

# 무가압 Annealing한 Beta-SiC-TiB<sub>2</sub>계 전도성 복합체의 특성에 미치는 YAG의 영향

Effects of YAG on the Properties of the  $\beta$ -SiC-TiB<sub>2</sub> System Composites by Pressurless Annealing

이 동 윤\*, 주 진 영\*\*, 최 광 수\*\*, 신 용 덕\*\*

( Dong-Yoon Lee\*, Jing-Young Ju\*\*, Kwang-Soo Choi\*\*, Yong-Deok Shin\*\*)

## Abstract

The composites were fabricated 61vol%  $\beta$ -SiC and 39vol.% TiB<sub>2</sub> powders with the liquid forming additives of 8, 12, 16wt% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> by pressureless annealing at 1650°C for 4 hours to form YAG. 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 82.29% and 54.60 Gpa for composites added with 16wt% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> additives at room temperature.

**Key Words** : Pressureless annealing, YAG(Al<sub>5</sub>Y<sub>3</sub>O<sub>12</sub>), Young's Modulus

## 1. 서론

SiC의 난소결성 문제를 해결하기 위하여 소결방식은 일반적으로 약 1950°C 이상에서 각종 소결첨가제를 사용한 액상소결방법과 고상소결방법을 이용한 고온가압소결법이 널리 사용되어지고 있다.

이러한 난소결성 문제와 1000°C 이하에서 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[1-2]. 이 결과에 따르면

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 첨가하여 무가압 열처리한 복합체에서 가압 열처리의 복합체보다 밀도는 떨어지나 파괴인성의 증진과 전기저항률 감소를 보이고 있다. 본 연구에서는 상압소결의 가능성을 진단과 액상소결 첨가제인 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>의 최적 point를 찾기 위하여 8, 12, 16wt%를 첨가한 SiC-TiB<sub>2</sub>계의 복합체를 1650°C 소결온도로 무가압 annealing 소결하였다. 이러한 복합체의 특성을 평가할 목적으로 XRD분석, 상대밀도, 격입강도, Young's Modulus, 경도, 파단면의 SEM 등에 대하여 조사하였다.

## 2. 실험방법

### 2.1 시편제조

본 실험에서 사용된  $\beta$ -SiC와 TiB<sub>2</sub>는 독일 H. C. Starck사의 Grade BF12와 Grade C제품을 사용하였고, 소결첨가제로 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 이

\* 중부대학교 정보공학부  
(충남 금산군 추부면 마전리 산 2-25  
Tel: 041-750-6209  
E-mail : dylee@joongbu.ac.kr)  
\*\* 원광대학교 전기전자 및 정보공학부  
(전북 익산시 신용동 원광대학교,  
Fax: 063-850-6736  
E-mail : ydshin@wonkwang.ac.kr)

용하였다.

출발원료는  $\beta$ -SiC에  $TiB_2$ 를 혼합하고, 이 혼합물에 8, 12, 16wt%의  $Al_2O_3+Y_2O_3$ (6 : 4 mixture of  $Al_2O_3$  and  $Y_2O_3$ )를 첨가하였다. 이렇게 준비된 분말을 아세톤과 SiC 불을 이용하여 잘 혼합시킨 후 80°C에서 6시간동안 건조시켰다. 건조된 시료는 60 mesh 망체로 체가름하였고, 소결 과정은 그림 1에 나타내었다.

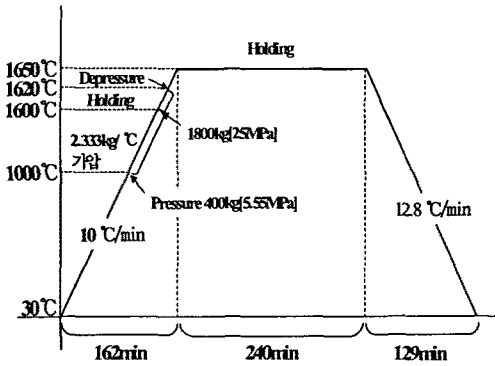


그림 1 승온 및 냉각 프로그램  
Fig. 1 Heating & cooling schedule

## 2.2 물성 측정

$\beta$ -SiC- $TiB_2$ 에  $Al_2O_3+Y_2O_3$ 를 첨가한 세라믹 복합체의 이론밀도는 혼합법칙에 의해서 구해졌고, 상대밀도는 증류수를 이용한 아르키메데스법으로 8, 12, 16 wt%에 대해 각 시편당 40회 측정된 값의 평균값을 취하였다.

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

파괴강도 측정용 시편의 크기는  $3 \times 4 \times 25 \text{ mm}^3$ 이며, 10  $\mu\text{m}$ 의 다이아몬드 분말로 표면을 연마한 후, 재료시험기(Instron, Model 4204)를 이용하여 0.5 mm/min의 조건으로 곡강도 시험법(JIS R 1601)에 의해 3점 곡강도를 각 시편당 3회 측정하였다.

