

탄화규소의 R-curve, 침식 및 마모 특성

채준혁* · 조성재* · 김석삼**

* 한국표준과학연구원

** 경북대학교 기계공학과

R-curve, erosion and wear of silicon carbide ceramics

Jun-Hyuck Chae* · Seong-Jai Cho* · Seock-Sam Kim**

*Korea Research Institute of Standards and Science, Material Evaluation Center.

**Department of Mechanical Engineering, Kyungpook National University.

Abstract—This paper addresses the R-curve properties, wear resistance, and erosion resistance of the two silicon carbide ceramics with different microstructures, i.e. , fine grained SiC and in situ-toughened SiC(IST SiC). Fine grained SiC exhibits a relatively flat R-curve behavior whereas the IST SiC exhibits a increasing R-curve behavior. The increasing R-curve behavior in IST SiC is attributed to relatively weak grain boundaries. The rate of material removal during wear tests and erosion tests was higher for IST SiC than that for fine grained SiC. This is attributed to the weaker grain boundaries in IST SiC than that in fine grained SiC. It is implied that fracture toughness in short crack regime should be taken into consideration in the interpretation of the microscopical material removal process. We show that the higher the strength of grain boundaries is, the higher wear and erosion resistances are.

Key words—in situ-toughened SiC, fine grained SiC, R-curve, fracture toughness, wear, erosion

1. 서 론

탄화규소 세라믹은 질화규소, 알루미늄과 함께 경도가 높고 화학적으로 안정하며 고온에서 높은 강도를 가진다. 일반적

으로 미소입자를 가진 세라믹은 큰 입자를 가진 세라믹보다 강도는 크고, 파괴인성은 작다. 그러나 미소균열의 경우 미소입자를 가진 세라믹보다 큰 입자를 가진 세라믹의 파괴인성이 작고 큰 균열의 경우는 이와

반대이다. 그 이유는 미소균열의 경우는 큰 입자를 가진 세라믹이 미소입자를 가진 세라믹보다 입계 강도가 약하기 때문이고 큰 균열의 경우는 큰 입자를 가진 세라믹이 입자 가교와 interlocking에 의해 파괴 인성이 높게 된 것이다. 또한 큰 입자를 가진 세라믹이 미소입자를 가진 세라믹보다 더 심한 마모와 침식을 한다. 그리고 입자가 클수록 입계미소파괴를 일으키는데 필요한 마모손상응력이 작아진다. 따라서 입계 미소파괴에 대한 저항이 클수록 마모 및 침식 저항이 큰 것을 알 수 있다. 이 논문의 목적은 액상 소결한 탄화규소의 경우에 입계 강도와 입계 미소파괴에 대한 저항이 클수록 마모 및 침식 저항이 크게 되는 것을 보여주는 것이다.

2. 실험 방법

2.1. 시편

SiC-8wt% Al₂O₃-10wt%Y₂O₃의 혼합분말을 탄화규소 볼, 에틸알콜과 함께 24시간 동안 ball milling을 한다. Ball milling한 재료를 건조한 후 100번 sieve로 체가름한다. 미소입자를 얻기 위해서 α SiC 혼합분말을 사용하여 1시간동안 진공상태에서 2000℃, 38MPa의 압력으로 40mm×40mm×5mm의 판으로 가압소결한다. 크고 길어진 입자를 얻기 위해서 β SiC 혼합분말을 사용하여 진공상태에서 1시간동안 1850℃, 38MPa로 가압소결하고 계속해서 1시간동안 1950℃, 38MPa로 40mm×40mm×7mm의 판으로 가압소결한다. 1850℃에서 가압소결을 하는 것은 β SiC를 일부만 $\beta \rightarrow \alpha$ 상변태를 시켜서 입성장의 핵으로서 작용하기 위함이고 밀도를 높이기 위해서 1950℃로 가압소결하였다.[1,2] 그리고 입성장

열처리를 위해서 GPS(Gas pressure sintering)로 β SiC 혼합분말을 packing powder로 사용하여 Ar 분위기상태에서 2000℃, 4시간동안 pressureless sintering 하였다. 밀도는 Archimedes 방법으로 측정하였다. 미세구조는 SEM(scanning electron microscopy)으로 관찰하였다. 굽힘강도는 각각 30, 10mm의 outer, inner span을 가진 4점 굽힘시험으로 측정하였다. 파괴인성은 SEPB방법으로 측정하였다 [3]. 비커스 압입 방법을 사용하여 R-curve를 나타내었다[4,8]. 입계강도에 대한 정성분석 정보를 얻기 위해 균열 형태를 관찰하였다.

