

상압소결법에 의해 제조한 α -SiC의 소결온도에 따른 상전이와 기계적 특성

Phase Transformation and Mechanical Properties on Sintering Temperature of α -SiC Manufactured by Pressureless Sintering

주진영*, 신용덕*, 박미림*, 이종덕**

(Jin-Young Ju*, Yong-Deok Shin*, Mi-Lim Park*, Jong-Deok Lee**)

Abstract

The mechanical and phase transformation of the cold isostatically pressed α -SiC ceramic were investigated as a function of the sintering temperature. The result of phase analysis by XRD revealed 6H, 4H, 3C and phase transformation between 6H and 4H showed a sudden change over 2000°C. However, the $\alpha \rightarrow \beta$ reverse transformation did not occur to any sintering temperature. The relative density and the mechanical properties of α -SiC ceramic was increased with increased sintering temperature. The flexural strength rapidly increased below 2100°C and showed the highest value of 410 MPa at 2200°C. This reason is because crack was propagated through surface flaw. The fracture toughness showed the highest value of 3.3 MPa · m^{1/2} at 2200°C.

Key Words : Cold isostatically pressed, Phase transformation, Sintering temperature, Surface flaw

1. 서론

SiC는 구조세라믹과 semiconductor 분야에서 다른 물질보다 높은 온도에서 사용될 수 있기 때문에 중요한 물질로 부상되고 있다.

이러한 SiC의 구조는 다이아몬드와 비슷한 결정 구조를 갖고 있으며, 입방정계(Cubic)의 β -SiC와 육방정계(Hexagonal) 및 삼방정계 능면체정(Rhombohedral)의 α -SiC의 2종류로 대별된다. SiC 동질상은 약 100여 종류가 있으며, 대부분 3C, 4H, 6H, 15R의 4종류의 동질이상 중 어느 한 개 이상으로 되어 있다. 이러한 이유 때문에 semiconductor의 장치

에 응용하는데 있어 제한을 받고 있다.

또한 높은 온도에서 annealing을 통한 제조된 소결체에서 주로 관찰되고 있는 $\beta \rightarrow \alpha$ -SiC 상으로의 상전이 형태의 연구는 많이 보고되어지고 있다. 그러나 그 역상전이는 아르곤 분위기에서 2500°C에서 처음으로 관찰되었다. 이러한 역상전이는 높은 온도와 hot isostatically pressed(HIPed)를 통하여 이루어지고 있다고 보고되어지고 있다[1-3].

본 연구에서는 이러한 역상전이가 일어난다고 보고되어진 2500°C보다 600~300°C 낮은 온도와 cold isostatically pressed(CIP)을 통하여 소결체를 제조하였을 때 역상전이가 일어나는가와 2000~2200°C로 소결온도를 변화하였을 때 소결체에 미치는 영향을 조사하였다.

* : 원광대학교 전기전자 및 정보공학부

(전북 익산시 신용동 원광대학교,

Fax: 063-850-6736

E-mail : ydshin@wonkwang.ac.kr)

** : 서남대학교 전기전자통신공학부

2. 실험 방법

2.1 시편제조

본 실험에서 사용된 α -SiC의 조성은 B : C = 1 : 5로 된 제품을 이용하였다. 준비된 분말을 48hr 동안 아세톤에서 wet milling 시킨 후, 50°C에서 48hr 동안 건조하였다. 건조 후 응집체를 없애기 위하여 45mesh 망체로 체가름였고, 이것을 uniaxial pressing 1,000/cm², CIP(Cold Isostatic Pressed) 2,000kgf/cm²로 가압하였다.

이렇게 준비된 시편을 2000~2200°C까지 Ar분위 기하에서 초고온로(TP-150 model)을 사용하여 소결하였으며 전체적인 실험과정은 그림 1에 나타내었다.

