998년 6월 2일 접수)

## Toughening of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/LaAl<sub>11</sub>O<sub>18</sub> Composites

Byung-Koog Jang and Sang-Kuk Woo

Korea Institute of Energy Research

(Received June 2, 1998)

### 요 약

미세구조를 제어하여 고인성 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 복합재료를 제조하기 위해서 봉상의 2차상이 분산된 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/(5~20)vol% LaAl<sub>11</sub>O<sub>18</sub>를 hot-pressing하여 제조하였다. 2차상의 LaAl<sub>11</sub>O<sub>18</sub> 첨가량이 알루미늄복합재료의 고인성화에 미치는 영향을 규명하기 위해서 SEPB법에 의해 복합재료의 파괴인성 실험을 행하면서 동시에 AE(acoustic emission) 분석을 행하였다. AE발생정도는, 알루미늄에 비해 복합재료의 경우가 많았으며, 복합재료내에서는 LaAl<sub>11</sub>O<sub>18</sub>의 분산량이 증가할수록 발생하는 AE는 증가하였다. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/LaAl<sub>11</sub>O<sub>18</sub> 복합재료에서 LaAl<sub>11</sub>O<sub>18</sub> 분산량이 증가할수록 복합재료의 파괴인성은 증가하였다. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/20 vol%LaAl<sub>11</sub>O<sub>18</sub> 복합재료의 파괴인성은 알루미늄에 비해서 약 2배 정도 증가하였다. 봉상의 입자가 분산된 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/LaAl<sub>11</sub>O<sub>18</sub> 복합재료의 파괴인성 증가의 주된 고인성화기구는 균열진전시에 봉상의 LaAl<sub>11</sub>O<sub>18</sub> 입자에서 grain bridging에 의한 것이었고 미세구조 분석결과 이로 인해 microcrack이 발생하였다.

### ABSTRACT

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/(5~20 vol%)LaAl<sub>11</sub>O<sub>18</sub> composites in which the second phase was dispersed with a elongated grain shape were fabricated using Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composition by hot-pressing. In order to investigate the influence of LaAl<sub>11</sub>O<sub>18</sub> on the toughening of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> matrix composites, AE (acoustic emission) analysis was conducted together with an evaluation of fracture toughness using of SEPB technique. The degree of AE events occurred in composites were more than those in monolithic alumina. The occurrences of AE event increased with increasing the amount of LaAl<sub>11</sub>O<sub>18</sub> phase in the Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/LaAl<sub>11</sub>O<sub>18</sub> composite. The fracture toughness of composites increased with increasing the amount of dispersed LaAl<sub>11</sub>O<sub>18</sub> with elongated shape. The fracture toughness of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/20 vol%LaAl<sub>11</sub>O<sub>18</sub> composite is two times higher compared to monolithic alumina. The main toughening mechanism was attributed to the bridging of LaAl<sub>11</sub>O<sub>18</sub> grains at tip of propagating crack.

**Key words :** Composites, Acoustic emission, Elongated grain, Toughening, Grain bridging, Microcrack

### 1. 서 론

입자분산 강화 복합재료의 고인성화 특성은 매트릭스에 존재하는 분산상의 성질과 미세구조의 특성에 크게 의존하며 그 중에서 매트릭스에 존재하는 분산상의 형상(등축상, 봉상, 침상)이 복합재료의 고인성화에 크게 영향을 미친다.<sup>1-4)</sup> 즉, 등축상의 2차상이 분산된 복합재료에 비해서 미세구조의 이방성을 나타내는 봉상이나 침상이 분산된 복합재료에서 파괴인성의 증가가 더욱 현저하다. 봉상입자분산 세라믹복합재료의 경우, 고인성

화기구의 측면에서 파괴인성의 증가원인으로서는 균열 전파시에 봉상의 입자에서 grain bridging에 의한 것으로 보고되고 있다.<sup>5,6)</sup> 한편, 고인성화 측면에서, grain bridging현상은 봉상의 입자주위에 microcrack의 발생과 이들의 합체/성장에 의한 microcracking도 파생적으로 동반한다.<sup>7,8)</sup> 따라서 봉상입자가 분산된 복합재료에서의 고인성화의 주된 기여요소는 grain bridging이지만, 재료내에서 발생한 microcrack의 발생정도를 정량적으로 비교함으로써, grain bridging의 발생정도를 평가할 수가 있다.

재료가 외부에서 응력을 받을 때에 재료내부에 발생 하는 microcrack의 존재는 AE(acoustic emission)법에 의해 쉽게 검출할 수가 있다.<sup>9,11)</sup> AE법은 비파괴 검사방법의 일종으로 microcrack이나, 재료내부의 변형에 따르는 탄성파를 직접 검출하여 그 발생위치, 발생수, 신호강도로부터 microcrack의 생성을 동적으로 평가하는 수법이다. AE는 원리적으로는 지진파와 같고, 재료내에 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 성장을 검출할 수가 있으므로 재료의 파괴특성 평가에 이용되어 왔다. 이러한 AE의 특성을 복합재료의 고인성화 분석에 응용하면, 고인성화 기구를 보다 자세히 규명할 수가 있다고 기대된다. 따라서, 본 연구에서는 제조공정 제어에 의해 고인성 복합재료를 직접 제조하고, 이들 재료에 대한 고인성화특성 분석의 수단으로 AE방법을 적용하였다. 그리고 고인성 복합재료를 제조하기 위해서, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 상태도에서 LaAl<sub>11</sub>O<sub>18</sub>의 존재에 주목하여,<sup>12)</sup> Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 조성을 이용하여 소결중에 알루미늄의 매트릭스에 봉상의 입자를 갖는 LaAl<sub>11</sub>O<sub>18</sub> 분산상을 2차상으로 석출시킨 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/LaAl<sub>11</sub>O<sub>18</sub> 복합재료를 제조하였다. 그리고 SEPFB<sup>13)</sup>에 의한 파괴인성을 측정하면서 LaAl<sub>11</sub>O<sub>18</sub> 분산량의 증가에 따라서 grain bridging 발생에 의한 microcrack의 생성 정도를 AE에 의해 검출하여 봉상입자가 분산된 복합재료에서의 고인성화특성을 규명하고자 하였다.