2.2. 마모시험

미끄럼 마모시험은 미소입자를 가진 탄화규소와 입성장 열처리한 탄화규소(in-situ toughened SiC, IST SiC)을 지름 6.3mm와 두께 1.6mm의 디스크로 가공한 후 ball-on-three-flat 방법으로 마찰·마모 시험기를 사용한다. 마모시험 전에 디스크의 표면을 1 μ m diamond paste로 polishing을 한다. 사용된 볼은 Si₃N₄ 볼로 지름이 12.689mm이고, 거칠기가 0.015 μ mR_a이다. 세 개의 탄화규소 디스크 위에 질화규소 볼을 놓는다. 세 개의 디스크의 표면은 볼의 회전축에 대해 4면 좌표에 수직하게 배열되어 있고 볼을 통해 같은 분포의 하중을 받는다. 마모시험은 상온에서 행하여지고 볼의 회전속도는 200rpm이다. 윤활제로 Paraffin 오일을 사용한다. 모든 시험은 시험동안 오일에 잠겨진다. 마모는 디스크의 원형자국(scar)지름의 증가로 정량화를 한다. 마모 시험은 디스크에 생긴 scar의 직경을 측정하기 위해서 일정한 간격으로 멈춘다. 시험동안 질화규소 볼이 마모되므

다. 침식된 표면을 SEM으로 관찰하였다.

3.결과 및 고찰

3.1 재료 특성

Table 1은 미소입자를 가진 탄화규소와 IST 탄화규소의 상대밀도와 기계적 특성을 보여준다.

Table I. Mechanical Properties of fine grained SiC and in situ-toughened SiC

	fine grained SiC	IST SiC
상대밀도(%)	99.9	99.9
Vickers 경도 (GPa)	28	28
굽힘강도 (MPa)	480±33	270±40
파괴인성 (MPa·m ^{1/2})	3.9±0.1	5.4±0.8

미소입자를 가진 탄화규소의 상대밀도는 IST 탄화규소와 99.9%로 비슷하다. 비커스 경도(H_v)도 비슷하다. IST 탄화규소는 미소입자를 가진 탄화규소보다 굽힘강도는 작고, SEPB방법에 의해 구한 파괴 인성은 크다. Fig.1은 미소입자를 가진 탄화규소와 IST 탄화규소의 균열 형태를 보여준다. IST 탄화규소와 미소입자를 가진 탄화규소는 주로 입계 파괴 형태인 것을 알 수 있다. 따라서 IST 탄화규소는 미소 입자를 가진 탄화규소보다 긴 입자에 의한 입자가교 및 interlocking 등에 의해서 파괴인성이 높게 된다[2].

3.2 R-curve

Fig.2는 비커스 압입하중에 대한 굽힘강도의 그래프이다. 비커스 압입이전의 굽힘강도는 미소입자를 가진 탄화규소가 IST 탄화규소보다 더 높았다. 그러나 비커스 압

