

Al₂O₃+Y₂O₃를 첨가한 β-SiC+39vol.%ZrB₂ 복합체의 특성

신 용덕*, 주 진영*, 진 흥범**, 박 기엽***, 여 동훈****

*원광대학교 공과대학 전기전자공학부

**한국전기연구소 초전도 연구실

***부산정보대학 전기전자계열

****Pennstate Univ. MRL

Properties of the β-SiC+39vol.%ZrB₂ Composites with Al₂O₃+Y₂O₃ additives

Yong-Deok Shin*, Jin-Young Ju*, Hong-Bum Jin**, Gi-Yub Park***, Dong-Hun Yeo****.

*School of Electrical and Electronic, Wonkwang Univ.

**Division of Electrical Materials applied Superconductive Lab., KERI.

***Group dep. of Electrical and Electronics, PuSan College of Information Technology

****Pennstate Univ. MRL

Abstract - The β-SiC+ZrB₂ ceramic composites were hot-press sintered and annealed by adding 1, 2, 3wt% Al₂O₃+Y₂O₃(6 : 4wt%) powder as a liquid forming additives at 1950°C for 4h.

In this microstructures, no reactions were observed between β-SiC and ZrB₂, and the relative density is over 90.79% of the theoretical density and the porosity decreased with increasing Al₂O₃+Y₂O₃ contents. Phase analysis of the composites by XRD revealed of α-SiC(6H, 4H), ZrB₂, Al₂O₃ and β-SiC(15R).

Flexural strength showed the highest of 315.46MPa for composites added with 3wt% Al₂O₃+Y₂O₃ additives at room temperature.

Owing to crack deflection and crack bridging of fracture toughness mechanism, the fracture toughness showed the highest of 5.5328MPa·m^{1/2} for composites added with 2wt% Al₂O₃+Y₂O₃ additives at room temperature.

1. 서 론

SiC는 IV-IV화합물 반도체로 열도전성, 열충격저항성, 강도와 산화성이 우수하지만, 강한 공유결합성으로 인해 소결이 어렵고 높은 경도와 취성으로 인해 가공이 어려우며 파괴인성이 낮은 결점이 있다.^{1,2)}

천이금속의 붕화물인 ZrB₂는 3200°C의 높은 고온점과 금속적인 도전성을 이용하여 고온에서의 안정성을 갖는 SiC와 높은 금속성의 도전성을 갖는 ZrB₂를 각각의 특성을 살려 복합체를 제조하면 세라믹히터로서의 응용이 가능하다.^{3,4)}

따라서, 본 연구에서는 61vol.% β-SiC에 39vol.% ZrB₂를 혼합하고 이 혼합물에 대한 1, 2, 3wt.%의 Al₂O₃+Y₂O₃를 각각 첨가하여 아르곤 분위기에서 고온 가압소결법으로 제조한 β-SiC-ZrB₂계 도전성 복합체의 기계적 특성을 평가할 목적으로 X-ray 상분석, 상대 밀도, 격임강도(Modulus of Rupture), Vicker's 경도, 파괴인성치, SEM에 대하여 조사하였다.

2. 실험 방법

Al₂O₃+Y₂O₃의 첨가량 1, 2, 3wt.%에 따라 각각 SZ-AY₁, SZ-AY₂, SZ-AY₃로 시편을 명명하고, 실험순서는 Fig. 1에 나타내었다.

