

열간가압소결법으로 제조된 Sialon 세라믹스의 고온 Erosion 특성에 관한 연구
A Study on Erosion Properties of Sialon Ceramics by Hot-Pressing

여인웅, 임대순, 박동수*

고려대학교 재료공학과

*한국기계연구원 요업재료그룹

Abstract

Three kinds of the sialon ceramics with and without TiN additions were hot pressed. Hardness and fracture toughness were measured with prepared specimens to study the effect of additives on the mechanical properties. A gas blast type erosion tester was employed to examine erosion behavior of the specimens up to 600 °C. Erosion tests showed an increase of erosion rate up to 400 °C and a gradual decrease of erosion rate 500 °C for all kinds of sialon. The results also showed that erosion rates of the sialons were controlled better by microstructure factors than by mechanical properties such as fracture toughness.

Key words : Sialon, Erosion, Hot pressing, Impact angle, Grain size

1. 서론

여러 산업에 쓰이는 기계용 부품은 그 발전에 따라 더욱 더 극심한 환경에서 견딜 수 있는 재료를 필요로 하게 된다. 이에 따라 세라믹 재료에 대한 관심은 날로 증대되고 있다. 질화규소계 세라믹은 기계적, 열적 성질이 우수한 재료로 기존의 재료에 비해 가혹한 조건하에서도 응용이 가능할 것으로 기대되고 있다. 특히 강도, 파괴인성, 내마모성, 내열충격성, 내식성 등이 뛰어나며, 다른 세라믹 재료에 비해 여러 특성이 적절히 조화되어 많은 연구 대상이 되어 왔다. 이후에 질화규소의 특성을 향상시킨 질화규소 고용체가 발견되어¹⁾ 응용의 폭이 넓어졌다.

기계용 부품의 수명을 단축시키는 요인은 여러 가지가 있으나 고체 입자에 의한 erosion은 항공응용분야에 사용되는 부품 등의 수명을 떨어뜨리는 주요 요인이 되고 있다. 특히 blade, nozzle guide 와 vanes 등의 부품은 1000 °C 이상의 온도에서 노출된다. 그러므로 고온에서의 화학적, 기계적 물성이 우수한 세라믹 재료가 이들 부품의 후보 재료로 최근에 관심을 끌고 있다.

이러한 노력의 일환으로 erosion에 대한 많은 연구가 있었다.²⁾ 그러나 erosion에 의한 재료의 손상은 여러 인자에 의해 지배되고 메커니즘이 다르기 때문에 공통적인 관계를 유추하기 힘들다. 실제 세라믹 재료가 고온에서 사용되는데도 불구하고 이에 대한 연구가 많이 보고

되고 있지 않다.

본 연구에서는 열간가압소결법으로 제조된 여러 조성의 sialon 시편을 이용하여 조성에 따른 sialon의 고온에서의 erosion 특성을 살펴보고자 하였다.

2. 실험 방법

sialon 시편을 제작하기 위해 3가지의 조성을 결정했다. α' 상이 10%가³⁾ 되도록 첨가제의 함량을 조절하였는데 다음 Table1에 시편명과 조성을 나타내었다.

Table1 Compositions of the Specimens in Weight %

Name	Si ₃ N ₄	Y ₂ O ₃	AlN	TiN
S1	95	2	3	
S2	93	4	3	
S3	71.61	3.13	2.26	23

S1, S2 시편은 하중 30MPa, 시간 2시간, 온도 1820℃에서, S3 시편은 하중 30MPa, 시간 2시간, 온도 1640℃에서 열간가압소결법으로 소결하였다. 제조된 소결체의 표면에는 탄화규소층, BN 분말층 등이 형성되어 있으므로 이러한 것을 제거하기 위해 #100, #300, #600 순서로 연마가공을 행하였다. Erosion 실험을 위해 시편을 15mm × 4mm × 30mm로 절단한 후 유기물 제거를 위하여 아세톤 초음파 탈지 공정을 거쳤다.

시편의 경도는 Vickers 경도계로 9.8N의 하중으로 15초간 다이아몬드 압자로 압입시켜 압

흔을 측정하여 환산하였다. 파괴인성은 압자압입법을 사용하여 98N의 하중으로 10초 동안 다이아몬드 압자로 압입시켜 균열의 길이를 측정 후 Charles & Evans 식⁴⁾으로 환산하였다.

Erosion 실험은 gas-blast 형 고온 erosion 시험기를 사용하였으며 erosion 시험기의 개략도는 Fig.1에 나타내었다. 이 시험기를 이용하여 충돌각을 40° ~ 90°, 온도를 상온에서 600℃까지 하였고, 입자 속도를 40m/sec로 하였다. 노즐의 내경은 3mm이고 길이는 15mm, 시편과의 거리는 10mm로 하였다. erodent로는 입자 크기 90 ~ 130 μm인 SiC 분말을 사용하였다. Erosion rate은 시편의 손실된 무게에 erodent의 무게를 나누어준 값을 사용하였다.

