

Annealing 온도 변화에 따른  $\beta$ -SiC-TiB<sub>2</sub> 도전성 세라믹 복합체의 특성 연구

신용덕\*, 주진영\*\*, 최광수\*, 오상수\*, 이동윤\*\*\*,  
\*원광대학교 전기 전자 및 정보공학부, \*\*한보 NISCO 기술연구소, \*\*\*중부대학교 정보공학부

A study on the properties of the Electroconductive Ceramic SiC-TiB<sub>2</sub> Composites according to Annealing Temperature.

Yong-Deok Shin\*, Jing-Young Ju\*\*, Kwang-Soo Choi\*, Sang-Soo Oh\*, Dong-Yoon Lee\*\*\*  
\* College of Electrical Electronic and Information Engineering Wonkwang University, \*\*HANBO NISCO, \*\*\*College of Information Engineering Joongbu University.

**Abstract** - The composites were fabricated 61vol.%  $\beta$ -SiC and 39vol.% TiB<sub>2</sub> powders with the liquid forming additives of 12wt% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> by pressureless annealing at 1700°C, 1750°C, 1800°C for 4 hours respectively. The result of phase analysis of composites by XRD revealed  $\alpha$ -SiC(6H), TiB<sub>2</sub>, and YAG(Al<sub>5</sub>Y<sub>3</sub>O<sub>12</sub>) crystal phase. The relative density and the Young's modulus showed the highest value of 92.9701% and 92.884Gpa for composites by pressureless annealing temperature 1700°C at room temperature.

1. 서론

SiC의 난소결성 문제를 해결하기 위하여 약 1950°C 이상에서 각종 소결 첨가제를 사용한 액상 소결 방법과 고상 소결 방법을 이용한 고온 가압 소결법이 널리 사용되어지고 있다.[1-3]

이러한 난소결성 문제와 1000°C이하에서 PTCR 특성을 나타내기 위하여 본 저자들은 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>의 첨가량을 변화시키면서 1800°C에서 열처리과정을 변화하여 제조한 SiC-TiB<sub>2</sub> 복합체의 기계적, 전기적 성질을 조사한 바 있다(4-5). 본 연구에서는 상압 소결의 가능성 진단과 annealing 온도 변화에 따라 각 특성을 분석하려고 한다. SiC-TiB<sub>2</sub> 복합체를 1700°C, 1750°C, 1800°C annealing 변화에 의해 소결하였다. 이러한 복합체의 특성을 평가할 목적으로 XRD분석, 상대밀도, 격입강도, Young's Modulus, 파단면의 SEM등에 대하여 조사하였다.

2 실험 방법

2-1 출발 원료 및 혼합

본 실험에서 사용된  $\beta$ -SiC와 TiB<sub>2</sub>는 독일 H. C. Starck사의 grade BF12와 grade C 제품을 사용하고, 소결 첨가제로 쓰인 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(99.5%)와 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(99.99%)는 각각 일본 Showa chemical inc.사의 제품과 미국 Aldrich chemical company, inc.사의 제품을 이용하였다.

starting power인  $\beta$ -SiC와 TiB<sub>2</sub>를 혼합하고, 이 혼합물에 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(6:4mixture of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)를 첨가하였다. 준비된 분말을 증류수와 함께 SiC ball을 이용하여 잘 혼합하였다.

2-2 소결

$\beta$ -SiC-TiB<sub>2</sub>에 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(6:4mixture of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)를 12wt%를 혼합한 분말을 흑연 몰드에 넣고 흑연 유도 가열시 가압소결로(Astro, California, U.S.A)로 아르곤 가스 분위기에서 소결시켰다.

소결 과정은 그림1에 나타내었다.