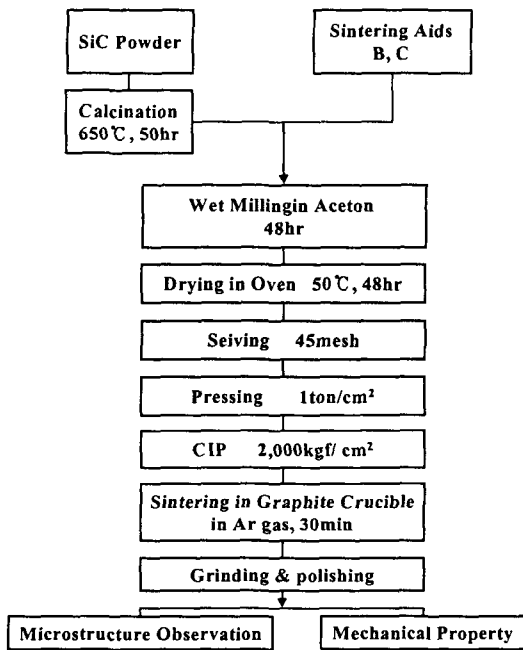


그림 1. 실험절차.

Fig. 1. Experimental process.

2.2 물성 측정

소결온도에 따른 α -SiC의 겉보기밀도는 증류수를 이용한 아르키메데스법[4]으로 측정하였다.

소결시편의 상분석은 XRD(PW1700 system, Philips, U.S.A.)을 이용하여 분석하였고, 미세구조는 SEM(JSM-840A Jeol, Japan)를 이용하여 관찰하였다.

파괴강도 측정용 시편의 크기는 3×4×25mm이며, 10 μ m의 다이아몬드 분말로 표면을 연마한 후, 재료 시험기(Instron, Model 4204)를 이용하여 0.5 mm/min의 조건으로 곡강도 시험법(JIS R 1601)에 의해 4

점 곡강도법으로 파괴강도 값을 구하였다.

경도 및 파괴인성 측정은 시편을 0.1 μ m 다이아몬드 분말로 최종 경면 가공한 후 비커스 미소경도시험기(Matsuzawa, Model DVK-2, Japan)를 이용하여 경도 및 파괴인성 시험법인 압인법으로 측정하였다. 시편에 가한 하중은 20kgf, 40 μ m/sec, 유지시간은 10초로 하여 측정하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1 상분석 및 미세구조

상대밀도는 2150°C이상에서 약 97% TD의 상대밀도를 나타내고 있다. 그림 2에 나타나듯이 소결온도에 따른 상변태 변화는 상온에서 주상인 6H가 2000°C까지는 상변태없이 나타나고 있다. 그러나, 그 이상 소결온도가 올라감에 따라 6H상은 급격히 감소하면서 4H상이 급격히 증가하고, 3C상은 약간 감소하는 경향을 보이고 있다.

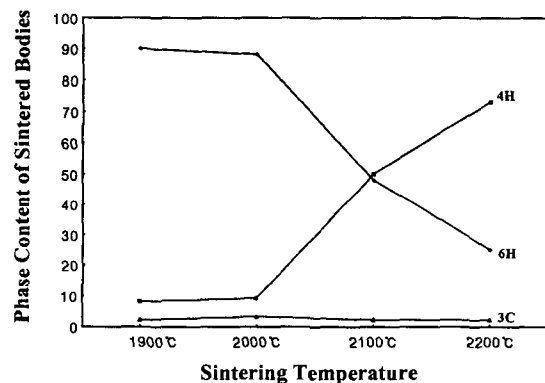


그림 2. 소결온도에 따른 광물상 변화.

Fig. 2. Phase change with sintering temperature.

3.2 기계적 특성

그림 3는 쥐임강도 값을 나타낸 것인데, 2000°C에서 소결한 시편에서 240 MPa로 가장 낮게 나타나고 있으며, 2200°C에서 소결한 시편에서 410 MPa로 가장 높게 나타난다.

소결온도가 2100°C이하에서는 쥐임강도가 급격히 증가하다가 2100°C이상에서는 거의 약간 증가하는 현상을 나타내고 있다. 소결 온도가 높아질수록 표면결함으로부터 균열이 진행되어 낮은 소결 온도일 때보다 높고, 균일한 쥐임강도가 나타나는 것으로 사료된다.

