

## Si-SiC-Graphite 복합재료의 기계적 물성과 마찰 마모 특성

김인섭 · 이병하

명지대학교 공과대학 무기재료공학과  
(1993년 9월 4일 접수)

### Mechanical and Tribological Properties of Si-SiC-Graphite Composites

In-Sub Kim and Byung-Ha Lee

Dept. of Inorg. Mater. Eng., Myong Ji Univ.

(Received September 4, 1993)

#### 요 약

Si-SiC 소결체의 마찰 마모 특성을 향상시키기 위하여 고체 윤활성이 있는 graphite 입자를 함유한 Si-SiC-graphite계 복합재료를 개발하여 그 기계적 물성과 마찰 마모 특성을 연구하고자 하였다. Si-SiC-graphite계 복합소결체는 소결온도 1750°C, 3 Torr 감압 분위기하에서 용융실리콘을  $\alpha$ -SiC, carbon black과 graphite의 성형체내에 침투시켜 반응 소결하여 제조하였다. 사용된 graphite의 입자 크기는 150~500  $\mu\text{m}$ 였으며 첨가함량은 0, 20, 25, 30, 35 vol%이었다. 이들 소결체의 기계적 물성 및 마찰 마모 특성을 조사한 결과 graphite 함량이 증가할수록 소결밀도, 경도, 곡강도, 압축강도, 영률값들은 감소되었으나, 마찰 마모 특성은 현저히 향상되었다. ball-on-plate형 마모시험기를 사용하여 마찰계수를 구하고, 표면 조도계를 이용하여 비마모량을 구하였으며, 마모면의 표면 미세조직 분석을 행하여 마모 거동을 조사하였다. 고체 윤활성을 갖는 graphite를 약 30 vol%까지 첨가하여도 심각한 정도의 기계적 물성 저하없이 Si-SiC의 마찰 마모 특성을 향상시키는데 매우 효과적이었다.

#### ABSTRACT

Si-SiC-graphite composites were developed by incorporating solid lubricant graphite into Si-SiC, in the light of improving tribological properties of Si-SiC ceramics. Si-SiC-graphite composites were fabricated by infiltrating silicon melt into the mixture of  $\alpha$ -SiC, carbon black and graphite powder at 1750°C under 3 Torr. The particle size of graphite was in the range of 150 to 500  $\mu\text{m}$ , and the loading content of graphite was 0, 20, 25, 30, 35 vol% in the mixture of  $\alpha$ -SiC and carbon black. The mechanical and tribological properties of this composites were studied. The density, hardness, flexural strength, compressive strength and Young's modulus were decreased with increasing of graphite content. An addition of solid-lubricant graphite up to 30 vol% has improved tribological properties of Si-SiC ceramics without considerable degradation of mechanical properties.

**Key words:** Si-SiC-graphite, Composite, Lubricant graphite, Tribological properties

#### 1. 서 론

반응소결 탄화규소(reaction-bonded silicon carbide, RBSC)소결체는 금속재료 및 기계구조용 세라믹스들 중에서도 고경도, 내마모성, 화학적 내구성, 고온강도, 열팽창 등의 특성이 우수하다. 이러한 특성을 이용하여 산업화로 전개되고 있는 분야로는 기계 밀봉재(mechanical seal ring), 펌프 부품(sleeve, bushing), 접동 베어링(sliding bearing), 밸브 부품(valve disc), 노즐(nozzle)등 다양하다. 반응소결법은 소결온도가 낮고 소결조제를

사용하지 않고 silicon과 carbon의 반응을 이용하기 때문에 제조 비용도 저렴하다. 또한 소결 수축이나 소결 팽창이 거의 없기(1% 미만) 때문에 복잡한형상품, 대형제품, 치수정밀성을 요하는 제품의 제조가 용이하다<sup>1)</sup>. 기공이 거의 없는 치밀질 소결체의 제조가 용이한 반면 free silicon(통상 8~15%)이 존재하기 때문에 상압소결 탄화규소에 비하여 화학적 내구성이 떨어지고 1400°C 이상에서의 고온 강도가 낮다는 단점이 있다<sup>2)</sup>.

파인 세라믹스는 그의 우수한 특성으로 인해 고온, 고압, 고진공, 내침식성 등의 가혹한 조건하에서 사용이

기대되고 있기 때문에 통상의 의미에서의 윤활제의 공급은 곤란한 경우가 많다고 생각된다. 그래서 세라믹스 간의 고체 접촉시의 고체 윤활제를 복합화하는 방법이 보고되어 있다<sup>4)</sup>.

점동부재료로 각광을 받고 있는 Si-SiC는 그 제조방법, 미세구조, 기계적 물성, 반응 메카니즘 등에 대하여는 1960년대 P. Popper<sup>5)</sup> 이후로 많은 연구가 진행되어 오고 있다. 그러나 최근에 비산화물계 세라믹스에 대한 마찰 마모 특성이 보고되어지고 있다<sup>6-8)</sup>. Si-SiC와 자기 윤활성을 갖는 graphite와의 복합재료는 sleeve bearing, rotary pump vane, 경질상대재료와의 seal ring 재료로 응용되어지고 있다.

