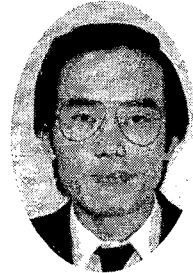


SiC 복합체의 파괴인성



권주성

삼양전자요업(주) 부설
기초소재연구소 연구원



김대준

삼양전자요업(주) 기술이사

1. 머리말

최근 현대 산업에서 파인 세라믹의 우수한 특성 중 하나인 구조용 재료로서 응용될 때 기계적 강도가 요구되어진다. 이러한 화인세라믹스 소결체의 기계적 특성 항목은 곡강도(MOR), 경도(Vicker's Hardness), 파괴인성(fracture toughness) 등이다. 그 중 파괴인성이란 재료의 취성은 pre-crack의 불안전 성장에 대한 저항치로 표시되는데 재료의 불안정 pre-crack 성장을 응력 확대 계수가 임계치에 달했을 때 일어나고 임계응력 확대 계수는 기호 K_{IC} 로 표시되고 파괴인성이라 불리고 있다. 이러한 파괴인성의 측정 방법을 간단히 살펴보고자 한다.

2. 파괴인성 측정 방법

1) SEPB(Single Edge Precracked Beam) 법 : 사각 시험편의 한면의 중앙부에 면으로부터 수직인 균열을 미리 시편내부까지 도입시키고 3점 강도시험에 의해 파괴하중을 측정, pre-crack의 길이, 시험편의 크기, 절단지점간의 거리로부터 평면

파의 인성을 구하는 법.

2) IF(Indentation Fracture)법 : Vickers 또는 Knoop 경도 측정시 세라믹의 경우 압흔 모서리에 발생하는 crack 길이를 측정하여 파괴인성을 구하는 방법.

3) SENB(Single Edge Notched Beam)법 : SEPB법의 pre-crack 대신에 시험편에 notch를 도입하는 방법.

4) IS(Indentation Strength)법 : 다이아몬드 압자를 누를 때 발생하는 균열을 pre-crack으로 이용하여 SEPB법과 마찬가지로 강도 시험에 의해 인성을 구하는 법.

5) Double Torsion 방법 : Bend 테스터기에 의해 pre-crack을 형성 (pop-in)한후 (늦은 C.H.S로) Bend Test에 의해 K_{IC} 를 구함.

6) Double Cantilever 방법 : 인장방법에 의한 K_{IC} 측정 방법.

그 밖에 Chevron Notch 법, 특수 형상의 Notch를 준 Bend Test, Tapered Double Cantilever Beam법, Constant Moment 법 등 많은 측정 방법들이 존재한다.

그 중 IF법은 Indentation법에 의한 K_{IC} 의 측정은 비커스 경도계를 하중과 부하시간이라는 조건

으로 비커스압흔의 대각선 길이, crack 길이를 현미경을 이용하여 측정한다.

IF법의 K_{IC} 의 계산식은 여러 연구자에 의해 연구되어졌다.

3. 파괴인성 계산식

B. R. Lawn and E. R. Fuller는 1975년 indentation 파괴의 형태인 cone crack와 median cracks의 mechanics를 연구·조사하였는데 median cracks는 half-penny모양의 중심부에 부하가 걸리는 것으로 고려할 수 있으며 파괴인성치는 다음과 같이 계산한다.

$$K_{IC} = \frac{P}{\tan \theta (\pi c)^{3/2}} \quad (MPa \cdot m^{1/2})$$

여기서

- K_{IC} : Fracture toughness($MPa \cdot m^{1/2}$)
- P : Load(Kg)
- C : Half crack, Depth of the dominant medium crack(μm)
- θ : Half angle(68°)

A. G. Evans and T. R. Wilshaw는 1976년 brittle범주에 있는 재료에 대한 소성 압인법 파괴의 특성을 연구조사하였는데 점근적인 stress 해석에 따르면 파괴의 진전은 plastic penetration과 interface friction의 중요성에 기인한다. crack의 크기는 압인 흔적의 반경과 파괴인성치와 경도의 비에 따라 일차적으로 의존하며 파괴인성치는 $0.6a \leq C \leq 5a$ 의 범위에 들면 다음과 같이 계산한다.

$$K_{IC} = 0.1704 H_v \sqrt{a} \log(4.5 \frac{a}{c}) \quad (MPa \cdot m^{1/2})$$

여기서

- H_v : Vicker's hardness(kgf/mm²)
- 2a(d) : Indent diagonal(μm)
- c : Half Crack(μm)