그림 4과 5는 소결온도에 따른 Vicker's 경도와

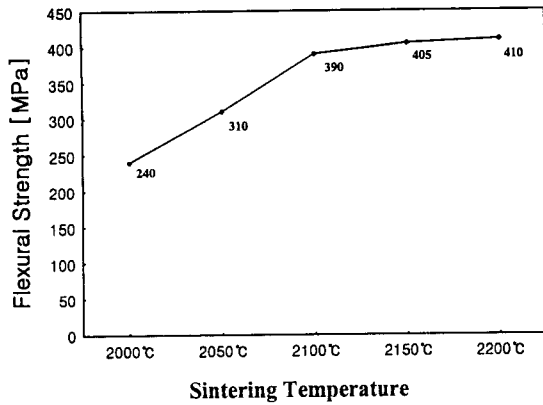


그림 3 소결온도에 따른 4점 곡강도.
Fig. 3. Four-point flexural strength with sintering temperature.

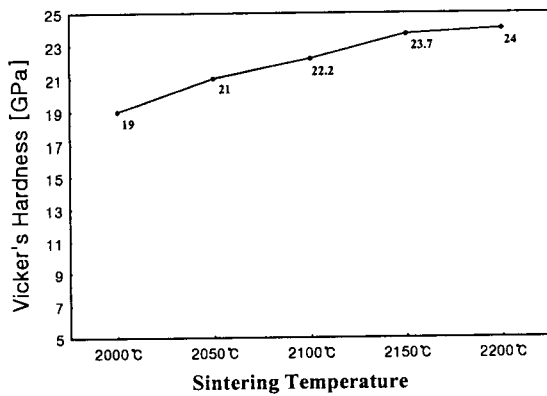


그림 4 소결온도에 따른 Vicker's 경도.
Fig. 4. Vicker's hardness with sintering temperature.

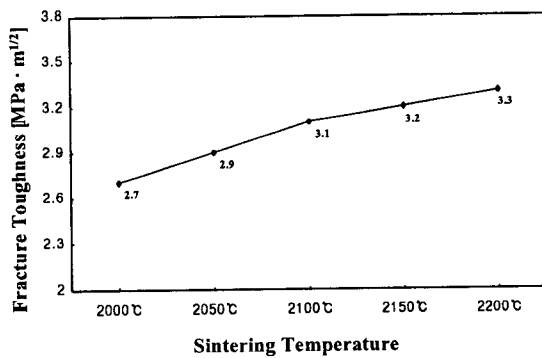


그림 5. 소결온도에 따른 파괴인성.
Fig. 5. Fracture toughness with sintering temperature

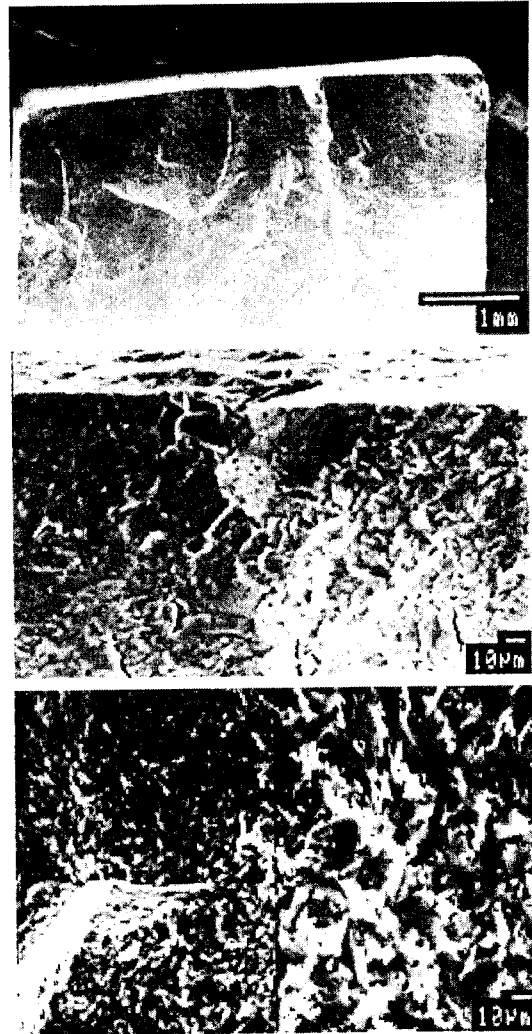


그림 6. 표면결함에 의한 파괴면.
Fig. 6. Fracture surface by surface flaw.