본 연구에서는 Si-SiC에 자기윤활성을 갖는 graphite 입자를 첨가하여 기계적 물성을 크게 저하시키지 않으면서 마찰 마모 특성을 개선시켜 우수한 점동부재료를 개발하고자 하였다. 그리하여 graphite의 첨가량에 따른 밀도, 경도, 곡강도, 압축강도, 영률등의 물성을 측정하였으며 미세구조, 결정상 분석을 수행하였다. 또한 ball-on-plate형 마모시험기를 사용하여 마모시험을 행한 후 마찰계수, 비마모량, 마모면 분석을 행하여 Si-SiC-graphite 복합재료의 마찰 마모 특성을 평가하였다.

## 2. 실험방법

### 2.1. 원료 처리 및 소결시편의 제조

Fig. 1에 전체적인 실험공정도를 나타내었다. 출발원료로 2.5~13 μm 입경을 갖는 α-SiC 분말을 사용하였으며 카본블랙은 비표면적 198 m<sup>2</sup>/g인 것을 사용하였으며 graphite는 밀도 1.72 g/cm<sup>3</sup>를 갖는 graphite ingot를 사용하였으며 금속 실리콘은 2~3 mm 입径의 것을 사용하였다.

성형체 제조를 위한 조합은 α-SiC 80 wt%와 카본블랙 20 wt%로 진동 볼밀(vibration ball mill)에서 3시간 진식혼합하였다. graphite 입자는 ingot를 분쇄하여 sieve를 사용하여 150~425 μm 입도로 분급하여 α-SiC와 카본블랙 혼합분말의 0, 20, 25, 30, 35 vol%로 각각의 batch 조합을 행한 후 성형 보조제 PVA 용액과 함께 임펠러믹스(impeller mixer)에서 15분 혼합하여 50 mesh 체를 통과시킨 후 사각물드에서 45×35×7 mm의 크기로 일축가압하여 성형하였다. 이때의 성형압력은 750 kg/cm<sup>2</sup> 이었다. 성형된 시편은 100°C에서 24시간 이상 건조시킨 후 BN 분말로 도포된 graphite 판위에 성형시편과 실리콘을 넣고 진공 소결로에서 1750°C까지 승온속도 5°C/min으로 3 Torr에서 열처리하여 소결시편을 제조하였다.

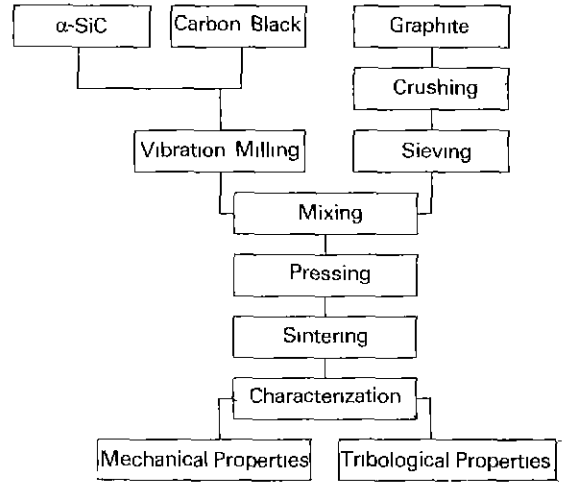


Fig. 1. Schematic diagram of experimental procedure.

### 2.2. 물성측정 시편 준비 및 측정

소결시편의 밀도를 측정하기 위하여 소결시편에 부착된 용융실리콘을 평면 연마기로 연삭한 후 각 조건당 4개의 시편을 아르키메데스법으로 구하여 평균하였다. 또한, 다이아몬드 연마휠(400 #)로 3×3×45 mm 크기로 연마하여 재료시험기(MTS 810, U.S.A)를 이용하여 하부 span 25 mm, cross head speed 0.5 mm/min의 조건으로 상온 3점 곡강도를 측정하였다.

경도 측정을 위해서 밀도 측정이 끝난 시편의 한면을 다이아몬드 paste(3000 #)를 사용하여 경면 연마 후 120° 원추형 다이아몬드 압자로 구성된 로크웰 경도측정기(Wilson series 500, U.S.A)를 사용하여 major load 15 kg인 15 N Brale로 각 시편당 10회 측정할 후 평균하여 경도값을 구하였다. 압축강도 측정을 위해서 11×11×11 mm의 크기의 소결시편을 평면 연마기로 10×10×10 mm 크기로 연삭한 후 다이아몬드 페이스트(3000 #)를 사용하여 경면 연마하여 압축강도 시험을 행한 후 파괴시의 하중을 시편의 단면적으로 나누어 구하였다.

영률을 측정하기 위해서 12×12×102 mm 크기의 소결시편을 평면 연마기로 10×10×100 mm 크기로 연삭한 후 영률 측정기(E-meter, James사)를 사용하여 구하였다.