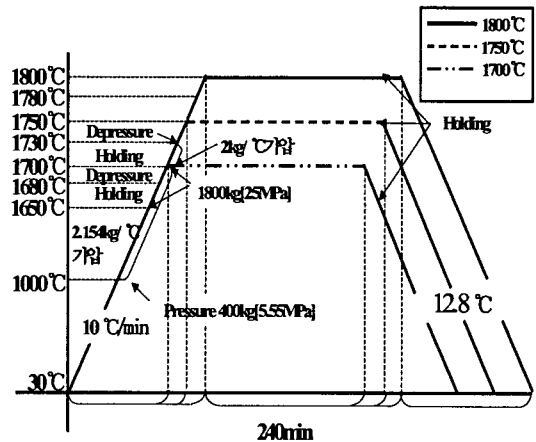


그림 1 승온 및 냉각 프로 그램  
Fig.1 Heating & cooling schedule

2-3 물성 측정

$\beta$ -SiC-TiB<sub>2</sub>에 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>를 첨가한 세라믹 복합체의 이론밀도는 혼합법칙에 의해서 구해졌고, 상대밀도는 증류수를 이용한 아르키메데스법으로 annealing 온도 변화에 의해 소결된 각 시편을 40회 측정된 값의 평균 값을 취하였다.

소결시편의 상분석은 XRD(PW1700 system, Philips, U.S.A.)을 이용하여 분석하였고, 미세구조는 각시편의 격입강도 측정이 끝난 시편의 파단면을 (JSM-840A Jeol, Japan)를 이용하여 관찰하였다.

파괴강도 측정용 시편의 크기는 3×4×25 mm<sup>3</sup>이며, 10 μm의 다이아몬드 분말로 표면을 연마한 후, 재료시험기(Instron, Model 4204)를 이용하여 cross head 하강속도를 0.5 mm/min의 조건으로 3점 곡강도 시험법(JIS R 1601)에 의해 시편당 3회 측정하였다.

3. 실험 결과 및 고찰

3-1 상대 밀도

그림 2에 나타난 바와 같이 annealing 온도가 낮아질수록 상대 밀도 값이 높게 나타나고 있다.

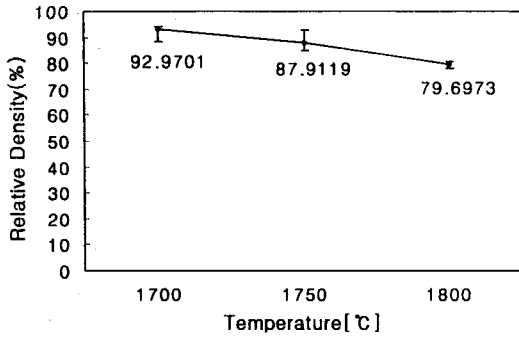


그림 2 Annealing 온도 변화에 따른 SiC-TiB<sub>2</sub> 복합체의 상대 밀도  
 Fig. 2 Relative density of the SiC-TiB<sub>2</sub> composites according to annealing temperature.

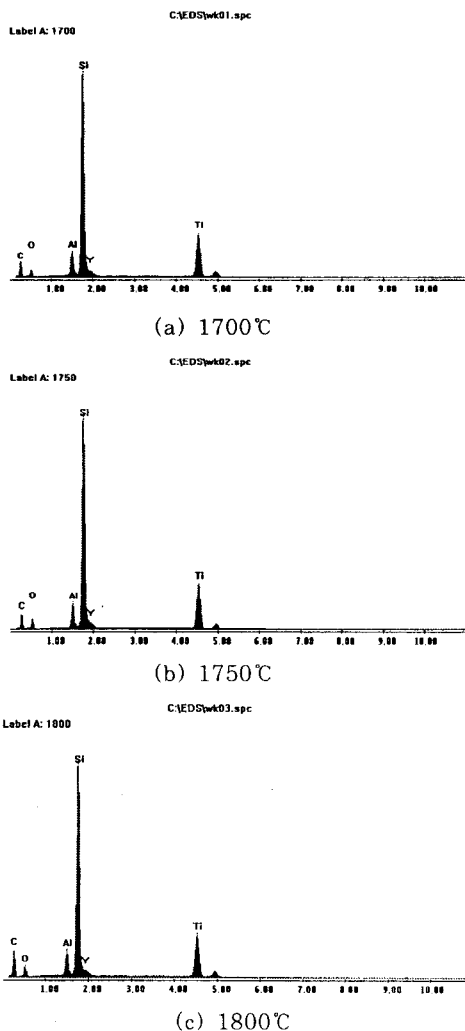


그림 3 Annealing 온도에 변화에 따른 SiC-TiB<sub>2</sub> 복합체의 EDS 분석  
 Fig. 3 EDS analysis of the SiC-TiB<sub>2</sub> composites according to annealing temperature.