## 2. 실험방법

### 2.1. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/LaAl<sub>11</sub>O<sub>18</sub> 복합재료의 제조

본 실험에서 사용한 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>의 원료분말로서는 일본 Taimei사의 고순도 α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 분말이며, 평균입경은 0.2 μm이었다. 첨가제로서는 일본 Nihon Yttrium사의 La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 분말을 이용하였다. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>와 첨가제의 균일혼합을 위해서 매탄올을 용매로 하고, 알루미늄 불을 이용하여 폴리에틸렌 용기내에서 24시간 동안 습식 볼 밀링을 행하였다. 혼합된 분말을 건조기에서 충분히 건조한 후, 유발에서 미세하게 분쇄하였다. 이렇게 준비된 혼합분말을 40×50 mm의 카본볼드안에 넣고 hot-press 소결로에서 hot-pressing에 의해 소결체를 제조하였다. 그리고 분산량에 따른 고인성화 정도를 분석하기 위해서 2차상으로 존재하는 LaAl<sub>11</sub>O<sub>18</sub> 첨가량은 0, 5, 10, 20 vol%로 하였으며, 1600°C, 1 h의 조건에서 hot-pressing함으로써 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/LaAl<sub>11</sub>O<sub>18</sub> 복합재료를 제조하였다.

각 소결체의 경우, 잔류기공에 대한 파괴인성 특성치의 영향을 제거하기 위해서 복합재료는 상대밀도가 99.8% 이상과 알루미늄은 100%로서 거의 이론밀도에 가까운 치밀한 소결체를 제조하였다.

### 2.2. 파괴인성 시험과 AE(acoustic emission) 계측시스템

파괴인성 시험은 SEPB(single edge pre-cracked beam)법을 이용하였다. SEPFB<sup>13)</sup>을 위한 시험편은 JIS R1607-90 규격에 의해 3×4×40 mm의 크기로 가공하였다. 여기서 SEPB(single edge pre-cracked beam)용의 시험편은 비커스 경도계를 이용하여 비커스 압자를 98 N의 하중으로 시험편의 인장면의 중앙에 횡방향으로 3군데 각인시켜 median crack을 생성시킨 다음, 이 crack을 균열전파의 기점으로 하였다. 이 시험편을 균열전파용 치구(Maruto, MZ-603)를 이용하여 bridging-indention법에 의해 예비 균열을 생성시켰다. 파괴인성 시험은 상부 span 10 mm, 하부 span 30 mm로 각기 7개의 시험편을 준비하여 상온 대기중에서 cross head speed 0.1 mm/min의 조건하에서 4점 꺾임에 의한 파괴인성시험을 행함으로써 평균값으로 측정하였다. 예비균열 부근에서의 하중증가에 따른 변형률(strain)을 검출하기 위해서 시험편의 뒷면에 길이 5.0 mm의 strain gage를 부착시켜서 하중을 증가시키기에 따라서 변형에 의해서 발생하는 변형률의 크기를 측정하였다. 또한, 파괴인성의 정량화와 함께 예비균열 부근에서 발생하는 미세균열(microcrack)의 발생과 재료변형(bridging 현상 등)에 의한 고인성화 기구를 분석하기 위해서 AE법을 적용하였다. Fig. 1은 본 연구에서 사용한 AE 계측시스템의 구성으로서, 시험편의 한쪽면에 고감도 AE sensor(압전센서, Fuji ceramics)를 부착시켜 AE 신호의 계측을 행하였다. AE 센서는 하중의 증가에 따라서 시험편 내부에서 발생한 미세균열의 발생이나 재료변형에 의해 생긴 AE를 표면 진동으로 검출하는 변환소자이다. 그리고 AE 센서로부터 출력된 미약한 전압을 증폭시킨 AE 신호를 AE analyzer(NF사, AE 9600)에 입력하고 기록시켜 컴퓨터로 해석하였다. 그리고 X-Y Recorder는 파괴인성 측정시 하중의 증가에 따른 재료의 변형률을 측정하기 위한 것이다.

### 2.3. 미세구조의 분석

소결체를 구성하고 있는 grain의 형상을 관찰하기 위해서 1500°C에서 thermal etching한 시험편을 SEM에 의해 관찰하였다. 또한 복합재료에서 균열전파시에 봉상의 LaAl<sub>11</sub>O<sub>18</sub> 입자에서 발생하는 grain bridging현상과 이에 따른 미세균열의 생성을 분석하기 위해서 균열이 진전된 시험편에서 SEM관찰을 행하였다.

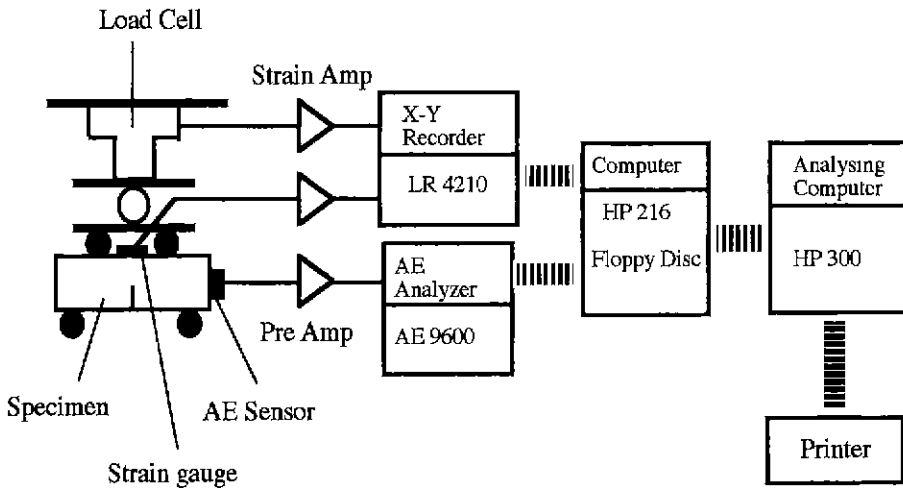


Fig. 1. Schematic diagram of AE(Acoustic Emission) measurement with fracture toughness test of SEPB method.