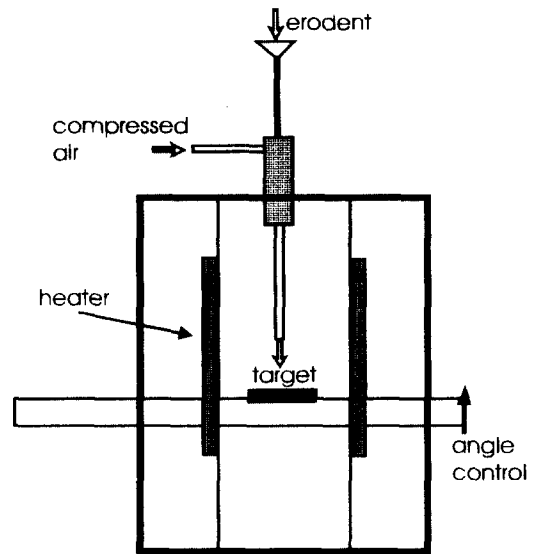


Fig.1 Schematic diagram of erosion tester.

3. 결과 및 고찰

시편의 결정립의 크기는 S1이 가장 크게 나타났고 S2 시편과 S3 시편은 S1 시편보다는 크지만 비슷한 크기를 가지고 있었다.⁵⁾⁶⁾ 각 시편의 경도값과 파괴인성값을 Fig.2에 나타내었다. 파괴인성값은 S3 시편이 가장 큰 값을 가졌고 S2, S1 순으로 감소하는 경향을 보였다. 경도값은 시편에 따라 큰 차이를 보이지 않았다.

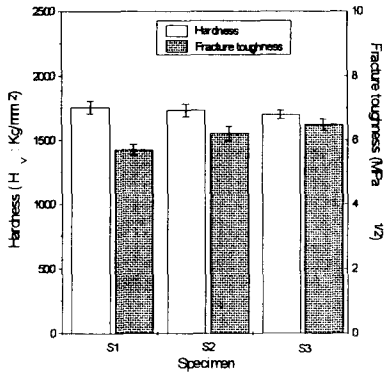


Fig.2 Vickers micro-hardness and fracture toughness of each specimen.

각도에 따른 각 시편들의 erosion 실험 결과를 Fig.3에 나타내었다. 실험 결과에 의하면 각 시편 모두 충돌각 40°에서 90°보다 낮은 erosion rate를 보이고 있다. 이러한 경향은 알루미나와 같은 취성의 세라믹 재료에서 흔히 관찰되는 것과 비슷한 거동을 보이는 것이다. 탄성-소성이론에 근거하여 세라믹과 같은 취성재료의 erosion rate을 예측하는 식이 제안되었다.⁷⁾ 즉 $\dot{\epsilon}$ 는 erosion rate으로,

$$\dot{\epsilon} \propto V^n D^m \rho^u (K_{IC})^p H^q$$

V, D, ρ 는 각각 입자속도, 입자크기, 입자밀도를 나타내고 K_{IC} 와 H는 파괴인성과 경도값을 나타낸다. 여기서 p는 음의 값으로 인성값이 높으면 erosion rate는 떨어질 것을 예측하고 있다. 그러므로 각 시편의 경우 경도값이 비슷하며 V, D, ρ 등이 같다고 하면 인성값이 증가하는 순서인 S1, S2, S3에 따라 erosion rate가 감소할 것으로 예측된다. 그러나 Fig.3의 결과는 이러한 예측과는 반대되는 결과를 보인다. 이와 같은 결과는 erosion rate의 기계적 의존성 외에도 다른 인자가 고려되어야 함을 말하고 있다.

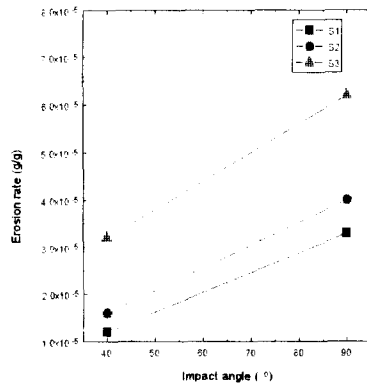


Fig.3 Effect of angle on the erosion rate of sialon ceramics.

가장 작은 결정립을 가지고 있는 S1 시편의 경우 가장 낮은 erosion rate을 가지고 있다. 그리고 S1보다 큰 결정립을 가진 S2 시편은 S1보다 큰 erosion rate을 보임을 알 수 있다. 입자상으로 분산되어 있는 TiN이 소결 후에 온도가 떨어지면서 기지와 TiN 입자간의 열팽창계수의 차이로 계면에 미세균열이 생성되며 이로 인해 인성강화가⁸⁾ 일어났지만 erosion 실험 중 미

세균열이 입자의 충돌에 의해 높은 erosion rate에 기여하는 것으로 생각된다.