J. E. Blendell은 1979 박사학위 논문에서 파괴인성치 계산법을

$$K_{IC} \phi = 0.055 H_v \sqrt{a} \left(\frac{E \phi}{H_v} \right)^{2/5} \times \log(8.4 \frac{a}{c}) \quad (MPa \cdot m^{1/2})$$

(여기서 constraint factor $\phi \approx 3$)와 같이 제시하였고 A. G. Evans와 E. A. Charles는 1976년 세라믹 재료의 압인파괴에서 다음과 같은 파괴인성치 계산법을 제시하였다.

$$K_{IC} = 0.057 H_v \sqrt{a} \left(\frac{E}{H_v} \right)^{2/5} \left(\frac{c}{a} \right)^{-3/2} \quad (MPa \cdot m^{1/2})$$

여기서

- H_v : Vicker's hardness(kgf/mm²)
- E : Young's modulus(GPa)
- C : Half crack(μm)
- 2a : Indent diagonal(μm)

B. R. Lawn, A. G. Evans and D. B. Marshall은 1980년 파괴인성치 계산법을

$$K_{IC} = 0.028 H_v \sqrt{a} \left(\frac{E}{H_v} \right)^{1/2} \times \left(\frac{c}{a} \right)^{-3/2} \quad (MPa \cdot m^{1/2})$$

($H_v = 0.47 \frac{P}{a^2}$)와 같이 제시하였고 G. R. Anstis,

P. Chantikul, B. R. Lawn and D. B. Marshall은 1981년 압인부하에 따른 Vicker's produced radial cracks의 직접적인 측정을 통한 소성 압인파괴의 mechanics에 근거를 두고 파괴인성치 계산법을 다음과 같이 제시하였다.

$$K_{IC} = 0.16 \left(\frac{E}{H_v} \right)^{1/2} P C^{-3/2} \quad (MPa \cdot m^{1/2})$$

여기서

- H_v : Vicker's hardness(kgf/mm²)
- E : Young's modulus(GPa)
- P : Load(kg)
- C : Half crack(μm)

D. G. Bhat는 1981년 압인파괴법으로 신뢰성 있는 파괴인성치의 계산법을 $c/a \geq 3$ 인 경우에 한

하여 B. R. Lawn, A. G. Evans and D. B. Marshall과 함께 제시하였지만 $c/a \leq 3$ 인 경우에 한하여서는 파괴인성치 계산법이 다소 부족하다고 제시하였다. 이에 D. B. Marshall과 A. G. Evans는 1981년 D. G. Bhat가 제시한 다소 부족성을 압인과정에서의 poisson's와 마찰효과를 고려한 것이라고 응답하였고 K. Nihara, et al.은 1982년 다음과 같이 두 가지로 구분하여 파괴인성치 계산법을 제안하였다.

$$K_{IC} \phi = 0.129 H_v \sqrt{a} \left(\frac{E\phi}{H_v} \right)^{\frac{2}{5}} \times \left(\frac{c}{a} \right)^{-\frac{3}{2}}$$

$$(MPa \cdot m^{\frac{1}{2}}) \left(\frac{c}{a} \geq 2.5 \right)$$

$$K_{IC} \phi = 0.035 H_v \sqrt{a} \left(\frac{E\phi}{H_v} \right)^{\frac{2}{5}} \times \left(\frac{c-a}{a} \right)^{-\frac{1}{2}}$$

$$(MPa \cdot m^{\frac{1}{2}})$$

$$\left(0.25 \leq \frac{l}{a} \leq 2.5, l = c - a \right)$$

여기서

H_v : Vicker's hardness(kgf/mm²)

E : Young's modulus(GPa)

c : Half crack(μ m)

$2a$: Indent diagonal(μ m)

ϕ : Constraint factor(≈ 3)

J. Lankford는 1982년에 A. G. Evans와 E. A Charles가 1976년 제시한 파괴인성치 계산법을

$$K_{IC} \phi = 0.142 H_v \sqrt{a} \left(\frac{E\phi}{H_v} \right)^{\frac{2}{5}} \left(\frac{c}{a} \right)^{-1.56}$$

$$(MPa \cdot m^{\frac{1}{2}})$$

(constraint factor $\phi \approx 3$)로 수정 보완하였다.

