

반응소결 SiC 재료의 미세조직 및 강도 특성

이상필* · 신윤석* · 이진경*

*동의대학교 기계공학과

Microstructure and Strength Property of Reaction Sintered SiC Materials

SANG-PILL LEE*, YUN-SEOK SHIN* AND JIN-KYUNG LEE*

*Department of Mechanical Engineering, Donggeui University, Busan, Korea

KEY WORDS: Reaction Sintering 반응소결, SiC 탄화규소, C/SiC Complex Slurry 탄소/탄화규소 복합 슬러리, Residual Silicon 잔류 실리콘, Microstructure 미세조직, Flexural Strength 굽힘강도

ABSTRACT: The efficiency of complex slurry preparation route for developing the high performance SiC matrix of RS-SiC/SiC composites has been investigated. The green bodies for RS-SiC materials prior to the infiltration of molten silicon were prepared with various C/SiC complex matrix slurries, which associated with both different sizes of starting SiC particles and blending ratios of starting SiC and carbon particles. The characterization of RS-SiC materials was examined by means of SEM, TEM, EDS and three point bending test. Based on the mechanical property-microstructure correlation, process optimization methodology is also discussed. The flexural strength of RS-SiC materials greatly depended on the content of residual Si. The decrease of starting SiC particle size in the C/SiC complex slurry was effective for improving the flexural strength of RS-SiC materials.

1. 서 론

에너지산업 및 우주항공산업 분야에서는 1000 °C를 넘는 온도에서 적용할 수 있는 고기능성 극고온 구조재료의 개발이 활발히 진행되고 있다. 핵융합 에너지 분야에서는 에너지 생성 및 변환의 고효율화·고성능화뿐만 아니라 에너지 생산시스템에 필요한 첨단 브랑케트 및 제 1벽 재료의 개발을 위하여 세라믹 복합재료의 도입을 급속히 추진되고 있다. (Fenici et al., 1998 Hasegawa et al., 2000 Kohyama et al., 2000) 또한, 우주항공산업에서는 컴버스터 (Combuster), 라이너 (Liner) 및 터빈 블레이드 (Turbine blade)와 같은 고성능 가스터빈 시스템의 부품을 개발하기 위하여 세라믹 단체 및 세라믹 복합재료의 적용을 추진해 왔다. (Kaya, 1999, Nishio et al., 1998, Brewer, 1999) 세라믹 복합재료 중에서 SiC 섬유 강화 SiC 기지 복합재료 (SiC_f/SiC)는 경량이면서 고온강도와 치수안정성이 우수하며, 내열재료 특유의 저온 취성이 없고 중성자 조사에 대한 유도 방사능 레벨이 극도로 작기 때문에 핵융합로 발전시스템과 가스터빈 부품에 적용이 가능한 고온재료로서 기대되고 있다. 최근 고온 안정성이 우수한 SiC 섬유가 개발됨에 따라 화학기상침투법 (Chemical vapor infiltration; CVI), 고분자침투소성법 (Polymer impregnation and pyrolysis; PIP)로 주류를 이루던 SiC_f/SiC 복합재료의 제조공법은 반응소결법 (Reaction sintering; RS)과 고

온가압법(Hot pressing; HP)으로 다양화되고 있다 (Kato et al., 2000 Yang et al., 2003 Dong et al., 2003 Kameda et al., 1999, Lee et al., 2001) SiC_f/SiC복합재료의 특성을 개선하기 위해서는 고순도 SiC의 형성과 더불어 기지재 영역의 치밀화가 매우 중요하다. PIP공법 및 CVI공법은 비교적 낮은 성형온도 때문에 강화 섬유의 열화를 방지할 수 있다. 그러나 강화섬유 구조물의 외부에서 먼저 형성되는 SiC 기지재 때문에 재료 내부에 공동이 많이 발생하여 재료 밀도가 낮은 치명적인 단점이 있다. 반응소결법은 SiC 입자와 C 입자를 함유한 예비성형체 속으로 용융 Si를 침투시켜 새로운 결정성 β-SiC 상을 형성시키는 방법으로서 CVI 공법 및 PIP 공법의 주된 결점인 낮은 밀도에 의한 열전도를 감소를 보완할 수 있으며 비용이 저렴하고 정밀정형가공이 가능한 프로세스로 고려되고 있다. 그러나, 반응소결 과정에서 용융 Si는 예비성형체 내부의 공공이나 기공을 채우므로 기계적 특성을 저하시키는 잔류 Si가 존재한다. 고성능 SiC_f/SiC복합재료를 개발하기 위한 반응소결법을 고도화하기 위해서는 잔류 Si의 함량을 억제할 수 있는 제조공정을 체계적으로 확보하는 것이 중요하다. 잔류 Si는 일반적으로 용융 Si를 함침하는 공정을 통해 제어하기는 곤란하며 SiC와 C 입자를 혼합한 복합슬러리의 제조상태 및 복합슬러리의 제작에 사용한 초기 SiC의 입자 크기와 연계한 예비성형체의 제조공정 변화를 통하여 억제할 수 있을 것으로 생각된다. 반응소결 SiC 재료를 개발하기 위한 기존의 연구는 평균 입경이 약 1~12 μm인 SiC 입자를 C/SiC 복합슬러리의 제조에 사용하고 있다. (Suyama et al., 2002 Wilhelm et al., 1999) 나노 크기의 SiC 입자들을 C/SiC 복합슬