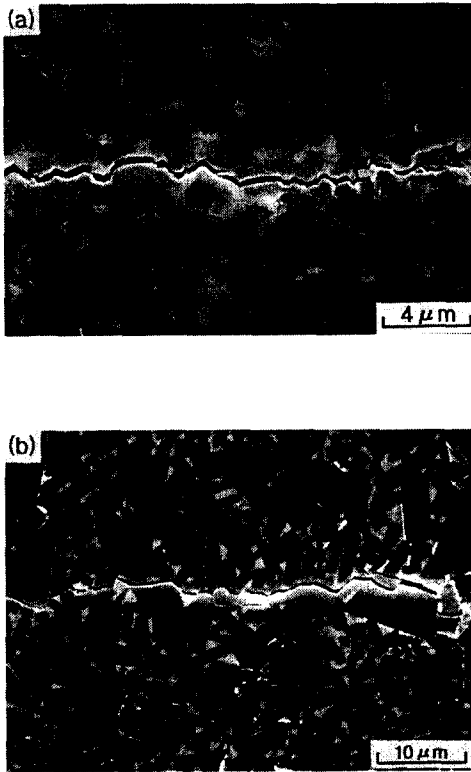


Fig.1 Crack patterns of (a)fine grained SiC (b)in situ-toughened SiC.

로 접촉면적 증가에 따른 압력저하 때문에 매 간격마다 새 볼로 교체하였다.

2.3. 침식시험

미소입자를 가진 탄화규소와 입성장 열처리한 탄화규소를 10mm×10mm×3mm의 크기로 가공하였다. 상온에서 침식시험을 하였다. 시편표면을 1μm diamond paste로 polishing을 하였다. 충돌각은 90°이다. 침식 입자는 지름이 150μm인 탄화규소이고 노즐을 통해 압축된 공기에 의해 이동되고 그 충돌속도는 100m/s이다. 노즐은 내경이 3mm이고 시편으로부터 10mm 떨어져 있

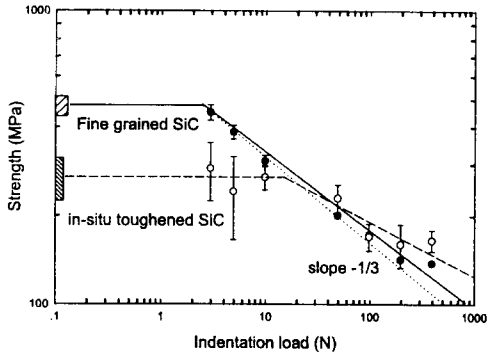


Fig.2 Diagrams of strength-indentation load data of fine grained SiC and in situ-toughened SiC.

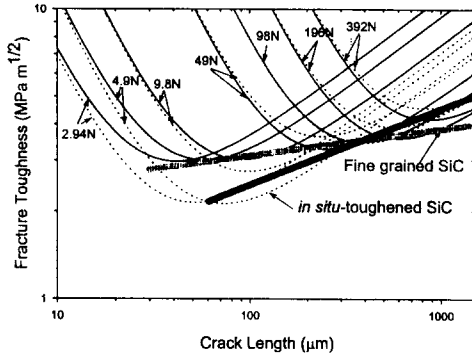


Fig.3 Toughness-curve diagrams of fine grained SiC and in situ-toughened SiC. Shaded bands are T-curve, plotted as locus tangency points for $K(c)$ -curve

입하중이 증가함에 따라 굽힘강도의 차이가 줄어들면서 큰 압입하중의 경우에 IST 탄화규소가 미소입자를 가진 탄화규소보다 굽힘강도가 크게 되었다. 이는 균열 진전에 대한 저항이 IST한 탄화규소가 HP한 탄화규소보다 더 크기 때문이다. Fig.3는 비커스 압입 방법을 사용해서 얻은 Toughness-curve이다[4,8]. Toughness curve에 공통 접선을 그은 band는

T-curve이다. IST 탄화규소는 증가하는 R-curve 거동을 하고, 미소입자를 가진 탄화규소는 flat R-curve 거동을 한다. Fig.3은 Fig.2에서의 비커스 압입하중과 강도의 데이터를 사용해 식(1)에 의해 얻은 그래프이다.