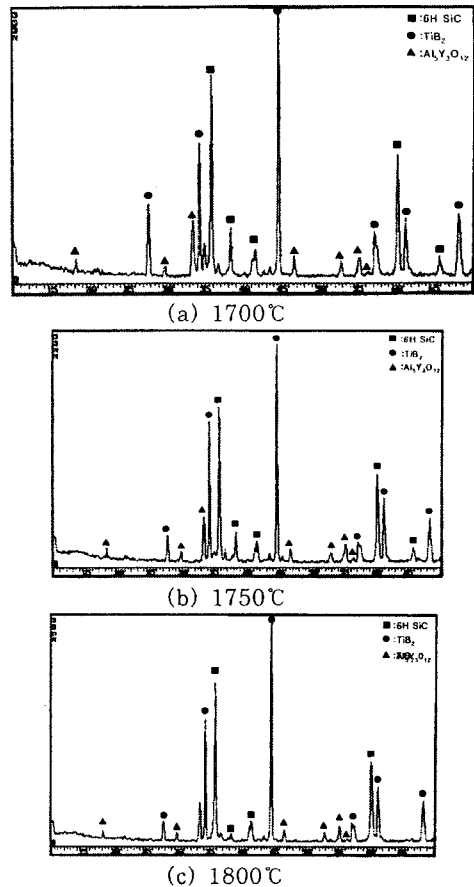


그림 4 Annealing 온도 변화에 의한 SiC-TiB<sub>2</sub> 복합체의 X선 회절 분석  
 Fig. 4 X-ray diffraction analysis of SiC-TiB<sub>2</sub> composites according to annealing temperature

그림 3의 EDS 분석과 그림 4의 X선 회절분석에 나타난 바와 같이 annealing 온도가 높아질수록 6H SiC 결정상이 적게 나타나고 있다.

### 3-2 꺾임 강도 및 Young's Modulus

그림 5, 6에 나타난 바와 같이 annealing 온도가 낮아질수록 꺾임 강도와 Young's modulus가 낮게 나타나고 있다.

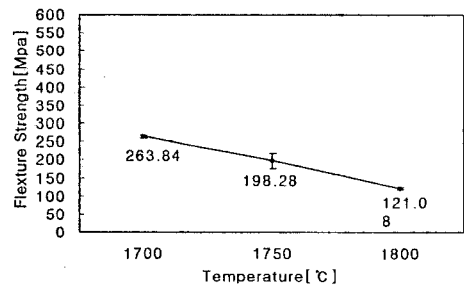


그림 5 Annealing 온도 변화에 따른 SiC-TiB<sub>2</sub> TiB<sub>2</sub> 복합체의 3점 꺾임 강도  
 Fig. 5 Three-point flexural strength of the SiC-TiB<sub>2</sub> composites according to annealing temperature

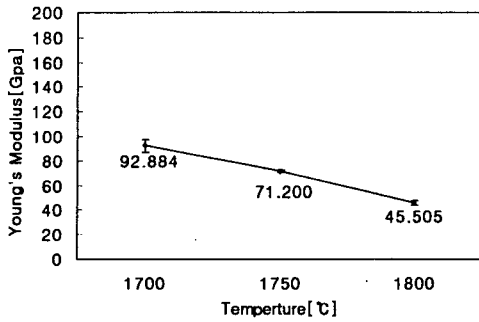
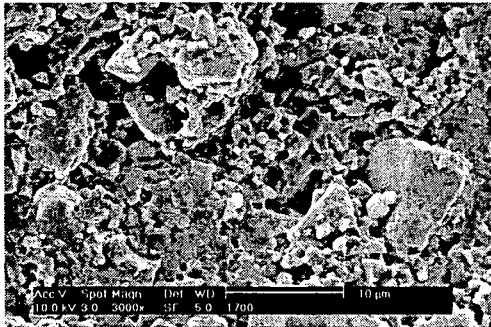
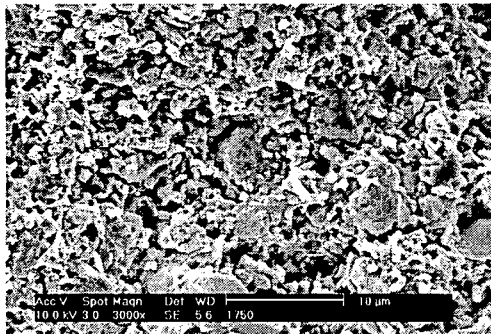