제1저자 이상필 연락처: 부산광역시 부산진구 가야동 산 24

051-890-1662 splee87@deu.ac.kr

러리의 제작에 활용하는 것은 반응소결 SiC 재료의 미세조직과 기계적 특성에 상당한 영향을 미칠 것으로 생각된다. 초미세 SiC 입자와 C 입자들을 사용하여 균질한 C/SiC 복합슬러리를 제조하는 공정을 확립함으로써 잔류 Si 함량의 감소뿐만 아니라 잔류 Si를 결정성 SiC 입자 주위에 균일하게 분산시켜 반응소결 SiC 재료의 특성을 개선할 수 있을 것으로 생각된다.

본 연구에서는 나노 크기의 SiC 입자들과 C 입자를 이용하여 다양한 C/SiC 복합슬러리를 제조하고 SiC 입자 크기, C/SiC 배합비 등의 복합슬러리의 제조공정이 반응소결 SiC 재료의 강도특성에 미치는 영향에 대해 제조 프로세스의 관점에서 평가하였다. 또한, 반응소결 SiC 재료의 미세 조직을 명확히 분석하고 잔류 Si의 함량과 강도의 관계를 평가하였다.

2. 실험 방법

2.1 C/SiC 복합슬러리의 제조

반응소결 SiC 재료의 특성은 예비성형체의 제작에 사용되는 C/SiC 복합슬러리의 균질성과 밀접한 관계를 가진다. C/SiC 복합슬러리는 SiC 입자, C 입자, 분산제, 증류수를 일정한 비율로 혼합하고 유성형 회전식의 볼 밀러(Ball miller)와 직경이 0.3 mm인 SiC 볼을 사용하여 제작하였다. SiC 입자와 C 입자의 혼합공정에 사용한 회전수와 배합시간은 각각 150rpm과 5, 24시간으로 설정하였다. C/SiC 복합슬러리의 제조에는 약 30 nm와 약 300 nm의 평균 입경을 가지는 SiC 입자와 평균 입경이 약 85 nm인 C 입자를 사용하였다. C/SiC 복합슬러리의 제조공정에 따른 반응소결 SiC 재료의 특성 변화를 조사하기 위하여 SiC 입자와 C 입자의 배합비는 0.3, 0.5, 0.7로 하였으며 복합슬러리의 pH 농도는 3, 7, 11로 변화시켰다.

2.2 반응소결 SiC 재료의 제조

반응소결 SiC 재료의 제조에 사용할 예비성형체는 일정한 가스압력으로 성형하는 가스 가압주조법으로 제작하였다. 함침장치에 설치한 사각 형상의 금형에 액상의 C/SiC 복합슬러리를 넣고 8.0 MPa의 가스압력으로 가압하여 금형의 하부에 장착한 세라믹 필터를 통하여 수분을 제거하여 예비성형체를 성형하였다. 제조한 예비성형체의 크기는 40 mm × 40 mm × 4 mm로 하였다. SiC 재료는 예비성형체에 유동성이 우수한 용융 Si를 주입하는 반응소결법으로 제조하였다. 반응소결 공정에서는 예비성형체 내부에 존재하는 C 입자들은 용융 Si와 반응하여 SiC 결정으로 전환되고 기공이나 공공들은 용융 Si로 채워져 치밀화가 수행된다. 용융 Si의 함침온도와 함침유지시간은 각각 1450 °C와 2 시간으로 하였으며 함침 중에는 6×10^2 Pa의 진공분위기를 유지하였다. 반응소결 SiC 재료는 표면을 다이아몬드 연삭기로 연마하여 40 mm × 40 mm × 3 mm의 크기로 가공하였다.

2.3 반응소결 SiC 재료의 특성 평가

반응소결 SiC 재료의 소결밀도는 측정용 시험편을 # 1800의 연마지를 사용하여 표면을 연마한 후 아르키메데스의 원리를 이용한 수중중량법을 사용하여 측정하였다. 반응소결 SiC 재료의 내

부에 존재하는 잔류 Si의 함량은 소결밀도를 이용하여 결정하였다. 특히, 반응소결 SiC 재료의 미세조직 안정성과 강도특성은 잔류 Si의 함량에 크게 의존하므로 C/SiC 복합슬러리의 제조 조건에 따른 잔류 Si의 함량을 평가하였다.