$$K(c) = K_A + K_R \quad (1)$$

$$= \psi \sigma c^{1/2} + \chi P c^{-3/2}$$

K_A 는 응력 σ 에 의한 응력 확대 계수이고 K_R 는 압입된 곳의 잔류응력에 기인한 응력확대계수이다. ψ 는 균열형상계수(crack geometry coefficient)이고, χ 는 잔류접촉 계수(residual-contact coefficient)이다. ψ 와 χ 는 각각 0.77과 0.067을 사용하였다 [8]. Fig.3에서 알 수 있듯이 IST한 탄화규소는 미소균열의 경우에 미소입자를 가진 탄화규소보다 파괴인성이 작지만 큰 균열의 경우에는 IST 탄화규소가 미소입자를 가진 탄화규소보다 파괴인성이 더 크다. 이는 작은 균열의 경우 입계강도는 IST 탄화규소가 미소입자를 가진 탄화규소보다 더 작기 때문에 IST 탄화규소의 파괴인성이 작은 것이고 큰 균열의 경우에는 입자가교나 interlocking에 의해 IST 탄화규소의 파괴인성이 더 크게 되었다.

3.3 마모

Fig.4는 상온에서 측정된 미소입자를 가진 탄화규소와 IST 탄화규소의 마모시험 결과이다. IST 탄화규소가 미소입자를 가진 탄화규소보다 마모량이 더 많은 것을 알 수 있다. Fig.5는 초기 마모단계에서는 grooving과 국부적인 입자 탈락에 의해 마모가 일어나고 마모 천이 후에는 입자 탈락이 더욱 심해지는 것을 보여준다. Fig.5(c)는 400N의 하중이 디스크에 가해

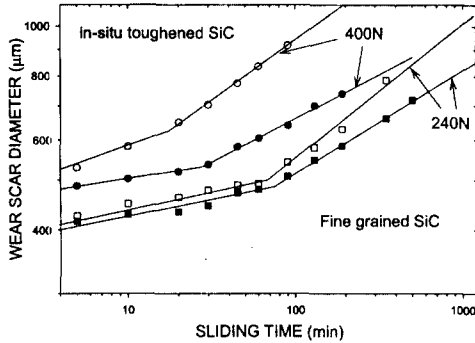


Fig.4 Plot of wear data for fine grained SiC (●,■) and in situ-toughened SiC(○,□). Change of log(wear scar diameter) as a function of log(sliding time) for different applied loads.

질 때 심각한 입자탈락이 되는 것을 보여 주고 있다. 소성변형에 의해 입계에 발생한 전위와 쌍정의 지속적인 축적이 결과적으로 파괴를 일으키는데 충분한 내부응력을 발생시킨다.[6] 따라서 초기마모단계동안 축적된 내부응력으로 인해 균열이 발생하고 진전을 한다. 따라서 입계강도가 더 약한 IST한 탄화규소가 마모동안 축적된 내부응력으로 인해 미소입자를 가진 탄화규소보다 더 빠른 미끄럼 속도에서 마모천이가 일어난다. 입계미소파괴를 일으키는데 필요한 마모손상응력은 입자크기가 증가할수록 작아진다[5]. 미소균열의 경우 IST 탄화규소가 미소입자를 가진 탄화규소보다 파괴인성이 작다. 이는 IST 탄화규소가 미소입자를 가진 탄화규소보다 입계강도가 더 작기 때문이다. 따라서 IST 탄화규소는 입계 미소파괴를 일으키는데 필요한 마모손상응력이 더 작게 된다. 따라서 입계미소파괴에 대한 저항이 IST 탄화규소가 미소입자를 가진 탄화규소보다 작게 된다. 그러므로 IST한 탄화규소가 미소