3. 결과 및 고찰

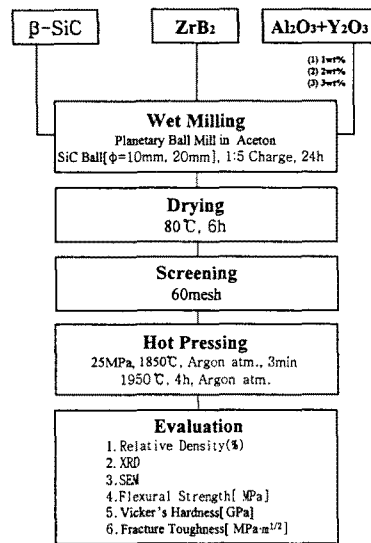


그림 1 실험순서

Fig. 1 Experimental process

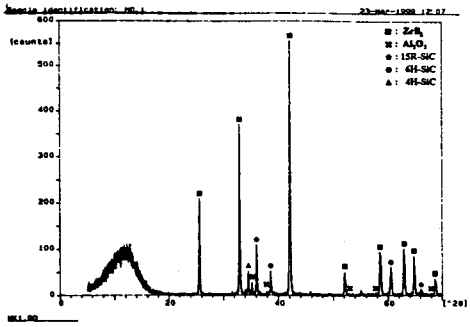
3.1 상분석 및 미세구조

상대밀도는 SZ-AY₁, SZ-AY₂, SZ-AY₃ 세 개의 시편에 대해 각각 6의 sample를 취하여 sample당 5회 실험한 측정치를 평균하였으며, 3wt%에서 97.3%로 가장 높게 나타나고 있으며, Al₂O₃+Y₂O₃의 첨가량이 증가할수록 porosity는 9.21 → 4.54 → 2.7%로 감소하고 있다.

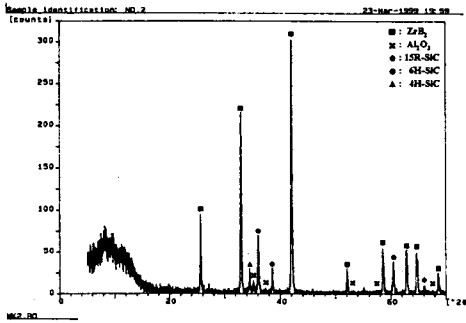
XRD분석결과는 그림 2에서 보여지듯이 ZrB₂입자는 SiC matrix상에 2차상으로 존재하고 SiC와 ZrB₂의 반응은 일어나지 않았으며 소결원조제로 첨가제한 Al₂O₃와 Y₂O₃ 상중에서는 Al₂O₃상만이 미세하게 나타나고 있다. SiC는 6H, 4H polytype으로 변하여 β상에서 α상으로 약간의 천이를 보여주고 있으며, 15R상도 나타나고 있다.

3.2 격임강도

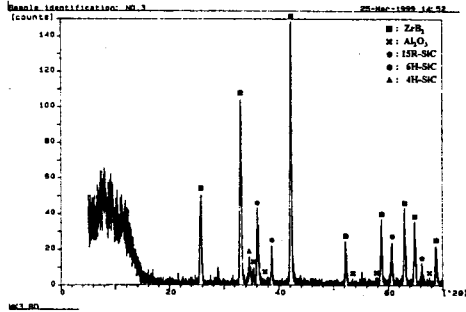
Fig. 3은 각 시편당 3회씩 3점 곡강도 시험법(JIS R1601)으로 실온에서 측정하여 격임강도의 최고 최저 및 평균값을 나타낸 것인데, SZ-AY₁가 299.12MPa로 가장 낮게 나타나고, SZ-AY₃가 315.46MPa로 가장 높게 나타나고 있다. 이것은 기공율이 Al₂O₃+Y₂O₃의 첨가량이 증가할수록 줄어들어 상대밀도가 증가되어서 격임강도도 증가하였다.



(a) SZ-AY₁



(b) SZ-AY₂



(c) SZ-AY₃

그림 2 SZ-AY₁, SZ-AY₂와 SZ-AY₃의 X선 회절 분석

Fig. 2 X-ray diffraction analysis of SZ-AY₁, SZ-AY₂ and SZ-AY₃

그림 4 (a), (b), (c)는 적임강도를 측정 한 파단면의 etched surface를 나타낸 것이다. Al₂O₃+Y₂O₃의 첨가로 인한 액상소결과 ductile-brittle인 ZrB₂의 유연성 때문에 SiC의 grain 성장은 이루어지지만 SZ-AY₃ 일때가 SiC grain 상호간의 interconnect상태와 cluster된 현상이 가장 두드러지게 나타나고 있다. 이와 같은 현상으로도 SZ-AY₃의 적임강도가 높게 나타나고 있는 이유를 보완 설명할 수가 있다.