결정상 분석을 하기 위하여 밀도 측정이 끝난 시편을 분말로 분쇄하여 X-ray diffractometer(Philips, Netherland)를 이용하여 40 KV-15 mA의 조건에서 Cu target를 사용하여 분석하였다. 또한 미세구조는 각 시편의 곡강도 측정이 끝난 시편을 다이아몬드 페이스트로 1 μm가

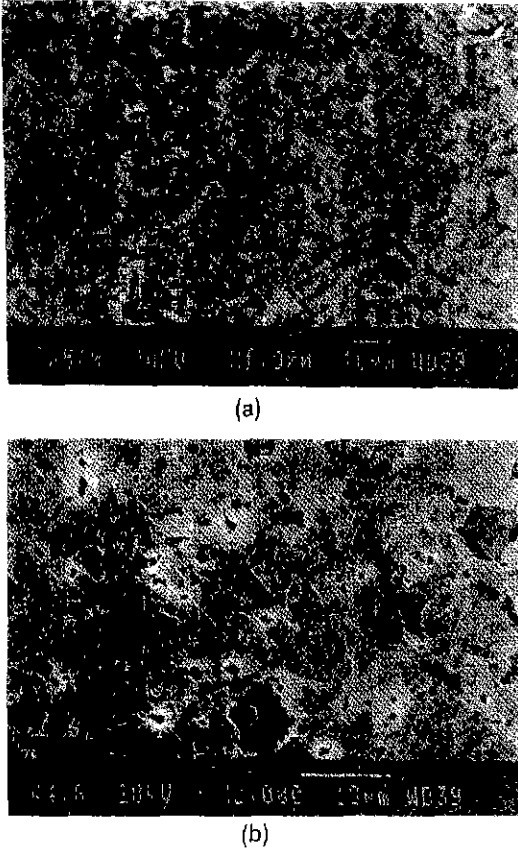


Fig. 2. SEM micrographs of sintered silicon carbide ball.  
(a) fracture surface, (b) etching surface

지 정면 연마한 후 광학현미경을 이용하여 관찰하였으며, 파단면 관찰은 금으로 코팅한 후 SEM(SX-30E, International Scientific Instruments, Inc.)을 이용하여 분석하였으며, 에칭면 관찰을 위해서는 시편을 무라카미 시약( $K_3Fe(CN)_6 + NaOH$ )을 사용하여 처리한 후 SEM으로 관찰하였다.

### 2.3. 마찰 마모 시험

Si-SiC-graphite 시편들의 마찰 마모시험을 pin-on-disc형 마모 시험기(EFM-III-F, Japan)에서 수행하였다. 이 시험기의 최고 가압하중은 500 kg이며 가압방식은 회전 핸들 수동 조작식이며 최고 점동속도는 400 mm/sec이고 마찰력 측정엔 load cell에 의해 기록계에서 기록된다. 본 실험에서는 시편 제작상의 어려운 점을 감안하여 ball-on-plate 방법으로 사용하였다. 점동상대재 료는 직경 10 mm 크기의 시판 상압 소결 SiC 볼을 사

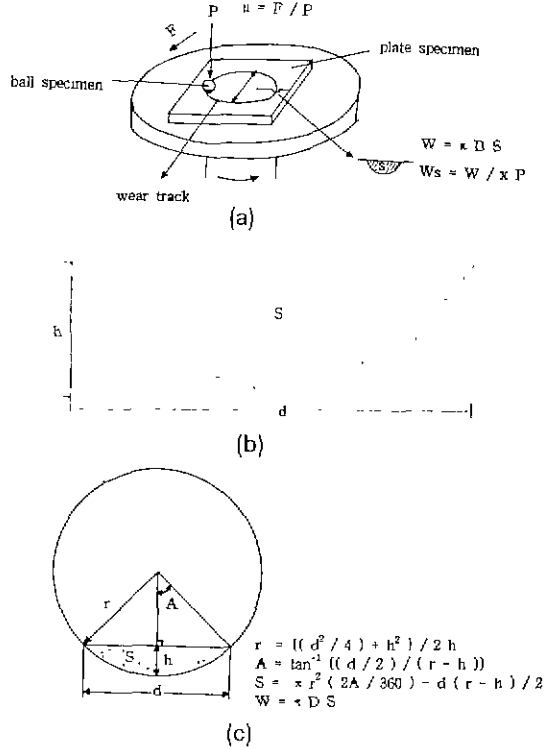


Fig. 3. (a) Schematic illustration of ball-on-plate method, (b) cross section of a wear track by surface from analysis, (c) calculation method of the cross section area of wear track.

용하였다. 사용한 볼의 비이커스 경도는  $2500 \text{ kg/mm}^2$ 이며 입자크기는  $3\sim 4 \mu\text{m}$ 로 치밀한 미세구조를 나타내었다. Fig. 2에 이들의 파단면과 에칭면의 미세구조의 SEM 사진을 나타내었다. plate는 밀도측정이 끝난 시편( $35 \times 45 \times 6 \text{ mm}$ ) 다이아몬드(3000 #) 페이스트로 래핑한 후 마찰 마모시험 시편으로 사용하였다. 마찰 마모 시험조건은  $H_2O$  bath 내에 시편들이 장착되며 가압하중은 4 kg, 점동속도는 500 mm/sec, SiC ball의 점동거리는 2.1 km로 일정하게 하였다. 마찰계수는 기록계에 나타난 마찰력을 하중으로 나누어 구하였으며 plate 시편에 나타난 마모흔을 표면조도계(Form Talysurf, U.K.)를 이용하여 4지점을 측정하여 평균하였으며 각각에 대한 마모체적을 구하여 비마모량을 계산하였다<sup>1)</sup>.