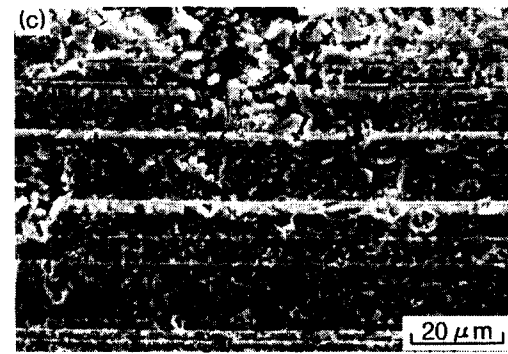
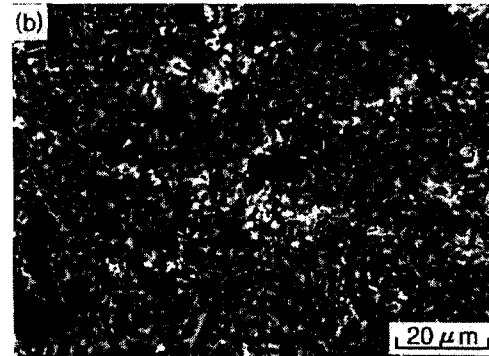
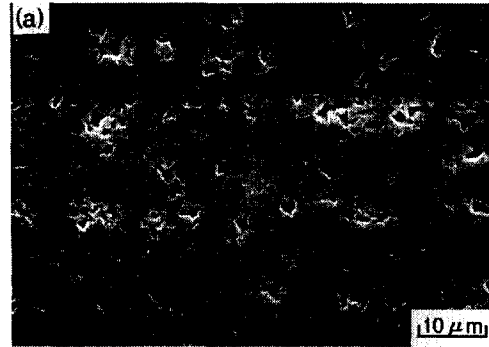


Fig.5 Microstructure of worn surface in (a) fine grained SiC before wear transition (tested for 30min under 240N), (b) IST SiC before wear transition (tested for 5min under 240N) and (c) IST SiC after wear transition (tested for 90min under 400N).

입자를 가진 탄화규소보다 더 빠른 미끄럼 시간에서 천이가 일어난다. 천이의 입계시

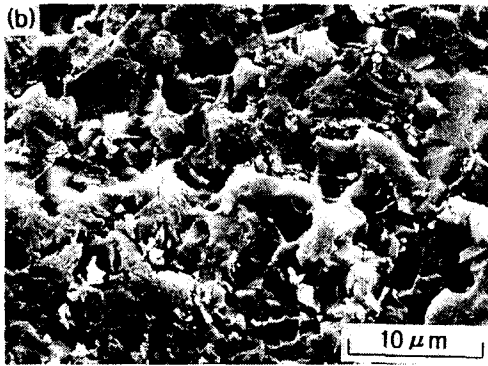
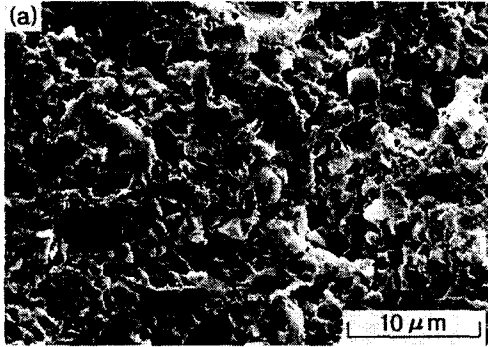


Fig.6 SEM micrographs of the eroded area of (a) fine grained SiC and (b) in situ-toughened SiC.

간은 적용하중에 의존한다. 즉 천이 시간은 하중이 증가할수록 더 빨라진다[7].

3.4 침식

Fig.6은 상온에서 침식시험을 한 미소입자를 가진 탄화규소와 IST 탄화규소를 SEM으로 관찰한 사진이다. Fig.7는 미소입자를 가진 탄화규소와 IST한 탄화규소의 침식율을 나타낸 그래프이다. 그림에서와 같이 파괴인성이 더 높은 IST 탄화규소가 미소입자를 가진 탄화규소보다 침식율이 높았다[9]. 그 이유는 미소입자를 가진 탄화규소의 입계강도가 IST 탄화규소보다 더 크기 때문에 침식입자의 충돌에

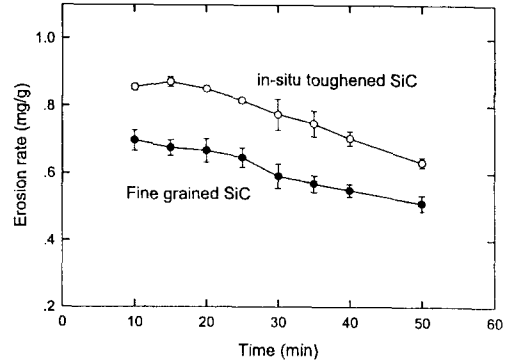


Fig.7 Erosion rate of fine grained SiC and in situ-toughened SiC.