M. T. Laugier는 1985년 ceramics와 유리재료에 대한 파괴인성치 계산법을

$$K_{IC} = 0.010 \left(\frac{E}{H_v} \right)^{\frac{2}{3}} P C^{-\frac{3}{2}} (MPa \cdot m^{\frac{1}{2}})$$

와 같이 여러 연구자들의 결과를 수정 보완하였고 1987년에는

$$K_{IC} = 0.015 \left(\frac{1}{a} \right)^{\frac{1}{2}} \left(\frac{E}{H_v} \right)^{\frac{2}{3}} P C^{-\frac{3}{2}} (MPa \cdot m^{\frac{1}{2}})$$

와 같이 새롭게 파괴인성치 계산법을 제안하였다.

4. SiC 세라믹의 파괴인성 응용

이러한 이론들을 기초로 하여 β -SiC-ZrB₂복합체의 출발원료는 β -SiC에 ZrB₂를 혼합하고, 이 혼합물에 소결원조제인 Al₂O₃+Y₂O₃를 첨가하였다.

경도 및 파괴인성 측정은 시편을 0.1(μ m) diamond suspension으로 최종 경면가공한 후 비커스 미소경도 시험기[Matsuzawa, Model DVK-2, Japan]를 이용하여 그림 1와 같이 경도 및 파괴인성 시험법인 압인법[Indentation Method]으로 측정하였다.

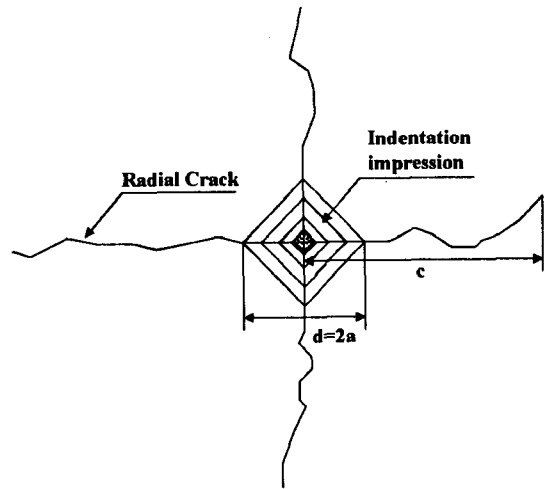


그림 1. Vicker's 압인법

가한 하중은 20(kgf), load speed(40 μ m/sec), 유지시간은 10초로 하였으며, 각 시편당 5회 측정하였다.

경도 및 파괴인성치는 A. G. Evans & T. R. Wilshaw식으로 계산하였다.

$$K_{IC} = 0.1704 \times H_v \times \sqrt{\frac{(d \times 10^{-6})}{2}} \times \log(4.5 \times \frac{d}{2C})$$

$$H_v = 1.854 \times \frac{F}{(d \times 10^{-3})^2}$$

여기서,

H_v : Vicker's hardness(kgf/mm²)

K_{IC} : Fracture toughness(MPa \cdot m^{1/2})

F : Load(Kg)
 d : diamond indentor(mm)
 C : Half crack(μm)

한편 파괴거동을 관찰하기 위하여 파괴인성 측정 시편을 etching하여 SEM으로 관찰하였으며, 그림 2에 나타내었다.

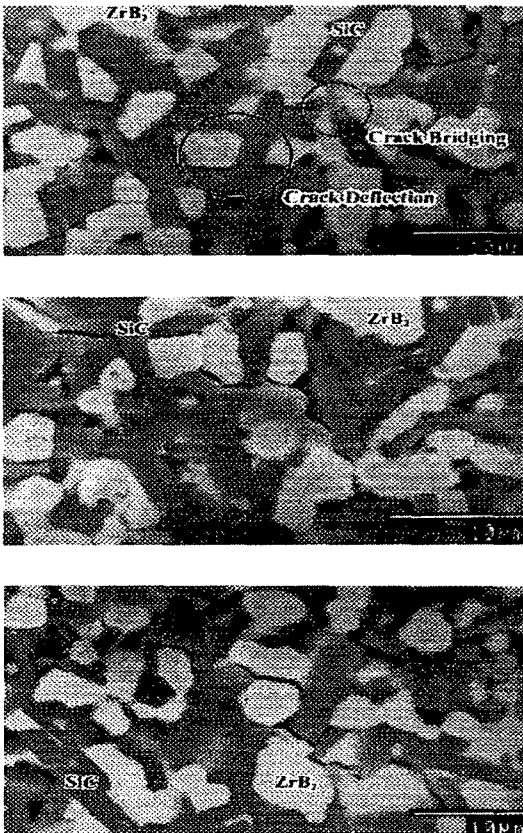


그림 2. 시편의 crack 진행

그림 3은 비커스 압인법으로 10회 측정하여 파괴인성치의 최고, 최저 및 평균값을 나타낸 것인데 $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Y}_2\text{O}_3$ 의 첨가량이 증가할 수록 파괴인성치가 낮아지고 4wt%일 때의 파괴인성치는 $6.373 \text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 로 가장 높게 나타나고 있다.