즉, 사각시편상에 나타난 마모흔을 표면조도계로 마모 단면의 형상을 측정하면 Fig. 3의 (b)와 같이 된다. 이때 마모 단면의 깊이가 peak to vally 값으로  $h$ 와 마모흔의 폭  $d$ 가 기록된다. 이것을 Fig. 3의 (c)와 같이 마모흔 형상을 원주상의 일부분으로 가정하면 기하학적

**Table 1.** Physical and Mechanical Properties of SiSiC and Si-SiC-Graphite Composites

Composition	Density g/cm <sup>3</sup>	Hardness rockwell 15-N	Flexural strength MPa	Compressive strength MPa	Young's modulus GPa
SiSiC	3.06	96.0± 0.4	371± 7	2525	420
SiSiC-20 vol% graphite	2.96	94.6± 2.2	192± 22	1185	323
SiSiC-25 vol% graphite	2.93	92.3± 4.0	184± 20	1076	297
SiSiC-30 vol% graphite	2.91	92.0± 4.3	175± 21	858	276
SiSiC-35 vol% graphite	2.89	88.9± 7.5	171± 19	673	265

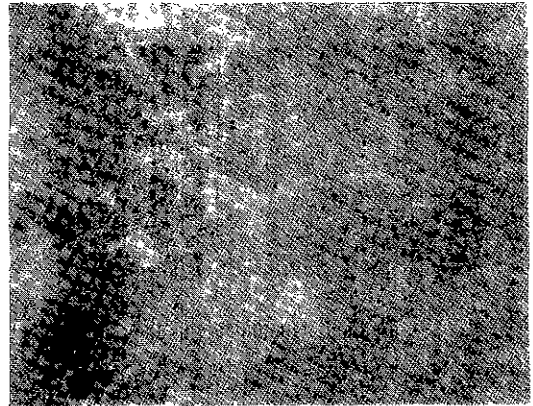
관계로부터 마모흔 단면 형상을 연장시켰을 때의 원의 반지름을  $r = \{(d^2/4) + h^2\} / 2h$ 을 구할 수 있으며 각도 A는  $A = \tan^{-1}\{(d/2)/(r-h)\}$  관계식을 구할 수 있어, 구하고자 하는 마모흔 단면적은  $S = \pi r^2 (2A/360) - d(r-h)/2$  관계식으로 나타낼 수 있으며 마모흔의 평균반경 D를 측정하면 총 마모 체적은  $W = \pi DS$ 로 구할 수 있다. 접동거리 X는 ball의 마모흔 형상인 원의 반경을 측정하여 plate 시편의 회전수를 곱하여 구하였다. 따라서 plate 시편의 비마모량은  $W_s = W/P \cdot X$ 으로 구할 수 있었다. 여기서 P는 가압하중을 나타낸다.

### 3. 결과 및 고찰

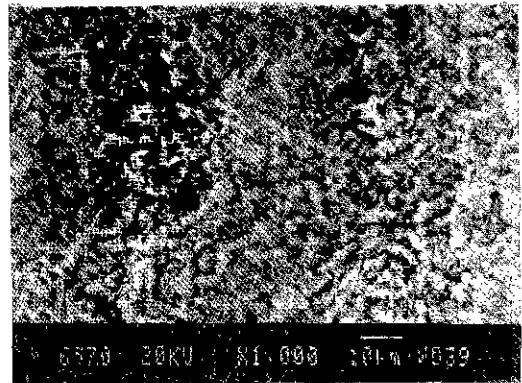
#### 3.1. 소결체의 밀도, 미세구조 및 결정상 분석

graphite 함량을 0, 20, 25, 30, 35 vol% 첨가하여 소결한 Si-SiC-graphite 복합체의 물성을 각각 측정한 결과를 Table 1에 총괄적으로 나타내었다. graphite 입자를 첨가하지 않은 조성의 소결 밀도는 3.06 g/cm<sup>3</sup>로 Fig. 4에 경면 연마면을 광학현미경으로 400배 배율로 관찰한 사진 (a)와 그 시편의 파단면 SEM 관찰 사진(b)를 나타내었다. 사진 (a)에서 흰색부분이 잔류 금속 실리콘을 나타내며 회색 부분이 SiC 입자를 나타내는 것으로 2.5 μm 정도의 매우 미세한 SiC 입자에서부터 Si+C → SiC의 반응에 의해 새로 생성된 SiC가 출발원료인 α-SiC 표면에 석출되어 70 μm 정도의 큰 입자로 성장된 SiC 입자와 α-SiC 입자들 사이에서 미립의 응집체로 분포된 입자와 혼재되어 치밀한 조직을 이루고 있는 것을 알 수 있다<sup>10,11</sup>. 또한 소결시편의 free silicon 함량은 M. Srinivasa와 M. Kasprzyk<sup>12</sup>가 보고한 반응소결 탄화규소 소결체의 free silicon 정량방법인 소결밀도 D<sub>F</sub>로 free silicon 무게분율 W<sub>s</sub>를 구하는 식  $W_s = 8.547/D_F - 2.667$ 에 의하여 구하면 12.6 wt% 함유한 결과가 된다.

graphite 첨가함량이 20, 25, 30, 35 vol%로 증가할수록



(a)



(b)

**Fig. 4.** Optical microscope image of polishing surface (a) of scanning electron microscope image of fracture surface (b) of Si-SiC.

