

활성금속법에 의한 Si_3N_4 와 탄소강의 접합특성

Bonding Characteristics of Si_3N_4 Ceramics to Plain Carbon Steel
with Active Filler Metals

권 오열^{**},조 상명^{*},김 우열^{*},박 경재^{**}

^{*}부산공업대학교 생산가공공학과

^{**}경북대학교 금속공학과

1. 서론

세라믹은 내열성, 내식성, 내마모성 등과 같은 여러 가지 뛰어난 특징을 가지고 있으므로 최근 여러분야에서 이용되고 있다. 그러나 세라믹은 제조법에 한계가 있고, 기계적 열적 충격에 약하고, 가공성 등이 나쁘기 때문에 구조용 재료로서 이용하기 위해서는 이와 같은 결점을 보완하기 위해 금속과 접합하여 복합화해서 사용할 필요가 있다. 그러므로 세라믹과 금속을 접합하는 기술이 중요하게 된다. 지금까지의 접합법을 살펴보면 고상접합법, 메탈라이징법, 활성금속법, 접착제에 의한 접합법 등이 있다. 이 중에서 활성금속법은 활성이 강한 Ti, Zr 등의 금속이 세라믹에 잘 젓는 성질을 이용하는 방법으로서 활성인 금속을 삽입금속중에 합금화하는 방법과 활성인 금속박을 비교적 낮은 용접의 합금을 형성하는 Ag, Cu, Ni 등의 금속박을 적층해서 사용하는 방법 등이 있고 주로 Ti를 합금화한 은삽입재가 널리 사용되고 있다. 그러나 Si_3N_4 과 금속을 접합할 경우에는 열팽창계수의 차이에 의해 접합체에는 가열 냉각에 의한 열응력이 발생하여 접합후 냉각과정에서 잔류응력이 생겨 접합강도를 저하시키므로 이 열응력을 완화시키거나 열응력발생을 방지하는 것이 가장 중요한 문제이므로 이를 해결하기 위해서 용력완화제를 이용하고 있다. 용력완화제는 세라믹과 가장 가까운 열팽창계수를 가진 재료를 중간삽입재로 이용하는 방법과 연질금속의 변형에 의한 용력의 흡수를 이용하는 방법 등이 있고 이에 대한 연구가 거의 대부분이지만 용력완화제를 사용할 경우는 접합체의 적층구조가 복잡하기 때문에 용력완화제를 사용하지 않고 세라믹과 금속을 직접접합하는 방법도 연구되고 있다.

이와 같은 배경하에서 활성금속법을 이용해서 세라믹중에서도 내열구조용재료로서 주목 받고 있는 질화규소(Si_3N_4)와 금속을 접합한 경우의 연구는 삽입금속은 Ti-Cu, Al-Si, Ti-Ag-Cu, Ni-Cr 등이 있고 Si_3N_4 의 상대 금속은 Invar, Kovar, STS304, Nimonic, Steel(SM45C) 등의 재료가 주로 보고되고 있지만 고용접금속 이거나 내열금속외에는 합금강이나 탄소강의 경우는 용력완화제를 대부분 사용하여 접합하고 있는 실정이다.

본 구에서는 Ti-AgCu(공정)의 삽입금속만을 이용해서 용력완화제를 사용하지 않고 질화규소(Si_3N_4)와 탄소강을 직접접합하여 삽입금속의 두께, 접합조건에 따른 접합현상과 접합강도를 평가하고자 하였다.

2. 실험방법

접합에 사용된 시료는 무가압소결제인 Si_3N_4 로서 5wt% Al_2O_3 , 5wt% Y_2O_3 이 소결조제로 함유되어 있으며 또 상대 시료는 탄소강(SM20C)을 사용했다. 이들 시료의 형상은 그림1과 같고 접합하고자 하는 면을 800번까지 사포로서 연마하고 아세톤으로 초음파세척 한 다음 삽입금속을 접합면 사이에 끼워 지그로 조립하여 고정하였다. 접합에 사용된 삽입금속은 72wt%Ag-28wt%Cu인 공정합금에 Ti농도가 1wt%, 2wt%, 3wt% 되게 평량한 후(이후 1%Ti-AgCu, 2%Ti-AgCu, 3%Ti-AgCu로 한다.) 이를 아르곤아이크 용해장치에서 용해한