반응소결 SiC 재료의 미세조직은 에너지 분광분석기 (EDS : Energy dispersive spectrometer)가 장착된 주사전자현미경 (SEM; Scanning electron microscope)을 사용하여 분석하고 관찰하였다. 반응소결 SiC 재료에 존재하는 잔류 Si의 존재 및 분산 양상은 C/SiC 복합슬러리의 제조변수의 관점에서 관찰하였다. 특히, 잔류 Si 및 미반응 C의 존재는 투과형전자현미경 (TEM : Transmission Electron Microscopy)을 사용하여 명확히 조사하였다. TEM 분석에는 갈륨 (Ga)이온을 이용하여 표면을 연마하는 이온가공 장치(FIB: Focused Ion Beam Device)를 사용하여 약 0.07 μ m의 두께로 가공한 시험편을 사용하였다.

반응소결 SiC 재료의 강도특성은 3점 굽힘시험을 상온에서 실시하여 평가하였다. 특히, C/SiC 복합슬러리의 제조과정에서 사용한 C 입자와 SiC 입자의 배합비(C/SiC: 0.3, 0.5, 0.7), pH 농도 (pH: 3, 7, 11) 및 SiC 입자의 크기(30 nm, 300 nm)가 반응소결 SiC 재료의 굽힘강도에 미치는 영향에 대해 조사하였다. 굽힘시험편은 0.3 μ m의 다이아몬드 입자를 사용하여 표면을 연마하여 두께 4 mm, 폭 4 mm, 길이 25 mm인 크기로 제작하였다. 굽힘시험에 사용한 스펠(span)길리와 크로스헤드(crosshead)의 속도는 각각 18 mm와 0.5 mm/min으로 하였다.

3. 실험결과 및 고찰

3.1 RS-SiC 재료의 미세조직

Fig. 1은 C/SiC 복합슬러리의 제작에 사용한 초기 SiC 입자의 크기에 따른 반응소결 SiC 재료의 미세조직을 관찰한 결과를 나타낸다. C/SiC 복합슬러리는 C 입자와 SiC 입자를 0.5의 배합비로 하여 5시간 동안 150 rpm의 혼합속도로 제작하였다. 또한, 에너지 분광분석기를 사용하여 미세조직에 존재하는 각 반응상을 분석하여 Table 1에 나타내었다. 반응소결 SiC 재료는 C/SiC 복합슬러리의 제조에 사용된 초기 SiC 입자의 크기에 상관없이 소량의 기공이나 공공이 존재하는 치밀한 미세조직을 나타내었다. 그러나, 용융 Si의 함침공정에서 예비성형체를 구성하는 C/SiC 복합슬러리의 C 입자들이 용융 Si와 반응하여 SiC 상을 형성하는 동시에 예비성형체 내부의 기공이나 공공이 용융 Si로 채워지기 때문에, 미세조직은 크게 SiC 상과 잔류 Si 상으로 구성되어 있다. 특히, C/SiC 복합슬러리의 제조를 위해 30 nm의 초기 SiC 입자를 사용한 경우, 다량의 잔류 Si 상이 존재하는 조직적 불안정성을 나타내고 있다. 이것은 초기 SiC 입자의 크기가 매우 작으므로 응집현상이 쉽게 발생하여 C/SiC 복합슬러리가 불균질하기 때문인 것으로 생각된다. 또한, Table 1의 EDS 분석 결과에 의하면, 반응소결 SiC 재료의 미세조직에는 Si와 C의 함량에 따라 두 가지 종류의 SiC 상을 형성한다는 것을 알 수 있다. 다시 말하면, Si/C의 비율이 약 0.9인 준 결정성 SiC 상 (Near stoichiometric SiC)과 Si/C의 비율이 약 1.7인 Si의 함량이 높은 SiC 상 (Si rich SiC)이 미세조직을 형성하고 있다.

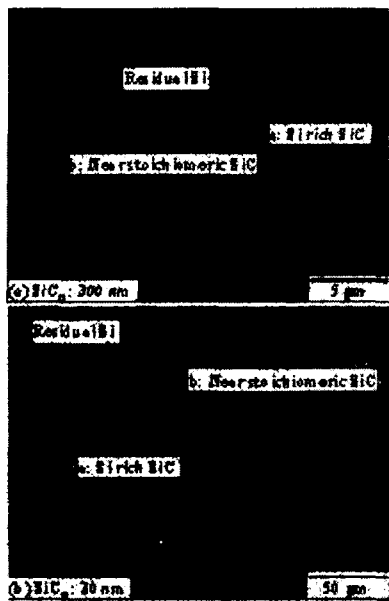


Fig.1 Microstructures of RS-SiC materials depending on the size of starting SiC particles used for the preparation of C/SiC complex slurry. (C/SiC ratio: 0.5)

Table 1 Chemical composition of a and b portions displayed in Fig.2, as identified by the EDS quantitative analysis.