### 3. 결과 및 고찰

#### 3.1. $Al_2O_3/LaAl_{11}O_{18}$ 복합재료의 제조와 미세구조

Fig. 2은 1500°C에서 thermal etching을 행한 각각의

소결체의 미세구조의 SEM 분석결과이다. Fig. 2(a)는 2차상이 존재하지 않는 알루미나만의 소결체 미세구조 사진인데, SEM 사진에서의 같이  $Al_2O_3$  matrix의 입자는 전형적인 등축상의 형태를 나타내었다. 소결중에 매

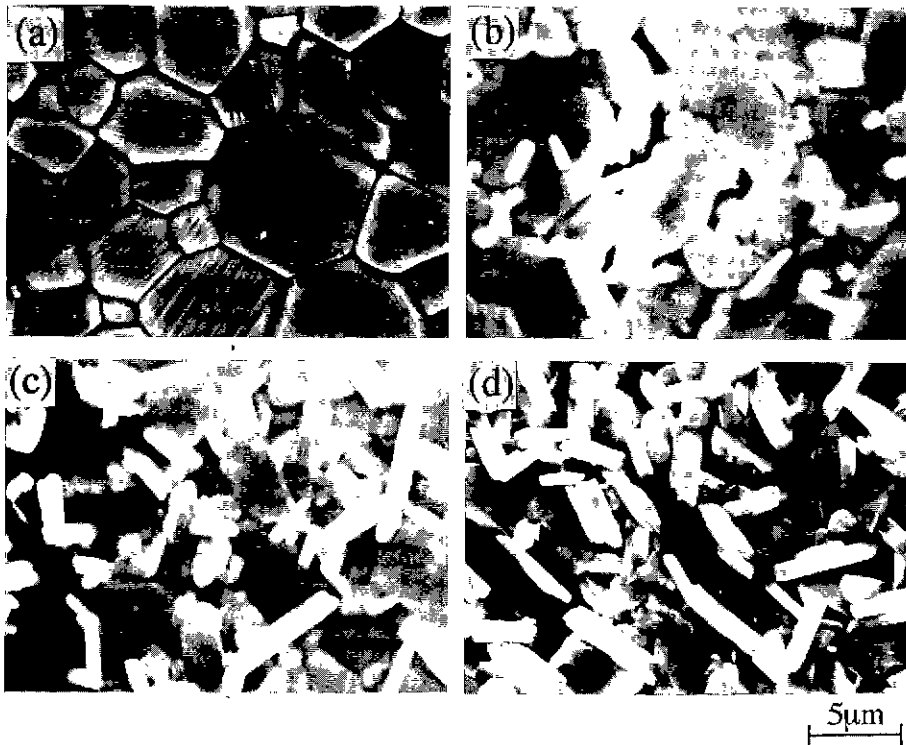


Fig. 2. SEM photographs of thermally etched surfaces (a) alumina, (b)  $Al_2O_3/(5 \text{ vol}\%)LaAl_{11}O_{18}$  composite, (c)  $Al_2O_3/(10 \text{ vol}\%)LaAl_{11}O_{18}$  composite and (d)  $Al_2O_3/(20 \text{ vol}\%)LaAl_{11}O_{18}$  composite.

트릭스인 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>와 첨가제인 La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>와의 반응에 의해서 2차상인 LaAl<sub>11</sub>O<sub>18</sub>상의 생성 정도와 이의 입자형상을 비교하기 위해서 알루미늄 매트릭스에 존재하는 LaAl<sub>11</sub>O<sub>18</sub> 분산량을 변화시킨 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/(5~20 vol%)LaAl<sub>11</sub>O<sub>18</sub> 복합재료의 미세구조 결과를 Fig. 2(b)~(d)에 나타내었다. 미세구조결과에서, 짙은 색깔의 등축상의 입자가 매트릭스인 알루미늄이고, 하얗게 관찰되는 봉상(elongated grain)의 입자가 소결시에 생성된 LaAl<sub>11</sub>O<sub>18</sub> 2차상이다. 첨가량이 증가할수록 봉상의 aspect ratio는 증가됨을 나타내주고 있으며, 상대적으로 매트릭스인 알루미늄의 입경은 작아짐을 알 수가 있다. 이런 결과로부터 2차상의 존재에 의해서 알루미늄의 결정립성장은 억제됨을 알 수가 있다.