3.3 파괴인성

Fig. 5은 비커스 압입법으로 경도를 5회 측정하여 A. G. Evans & T. R. Wilshaw의 식⁵⁾으로 파괴인성치

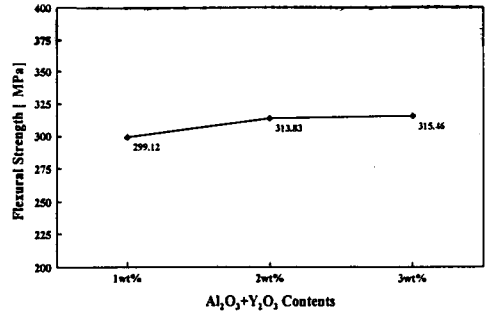
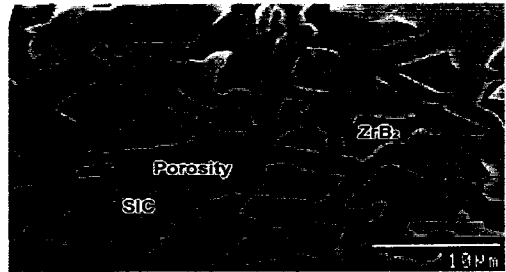


그림 3 Al₂O₃+Y₂O₃를 첨가한 β-SiC+ZrB₂의 적임강도

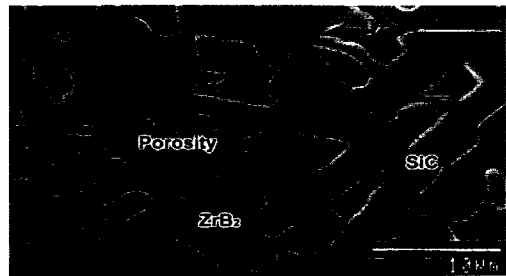
Fig. 3 Flexural strength of the β-SiC+ZrB₂ with Al₂O₃+Y₂O₃ contents.



(a) SZ-AY₁



(b) SZ-AY₂



(c) SZ-AY₃

그림 4 SZ-AY₁, SZ-AY₂과 SZ-AY₃ 에칭 표면의 SEM사진

Fig. 4 SEM micrograph of the etched surface of SZ-AY₁, SZ-AY₂ and SZ-AY₃

를 계산하여 최고, 최저 및 평균값을 나타낸 것이며 Al₂O₃+Y₂O₃의 첨가량이 2wt%가 평균 5.5328MPa·m^{1/2}으로 가장 높게 나타나고 있으며, 1wt%가 평균

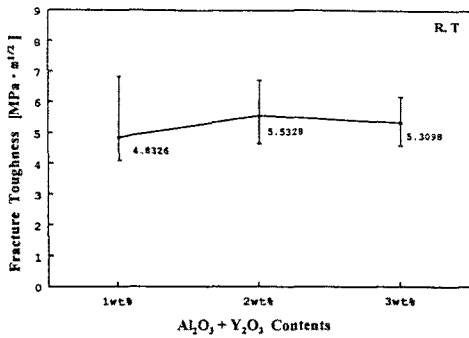


그림 5 Al₂O₃+Y₂O₃를 첨가한 β-SiC-ZrB₂의 파괴인성

Fig. 5 Fracture toughness of the β-SiC+ZrB₂ with Al₂O₃+Y₂O₃ contents.

4.8326MPa · m^{1/2}으로 가장 낮게 나타나고 있다.

파괴인성 값은 SZ-AY₂일 때 가장 크게 나타나는 데 이것은 Fig. 6에서 나타나듯이 SZ-AY₁과 SZ-AY₃는 파괴강도를 증가시키는 mechanism들 중에 crack deflection현상과 crack bridging현상이 나타나면서 입재를 직선적으로 지나는 형태도 보이지만 SZ-AY₂는 crack deflection현상과 crack bridging현상이 SZ-AY₁과 SZ-AY₃보다 더 많이 나타나고 있다.