의해 입계강도가 더 약한 IST한 탄화규소의 입자 탈락이 더 심했기 때문이다.

4. 결 론

IST 탄화규소와 미소입자를 가진 탄화규소의 균열 형상은 Fig.1에서 보는 바와 같이 입계파괴형상을 보여주고 있다. Fig.2에서처럼 IST 탄화규소가 미소입자를 가진 탄화규소보다 초기의 굽힘강도는 작지만 비커스 압입하중이 증가할수록 높게 된다. Fig.3에서처럼 큰 균열의 경우 IST 탄화규소가 미소입자를 가진 탄화규소보다 파괴인성이 크지만 미소균열의 경우는 파괴인성이 작다. 마모시험에서는 IST 탄화규소가 미소입자를 가진 탄화규소보다 마모 천이가 더 빨리 일어났다. 침식시험에서는 IST 탄화규소가 미소입자를 가진 탄화규소보다 침식율이 높았다. 이는 미소입자를 가진 탄화규소의 입계강도가 IST 탄화규소보다 더 크기 때문에 IST 탄화규소의 마모 및 침식이 더 심한 것이다. 입계미소파괴에 대한 저항은 미소균열에서 파괴인성이 작은 IST 탄화규소가 미소입자를 가

진 탄화규소보다 더 작다. 따라서 IST 탄화규소의 마모 및 침식저항이 미소입자를 가진 탄화규소보다 더 작다. 그러므로 입계강도가 높을수록 마모 및 침식 저항이 향상된다.

참고문헌

1. T. Sakai and T. Aikawa, "Phase Transformation and Thermal Conductivity of Hot-Pressed Silicon Carbide Containing Alumina and Carbon," J. Am. Ceram. Soc., Vol.71, No.1, pp. C-7—C-9, 1988.
2. N. P. Padture, "In Situ-Toughened Silicon Carbide," J. Am. Ceram. Soc., Vol.77, No.2, pp. 519-23, 1994.
3. T. NOSE and T. FUJII, "Evaluation of Fracture Toughness for Ceramic Materials by a Single-Edge-Pre-cracked-Beam Method," J. Am. Ceram. Soc., Vol.71, No.5, pp. 328-33, 1988.
4. L. M. Braun, S. J. Bennison and B. R. Lawn, "Objective Evaluation of Short Crack Toughness Curves Using Indentation Flaws: Case study on Alumina-Based Ceramics," J. Am. Ceram. Soc., Vol.75, No.11, pp. 3049-57, 1992.
5. S.-J. Cho, B. J. Hockey, B. R. Lawn, and S. J. Bennison, "Grain-Size and R-Curve Effects in the Abrasive Wear of Alumina," J. Am. Ceram. Soc., Vol.72, No.7, pp. 1249-52, 1989.
6. S.-J. Cho, H. Moon, B. J. Hockey and S. M. Hsu, "The Transition from Mild to Severe Wear in Alumina during Sliding," Acta metall. mater., Vol.40, No.1, pp. 185-192, 1992.
7. S.-J. Cho, C.-D. Um, and S.-S. Kim, "Wear and Wear Transition Mechanism in SiC during Sliding," J. Am. Ceram. Soc., Vol.78, No.4, pp. 1076-1078, 1995.
8. N. P. Padture and B. R. Lawn, "Toughness Properties of a Silicon Carbide with an In Situ Induced Heterogeneous Grain Structure," J. Am. Ceram. Soc., Vol.77, No.10, pp. 2518-22, 1994.
9. D.-S. Park, B.-D. Han, D.-S. Lim, and I.-W. Yeo, "A study on wear and erosion of sialon-Si₃N₄ whisker ceramic composites," wear, Vol.203-204, pp. 284-290, 1997.