### 3.2. 파괴인성 실험과 AE 발생 거동

Fig. 3은 각각의 SEPB용 시편에서, Fig. 1에 따라서 파괴인성 측정을 행하면서 얻어진 하중(load)과 변형(strain)과의 관계를 나타낸 결과이다. Fig. 3에서 하중 증가에 따라서 최대하중까지의 변형량은 소결체의 종류에 따라 다른 양상을 나타내고 있다. 즉, 최대하중에서의 재료파괴까지 Fig. 3(a)의 알루미늄 소결체의 경우, 하중과 변형과의 관계는 직선에 가까운 양상을 나타내고 있으며 변형량도 작다. 이에 비해서 Fig. 3(b)~(d)의 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/LaAl<sub>11</sub>O<sub>18</sub> 복합재료에서는 하중과 변형과의 관계가 곡선의 형태를 나타내고 있으며, 그 변형량도 알루미늄에 비해서 크다. 복합재료에서의 이러한 결과는 R-curve 거동과 유사한 결과를 보여주고 있는데, 이것은 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/LaAl<sub>11</sub>O<sub>18</sub> 복합재료에서 2차상에 의한 grain

bridging 효과가 있음을 뒷받침해 주고 있다. 일반적으로 세라믹재료에서 R-curve 거동이 현저하면 할수록 그 재료의 파괴인성은 증가하기 때문에,<sup>14,15)</sup> Fig. 3의 결과로부터 알루미늄에 비해서 복합재료에서 파괴인성의 향상이 기대되고 있으며, 또한 Fig. 3(b)~(d)결과로부터, 복합재료에서 2차상인 LaAl<sub>11</sub>O<sub>18</sub> 분산량이 증가할수록 변형량의 증가에 의한 현저한 R-curve 거동을 보여주는 것은 파괴인성의 증가가능성을 단적으로 보여주고 있다. 이러한 파괴인성의 증가가능성을 보다 상세히 분석하기 위해서 Fig. 1에 의해서 파괴인성의 실험과 동시에 AE법을 적용한 결과를 분석하기로 한다. Fig. 4는 하중을 가하면서 파괴인성 실험시에 동적으로 검출한 AE의 결과를 AE event(사상수)와 strain과의 관계로서 나타내었다. Fig. 4에서와 같이, 응력인가시에 발생하는 AE는 초기의 인가하중에서는 미약하게 검출되지만 변형률의 증가에 따라 AE의 발생정도가 증가함을 나타내고 있으며, 특히 최대응력점인 재료의 파단 직전에 많은 양의 AE가 발생함을 보여주고 있다. 이러한 양상은 Fig. 4(a)의 알루미늄에 비해서 Fig. 4(b)~(d)와 같이 복합재료의 경우가 현저하다. 그리고 복합재료에서도 LaAl<sub>11</sub>O<sub>18</sub>의 분산량이 증가할수록 변형률의 증가와 함께 발생하는 AE의 검출량은 증가함을 알 수가 있다. 일반적으로 재료내부에 응력이 부가되었을 때 이렇게 검출된 AE는 주로 재료내부에서 발생한 미세균열의 발생을 의미한다. 왜냐하면, AE를 이용한 비파괴 평가에서, 예비 균열을 도입한 재료에 외부에서 응력을 가하면 균열 선단 부근에는 미세균열이 발생한다는 것이 이미 밝혀져 있다.<sup>9-11)</sup> 이러한 미세균열의 생성정도는 외부로부터의 인가하중의 증가에 따라서 증가한다. 따라서 Fig. 4의 결과에서, 재료가 파단되기 직전에 AE event curve가 급격히 상승하는 것으로 보아서 파단 직전에 미세균열이 다량 발생하여 최대의 하중에서 재료가 파단되는 것으로 고려된다. 따라서, 본 연구에서의 시험편에서 응력부가시에 발생한 AE를 검출하면 bridging에 의한 재료변형과 이로 인한 미세균열의 생성정도를 분석함으로써 복합재료에서의 고인성화 기구를 해석할 수가 있다. Fig. 4에서 알루미늄에 비해, 복합재료의 경우가 AE발생이 증가하고, 같은 복합재료에서도 LaAl<sub>11</sub>O<sub>18</sub>의 존재량이 많을수록 AE발생량이 증가한다는 실험결과는 복합재료에서 grain bridging 효과와 이로 인한 미세균열의 생성이 존재한다는 것을 뒷받침해 주고 있다. Fig. 5는 Fig. 4의 파괴인성 실험에서 하중의 증가로부터 산출된 응력확대계수(stress intensity factor, K<sub>I</sub>)와 발생한 AE event와의 관계를 나타내었다. 여기서 응력확대계수의 값은 JIS-R1607-90에 준해서 산출하였다. Fig. 5에서, 응력확대계수(K<sub>I</sub>)의 초기영역에서는 AE의 발생이 미미하지만, 응

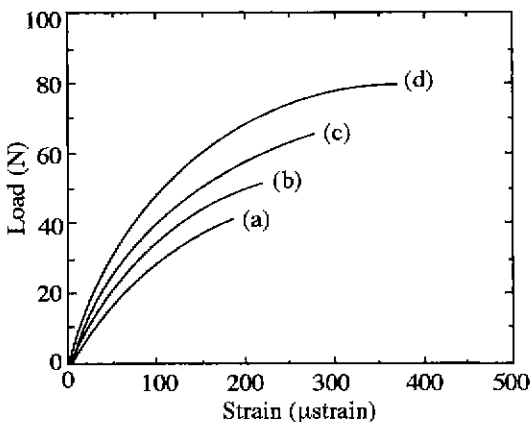


Fig. 3. Load-strain curves of SEPB specimens obtained in fracture toughness tests; (a) alumina, (b) Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(5 vol%)LaAl<sub>11</sub>O<sub>18</sub> composite, (c) Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(10 vol%)LaAl<sub>11</sub>O<sub>18</sub> composite and (d) Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(20 vol%)LaAl<sub>11</sub>O<sub>18</sub> composite.