Si-SiC-graphite 소결체의 밀도는 약 0.02 g/cm<sup>3</sup> 씩 감소하였는데 이것은 1.72 g/cm<sup>3</sup>의 낮은 비중을 갖는 graphite의 첨가함량이 증가한 만큼 감소한 것이지 소결체의

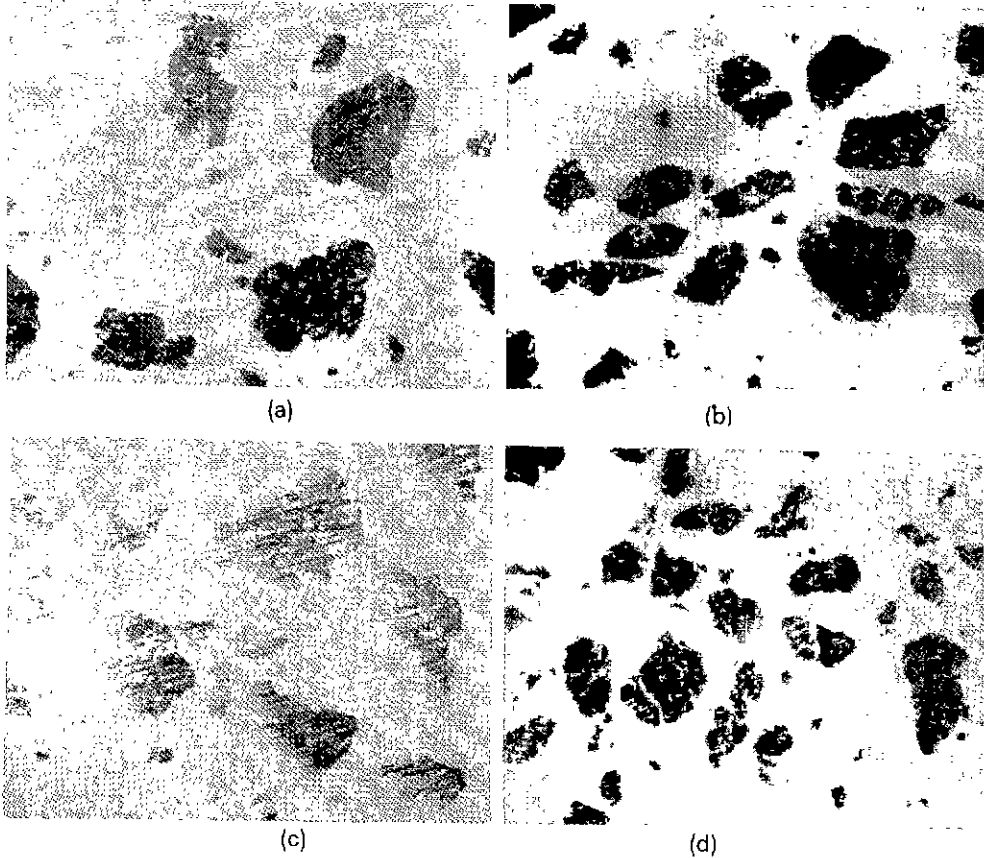


Fig. 5. Optical microscope image of polishing surface of Si-SiC-graphite composites as a function of graphite contents (50 $\times$ magnification).

(a) 20 vol%, (b) 25 vol%, (c) 30 vol%, (d) 35 vol%

기공 분포로 인한 치밀성의 저하에 기인하지 않았음을 Fig. 5를 통하여 확인할 수 있다. graphite 표면 부근으로 침투된 Si와 graphite 입자 표면과 반응한 정도를 추정하기 위하여 graphite 첨가함량이 20, 25, 30, 35 vol% 일 때 graphite가 전혀 반응을 하지 않는다고 가정하고 각 조성의 이론 밀도를 계산한다면 2.79, 2.71, 2.64, 2.56 g/cm<sup>3</sup>이 된다. 이것을 소결체 밀도 측정치와 비교하면 각각 0.17, 0.22, 0.27, 0.32 g/cm<sup>3</sup> 정도씩 낮은 밀도 값을 얻을 수 있다. 즉 graphite 첨가량이 5 vol% 씩 증가할 때마다 0.05 g/cm<sup>3</sup> 밀도차이 만큼씩 더 많이 SiC로 변화되어 있음을 알 수 있었다. Fig. 5에 graphite 함량이 20, 25, 30, 35 vol% 첨가된 Si-SiC-graphite 소결체의 경면 연마면을 광학현미경으로 50배 배율로 관찰한 사진이다. graphite의 첨가함량에 따른 graphite 입자의 균일한 분포상태를 알 수 있으며 graphite 부분이 아닌 Si-SiC 기지는 Fig. 4(a)와 같은 양상을 나타내는 것을 알