그림 3에 나타난 바와 같이 파괴인성치가 낮아지는 이유는 $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Y}_2\text{O}_3$ 의 첨가량이 증가할 수록 SiC와 반응하여 Y_2O , Al_2O , CO 등의 휘발성 성분이 많아지면서 porosity가 높아지기 때문이며

그 반응식은 다음과 같다.

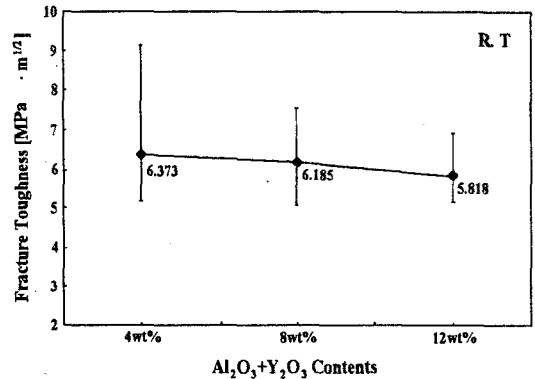
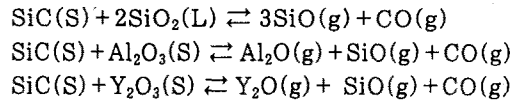


그림 3. $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Y}_2\text{O}_3$ 를 첨가한 $\beta\text{-SiC-ZrB}_2$ 의 파괴인성

그림 2에 나타난바와 같이 크랙 진전이 주로 입계 파괴이지만 약간의 입내 파괴경향도 띄고있다. 그림 2와 3에 나타난 바와 같이 파괴인성치가 개선된 이유는 $\alpha\text{-SiC}$ 의 grain이 1950°C 에서 4시간동안의 annealing과 액상소결의 $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Y}_2\text{O}_3$ 의 첨가로 인하여 elongated되어 crack deflection과 crack bridging이 형성되기 때문이다. 또 $\alpha\text{-SiC}$ 의 grain 주위로 crack deflection되는 이유는 $\alpha\text{-SiC}$ (Li와 Bradt가 조사한 $6\text{H SiC} : 4.36 \times 10^{-6}/^\circ\text{C}$ at $20 \sim 1000^\circ\text{C}$)와 ZrB_2 ($5.9 \times 10^{-6}/^\circ\text{C}$ at $20 \sim 1000^\circ\text{C}$)의 열팽창계수 차이로부터 고유 잔류응력이 생기기 때문이다.

따라서 액상 소결을 위한 $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Y}_2\text{O}_3$ 의 첨가량과 porosity 및 annealing에 따른 elongated된 $\alpha\text{-SiC}$ 의 aspect ratio에 의해서 SiC-ZrB₂의 전도성 세라믹복합체의 파괴인성치를 개선시킬 수 있다는 연구결과를 도출 할 수 있다. 단상의 탄화규소 소결체는 $340 \sim 550 \text{MPa}$ 정도의 강도와 $3 \sim 4 \text{MPa} \cdot \text{mm}^{1/2}$ 정도의 인성을 갖고 있어 turbine blade와 같은 엔지니어링 세라믹스로서의 응용을 위하여는 1종 혹은 2종 이상의 물질을 분산시켜 복합화를 통한 기계적 특성의 향상을 도모하고 있다.

일반적으로 몇 가지 기본개념으로 구체화되고 있

는데, 첫째, 소결체내에서 균열이 전파되는데 필요한 local driving force를 증가시키는 것으로 세라믹스에 압축응력을 발생시키는 방법이며, 둘째, 균열파의 단위면적당 소모되는 에너지를 증가시키는 것으로 ductile phase를 분산시켜서 균열파에 소요되는 기계적 에너지를 ductile phase의 소성변형에 필요한 에너지로서 소모시키는 방법이며, 셋째, 균열에 의한 local strain을 감소시켜서 crack tip stress concentration을 감소시켜 기지에 미세균열을 발생시키는 방법 등이다. 이러한 기본개념에 의한 인성강화기구는 대개 다음의 5가지 정도로 설명되고 있는데 탄화규소계 복합체에 있어서 주로 이용되는 것은 섬유강화 및 입자분산에 의한 균열의 만곡(crack bowing), 균열의 가교(crack bridging), microcrack toughneing, 상전이(phase transformation) 및 균열의 굴절(crack deflection)에 의한 효과로 기인된다.