Portion	Si (atom %)	C (atom %)
a	63	37
b	48	52

Fig. 2는 C 입자와 SiC 입자(30 nm)를 0.5의 배합비로 하여 24 시간 동안 150 rpm의 혼합속도로 혼합하여 조제한 C/SiC 복합 슬러리를 사용하여 제조한 반응소결 SiC 재료의 미세조직을 나타낸다. Fig. 1(b)와 Fig. 2의 결과로부터, C/SiC 복합슬러리의 혼합시간은 반응소결 SiC 재료의 미세조직에 크게 영향을 미친다는 것을 알 수 있다. 다시 말하면, C/SiC 복합슬러리의 혼합시간을 5시간으로 하여 제조한 반응소결 SiC 재료의 미세조직(Fig. 1(b))에 존재하는 잔류 Si 상은 C/SiC 복합슬러리의 혼합시간을 24시간으로 증가함에 따라 크게 감소하고 있다. 이것은 C/SiC 복합슬러리의 혼합시간을 증가시킴에 따라 SiC (30 nm) 분말과 C 분말(85 nm)이 균질하게 혼합되었기 때문인 것으로 생각된다. 그러나, EDS의 분석에 의하면, Fig. 2에 나타난 반응소결 SiC 재료의 미세조직은 여전히 Si과 C의 함량이 서로 다른 결정성 SiC 상과 Si의 함량이 높은 SiC 상을 형성하고 있다.

Fig. 3은 반응소결 SiC 재료의 SiC 미세조직에 분산되어 있는 미반응 C와 잔류 Si를 TEM을 사용하여 분석한 결과를 나타낸다. 또한, 미세조직에 대한 회절패턴(Diffraction pattern)에서 미반응 C와 잔류 Si에 해당하는 암시야(Dark field image)를 나타내었다. Fig. 3(a)에 나타난 회절패턴의 비정질 링(Amorphous ring)에 대한 암시야 조직에 의하면 반응소결 SiC 재료의 미세조직 내부에는 많은 양의 미세한 미반응 C 입자들이 분산되어 있다. Fig. 3(b)의 회절패턴에서 Si의 (111)면을 분

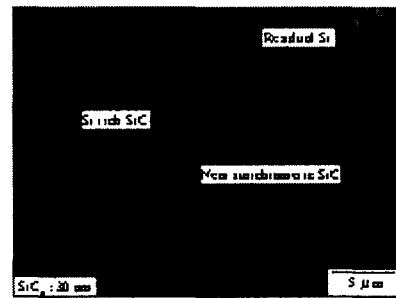


Fig.2 Microstructure of RS-SiC material with the C/SiC complex slurry prepared by the blending condition of 150 rpm and 24 hours. (SiC_p: 30 nm, C/SiC ratio: 0.5)

석한 결과로부터 암시야 조직 내부에는 미세한 잔류 Si이 존재한다는 것을 분명히 알 수 있다. Fig. 1 Fig. 2 및 Fig. 3(b)의 결과로부터 반응소결 SiC 재료의 미세조직 내부에는 잔류 Si이 두가지 형태로 존재하고 있다는 것을 알 수 있다. 다시 말하면, 잔류 Si은 미세조직 내부의 넓은 영역에 걸쳐 단독으로 존재하는 경우와 SiC 반응상 조직 내부에서 미세하게 존재하는 경우로 구분될 수 있다. 이것은 C/SiC 복합슬러리를 함유한 예비성형체에 용융 Si을 침투시키는 과정에서 예비성형체에 존재하는 미세한 기공이나 공공 속으로 용융 Si이 채워지기 때문이다. 또한, Fig. 3의 결과에 따르면, 반응소결 SiC 재료의 미세조직에 존재하는 SiC 상의 화학적 불균일성은 미세한 미반응의 C 입자와 잔류 Si의 존재에 기인하는 것으로 생각된다.

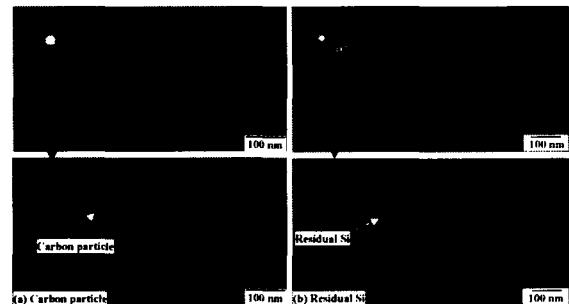


Fig. 3 TEM micrographs for unreacted C and residual Si phases detected in the microstructure of RS-SiC materials.

