

고주파유도가열 연소합성법에 의한 치밀한 나노구조의 TaSi₂-SiC 복합체 제조 및 기계적 성질.

Mechanical properties and consolidation of nano-structured TaSi₂-SiC composite by high frequency induction heated combustion synthesis.

전북대학교 김동기*, 손인진,
한국과학기술연구원(KIST) 윤진국, 홍경태

1. Introduction

규소화합물은 고온특성이 뛰어나고 높은 용점을 가지고 있어 고온 구조분야와 전자산업 분야에서 많이 이용되고 있다. 그러나 규소화합물은 연성-취성 천이온도 이하에서 파괴인성 매우 낮기 때문에 응용범위가 제한을 받는다. 이에 대한 대책으로 규소화합물에 다른 원소를 첨가하여 복합체를 형성시킴으로서 파괴인성을 향상시키는 방법이 이용되고 있으며 특히 SiC를 첨가하면 균열 분지(crack branching), 균열 굴절(crack deflection), 균열 가교(crack bridging) 등의 강화기구에 의해 균열의 전파가 방해되어 파괴인성이 향상 되는 것으로 보고 있다. 규소화합물은 특정온도구간에서 산소와 반응하여 저온산화현상(pest oxidation)이 발생하는데 SiC가 규소화합물기지에 균일하게 분산되었을 경우에 저온산화현상을 억제하는 효과가 있는 것으로 알려져 있다. 규소화합물은 다른 고온재료와 마찬가지로 여러 가지 공정을 걸쳐서 제조하고 있다. 그러나 기존의 제조공정은 장치가 복잡하고 고온에서 장시간이 소요되고, 결정립의 조대화, 몰드 및 주위로부터의 오염으로 인한 소결체 물성의 부정적인 효과가 발생한다. 이러한 문제점들에 대한 해결책으로 고주파유도가열 연소합성이 새로운 소결법으로 기대되고 있다. 본 실험에서는 고주파유도가열 연소합성을 이용하여 2분이내의 짧은 시간에 단일 공정으로 치밀한 규소화합물을 제조하였고 파괴인성과 경도값에 대한 연구를 수행하였다.

2. Experimental procedure

본 연구에서 사용된 분말은 TaC(99.5% 325mesh alfa), Si(99.5% 325mesh alfa)을 이용하였고 원하는 조성의 생성물을 얻기 위하여 TaC-3Si의 화학조성비로 분말을 칭량한 후, 텅스텐 불과 분말의 중량비가 30:1이 되도록 한 후 250rpm의 속도로 10시간동안 Ar gas분위기에서 고 에너지 불밀을 하여 혼합과 분쇄를 하였다. 그리하여 약 27nm의 크기를 갖는 TaC 분말을 제조하였다. 제조된 분말을 흑연다이에 충전하여 고주파유도가열 연소합성장치(Fig.1)에 장착하고 약 40mmTorr의 진공분위기로 한 다음 (1단계) 치밀한 생성물을 얻기 위하여 10MPa/sec의 속도로 60MPa의 압력을 가한다음(2단계) 곧바로 유도전류(50KHz의 주파수)를 가하여 약 1300°C/min의 속도로 가열하였다.(3단계) 마지막으로 시편을 상온까지 냉각하였다(4단계) 본 실험

험에 사용된 주요공정 4단계는 Fig.2에 나타내었다.

고주파 유도가열 연소합성으로 제조한 TaSi₂-SiC 복합재료의 상대밀도는 아르키메데스법을 이용하여 측정을 하였으며, TaSi₂ 및 SiC의 합성여부를 판단하기 위해 XRD를 실시하였다. 시편의 미세조직을 관찰하기 위해 (HF(10vol.%) + Ethanol(80vol.%) + H₂O(10vol.%)의 부식액으로 약 2분 동안 에칭을 한 후 주사전자현미경(Scanning Electron Microscope)을 이용하여 조직사진과 미세구조를 관찰하였고 조직사진으로부터 선형분석법(Linear intercept method)을 이용하여 평균 결정립 크기를 측정하였다. 그리고 제조된 시편을 연마하여 비커스 경도계를 사용하여 10Kgf의 하중으로 15초간 유지하여 압흔을 형성시킨 후 형성된 압흔과 크랙으로부터 경도 및 파괴인성을 측정하였다.

3. Summary

고주파유도가열 연소합성법으로 60MPa의 기계적 압력과 고주파유도가열 장치의 총용량 (15KW)의 90%의 출력을 가해 75초의 짧은 시간에 97%이상의 상대밀도를 갖는 TaSi₂-SiC 복합체를 제조하였으며, 제조된 시편의 미세조직 사진으로부터 선형분석법으로 측정한 TaSi₂, SiC의 평균 결정립크기는 각각 250nm 과 60nm 이었다. 또한 제조된 시편을 연마하여 비커스 경도계를 이용하여 기계적 특성평가를 한 결과 경도 와 파괴인성은 각각 1366Kg/mm² 와 3.5MPam^{1/2} 이었다.