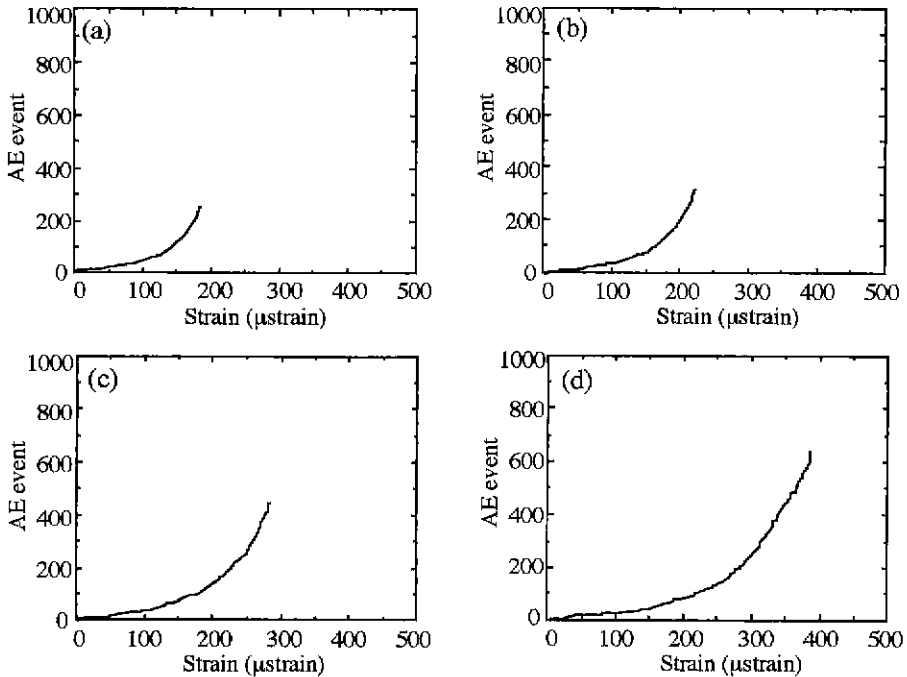


Fig. 4. AE event-strain curves of SEP specimens: (a) alumina, (b)  $\text{Al}_2\text{O}_3$ (5 vol%) $\text{LaAl}_{11}\text{O}_{18}$  composite, (c)  $\text{Al}_2\text{O}_3$ (10 vol%) $\text{LaAl}_{11}\text{O}_{18}$  composite and (d)  $\text{Al}_2\text{O}_3$ (20 vol%) $\text{LaAl}_{11}\text{O}_{18}$  composite.

력확대계수( $K_I$ )가 증가함에 따라 AE는 급격히 증가하고 있는 경향을 나타내고 있으며, 이러한 경향은 알루미늄보다 복합재료에서 더 현저한 경향을 나타내고 있다. 여기서, 재료파단점에 있는 최대응력확대계수의 값이 그 재료의 파괴인성값을 나타낸다. 최대응력확대계수의 값은 알루미늄이 약  $3.2 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ 에 비해 복합재료는 이보다 더 큰 값을 나타내며  $\text{LaAl}_{11}\text{O}_{18}$  분산량이 많을수록 증가한다. 특히,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ /20 vol% $\text{LaAl}_{11}\text{O}_{18}$  복합재료에서는 약  $6.2 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ 로서 알루미늄의 약 2배에 가까운 값을 나타내고 있다. 여기서 파괴인성 실험시의 Fig. 5에서, 인가하중에 따라 발생된 AE량은 응력확대계수( $K_I$ )의 증가에 따라서 증가한다는 실험결과는 AE량이 복합재료의 고인성화 평가에 유효한 수법임을 알 수가 있다. 일반적으로 재료내에 외부에서 인가하중에 따른 AE발생거동의 연구로부터, 시험편으로부터 검출한 AE생성량은 미세균열의 발생정보<sup>9-11)</sup>를 나타내 주기 때문에, Fig. 5의 결과처럼 응력확대계수증가에 따라서 AE생성량이 증가한다는 의미는, 바로 파괴인성의 증가는 미세균열의 발생량과 밀접한 관계가 있다고 볼 수가 있다. 본 실험의 복합재료에서 발생한 미세균열의 발생은 2차상으로 존재하는  $\text{LaAl}_{11}\text{O}_{18}$ 에서의 grain bridging 효과 때문에 생성된 것으로 고려된다. 즉, 이러한 미세균열은 균열전파시에  $\text{LaAl}_{11}\text{O}_{18}$  입자에서 grain bridging될 때

에 crack 주위 또는  $\text{LaAl}_{11}\text{O}_{18}$  입자주변에 불연속적으로 미세균열이 발생하는 것이다. 즉, 재료에 인가된 하중은 어떤 식으로든지 흡수, 소모되어야 하기 때문에 미시적인 관점에서 보면, 이러한 외부로부터 가해진 에너지는 바로 재료내에서 미세균열의 발생시에 소모되어져서 미세균열생성을 위한 구동력으로 사용되어진다. 아울러 거시적인 관점에서 볼 때, 재료는 외부응력에 견디면서 주 균열 선단에서의 응력집중을 감소시킴으로 인해 파괴인성이 향상되는 것이다.

### 3.3. 복합재료에서의 고인성화 특성의 고찰

Fig. 5의 결과로부터 봉상의 형상을 가진 2차상 분산에 의해 복합재료화함으로써 monolithic 소결체의 파괴인성을 증가시킬 수가 있음을 알 수가 있다. Fig. 6은 본 연구에서 복합재료의 고인성화 특성을 분석하기 위해서 Fig. 5의 결과를 모식화하여 복합재료에서의 파괴인성증진과정을 나타내었다. 즉, 외부응력이 증가함에 따라서, 응력확대계수의 증가에 따른 AE 발생패턴은 AE 발생량이 급작스럽게 증가하는  $\alpha$ 점을 경계로 하여 크게 region I 과 region II 로 나눌 수가 있다. 즉, Fig. 6에서  $\alpha$ 점까지의 region I 은 응력확대계수증가의 초기단계로서, 응력확대계수증가에 따라 AE 발생량이 미미한 영역이다. 그리고  $\alpha$ 점부터 재료가 파단하는  $\beta$ 점까지의 re-