경도측정은 시편을 0.1  $\mu\text{m}$  다이아몬드 분말로 최종 경면 가공한 후 비커스 미소경도시험기(Matsuzawa, Model DVK-2, Japan)를 이용하여 Vicker's 압인법(Indentation Method)으로 측정하였

다. 시편에 가한 하중은 10 kgf, 40  $\mu\text{m}/\text{sec}$ , 유지시간은 10초로 하였으며, 각 시편당 5회 측정하였다.

## 3. 결과 및 고찰

### 3.1 상대밀도

상대밀도는 그림 2에 나타난바와 같이  $Al_2O_3+Y_2O_3$ 의 첨가량이 증가할수록 높게 나타나고 있다. 이것은 소결과정 중 carbon의 oxygen에 대한 높은 친화력으로 인하여 SiC와  $Al_2O_3$ 간의 반응으로 인해 생성되는  $Al_2O$ , SiO, CO등의 성분이 휘발됨에 따라 나타난 기공을 YAG( $Al_5Y_3O_{12}$ )상이 형성되어 기공을 채워주므로써 밀도가 증가하였다.

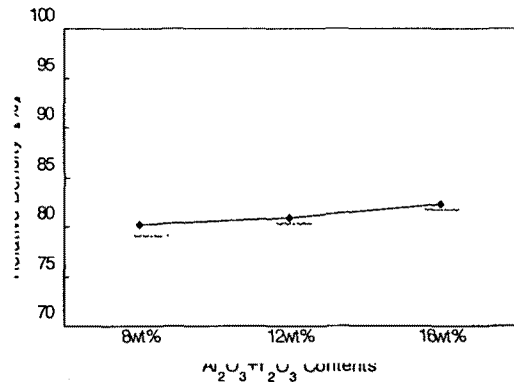
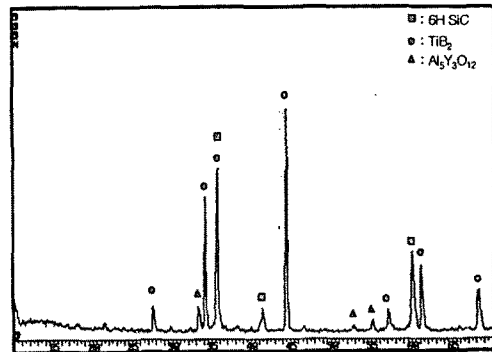
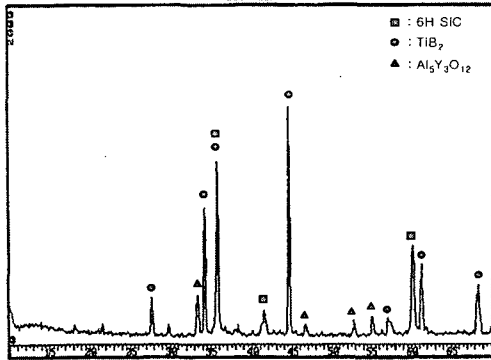


그림 2  $Al_2O_3+Y_2O_3$ 양의 변화에 따른  $\beta$ -SiC- $TiB_2$ 의 상대 밀도

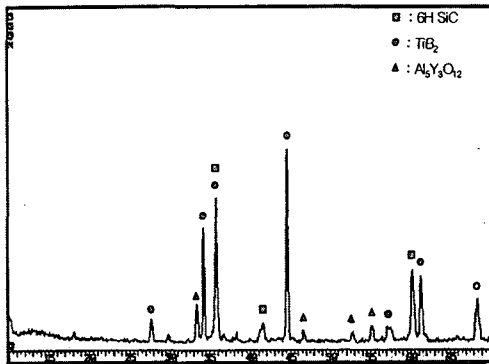
Fig. 2 Relative density the  $\beta$ -SiC- $TiB_2$   $Al_2O_3+Y_2O_3$  with contents



(a) 8wt%



(b) 12wt%



(c) 16wt%

그림 3  $\beta$ -SiC-TiB<sub>2</sub>의 XRD 분석  
Fig. 3 X-ray diffraction analysis  
 $\beta$ -SiC-TiB<sub>2</sub>

그림 3에 나타나듯이 XRD분석 결과  $\beta$ -SiC와 TiB<sub>2</sub>의 반응은 나타나지 않았고, EDS분석 결과 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>의 첨가량이 증가할수록 YAG상이 증가하는 현상이 나타나고 있다. 또한 SiC는 6H polytype으로 변하여  $\beta$ -SiC상에서  $\alpha$ -SiC상으로 상전이라도 나타나고 있다.