파괴인성을 나타내었다. 소결온도가 증가함에 따라 경도와 파괴인성 값은 증가하는 현상을 나타내었다.

그림 6는 재료의 꺾임강도 시험의 파단면을 SEM으로 관찰한 결과 파괴원은 표면과 재료 내부에 모두 존재하고 있으나, 상대밀도가 높을수록 내부결함보다는 표면결함(surface flaw)에 민감하여, 파괴원이 표면결함부터 진행하여 파괴된 조직을 관찰할 수 있다.

또한 그림 7에 나타나듯이 균열은 고경도재료의 특징인 입자를 관통하는 경로를 따라 진행하였고, 내부결함을 확대하여 EDS로 분석한 결과 Si 89.5, Al 4.9, Fe 4.2와 Mg 1.4wt%와 같은 금속 불순물들

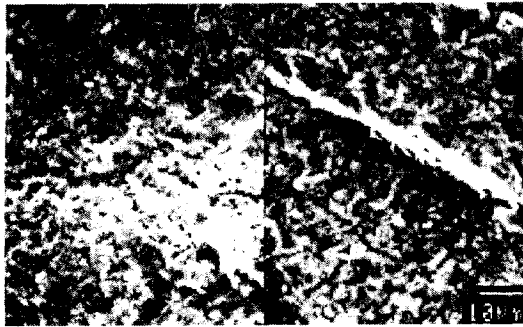


그림 7. 크랙의 진행.
Fig. 7. Crack propagation.

이 검출되었으며, 이러한 불순물들이 내부결함을 유발하여 주요 파괴원으로 작용한 것으로 사료된다.

4. 결 론

α -SiC를 CIP의한 무가압 소결방식을 통하여 2000~2200°C로 소결온도를 변화하였을 때 $\alpha \rightarrow \beta$ 역상전이와 기계적 특성을 조사한 결과는 다음과 같다.

- 1) $\alpha \rightarrow \beta$ 로의 역상전이는 일어나지 않고 있으며, 소결온도가 2000°C 이상에서 6H상이 급격히 줄어들면서 4H상이 급격히 늘어나고 있다.
- 2) 적입강도, 경도 및 파괴인성은 소결온도가 증가함에 따라 증가하고 있으며, 2200°C에서 소결한 소결체에서 각각 410 MPa, 24 GPa 및 3.3 MPa·m^{1/2}으로 가장 높게 나타나고 있다.
- 3) 파단면을 관찰한 결과 파괴는 표면결함에 주로 기인하였으며, 내부결함으로 인한 파괴시에는 낮은 강도를 나타내고 있다.

참고 문헌

- [1] A. R. Kieffer, P. Ettmayer, E. Angel and A. Schmidt, "Phase Stability of SiC in the Ternary System Si-C-N" *Mater. Res. Bull.*, Vol. 4, pp. S153-S166, 1969.
- [2] N. W. Jepps and T. F. Page, "The 6H \rightarrow 3C 'Reverse' Transformation in Silicon Carbide Compacts" *J. Am. Ceram. Soc.*, Vol. 64, No. 12, pp. c-177-c-178, 1981.
- [3] Servet Turan and Kevin M. Knowles, " $\alpha \rightarrow \beta$ Reverse Phase Transformation in Silicon Carbide in Silicon Nitride-Particulate-Reinforced-Silicon Carbide Composites", *J. Am. Ceram. Soc.*, Vol. 79, No. 11, pp. 2892-96, 1996.
- [4] 山根正之 "セラミックス基礎講座 4" pp. 151, 内田老鶴圃, 1988.