수 있었다. 또한 Fig. 6은 Si-SiC-graphite 복합재료의 소결시편을 polishing하여 graphite 입자주위를 관찰한 SEM 사진을 나타낸 것이다. Fig. 6의 (a)는 Si-SiC-graphite 복합재료를 polishing한 면 중 graphite 입자라고 생각되는 입자주위를 SEM의 반사 전자상으로 나타낸 사진이다. black region이 graphite 입자로 추정되며 matrix 부상에서 약간 밝은 부분이 free silicon으로 생각되며 그외의 부분이 SiC grain 영역들로 추정되는 부분들이다. Fig. 6의 (b)는 (a)면을 그대로 SEM의 WDS 기능으로 Si 원소 mapping을 한 결과 사진이다. 그 결과 높은 Si 농도를 나타내는 밝게 나타나는 부분과 중간정도의 농도를 나타내는 부분 및 Si 농도가 거의 존재하지 않는 어둡게 나타난 부분들로 구성되어 있음을 알 수 있다. 즉 이것은 (a) 사진의 Si 영역, SiC 영역 및 graphite 영역이라고 추정했던 대로 Si의 농도가 나타나 있음을 확인할 수 있었다. Fig. 6의 (c)는 (a)면을 그대로 SEM의

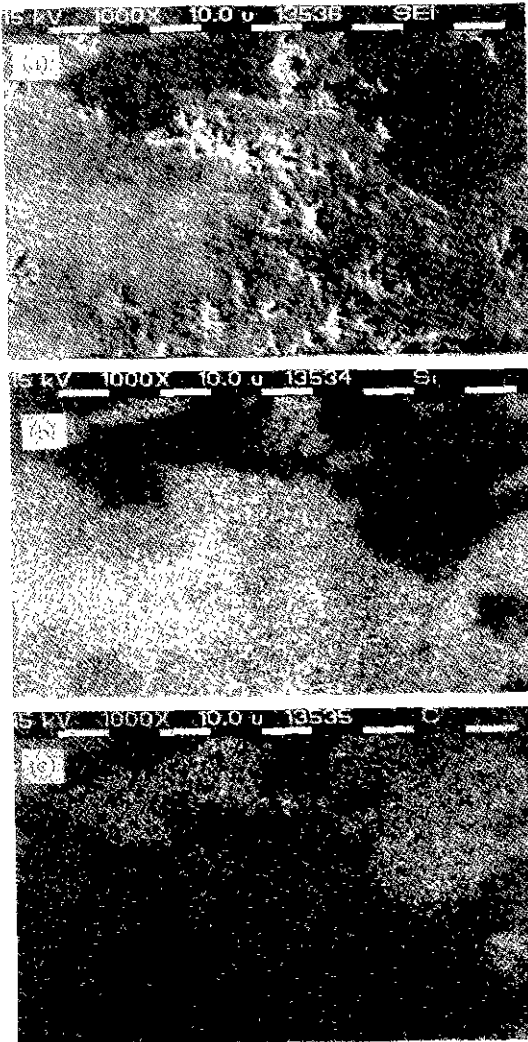


Fig. 6. SEM micrographs and surface of Si-SiC-graphite composite. (a) an as-polished surface, (b) Si-mapping by WDS, (c) C-mapping by WDS

WDS 기능으로 C원소 mapping을 한 결과의 사진이다. graphite 영역이라고 추정했던 영역들이 C의 농도 분포가 명확히 나타나 있음을 알 수 있었다. 이렇게 하여 Fig. 6의 (a), (b) 및 (c)의 사진 분석을 종합하면 (a) 사진의 black region이 graphite, matrix 부상의 밝은 부분이 free silicon region이고 그외의 부분이 SiC region임을 명백히 알 수 있었다. 따라서, 첨가한 graphite의 표면은 carbon이 풍부한 영역이므로 침투된 Si와의 Si+C→SiC 반응이 이루어져, graphite 표면에는 free silicon의 잔류가 없는 치밀한 SiC 영역이 형성되어짐을 알 수 있다.

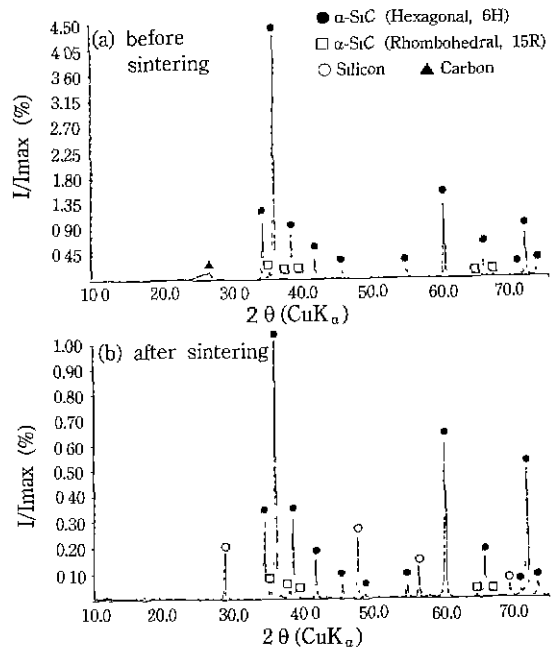


Fig. 7. X-ray diffraction patterns of reaction bonded silicon carbide by no addition of graphite particle.

Fig. 7은 graphite 입자를 첨가하지 않은 소결시편에 대한 X-선 회절분석 결과로서 (a)는 소결전의 α-SiC와 carbon black의 혼합체에 대한 것으로서 육방정계 결정상인 4H-SiC와 미량의 15R-SiC의 α-SiC와 무정질에 가까운 Carbon으로 구성되어져 있음을 알 수 있다. Fig. 7의 (b)는 소결후의 소결체에 대한 것으로 carbon peak가 사라지고 silicon peak가 나타남을 알 수 있으며 α-SiC peak의 변화는 찾을 수 없다. 이것은 타 연구자들의 반응소결후의 결정상 분석 결과로 보고한 입방정계 결정상인 3C-SiC의 β-SiC peak는 2θ가 35.7°, 41.5°, 72°에서 α-SiC peak와 겹쳐져 확인할 수 없었다.

