

SiC 입자크기가 Si₃N₄/SiC 초미립복합재료의 미세구조 변화에 미치는 영향
(Effect of SiC Particle Size on the Change of Microstructure in Si₃N₄/SiC Nanocomposites)

한국과학기술연구원 : 황광택, 김창삼, 정덕수

1. 서론

질화규소(Si₃N₄)에 nano-크기의 탄화규소(SiC)를 분산시킨 Si₃N₄/SiC 초미립복합재료는 실온 및 고온에서 기계적 특성이 단립의 질화규소에 비해 우수함이 보고되고 있다. 이 복합체의 일반적인 미세구조는 첨가된 SiC 입자가 질화규소 기지상의 입계와 입내에 존재하는 형태이다. 그러나 첨가된 SiC 입자가 이들 복합체의 소결에 미치는 영향이나 미세구조 발현과정에 대한 연구가 충분히 진행되어 있지 않다.

본 연구에서는 가압소결중의 미세구조 변화를 sintering interruption 방법을 이용하여 이 재료의 미세구조 발현과정에 미치는 SiC의 영향을 분석하였다.

2. 실험방법

출발원료는 기지상으로 α-Si₃N₄와 이차상으로 입경이 다른 두 종류의 β-SiC 입자를 사용하였다. 또 소결조제로서 6 wt% Y₂O₃와 2 wt% Al₂O₃를 사용하였으며, SiC의 첨가량은 20 vol%로 고정하였다.

각각의 분말을 혼합한 후 graphite sleeve에 충전한 후 고온가압소결하였다. 소결과정 중의 미세구조 변화를 관찰하기 위하여, 1400, 1500, 1600, 1700, 1800℃까지 승온하여 5분간 유지한 후 냉각하였다. 또한 1800℃에서 2시간 동안 소결하여 이론밀도의 99.5% 이상 치밀화한 시편과 비교하였다.

얻어진 소결체의 밀도는 Archimedes법으로 측정하였고, 각 성분의 밀도로부터 계산한 이론 밀도와 상대밀도를 구하였다. 소결과정에서 결정상의 변화는 XRD를 사용하여 분석하였고, α-Si₃N₄의 (210) 피크와 β-Si₃N₄의 (210) 피크의 intensity로부터 α→β 상전이 정도를 구하였다.

소결체의 미세구조분석은 주사전자현미경과 투과전자현미경을 이용하여 온도에 따른 미세구조의 변화를 관찰하였다.

3. 실험결과

입경이 다른 SiC가 첨가된 두 조성 모두 1500℃에서 1700℃ 사이에서 소결이 급속히 이루어져 상대밀도가 약 40% 증가하였지만 평균입경이 작은 SiC를 사용한 조성에서의 소결이 늦게 일어났다. 그 이상의 온도에서 밀도증가량은 큰 입경의 SiC가 첨가된 조성은 3%로 작았지만, 작은 입경의 SiC가 첨가된 조성은 10%가 증가하여 1800℃에서 모두 99.5% 이상이었다.

큰 입자가 첨가된 조성은 1700℃와 1800℃ 사이에서 40%의 빠른 상전이를 보였지만, 작은 입자가 첨가된 조성은 1800℃까지는 완만하게 상전이가 일어나 치밀화가 늦음을 보였다. 두 조성에서 1500℃까지 상전이 정도가 같지만 밀도차가 나는 것은 큰 입자가 첨가된 조성이 액상소결 초기 단계인 입자재배열이 쉽게 일어나는 것을 나타낸다. 또한 이 조성은 1600℃와 1700℃ 사이에서 입자재배열과 상전이가 빠르기 때문에 밀도가 10% 높게 나타나고 있다.

미세구조분석결과 큰 입자가 첨가된 조성은 작은 입자가 첨가된 조성에 비해 입자재배열과 각주상의 결정립성장이 낮은 온도에서 일어나고 있어 밀도변화와 상전이 정도에 대한 결과와 일치하였다.