3.2 RS-SiC 재료의 소결밀도 및 잔류 Si 함량

Fig. 4는 C/SiC 복합슬러리의 제조에 사용한 pH 농도가 반응소결 SiC 재료의 소결밀도와 잔류 Si의 함량에 미치는 영향을 나타낸다. C/SiC 복합슬러리는 C 입자과 300 nm 입경의 SiC 입자를 0.5의 배합비로 혼합하여 5시간동안 150 rpm의 혼합속도로 조제하였다. C/SiC 복합슬러리를 함유한 예비성형체에 용융 Si을 함침함으로써 상당히 우수한 밀도를 제공한다는 것을 알 수 있다. 반응소결 SiC 재료는 pH 7의 C/SiC 복합슬러리를 사용함으로써 다소 우수한 결과를 나타내고 있다. 그러나, 측정 오차범위를 간주하면 C/SiC 복합슬러리의 조제에 사

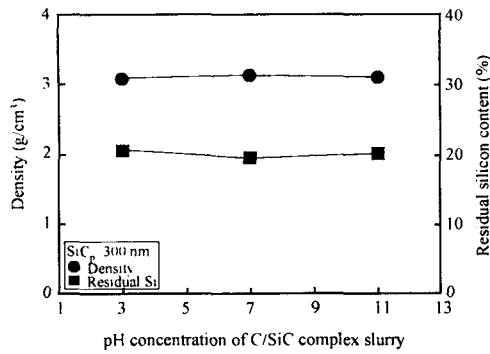


Fig. 4 Effect of pH concentration of C/SiC complex slurry on the sintered density and the residual silicon content of RS-SiC materials. (C/SiC ratio : 0.5)

용한 pH 농도는 반응소결 SiC 재료의 소결밀도와 잔류 Si의 함량에 그다지 영향을 미치지 않는 것으로 인정된다. 반응소결 SiC 재료는 C/SiC 복합슬러리의 pH 농도에 상관없이 약 3.1 g/cm³의 밀도와 약 20 %의 잔류 Si 함량을 나타내었다.

Fig. 5는 C/SiC 복합슬러리의 제조에 사용한 C 입자와 SiC 입자의 혼합비가 반응소결 SiC 재료의 소결밀도와 잔류 Si의 함량에 미치는 영향을 나타낸다. C/SiC 복합슬러리는 C 입자와 300 nm 입경의 SiC 입자를 혼합하여 pH 7의 농도를 유지하면서 5시간 동안 150 rpm의 혼합속도로 조제하였다. 반응소결 SiC 재료의 소결밀도는 C/SiC 복합슬러리의 배합비에 따라 변화하고 0.5의 C/SiC 혼합비에서 약 3.1 g/cm³의 우수한 밀도를 나타내었다. 특히, 반응소결 SiC 재료의 미세조직에 존재하는 잔류 Si의 함량은 C/SiC 복합슬러리의 제조에 관계하는 C와 SiC 입자의 혼합비에 크게 의존하고 있다. C/SiC 혼합비가 0.3, 0.5, 0.7인 복합슬러리를 사용한 경우, 반응소결 SiC 재료의 잔류Si 함량은 각각, 30 %, 19 %, 27 %를 나타내었다. 이러한 연구의 결과로부터, 반응소결 SiC 재료에 높은 밀도와 낮은 잔류 Si 함량을 제공하기 위한 C/SiC 복합슬러리의 제조 조건은 평균 입경이 300 nm인 초기 SiC 분말을 사용하는 경우에 0.5의 C/SiC 혼합비를 우선적으로 선택할 수 있다.

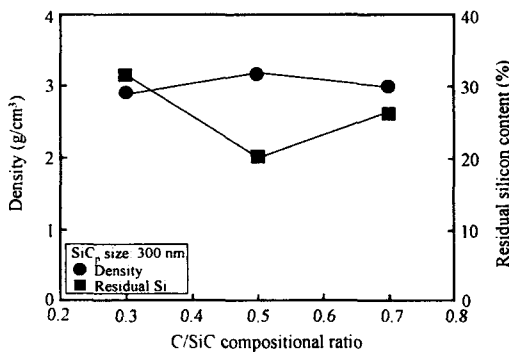


Fig. 5 Effect of compositional ratio of C and SiC particles used for the preparation of complex slurry on the sintered density and the residual Si content of RS-SiC materials.

Fig. 6은 C/SiC 복합슬러리의 제조에 사용한 SiC 입자 크기와 혼합시간이 반응소결 SiC 재료의 소결밀도와 잔류 Si의 함량에 미치는 영향을 나타낸다. C/SiC 복합슬러리는 C 입자와 30 nm와 300 nm의 입경을 가지는 SiC 입자를 0.5의 배합비로 혼합하고 pH 농도를 7로 유지하면서 5시간과 24시간 동안 150 rpm의 혼합속도로 조제하였다. C/SiC 복합슬러리를 5시간 동안 혼합한 경우, 초기 SiC 입자 크기가 감소할수록 반응소결 SiC 재료의 소결밀도는 조금 감소하지만 잔류Si의 함량은 크게 증가하고 있다. 300 nm 입경의 SiC 입자를 함유하고 있는 C/SiC 복합슬러리를 사용한 반응소결 SiC 재료는 약 19 %의 잔류 Si 함량을 나타내는 반면에 C/SiC 복합슬러리의 제조에 30 nm 입경의 SiC 입자를 사용한 경우에는 약 37 %의 잔류 Si 함량을 나타내었다. 이것은 Fig. 3의 미세조직에서 알 수 있듯이 초기 SiC 입자 크기가 크게 감소함에 따라 30 nm 입경의 SiC 입자가 서로 응집되어 C/SiC 복합슬러리의 불균질성을 유발하여 잔류 Si가 광범위하게 분포하기 때문이다. 또한, 300 nm 입경의 SiC 입자를 사용하여 C/SiC 복합슬러리를 제조하는 경우, 반응소결 SiC 재료의 잔류 Si 함량은 SiC 입자와 C 입자의 혼합시간을 증가시킴으로써 억제할 수 있다는 것을 알 수 있다. 다시 말하면, 30 nm 입경의 SiC 입자와 C 입자의 혼합시간을 24 시간으로 증가시킴에 따라, 반응소결 SiC 재료는 약 3.0 g/cm³의 소결밀도를 유지하면서 약 17 %의 잔류 Si 함량을 나타내고 있다. 이것은 혼합시간의 증가에 의해 C/SiC 복합슬러리의 균질성이 개선되었기 때문이라고 생각된다.

