

단일 공정에 의한 나노상의 NbSi₂-SiC 복합재료 제조 및 기계적 특성평가

One step simultaneous synthesis and consolidation process of ultra-fine NbSi₂-SiC and its Mechanical Properties

전북대학교 박현국*, 손인진
KIST 윤진국

1. Introduction

금속 Silicide는 고온구조 재료로서 최근 몇 년 동안 꾸준한 관심을 받아오고 있으나, 높은 용점 및 탄성계수, 공기 중의 산화 저항성과 낮은 밀도를 가지고 있다. Silicon carbide 또한 뛰어난 크립 저항성과 산화 거동을 보이며 최근에 주목받는 고온 재료이다. 그러나 대부분의 금속간 화합물처럼 규소화합물은 연성-취성 천이온도 이하에서 파괴인성의 저하가 나타나며, 이에 대한 대책으로 나이오븀 규화물과 실리콘 규화물의 복합재료를 제조하여 실용화를 위한 파괴인성 향상의 연구가 진행되고 있다. 많은 고온 복합재료와 마찬가지로 치밀한 NbSi₂-SiC 복합재료는 여러 가지 공정으로 제조된다. 가장 일반적인 공정을 살펴보면, NbSi₂와 SiC를 각각 합성하고 이들을 미세한 분말로 제조하여 혼합한 후, 소정의 열처리 과정을 거쳐서 완전한 복합재료를 제조한다.

최근에는 합성과 치밀화가 동시에 진행되는 새로운 방법이 개발되었다. 이 방법은 고주파 유도 가열 연소합성(high-frequency induction heated combustion synthesis, HFIHCS)으로, 기존의 연소법과 열간 가압기술(Hot-press, HIP)을 결합한 방식으로 짧은 시간에 단일공정으로 치밀한 생성물을 얻을 수 있는 방법이다. 본 연구에서는 유도전류와 기계적 압력을 동시에 적용한 고주파 유도 가열 연소합성법을 이용하여 수분 이내의 짧은 시간에 단일공정으로 NbSi₂-SiC 복합재료를 제조하고 기계적 성질을 평가하는데 그 목적이 있다.

2. Experimental procedure

본 연구에서는 순도 99.5%의 NbC(<1 μ m, CERAC)와 순도 99.5%의 Si(-325mesh, Alfa Products) 분말이 사용되었다. High-energy ball milling 장비를 이용하여 NbC와 3Si분말을 혼합하였고, 균일하게 혼합된 분말을 흑연다이에 충전하여 고주파 유도 가열 연소합성 장치의 실린더 내부에 장착하고 약 40 mtorr의 진공분위기로 만든다. 기공이 없는 치밀한 최종 생성물을 얻기 위하여 60 MPa의 압력을 가한다. 일정한 유도전류를 흑연 다이와 시편에 가하여 약 1200 $^{\circ}$ C/min의 승온속도로 가열하면서 디지털 광 온도계로 흑연 다이의 표면온도를 측정한다. 이때 LVDT(Linear variable differential transformer)의 수축 길이 변화를 관찰하면서 치밀화가 이루어 질 때까지 전류를 가한다. 마지막 단계로 상온까지 냉각한다.

상술한 4단계의 공정으로 제조한 NbSi₂-SiC 복합재료의 상대밀도는 아르키메데스법으로 측정하였으며, 생성물의 상분석을 위해 Cuka를 사용하여 X-선 회절시험을 실시하였다. 생성물의 미세조직을 관찰하기 위하여 EDS가 장착된 주사전자현미경(SEM)으로 시편의 미세조직 관찰과 성분분석을 실시하였다. 기계적 성질을 평가하기 위하여 비커스 경도계를 이용하여 10kg의 하중으로 15초간 유지하여 압흔을 형성하여 이 압흔의 길이와 균열의 길이를 이용하여 경도와 파괴인성을 계산하였다. 각 상의 Grain Size와 Internal strain은 X-선 회절시험으로 얻은 자료와 Wilson's formula 식을 이용하여 계산하였다.