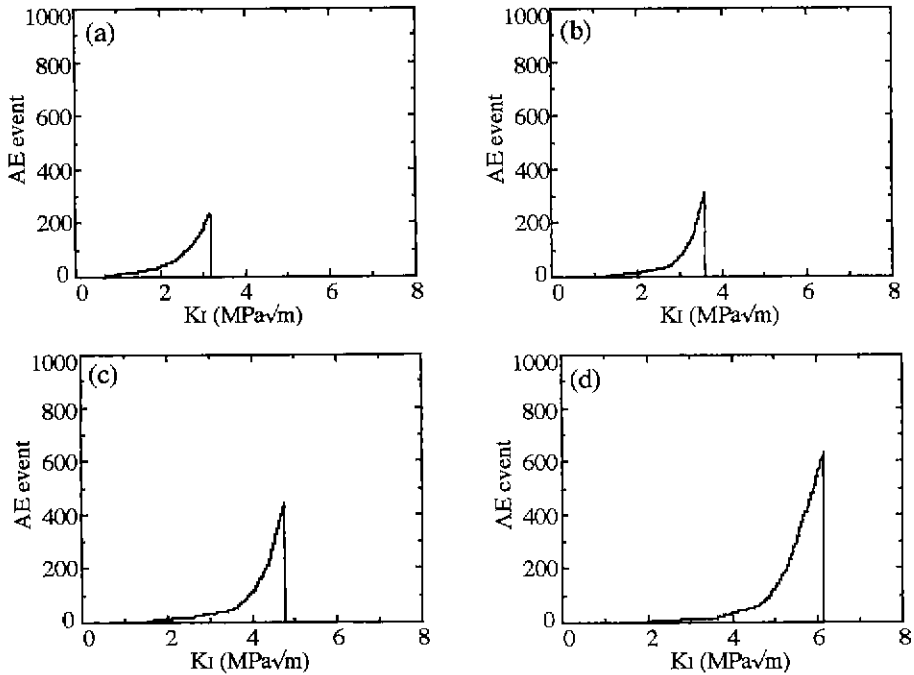


Fig. 5. The relationship of stress intensity factor ( $K_I$ )-AE event of SEPBC specimens; (a) alumina. (b) Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/(5 vol%)LaAl<sub>11</sub>O<sub>18</sub> composite. (c) Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/(10 vol%)LaAl<sub>11</sub>O<sub>18</sub> composite and (d) Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/(20 vol%)LaAl<sub>11</sub>O<sub>18</sub> composite.

gion II는 응력확대계수증가에 따라 AE 발생량이 급속도로 많아지는 영역이며, 특히 파단직전에 많은 양의 AE가 발생하는 영역이다. 한편, 복합재료에서의 고인성화특성을 규명하기 위해 Fig. 6에서와 같이 응력확대계수에 따라 AE생성거동의 차이의 원인을 분석할 필요가 있다. 따라서, 이러한 AE 생성거동에 의한 고인성화를 규명하기 위해서 Fig. 7은 봉상입자분산복합재료에서, 응력증가시 균열이 전파할 때에 2차상으로 존재하는 봉상입자에서의 grain bridging현상을 모식적으로 나타낸 것이다. 파괴역학측면에서 예비균열이 도입된 재료에 응력이 걸리면, 이 응력은 균열을 벌어지게 함으로서 균열전파를 촉진시킨다. 이에 비해서 고인성화 기구로서의 grain bridging현상은 예비균열 후방인 wake zone에서 균열진전에 대한 저항으로서, 외부응력을 흡수하여서 균열을 닫히려 하고 하여 균열진전을 억제함으로써 파괴인성을 향상시키는 기구이다.<sup>2,6)</sup> 이러한 grain bridging현상은 복합재료에서 2차상의 존재에 의하여 잘 일어날 수가 있다. Fig. 6의 AE발생거동과 Fig. 7의 균열진전과정을 상호연관시키면서 본 연구의 AE발생에 의한 복합재료에서의 고인성화 거동을 다음과 같이 설명할 수가 있다. Fig. 6의 region I에서 발생한 AE는 Fig. 7(a)에서와 같이, 균열진전과정의 미시적인 관점에

서 볼 때, SEPBC시험용 시편제조시에 도입한 예비균열과 맞닿은 입자에서 응력이 부가됨에 따라서 이미 닫혀진 상태로 있는 예비균열이 초기단계의 응력을 흡수하면서 예비균열이 벌어짐에 의한 국소적인 재료변형이며, 이 과정에서 Fig. 6의 region I처럼 미미한 AE가 발생하는 것이다. 그러므로 이 region I의 영역은 재료의 toughening이라고 볼 수가 없으며, 단지 균열진전을 위

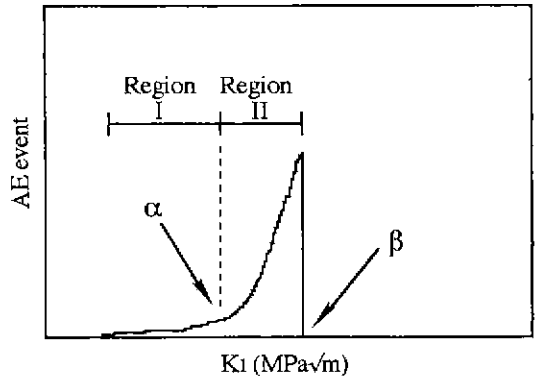


Fig. 6. Schematic diagram of AE as function of stress intensity factor ( $K_I$ ) at SEPBC specimens for Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/LaAl<sub>11</sub>O<sub>18</sub> composites.