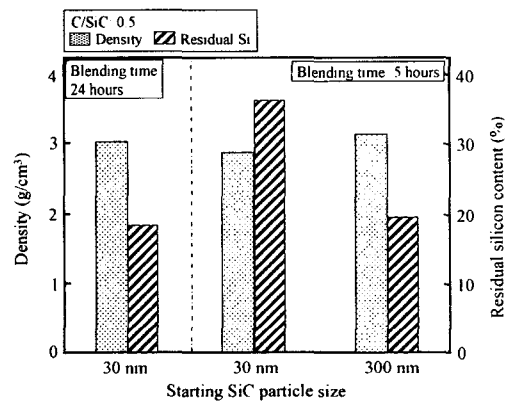


Fig. 6 Effect of starting SiC particle size and blending time for the preparation of C/SiC complex slurry on the sintered density and the residual Si content of RS-SiC materials.

3.2 RS-SiC 재료의 강도특성

Fig. 7는 C/SiC 복합슬러리의 제조에 사용한 pH 농도가 반응소결 SiC 재료의 굽힘강도에 미치는 영향을 나타낸다. 반응소결 SiC 재료의 제조에는 C 입자와 300 nm 입경의 SiC 입자를 0.5의 배합비로 혼합하고 5시간 동안 150 rpm의 혼합속도로 조제한 C/SiC 복합슬러리를 사용하였다. 반응소결 SiC 재료는 오차범위를 간주하면 C/SiC 복합슬러리의 pH 농도에 관계없이 거의 동일한 수준의 굽힘강도를 나타내고 있다. 이것은 Fig. 4의 결과에서 알 수 있듯이 C/SiC 복합슬러리의 pH 농도

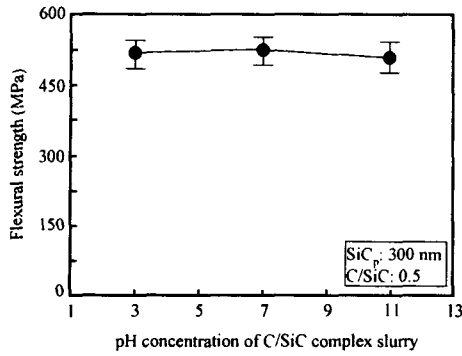


Fig. 7 Effect of pH concentration of C/SiC complex slurry on the flexural strength of RS-SiC materials.

가 변화하더라도 반응소결 SiC 재료는 유사한 소결밀도와 잔류 Si의 함량을 소유하기 때문인 것으로 생각된다.

Fig. 8는 C/SiC 복합슬러리의 제조에 사용한 C 입자와 SiC 입자의 혼합비가 반응소결 SiC 재료의 굽힘강도에 미치는 영향을 나타낸다. 반응소결 SiC 재료의 제조에 사용한 C/SiC 복합슬러리는 C 입자와 300 nm 입径의 SiC 입자를 혼합하여 pH 농도를 7로 유지하면서 5시간 동안 150 rpm의 혼합속도로 조제하였다. 반응소결 SiC 재료의 굽힘강도는 C/SiC 복합슬러리의 제조에 사용한 C 입자와 SiC 입자의 혼합비에 크게 영향을 받으며 0.5의 C/SiC 배합비에서 가장 우수한 굽힘강도를 나타내었다. C/SiC 입자의 배합비가 0.3, 0.5 및 0.7 인 경우에 반응소결 SiC 재료의 굽힘강도는 각각 약 390 MPa, 약 530 MPa 및 약 450 MPa를 나타내었다. Fig. 5의 결과에 의하면, 이러한 현상은 C 입자와 SiC 입자의 배합비가 증가함에 따라 반응소결 SiC 재료의 미세조직에 존재하는 잔류 Si의 함량이 0.5의 C/SiC 배합비에서 크게 감소하기 때문이다.

