

고주파 유도가열 연소합성에 의한 WSi₂-SiC 복합재료의 제조 및 기계적 성질

(Simultaneous Synthesis and Consolidation Process of Ultra Fine
WSi₂-SiC and its Mechanical Propertie)

전북대학교 오동영*, 김환철, 손인진,
KIST 윤진국

1. Introduction

Tetragonal 구조를 가진 Tungsten silicide 금속간 화합물은 높은 용융점(2160℃), 우수한 내산화성 등의 고온재료에 요구되는 특성을 가지고 있고, 또한 전기적 특성¹⁾ 우수하여 집적회로에서 전자부품(schottky barriers, ohmic contacts, low resistivity gates와 interconnects) 등에 사용되고 있다. Silicon carbide 또한 뛰어난 크립 저항성과 산화 거동을 보이며 최근에 주목받는 고온 재료이다. 그러나 대부분의 금속간 화합물처럼 규소화합물은 연성-취성 전이온도 이하에서 파괴인성의 저하가 나타나며, 이에 대한 대책으로 텅스텐 규화물과 실리콘 규화물의 복합재료를 제조하여 실용화를 위한 파괴인성 향상의 연구가 진행되고 있다. 많은 고온 복합재료와 마찬가지로 치밀한 WSi₂-SiC 복합재료는 여러 가지 공정으로 제조된다. 가장 일반적인 공정을 살펴보면, WSi₂와 SiC를 각각 합성하고 이들을 미세한 분말로 제조하여 혼합한 후, 소정의 열처리 과정을 거쳐서 완전한 복합재료를 제조한다. 최근에는 합성과 치밀화가 동시에 진행되는 새로운 방법이 개발되었다. 이 방법은 고주파 유도가열 연소합성(high-frequency induction heated combustion synthesis, HFHCS)으로, 기존의 연소법과 열간 가압기술(Hot-press, HIP)을 결합한 방식으로 짧은 시간에 단일공정으로 치밀한 생성물을 얻을 수 있는 방법이다. 본 연구에서는 유도전류와 기계적 압력을 동시에 적용한 고주파 유도가열 연소합성법을 이용하여 수분 이내의 짧은 시간에 단일공정으로 WSi₂-SiC 복합재료를 제조하고 기계적 성질을 평가하는데 그 목적이 있다.

2. Experimental procedure

본 연구에서는 순도 99.5%의 WC(<1μm, CERAC)와 순도 99.5%의 Si(-325mesh, Alfa Products) 분말이 사용되었다. 균일하게 혼합된 분말을 흑연다이에 충전하여 고주파 유도가열 연소합성 장치의 실린더 내부에 장착하고 약 40 mtorr의 진공분위기로 만든다. 기공이 없는 치밀한 최종 생성물을 얻기 위하여 60 MPa의 압력을 가한다. 일정한 유도전류를 흑연 다이와 시편에 가하여 약 1200℃/min의 승온속도로 가열하면서 디지털 광 온도계로 흑연 다이의 표면온도를 측정한다. 이때 LVDT(Linear variable differential transformer)의 수축 길이 변화를 관찰하면서 치밀화가 이루어 질 때까지 전류를 가한다. 마지막 단계로 상온까지 냉각한다.

상술한 4단계의 공정으로 제조한 WSi₂-SiC 복합재료의 상대밀도는 아르키메데스법으로 측정하였으며, 생성물의 상분석을 위해 Cuka를 사용하여 X-선 회절시험을 실시하였다. 생성물의 미세조직을 관찰하기 위하여 EDS가 장착된 주사전자현미경(SEM)으로 시편의 미세조직 관찰과 성분분석을 실시하였다. 기계적 성질을 평가하기 위하여 비커스 경도계를 이용하여 10kg의 하중으로 10초간 유지하여 압흔을 형성하여 이 압흔의 길이와 균열의 길이를 이용하여 경도와 파괴인성을 계산하였다. 각 상의 입자의 크기는 미세조직 사진으로부터 선형분석법(Linear intercept method)을 이용하여 결정하였다.