5. 맺는말

현대 산업에서 응용되어지는 구조용 세라믹 재료는 파괴인성의 증진을 통하여 세라믹의 전통적인 단점인 파괴인성을 극복하여 철이나 스테인레스를 대치 할것으로 기대되어진다. 또한 액상 소결이나 상전이 같은 기술을 통하여 파괴인성이 증진되면 자동차의 부속품중 가장 중량을 많이 차지하는 엔진부분을 대치하므로써 원가절하, 자동차의 엔진의 부식방지 및 자동차의 중량을 줄이면서 많은 산업 기술분야에 응용되어질 것으로 기대된다.

참고문헌

- 1) B. R. Lawn and E. R. Fuller, "Equilibrium Penny-like cracks in indentation fracture" *J. Mater. Sci.*, 10, pp. 2016-2024, 1975.
- 2) A. G. Evans and T. R. Wilshaw, "Quasi-Static Solid Particle Damage in Brittle solids-1. Observation Analysis and implication" *Acta Metallurgica*. Vol. 24, pp. 939-956, 1976.
- 3) J. E. Bendell, Ph. D Thesis, MIT, 1979.
- 4) A. G. Evans and E. A. Charles, "Fracture Toughness Determination

- by Indentation" *J. Am. Ceram. Soc.*, Vol. 59, NO. 7-8, pp. 371-372, 1976.
- 5) B. R. Lawn, A. G. Evans and D. B. Marshall, "Elastic / Plastic Indentation Damage in Ceramics : The Median / Radial Crack System" *J. Am. Ceram. Soc.*, Vol. 63, NO. 9-10, pp. 574-581, 1980.
- 6) G. R. Anstis, P. Chantikul, B. R. Lawn and D. B. Marshall, "A Critical Evaluation of Indentation Technigues for Measuring Fracture Toughness : I, Direct Crack Measurements". *J. Am. Ceram. Soc.* Vol. 64, NO. 9, pp. 533-538, 1981.
- 7) D. G. Bhat, "Comment on Elastic / Plastic Indentation Damage in Ceramics : The Median / Radial Crack system" *J. Am. Ceram. Soc.*, Vol. 64[1], pp. c165-c166, 1981.
- 8) D. B. Marshall and A. G. Evans, "Reply to Comment on Elastic / Plastic Indentation Damage in Ceramics : The Median/Radial Crack System." *J. Am. Ceram. Soc.*, Vol. 64, NO. 12, 1981.
- 9) K. Nihara, R. Morena and D. P. H. Hasselman, "Further Reply to Comment on Elastic / Plastic Indentation Damage in Ceramics : The Median / Radial Crack System" *J. Am. Ceram. Soc.*, Vol. 65[7-13], pp. c116, 1982.
- 10) J. Lankford, " Indentation Microfracture in the Palmquist Crack Regime : Implications for Fracture Toughness Evaluation by the Indentation Method" *J. Mater. Sci. Lett.* 1, pp. 493-495, 1982.
- 11) M. T. Laugier, "The Elastic / Plastic Indentation of Ceramics" *J. Mater. Sci. Lett.* 4, pp. 1539-1541, 1985.
- 12) M. T. Laugier, "New Formula for Indentation Toughness in Ceramics" *J. Mater. Sci. Lett.* 6, pp. 355-356, 1987.

- 13) Yuklnori Kutsukake, " The Development of ZrB₂-Based Cermert" *Ceramic Data Book*, pp. 687-703, 1987.
- 14) Yuklnori Kutsukake, " The Development of ZrB₂-Based Cermert" *Ceramic Data Book*, pp. 687-703, 1987.
- 15) Patricia A. Hoffman, "Thermo Elastic Properties of Silicon Carbide-Titanium Diboride Particulate Composites" M. S Thesis, 1992.
- 16) Yong Deok Shin and Yong Kap Park, "Properties of Hot-Prssed SiC-ZrB₂ Electro Conductive Ceramic Composites" *Trans. KIEE*, Vol. 46, NO. 4, pp. 566-572, 1997.
- 17) Yong Deok Shin and Ju Sung Kwon, "Effect of Prosimy on the Fracture Toughness and Electrical Conductivity of Pressureless Sintered β -SiC-ZrB₂ Composites", KIEE Annual Autumn Conference, pp. 847-849, 1988.
- 18) Yong Deok Shin and Jin Young Ju, " Properties of the β -SiC-ZrB₂ Composites with Al₂O₃+Y₂O₃ Additives", KIEE Annual Autumn Conference, pp. 853-855, 1988.