Fig. 9는 C/SiC 복합슬러리의 제조에 사용한 초기 SiC 입자 크기와 혼합시간이 반응소결 SiC 재료의 굽힘강도에 미치는 영향을 나타낸다. C/SiC 복합슬러리는 C 입자와 30 nm와 300nm의 입径을 가지는 SiC 입자를 0.5의 배합비로 혼합하고

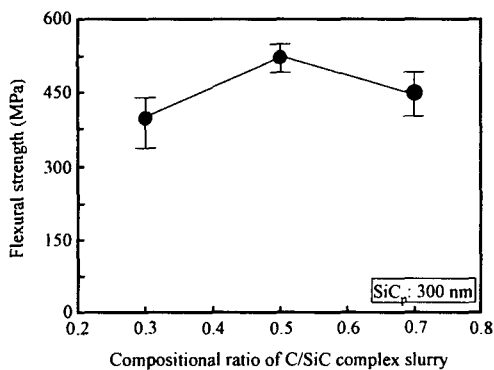


Fig. 8 Effect of compositional ratio of C and SiC particles used for the preparation of complex slurry on the flexural strength of RS-SiC materials.

pH 농도를 7로 유지하면서 혼합시간을 5시간과 24시간으로 변화시켜 150 rpm의 혼합속도로 조제하였다. 반응소결 SiC 재료의 굽힘강도는 C/SiC 복합슬러리의 제조에 사용한 초기 SiC 입자 크기와 혼합시간에 크게 의존하고 있다. C/SiC 복합슬러리의 혼합시간을 5시간으로 설정한 경우에, 초기 SiC 입자 크기를 감소함에 따라 반응소결 SiC 재료의 굽힘강도는 크게 감소하였다. C/SiC 복합슬러리의 제조를 위해 300 nm 입径의 SiC 입자를 사용한 경우에는 반응소결 SiC 재료는 약 530 MPa의 굽힘강도를 나타내는 반면에 30 nm 입径의 SiC 입자를 사용한 경우에는 약 360 MPa의 굽힘강도를 나타내고 있다. 그러나, 30 nm 입径의 SiC 입자를 사용한 경우에 C/SiC 복합슬러리의 혼합시간을 24시간으로 증가시킴에 따라 반응소결 SiC 재료의 굽힘강도는 약 580 MPa로서 크게 개선하는 것을 알 수 있다. 이와같이, C/SiC 복합슬러리의 제조에 사용한 초기 SiC 입자 크기와 혼합시간에 따라 변동하는 반응소결 SiC 재료의 굽힘강도는 미세조직에 존재하는 잔류Si의 함량과 밀접한 관계가 있다.

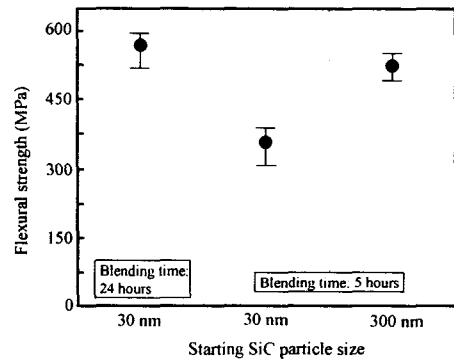


Fig. 9 Effect of starting SiC particle size and blending time used for the preparation of C/SiC complex slurry on the flexural strength of RS-SiC materials. (C/SiC ratio : 0.5)

Fig. 10은 반응소결 SiC 재료의 굽힘강도와 잔류 Si 함량의 상관관계를 나타낸다. 반응소결 SiC 재료의 굽힘강도는 초기 SiC 입자 크기, C/SiC 배합비 및 pH 농도와 같은 C/SiC 복합슬러리의 제조 조건에 따라 변화하는 잔류Si 함량에 강력하게 의존하고 있다. 다시 말하면, 반응소결 SiC 재료의 미세조직에 존재하는 잔류 Si 함량이 감소함에 따라 굽힘강도는 급격히 증가하고 있다. 이러한 현상은 미세조직에 존재하는 잔류 Si 함량의 감소가 상대적으로 고강도의 반응소결 SiC 상의 생성 비율을 증대시키기 때문인 것으로 생각된다. 본 연구의 결과에 따르면, 반응소결 SiC 재료는 C/SiC 복합슬러리의 제조에 30 nm 입径의 SiC 입자를 사용하여 결정된 약 17 %의 잔류 Si 함량에서 가장 우수한 굽힘강도(약 580 MPa)를 나타내었다. 따라서, 고성능 반응소결 SiC 재료를 개발하기 위해서는 초기 C 입자와 SiC 입자의 균일한 분산을 통하여 잔류 Si의 함량을 억제할 수 있는 C/SiC 복합슬러리의 제조방법을 확보하여 미세조직을 안정화하는 것이 중요하다.

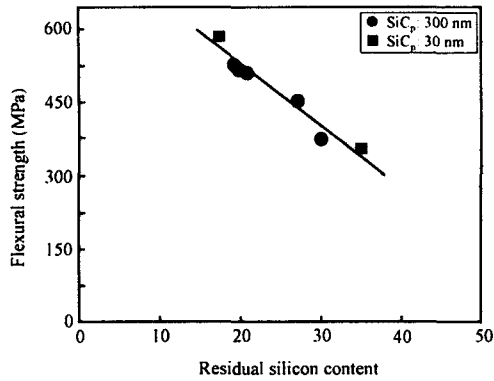


Fig. 10 Relationship between flexural strength and residual silicon content in RS-SiC materials.