3. Summary

고주파 유도가열 연소합성법에 의해 2분 이내의 짧은 시간에 단일 공정으로 NbC와 3Si의 혼합 분말로부터 NbSi₂-SiC 복합재료의 합성과 치밀화가 동시에 이루어졌다. 60MPa의 압력과 90%의 고주파 출력을 가하여 제조된 복합재료의 상대밀도는 약 99%에 이르렀으며, NbSi₂ 상의 평균 결정립 크기는 약 1.95 μ m이었다. 비커스 경도계를 이용하여 측정된 NbSi₂-SiC 복합재료의 경도와 파괴인성 값은 각각 1300kg/mm²과 3.1MPa·m^{1/2}가 얻어졌다.

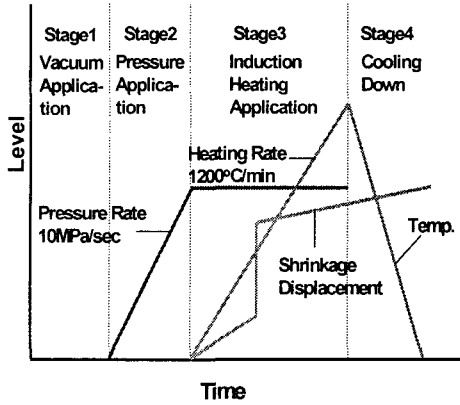


Fig. 1. Schematic representation of the temperature, pressure and shrinkage displacement profile during high-frequency induction heated combustion.

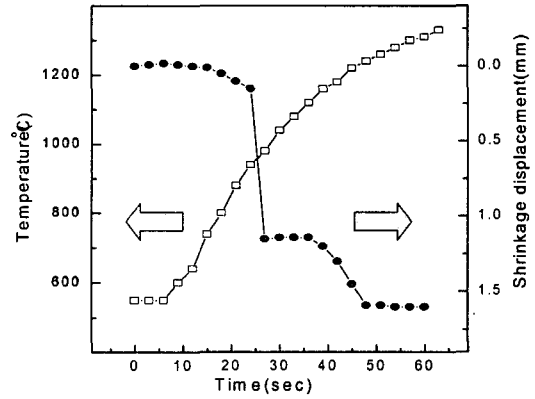


Fig. 2. Variations of temperature and shrinkage displacement with heating time during high-frequency induction heated combustion synthesis and densification of NbSi₂-SiC composite.

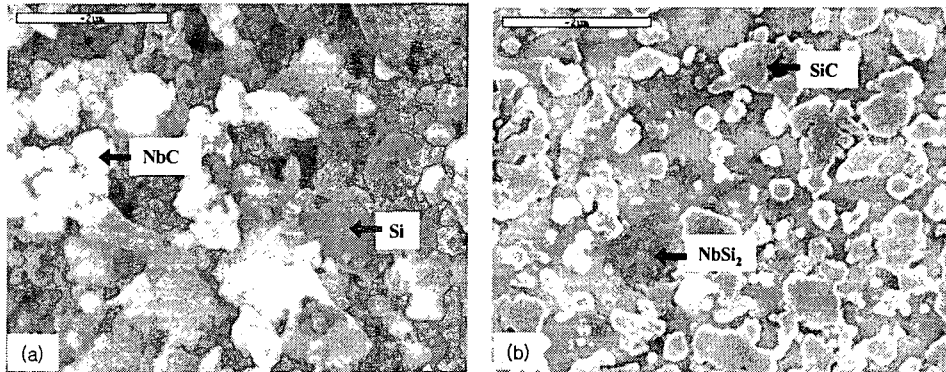


Fig. 3. Scanning Electron Microscope image of NbSi₂-SiC composite; (a) before synthesis (b) after synthesis.