### 3.2 꺾임강도 및 Young's Modulus

그림 4, 5에 나타난 바와 같이 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 첨가량이 증가할수록 꺾임 강도와 Young's Modulus가 높게 나타나고 있다

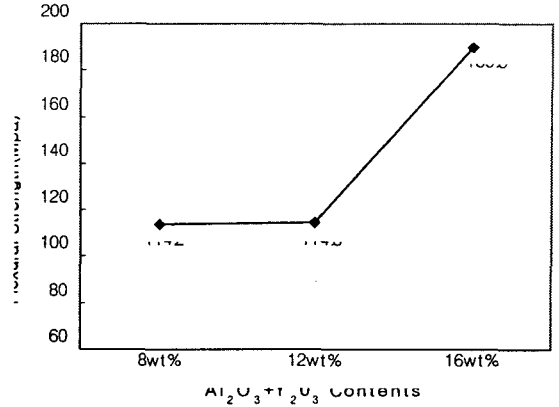


그림 4 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>양의 변화에 따른  $\beta$ -SiC-TiB<sub>2</sub>의 3점 꺾임 강도

Fig. 4 Three-point flexural strength of the  $\beta$ -SiC-TiB<sub>2</sub> with Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> contents

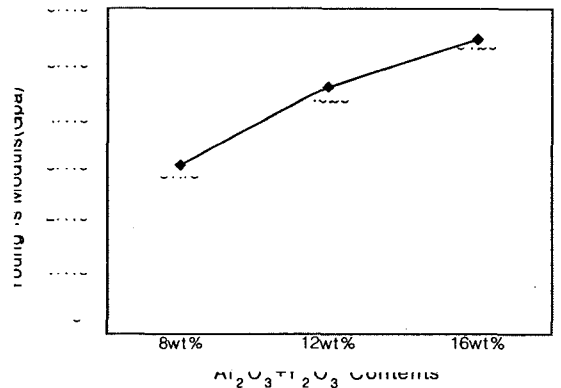


그림 5 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>양의 변화에 따른  $\beta$ -SiC-TiB<sub>2</sub> with Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> contents

Fig. 5 Young's Modulus the  $\beta$ -SiC-TiB<sub>2</sub> with Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

contents

### 3.3 Vicker's Hardness

그림 6에 나타난 바와 같이 경도 값도 밀도, 꺾임강도 및 Young's modulus와 같은 경향을 보이고 있다. 이는 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 첨가량이 많을수록 YAG상이 형성되어 기공을 채워줌으로써 높게 나타나고 있는 것으로 사료된다.

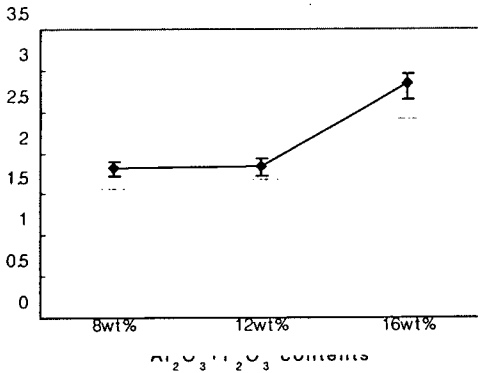


그림 6  $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{Y}_2\text{O}_3$  양의 변화에 따른  $\beta$ -SiC-TiB<sub>2</sub>의 Vicker's 경도

Fig. 6 Vicker's hardness of  $\beta$ -SiC-TiB<sub>2</sub> with  $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{Y}_2\text{O}_3$  contents

#### 4. 결론

$\beta$ -SiC-TiB<sub>2</sub> 도전성 복합체에  $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{Y}_2\text{O}_3$ 의 첨가량을 8, 12, 16wt%로 변화시켜 1650°C에서 무가압 annealing에 의하여 소결한 복합체의 특성을 조사한 결과는 다음과 같다.

1)  $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{Y}_2\text{O}_3$ 의 첨가량이 증가할수록 YAG ( $\text{Al}_5\text{Y}_3\text{O}_{12}$ )상이 증가하여 상대밀도가 높게 나타나고 있다.

2) 격입강도, Young's Modulus 와 경도등의 기계적 특성도  $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{Y}_2\text{O}_3$ 의 첨가량이 증가할수록 높게 나타나고 있다.

이러한 결과로 볼 때 일반적인 SiC 소결온도 1950°C보다 약 300°C 낮은 온도, 즉 1650°C에서 상압 소결 가능성을 보여주고 있으며 16wt%  $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{Y}_2\text{O}_3$  첨가한 복합체에서 기계적 특성이 가장 좋게 나타나고 있다.

#### [참고문헌]

- [1] Seung Hyuk Yim, Yong Deok Shin, Jin Young Ju, Se Won Yoon and Joon Tae Song "Properties of  $\beta$ -SiC-TiB<sub>2</sub> Composites with  $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{Y}_2\text{O}_3$  Additives" KIEE Vol. 49, No. 7, pp. 394-398. 2000
- [2] Seung Hyuk Yim, Yong Deok Shin and Joon Tae Song, "The Properties of  $\beta$ -SiC-TiB<sub>2</sub> Electroconductive Ceramic

Composites Densified by Liquid-Phase Sintering" KIEE Vol. 49, No. 9, pp. 510-515. 2000

- [3] 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