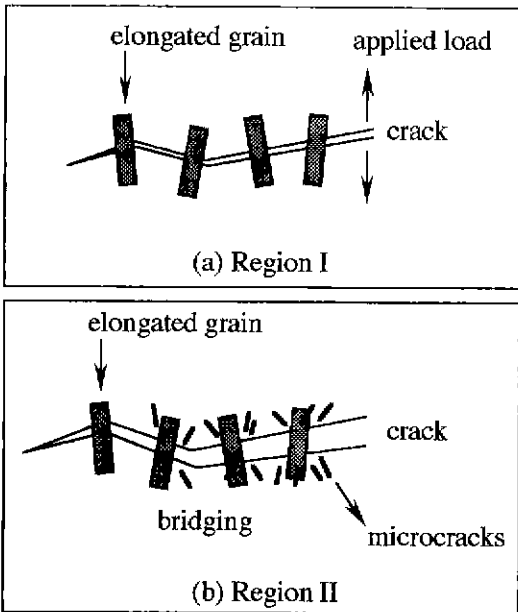


Fig. 7. Schematic toughening mechanism by grain bridging effect at elongated grains of composites.

한 예비단계로 간주될 수가 있다. 그리고, Fig. 6의 region II의 영역은 응력확대계수가 본격적으로 증가하는 단계에서의 AE 발생영역이다. 이 영역에서 발생된 AE는 Fig. 7(b)에서와 같이, 응력이 더욱 증가함에 따라 예비균열사이에 놓여있는 봉상의  $LaAl_{11}O_{18}$  입자에서 grain bridging에 의해 발생한 미세균열이라고 고려된다. 왜냐하면, 외부응력에서 grain bridging현상을 거치면서 재료는 결국 파단에 이르지 않으면 안되기 때문에 외부에너지를 소모하는 과정에서 미세균열을 발생시키기 때문이다. 따라서, region II의 영역이 복합재료에서 본격적인 toughening임을 알 수가 있다. 이러한 설명의 근거로서는 Fig. 5의 AE발생량에서 볼 때, 재료의 toughening효과가 없는 알루미늄에서는 AE발생량이 적는데 비해서, 복합재료의 경우는 AE발생량이 상대적으로 많으며, 그리고  $LaAl_{11}O_{18}$  존재량이 증가할수록 AE발생량도 증가함을 보여주고 있다. 따라서 region II 영역에서 발생한 AE의 양은 2차상에서의 gram bridging 현상을 나타내 주는 척도로 볼 수가 있다. 즉, 이 영역에서 AE 발생량이 많을수록 grain bridging현상이 현저하고, 그 결과로 재료는 보다 toughening화 되어 파괴인성이 증가되는 것이다. 이런 설명은, Fig. 5에서 알루미늄에 비해, 복합재료의 경우가, 그리고 복합재료에서도 첨가량이 증가할수록 AE발생량의 증가와 함께 응력확대계수가 증대함을 잘 뒷받침해 주고 있는 것이다. 그리고

최대의 외부응력하에서 재료는 결국 파단에 이르게 되며, 최대의 응력확대계수를 나타내는  $\beta$ 점이 그 재료가 나타내는 파괴인성의 값인 것이다. 그리고 최대응력에서 재료가 파단할 때에는 순간적으로 발생하기 때문에 AE발생량도 재료가 파단직전에 많이 발생하는 것이다. 세라믹스의 강도실험시에 AE법을 적용하여 파단시에 발생하는 AE발생량을 분석한 결과, 재료가 파단시에 많은 양의 AE가 발생되는 것이 보고되고 있다.<sup>16)</sup> Fig. 8은  $Al_2O_3/20\text{ vol}\%LaAl_{11}O_{18}$  복합재료의 경우, SEM에 의해 균열전파를 관찰한 것이다. Fig. 8(a)에서 전파되는 균열은 봉상의  $LaAl_{11}O_{18}$  입자에서 grain bridging현상(화살표 표시)을 나타내주고 있음을 보여주고 있다. Fig. 8(b)는 균열전진이  $LaAl_{11}O_{18}$ 에서 bridging될 때에  $LaAl_{11}O_{18}$  입자주변에서 발생한 미세균열(화살표 표시)을 보여주고 있다. 이러한 SEPB시험시의 AE발생결과와 미세구조 관찰결과에 근거하여 본 연구에서와 같이 봉상입자복합재료에서의 고인성화특성은 다음과 같이 설명할 수가 있다. Fig. 7의 region II와 같이, 이중인가

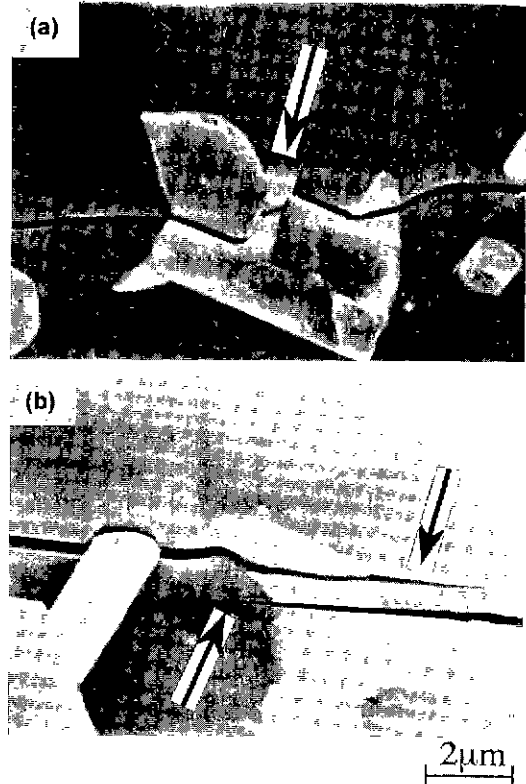


Fig. 8. SEM photographs of crack propagation for  $Al_2O_3/(20\text{ vol}\%)LaAl_{11}O_{18}$  compositions: (a) grain bridging and (b) microcrack generation at  $LaAl_{11}O_{18}$  grains.