고온에서의 erosion 거동을 살펴보기 위해 Fig.4에 온도에 따른 각 시편들의 erosion rate을 나타내었다.

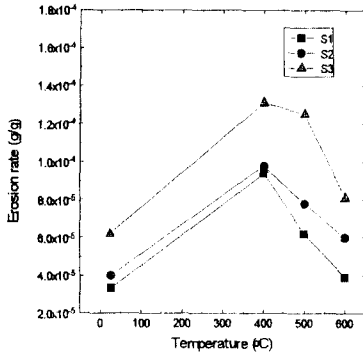


Fig.4 Variation of erosion rate as a function of temperature.

400 °C까지는 모든 시편이 온도에 따라 erosion rate이 증가함을 보이지만 그 이후부터 감소함을 보인다. S1, S2 시편의 경우 400 °C부터 급격한 감소가 보이지만 S3 시편의 경우 500 °C부터 더욱 급격한 감소를 보인다. 이렇듯 고온에서 erosion rate이 감소하는 것은 지금까지의 보고에 의하면 온도가 증가함에 따라 표면의 잔류응력의 감소나⁹⁾ 점성 및 소성변형 증대에 의한 취성경향의 감소로 설명할 수 있다.

본 실험에서는 erosion 거동에서 주로 보이던 파괴인성에 대한 의존성보다는 미세 구조의 변화에 따른 sialon의 erosion 거동을 볼 수 있었다. 결정립의 크기가 작은 S1 시편이 온도나 충돌각의 변화 모두에서 좋은 erosion 저항성을 보였고, 과잉의 Y₂O₃를 가지는 S2 시편은 기계적 성질은 S1 시편과 크게 다르지 않지만, 커진

결정립으로 인한 erosion 저항성의 감소를 볼 수 있었다. S3 시편의 경우는 TiN의 첨가로 기대되었던 파괴인성의 증가가 erosion 특성에서는 효과를 나타내지 못함을 알 수 있었다.

4. 결론

여러 조성으로 제조된 sialon의 erosion 실험 결과 다음과 같은 결론을 얻을 수 있었다.

과잉의 Y₂O₃의 첨가나 TiN의 첨가로 인한 파괴인성의 증가는 erosion 특성에 영향을 주지 않았다. 그러나 결정립이 작은 S1 시편은 충돌각이나 온도변화 모두에서 좋은 erosion 저항성을 보였다.

고온에서의 erosion 실험 결과는 각 시편간의 erosion 특성은 상온과 같았으나 온도가 400 °C까지는 erosion rate이 증가하다가 400 °C 이후에는 감소하는 결과를 보였다.

5. 참고문헌

1. Y. Oyama and O. Kamigaito, "Solid Solubility of Some Oxides in Si₃N₄," Jpn. J. Appl. Phys., 10, 1637-42 (1971)
2. W. Zhu and Z. Y. Mao, Study of erosion by relatively soft particles, in K.C. Ludema(ed.), Wear of Materials, ASME, New York, 1987, pp. 787-796
3. N. Sugiyama, Y. Ukyo and S. Wada, "Phase Relations between α'-and β'-Sialons in Si₃N₄-(SiO₂)-AlN-Y₂O₃ System," J. Ceram.

- Si₃N₄(-SiO₂)-AlN-Y₂O₃ System," J. Ceram. Soc. Jpn., 101 [7] 729-32 (1993)
4. A. G. Evans and E. A. Charles, "Fracture toughness Determinations by Indentation," J. Am. Ceram. Soc., 59 [7-8] 371-71 (1976)
 5. D. S. Park, S. Y. Lee, H. D. Kim, W. S. Choi, D. S. Lim and B. D. Han, "Hot Pressing of the Silicon Nitride Based Ceramics and Their Mechanical Behavior," The Korean Journal of Ceramics, 1(1) 45-54 (1995)
 6. 최우석, "A Study on Mechanical and Tribological Properties of α/β -Sialon Ceramics by Hot-Pressing," 고려 대학교 석사 학위논문, (1994)
 7. A. G. Evans, M. E. Gulden and M. Rosenblatt, "Impact damage in brittle materials in the elastic-plastic response regime," Proc. Roy. Soc. Lond. A: 361 343-365 (1978)
 8. Bellosi, S. Guicciardi and A. Tampieri, "Development and Characterization of Electroconductive Si₃N₄-TiN Composites," J. Europ. Ceram. Soc., 9, 83-93 (1992)
 9. J. E. Ritter, S. R. Choi, K. Jakus, P. J. Whalen and R. G. Rateick, jr., "Effect of microstructure on the erosion and impact damage of sintered silicon nitride," J. Mater. Sci., 26, 5543-5546 (1991)