그림 6 Annealing 온도 변화에 따른 SiC-TiB<sub>2</sub> 복합체의 Young's modulus  
 Fig. 6 Young's modulus of the SiC-TiB<sub>2</sub> composites according to annealing temperature

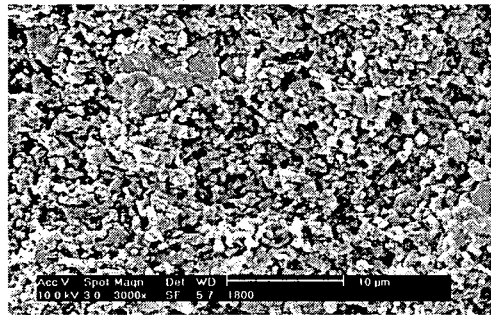
### 3-3 미세 구조 관찰



(a) 1700°C



(b) 1750°C



(c) 1800°C

그림 7 Annealing 온도 변화에 따른 SiC-TiB<sub>2</sub> 복합체의 SEM

Fig. 7 SEM of the SiC-TiB<sub>2</sub> composites according to annealing temperature

그림 7의 SEM 관찰에서도 annealing 온도가 높아 질수록 elongated SiC가 적게 나타나고 있다.

### 3. 결 론

1700°C, 1750°C, 1800°C에서 각각 무가압 annealing에 의하여 소결한 SiC-TiB<sub>2</sub> 복합체의 특성을 조사한 결과는 다음과 같다.

1) Annealing 온도가 낮을수록 YAG (Al<sub>5</sub>Y<sub>3</sub>O<sub>12</sub>)상이 증가하여 상대밀도가 높게 나타나고 있다.

2) 적임강도, Young's modulus 등 기계적 특성도 Annealing 온도가 낮을수록 높게 나타나고 있다.

이러한 결과로 볼 때 일반적인 SiC 소결 온도 1950°C보다 약 250°C 낮은 온도, 즉 무가압 1700°C에서 상압 소결 가능성을 보여주고 있으며 기계적 특성이 가장 좋게 나타나고 있다.

### (참 고 문 헌)

- [1] Dong-Haukuo, Waltraud M. Kriven "Mechanical Behavior and Microstructure of SiC and SiC/TiB<sub>2</sub> Ceramics" Journal of European Ceramic Society, Vol. 18, No. 5, pp 51-57 1997.
- [2] Zhu Degui, Liu Shikai, Yin Xiandong, Yang Liu, Xiao Chuanchun, Zhou Haoming, Zhang Jianyong "In-situ HIP synthesis of TiB<sub>2</sub>/SiC ceramic composites" Journal of Material Processing Technology, 89-90, pp 457-461 1999.
- [3] Min-Jin Kim, Young-Wook Kim, Wonjoong Kim "Effect of Additive Amount on Microstructure and Fracture Toughness of SiC-TiC Composites The Korean Journal of Ceramics, 6(2), pp 91-95, 2000.
- [4] Seung Hyuk Yim, Yong Deok Shin, Jin Young Ju, Se Won Yoon and Joon Tae Song "Properties of β-SiC-TiB<sub>2</sub> Composites with Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Additives", KIEE Vol. 49, No. 7, pp 394-398, 2000.
- [5] Seung Hyuk Yim, Yong Deok Shin and Joon Tae Song "The Properties of β-SiC-TiB<sub>2</sub> Electroconductive Ceramic Composites Densified by Liquid-Phase Sintering" KIEE Vol. 49, No. 9, pp 510-515, 2000.