### 3.2. 소결체의 기계적 물성 분석

Table 1에 graphite 입자를 0, 20, 25, 30, 35 wt% 첨가한 조성의 소결체의 기계적 물성 측정 결과를 나타내었다. 반응소결 탄화규소의 경도를 측정할 때 연구자들<sup>13)</sup>의 경우 대부분이 다이아몬드 압자로 비커스 경도를 수회 측정하여 평균하는 방법을 선택하였다. 이때 다이아몬드 압자의 크기가 작아 반응소결 탄화규소 조직내의 free silicon 영역, α-SiC 입자 영역, 새로이 생성된 SiC 미립자의 응집체 영역, 그리고 이들간의 경계부

등에서 측정되어질 수 있으므로 경도값의 산포가 큰 결점이 있게 된다. 그래서 본 연구에서는 120° 원추형 다이아몬드 압자로 구성된 로크웰 경도계를 이용하여 15 N superficial scale로 측정된 결과 압자흔의 지름이 약 400  $\mu\text{m}$  정도로 넓어 Vicker's 압자흔의 약 10배 정도의 면적이 되므로 경도값의 산포가 적어지게 된다. Table 1에 나타난 경도값을 보면 graphite 입자를 첨가하지 않은 조성은  $96.0 \pm 0.4$ 로 높았으며 20, 25, 30, 35 vol% graphite 입자 첨가조성에서는 평균 경도값도 감소되지만 경도값의 산포도 넓어지는 것을 알 수 있다. 그 이유는 graphite 첨가 함량이 많을수록 압자가 graphite 입자에 압입될 확률이 높아지기 때문으로 생각된다.

또한 Table 1에 곡강도, 압축강도, 영율등의 측정값을 나타낸 결과를 보면 graphite 첨가 함량이 많아질수록 기계적 물성값들이 저하하는 것을 알 수 있다. 그 이유는 본 실험에 첨가된 graphite ingot의 곡강도는 30 MPa이며, 압축강도는 65 MPa이고 밀도는  $1.72 \text{ g/cm}^3$ 이었으므로 graphite 첨가 함량이 많아질수록 이들 기계적 물성값이 저하되는 것은 당연하다. 25 vol% graphite 첨가조성의 경우 graphite 입자를 첨가하지 않은 조성에 대해 곡강도 49.6%, 압축강도 42.6%, 영율 70.7% 값을 나타내는 반면 35 vol% graphite 첨가조성의 경우는 곡강도 46.1%, 압축강도 26.6%, 영율 63% 정도의 값을 나타내었다. 메카니칼셀이나 접동 베어링용의 소재로 사용하는 Si-SiC-graphite 복합재에 관한 곡강도 특성값은 서독 Schunk사가 120 MPa, 미국의 Pure Carbon사가 131 MPa로 나타나 있음과 비교해 보면 상당히 높은 값을 알 수 있다. 외국제품의 곡강도 측정값보다 높은 이유는 출발 SiC 입자가 외국제품들의 SiC 입도가 30~60  $\mu\text{m}$  인데 비하여 본 연구에서 사용한 SiC 입도는 2.5~13  $\mu\text{m}$ 로 미세한 입자를 사용한 결과에 기인된다.

### 3.3. Si-SiC-graphite 복합재료의 마찰 마모 거동

세라믹스의 마모는 다른 재료에 비해 우수하나 윤활유가 없는 상태에서의 마찰 마모 특성은 만족할 만한 상태가 아니라고 알려져 있으며 마찰마모 특성상 많은 변수를 포함하며 세라믹스의 물성 역시 가변성이 많아 이에 대한 많은 연구를 필요로 하고 있는 실정이다<sup>14,15)</sup>.

Fig. 8에 graphite 입자를 0, 20, 25, 30 vol% 첨가시킨 조성의 소결체 plate를 상압소결 탄화규소 ball과 Fig. 3의 (a)와 같이 ball-on-plate 방법으로 물속에서 가압하중 4 kg, 회전속도 500 mm/sec, 점동거리 2.4 km 조건에서의 마모시험 결과 마찰계수의 변화를 나타내고 있다. graphite 첨가가 없는 상태에서는 마찰계수가 0.09 정도를

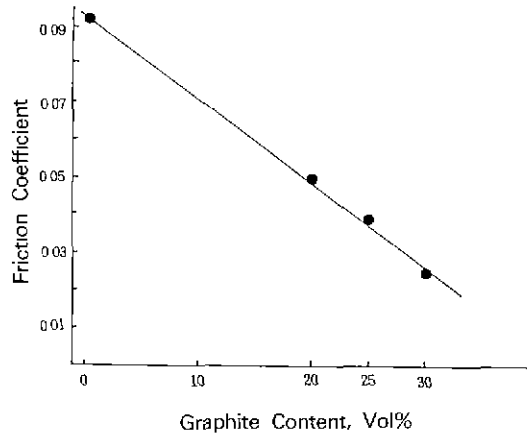


Fig. 8. Friction coefficient of Si-SiC-graphite composite as a function of graphite loaded content.