다음 진공유도용해로에서 재용해 주조하여 미세질단기로서 얇게 절단하여 삽입금속으로 공급했다. 질화규소세라믹과 탄소강의 접합은 진공도 6×10^{-3} torr의 진공접합장치에서 행하였으며 가열속도는 15K/min로 하여 993K에서 1.2ks 유지한다음 접합온도 1123K에서 각각 0.3ks, 0.6ks, 0.9ks, 1.2ks 유지한 후 노냉하였다. 접합강도는 만능재료시험기에서 압축속도 1.7×10^{-2} mm.s⁻¹ 하에서 4점 굽힘시험으로 평가하였으며 또한 주사전자현미경, WDX, EPMA에 의해 접합부계면의 조직과 원소분석을 행하였다.

3. 실험결과 및 고찰

3.1 접합강도

그림2는 Si_3N_4 와 탄소강을 접합조건 1123K x 0.9ks에서 접합했을때 삽입금속의 두께 변화에 따른 4점굽힘강도를 나타낸다. 이 그림에서 알 수 있는 바와 같이 1%Ti-AgCu 삽입금속의 두께가 약 0.2mm일 경우 가장 높은 320MPa의 값을 나타내고 있다. 지금까지 보고된 바에 의하면 320MPa정도의 값은 $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{S}45\text{C}$ 를 접합조건 1103Kx360s로 하고 삽입금속으로 2.2%Ti-Ag-Cu를 사용했을때 응력완화재로서 Cu를 $t=0.1\sim 0.2\text{mm}$ 까지 변화시켜 연구한 값과 비슷하게 나타났다. 일반적으로 응력완화재로 구리나 니켈을 사용하는데 이는 구리나 니켈이 탄소강에 비해서 변형되기 쉬워서 Si_3N_4 /탄소강 접합시에 열팽창계수의 차이에 의해서 생기는 열응력을 완화시키는데 있다. 그러나 본 연구와 같이 응력완화재를 사용하지 않고 두께를 적절히 조합하면 삽입금속만을 사용해도 삽입금속중에 함유된 구리나 은이 열응력을 완화시킬 수 있음을 보여준다. 또한 Ti 농도가 1%일 때 높은 강도를 나타내는 이유로서는 응력완화재를 사용하지 않았기 때문에 1%Ti-AgCu의 삽입금속보다 Ti함량이 증가하면 삽입금속이 보다 경화되는데 그 원인이 있다고 생각된다.

그림3은 0.2mm 삽입금속 두께하에서 접합온도 1123K에서 접합유지시간의 변화에 의한 영향을 조사하기 위해서 각각 0.3ks, 0.6ks, 0.9ks, 1.2ks 동안 유지한 후 노냉한 경우의 접합강도를 나타낸다. 이 그림에서 알 수 있는 바와 같이 접합유지시간은 0.9ks일 때 최고 강도를 나타낸다. 이는 접합부 계면의 특성에 그 영향이 있다고 여겨진다.

3.2 접합부계면의 조직

사진1은 접합현상을 명확히 조사하기 위해서 1%Ti-AgCu 삽입금속의 두께를 30 μm정도로 즙게해서 조사한 결과로서 접합조건이 1123Kx1.2ks 일때의 SEM 사진과 EPMA에 의한 원소분포결과를 나타낸다. 사진 1a 및 1b는 각각 SEM조직과 Ti의 면분석결과를 나타낸다. 삽입금속과 Si_3N_4 의 접합계면과 탄소강과 삽입금속의 접합계면부에만 Ti이 나타나고 각각 1.5μm, 0.2μm 정도의 반응층이 생성되어 있음을 알 수 있다. 특히 질화물층의 폭이 상대적으로 크게 나타나고 있다. 또한 사진1c 및 1d는 원소 Ag, Cu, Si, Ti, C, N 등의 원소 분포를 나타낸다. 원소 Ag, Cu, Si 등은 Si_3N_4 세라믹과 삽입금속중에서만 균일하게 분포되어 있음을 나타내지만 질화물층 반응층에서는 Ti 및 N의 성분의 피크만 나타나고 있어서 이 화합물은 TiN임을 나타내고 탄소강층은 Ti과 C피크로 부터 탄소강층의 탄소와 삽입금속중의 Ti가 반응해서 TiC가 생성됨을 알 수 있다. 따라서 Si_3N_4 세라믹과 탄소강의 접합시에는 Ti는 양쪽접합계면부로 편석되어 Si_3N_4 측 접합계면부에는 TiN, 탄소강측 접합계면부에는 TiC화합물로 존재함을 알수있고 삽입금속층 내부에는 Ti가 거의 존재하지 않음을 알 수 있다.