4. 결 론

β-SiC+ZrB₂에 Al₂O₃+Y₂O₃(6 : 4mixture of Al₂O₃ and Y₂O₃)의 첨가량을 1, 2, 3wt%로 변화시켜 고온가압과 4시간 동안 annealing에 의하여 소결한 복합체의 상대밀도와 파괴인성 특성을 조사한 결과는 다음과 같다.

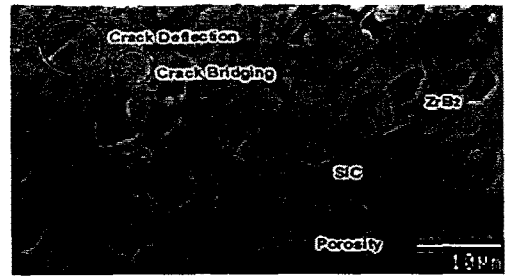
복합체의 상대밀도는 첨가제인 Al₂O₃+Y₂O₃ 첨가가 증가할수록 porosity는 9.21→4.54→2.7%로 감소하고 있다.

XRD분석에 의하면 SiC와 ZrB₂는 서로 반응하지 않고, SiC는 α상인 4H, 6H polytype으로 변화하였고, β상인 15R상도 나타나고 있다.

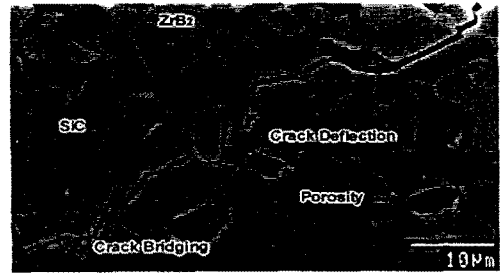
격임강도는 3wt%일 때 315.46MPa로 가장 높은 값을 나타내고 있으며, 파괴인성치는 Al₂O₃+Y₂O₃의 첨가량이 1, 2, 3wt%일 때 각각 4.8326, 5.5328, 5.3098MPa · m^{1/2}로 나타나고 있으며 첨가량이 2wt%일 때 가장 높게 나타나고 있다.

{참 고 문 헌}

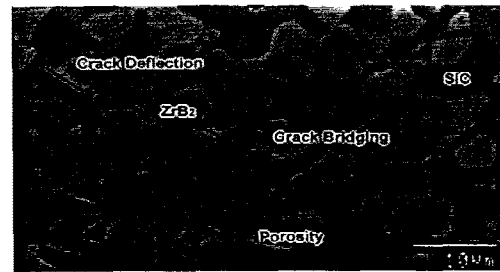
- [1] Kazuo Okano, "Electrical Conduction in Sintered SiC", Yogyo-Kyokai-Shi, 94 (1), pp. 229-235, 1986.
- [2] Yukio Takeda, Kousuke Nakamura, Kunihiro Maeda and Yasuo Matsushita, "Effect of Elemental Additives on Electrical Resistivity of Silicon Carbide Ceramics", J. Am. Ceram. Soc., 70 (10), pp. C-266-C-267, 1987.
- [3] Yong Deok Shin and Jin Young Ju "Properties and Manufacture of the β-SiC-ZrB₂ Composites Densified by Liquid-Phase Sintering" Trans. KIEE, Vol. 48 C, NO 2, pp. 92-97, 1999.
- [3] Ken Takahashi, Ryutarou Jimbou, Yasuo Matsushita and Tetsuo Kosugi, "Electrical Resistivity of SiC-ZrB₂ Electro-Conductive Ceramic Composites", Yogyo-Kyokai-Shi, 94 (1), pp. 224-228, 1986.
- [4] A. G. Evans and T. R. Wilshaw, "Quasi-Static Solid Particle Damage in Brittle solids-1. Observation Analysis and implication" Acta Metallurgica, Vol. 24, pp. 939-956, 1976.



(a) SZ-AY₁



(b) SZ-AY₂



(c) SZ-AY₃

그림 6 SZ-AY₁, SZ-AY₂과 SZ-AY₃의 파괴거동 SEM 사진

Fig. 6 SEM micrographs of crack propagation of SZ-AY₁, SZ-AY₂ and SZ-AY₃