시에, 균열진전의 과정에서 2차상으로 존재하는 봉상의 입자에서 균열진전에 대한 저항으로 bridging(가교)가 일어나서 외부응력을 흡수하여서, 균열이 더욱 더 벌어짐에 의한 균열진전을 방해하기 때문에 재료는 결과적으로 toughening화 되는 것이다. 그런데 이 과정에서 재료는 bridging만으로 외부응력을 다 소화할 수 없고, bridging되는 입자주위에 Fig. 8(b)처럼 미세균열을 발생시키면서 외부에너지를 소모하게 된다. 그리고 인가된 하중이 증가함에 따라 재료가 파괴되기 위해서는 발생한 미세균열끼리 연결, 합체되어 큰 균열을 이루어 최대의 하중에서 결과적으로, 재료는 파단에 이르게 된다. 그리고 재료파단점에서 최대응력확대계수를 나타내는 점이 그 재료가 갖고 있는 파괴인성인 것이다.

#### 4. 결 론

봉상입자가 분산된 복합재료에서의 고인성화 특성을 규명하기 위해 알루미늄을 매트릭스로하여 봉상입자가 분산된 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/(0~20)vol%LaAl<sub>11</sub>O<sub>18</sub> 복합재료를 제조하고 SEPB법에 의한 파괴인성 실험을 행함과 동시에 AE 측정을 행함으로써 다음과 같은 결론이 얻어졌다.

1. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>의 조성을 이용하여 1600°C에서 hot-pressing한 결과 봉상의 2차상이 존재하는 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/LaAl<sub>11</sub>O<sub>18</sub> 복합재료를 제조하였다. La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>의 첨가량을 변화시켜서 LaAl<sub>11</sub>O<sub>18</sub>의 생성량을 제어할 수 있었다.

2. SEPB법에 의한 파괴인성 실험과 동시에 AE 측정을 행함으로써, 고인성화 기구의 해석이 가능하였으며, 응력확대계수가 증가할수록 AE발생량은 증가하고, 시험편의 파단직전에 많은 양의 AE가 발생하였으며, AE발생량은 알루미늄에 비해서 복합재료의 경우가 많았다. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/LaAl<sub>11</sub>O<sub>18</sub> 복합재료에서 LaAl<sub>11</sub>O<sub>18</sub>의 존재량이 증가할수록 AE발생량은 증가하였다. 이렇게 발생한 AE는 재료내에서 미세균열의 발생을 의미한다.

3. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 소결체의 경우는 toughening 효과가 없었지만, 복합재료의 경우는 파괴인성이 증가하였으며, 특히 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/20 vol%LaAl<sub>11</sub>O<sub>18</sub> 복합재료는 알루미늄에 비해서 2배의 파괴인성의 증진을 가져왔다. 봉상입자 분산복합재료화에 의해 파괴인성의 증가는, 예비균열상에서 2차상으로 존재하는 LaAl<sub>11</sub>O<sub>18</sub>에서 grain bridging에 의한 toughening이 주된 기구이었으며 AE분석과 미세분석결과, grain bridging시에 미세균열이 발생함을 나타내 주고 있다.

#### REFERENCES

1. R. K. Govila, "Fracture of Hot-pressed Alumina and

- SiC Whisker Reinforced Alumina Composite," *J. Mat. Sci.*, **23**(7), 3782-3791(1988).
2. R. W. Steinbrech, "Toughening Mechanisms for Ceramic Materials," *J. Eur. Ceram. Soc.*, **10**, 131-141 (1992).
3. C. Nischik, M. M. Seibold, N. A. Travitzky and N. Claussen, "Effect of Processing Mechanical Properties of Platelet-Reinforced Mullite Composites," *J. Am. Ceram. Soc.*, **74**(10), 2464-2468 (1991)
4. W. Rice, "Toughening in Ceramic Particulate and Whisker Composite," *Ceram. Eng. Sci. Proc.*, **11**(7-8), 667-694 (1990).
5. J. Homeny and W. L. Vaughn, "R-Curve Behavior in a SiC Whisker/Alumina Matrix Composites," *J. Am. Ceram. Soc.*, **73**(7), 2009-2015 (1990).
6. P. F. Becher, "Microstructural Design of Toughened Ceramics," *J. Am. Ceram. Soc.*, **74**(2), 255-269 (1991).
7. N. Claussen, J. Steeb and R. F. Pabst, "Effect of Induced Microcracking on the Fracture Toughness of Ceramics," *Ceramic Bulletin*, **56**(6), 559-562 (1977).
8. 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), 259-274 (1992).
9. M. Rühle, N. Claussen and A. H. Heuer, "Acoustic Emission and Microcracking in Sapphire, Sintered Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Composite and Aluminum." *J. Am. Ceram. Soc.*, **78**(9), 2541-2544 (1995).
10. T. Sperisen, C. Carry and A. Mocelin, "Microfracture Behavior of Fine Grained Alumina Studied by Indentation and Acoustic Emission in Various Environments," pp. 69-83 in *Fracture Mechanics of Ceramics*, Vol. 8, Edited by Bridt, Plenum Press, New York (1986)
11. 이강용, 재료거동학, pp. 23-53, 회중당출판사, 1994.
12. R. C. Ropp and G. G. Libowitz, "The Nature of the Alumina-Rich Phase in the System La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>," *J. Am. Ceram. Soc.*, **61**(11-12), 473-475 (1978).
13. T. Nosc and T. Fujii, "Evaluation of Fracture Toughness for Ceramic Materials by Single-Edge-Pre-cracked-Beam Method," *J. Am. Ceram. Soc.*, **71**(5), 328-333 (1988).
14. 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).
15. 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).
16. Y. Yamade and T. Kishu, "Acoustic Emission Study for Fracture Origin of Sintered Mullite in 4-Point Bending Test," *J. Ceram. Soc. Jpn.*, **98**(3), 273-279 (1990).