4. 결론

Ti-AgCu의 삽입금속만을 이용해서 질화규소(Si_3N_4)와 탄소강을 직접접합하여 삽입금속의 두께, 접합조건에 따른 접합현상과 접합강도를 평가하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 용력완화재 사용하지 않을 경우 1123Kx0.9ks의 접합조건에서 1%Ti-AgCu 삽입금속의 두께가 0.2mm일 경우 4점굽힘강도는 320MPa 정도의 높은 접합강도를 얻었다.

2. 삽입금속중의 Ti은 질화물층과 탄소강층의 양쪽 접합계면부에 편석되어 질화물층에서는 TiN 탄소강층 계면에서는 TiC 화합물이 생성되었다.

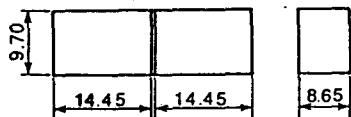


Fig.1 Specimen for bonding test

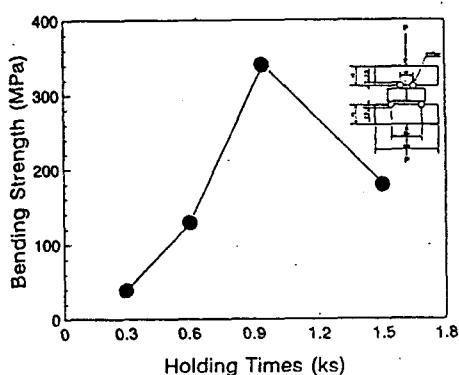


Fig.3 Effect of Holding Times on Bending Strength in 1123K Temperutre Using 0.2mm Thickness of 1%Ti-AgCu Filler Metal

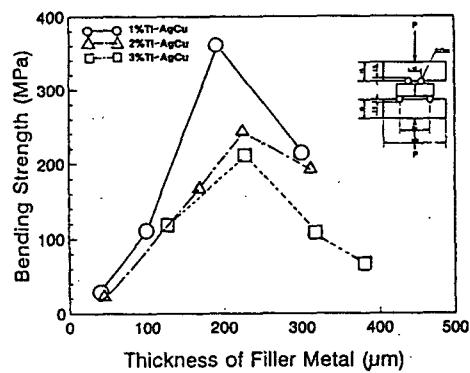


Fig.2 Effect of Thickness of Filler Metals with Ti Content on Bending Strength in 1123Kx0.9ks Bonding Condition

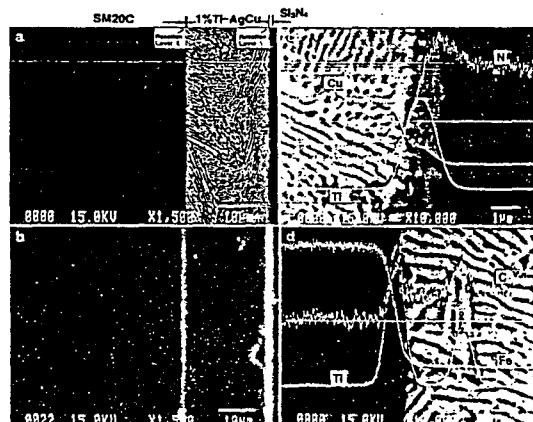


Photo.1 SEM Structure And Analysis of EPMA
Bonding Condition:1123K x 0.9ks

- a:Microphotograph
- b:Ti Mapping
- c:Distribution of Ti,N,Cu Elements
- d:Distribution of Ti,C,Fe Elements