4. 결론

- (1) 반응소결 SiC 재료의 미세조직은 크게 잔류 Si, 준 결정성 SiC 상 및 Si의 함량이 높은 SiC로 구성된다. TEM의 분석 결과에 따르면, 미세조직의 불균질성은 미반응 C와 잔류 Si가 결정성 SiC 상의 주위에 미세하게 분포하기 때문이다.
- (2) 반응소결 SiC 재료의 소결밀도와 잔류 Si 함량은 C/SiC 복합슬러리의 제작 조건에 크게 의존하였다. 특히, C 입자와 300 nm 입경의 SiC 입자를 0.5의 배합비로 혼합한 C/SiC 복합슬러리를 사용한 경우에, 반응소결 SiC 재료의 소결밀도와 잔류 Si 함량은 각각 3.1g/cm³, 19 %를 나타내었다.
- (3) C/SiC 복합슬러리의 제작에 30 nm 입경의 SiC 입자를 사용한 경우에는 C 입자와 SiC 입자의 혼합시간을 증가시키는 방안이 잔류 Si 함량의 억제에 유효하였다.
- (4) 반응소결 SiC 재료의 굽힘강도는 잔류 Si의 함량이 증가함에 따라 급격히 감소하였다. 반응소결 SiC 재료는 C/SiC 복합슬러리의 제조에 30 nm 입경의 SiC 입자를 사용하여 결정된 약 17 %의 잔류 Si 함량에서 가장 우수한 약 580 MPa의 굽힘강도를 나타내었다.

참고 문헌

Kaya, H. (1999). "The Application of Ceramic-matrix Composites to the Automotive Ceramic Gas Turbine," *Composites Science and Technology*, Vol 59, pp 861-872.

Nishio, K. Igashira, K. Take, K. and Suemitsu, T. (1998). "Development of the Combustor Liner Composed of Ceramic Matrix Composite (CMC)", *J. of the Turbine Society of Japan*, Vol 26, pp 102-106.

Brewer, D. (1999). "HSR/EPM Combustor Material Development Program", *Materials Science and Engineering*, Vol A261, pp 284-291.

Fenici, P. Frias, A.J. Jones, R.H. Kohyama, A. and Snead, L.L. (1998). "Current Status of SiC/SiC Composites R&D",

J. of Nuclear Materials, Vol 258-263, pp 215-225.

Hasegawa, A. Kohyama, A. Jones, R.H. Snead, L.L. and Fenici, P. (2000). "Critical Issues and Current Status of SiC/SiC Composites for Fusion", *J. of Nuclear Materials*, Vol 283-287, pp 128-137.

Kohyama, A. Seki, M. Abe, K. Muroga, T. Matsui, H. Jitsukawa, S. and Matsuda, S. (2000). "Interactions Between Fusion Materials R&D and Other Technologies", *J. of Nuclear Materials*, Vol 283-287, pp 20-27.

Katoh, Y. Kotani, M. Kishimoto, H. Yang, W. and Kohyama, A. (2000). "Properties and Radiation Effects in High-temperature Pyrolyzed PIP-SiC/SiC", *J. of Nuclear Materials*, Vol 289, pp 42-47.

Yang, W. Noda, T. Araki, H. Yu J. and Kohyama, A. (2003). "Mechanical Properties of Several Advanced Tyranno-SA fiber-reinforced CVI-SiC Matrix Composites", *Materials Science and Engineering*, Vol A345, pp 28-35.

Dong, S. Katoh, Y. and Kohyama, A. (2003). "Processing Optimization and Mechanical Evaluation of Hot Pressed 2D Tyranno-SA/SiC Composites", *J. of the European Ceramic Society*, Vol 23, pp 1223-1231.

Kameda, T. Suyama, S. Itoh, Y. and Goto, Y. (1999). "Development of Continuous SiC Fiber-Reinforced Reaction Sintered SiC Matrix Composites", *J. of the Ceramic Society of Japan*, Vol 107, pp 327-334.

Lee, S.P. Katoh, Y. Park, J.S. Kohyama, A. Suyama, S. and Yoon, H.K. (2001). "Microstructural and Mechanical Characteristics of SiC/SiC Composites with Modified-RS Process", *J. of Nuclear Materials*, Vol 289, pp 30-36.

Suyama, S. Katoh, Y. Kohyama, A. and Itoh, Y. (2002). "Effect of Residual Silicon Phase on Reaction-sintered Silicon Carbide", *Ceramic Transactions*, Vol 144, pp 181-185.

Wilhelm, M. Kornfeld, M. and Wruss, W. (1999). "Development of SiC-Si Composites with Fine-grained SiC Microstructures", *J. of European Ceramic Society*, Vol 19, pp 2155-2163.