3. Summary

고주파 유도가열 연소합성법에 의해 2분 이내의 짧은 시간에 단일 공정으로 WC와 Si의 혼합 분말로부터 WSi₂-SiC 복합재료의 합성과 치밀화가 동시에 이루어졌다. 60MPa의 압력과 80%의 고주파 출력을 가하여 제조된 복합재료의 상대밀도는 약 97%에 이르렀으며, WSi₂와

SiC 각 상의 평균 결정립 크기는 $0.78\mu\text{m}$ 와 $0.56\mu\text{m}$ 이었다. 비커스 경도계를 이용하여 측정된 $\text{WSi}_2\text{-SiC}$ 복합재료의 경도와 파괴인성 값은 각각 1790kg/mm^2 과 $4.4\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 가 얻어졌다.

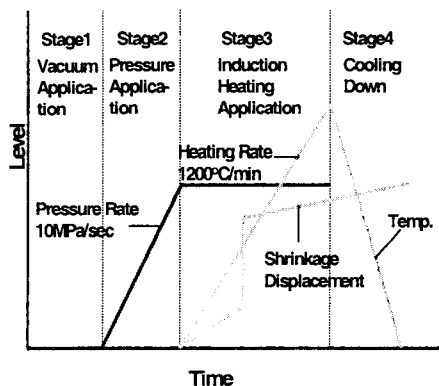


Fig. 1. Schematic representation of the temperature, pressure and shrinkage displacement profile during high-frequency induction heated combustion.

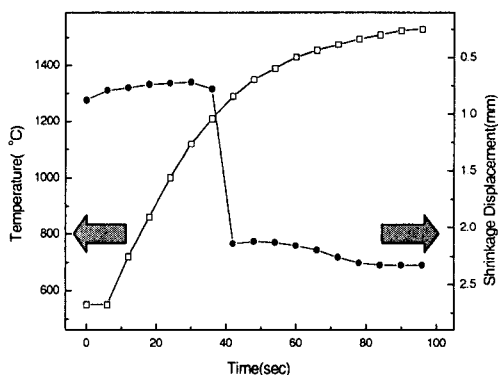


Fig. 2. Variations of temperature and shrinkage displacement with heating time during high-frequency induction heated combustion synthesis and densification of $\text{WSi}_2\text{-SiC}$ composite.

Table 1. Density, volume, and volume change during high-frequency induction heated combustion synthesis of $\text{WSi}_2\text{-SiC}$ composite.

	Initial sample	Before ignition	Reactant (Theo.)	Product	
				Exp.	Theo.
Density (g/cm^3)	4.90	4.79	5.75	7.34	7.57
Sample volume (cm)	1.43	1.46	1.22	0.95	0.93
Pore volume (cm)	0.21	0.24	0.00	0.02	0.00
Volume change (%)	0.00	-2.10	14.69	33.57	34.97
Incremental volume change (%)	0.00	-2.10	16.79	18.88	1.4

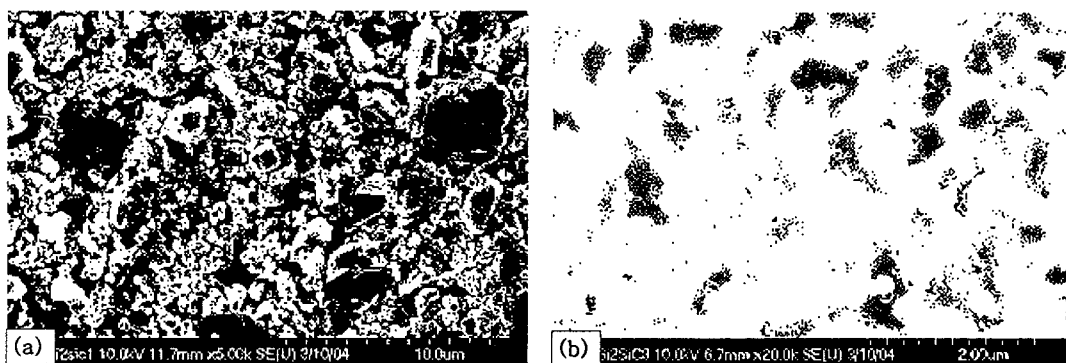


Fig. 3. Field Emission Scanning Electron Microscope image of $\text{WSi}_2\text{-SiC}$ composite; (a) before synthesis (b) after synthesis.