나타내지만 graphite 함량이 증가할수록 마찰계수는 감소하며 30 vol% graphite 첨가 조성에서는 0.025까지 감소되는 것을 알 수 있다. 즉 graphite의 고체 윤활성 증가로 인해 마찰력을 감소시킨 결과로 생각된다. Fig. 9에 25 vol% graphite 첨가 조성의 마모시험후의 마모면 미세조직을 광학 현미경과 SEM으로 50배, 200배, 400배, 3500배 배율로 관찰한 사진들을 나타내고 있다. Fig. 9의 (a)는 50배 배율로 관찰한 광학현미경 사진으로 graphite 입자와 Si-SiC 기지에 grooving 현상들이 나타나 있음을 알 수 있으며 입자내에 grooving 현상과 미소파괴(microfracture)현상이 일어나 주위의 [L]부위에 물질이동(mass transfer)이 일어나 graphite의 분포 면적이 확대되어 Fig. 8에서의 마찰계수가 감소하는 현상에 기여했다고 생각된다. graphite의 고체 윤활성은 graphite 결정이 육각 판상의 층간 결합인 반데르 발스 인력으로 이루어져, tangential force가 작용할 때 층간 결합력(interlamellar bonding)이 약해서 층간 밀림 현상이 있기 때문에 자기 윤활성을 갖는다고 알려져 있다.

Fig. 9의 (c)는 400배 배율로 graphite 입자와 떨어져 있는 부분의 광학현미경 사진으로 작은 SiC 입자들이 미소파괴나 마모에 의한 마모분(wear debris)으로 제거되어진 부분들이 나타나 있으며 큰 SiC 입자들은 폴리싱되어져 있음을 알 수 있다. 또한 SiC 입자들 사이에 존재했던 free silicon들도 작은 부분까지 제거되어졌으나 넓은 부분들은 부분적으로 잔류되어 있음을 알 수 있다. Fig. 9의 (d)는 마모면 중에서 SiC 입자들이 많이 분포된 영역을 SEM으로 3500배의 배율로 관찰한 사진으로 SiC 입자와 SiC 입자 사이에 free silicon들이 화학적 에칭이

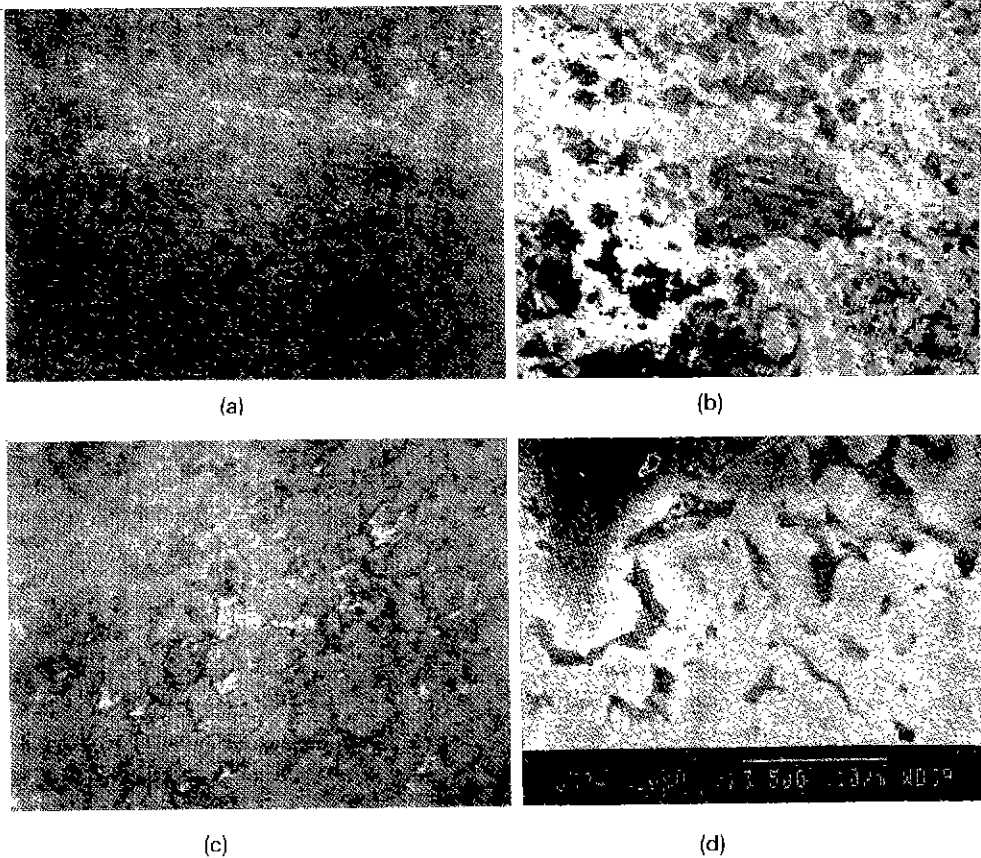


Fig. 9. The wear surface of Si-SiC-graphite containing 25 vol% graphite observed by (a) 50×, (b) 200×, (c) 400× magnifications of optical microscope, and (d) 3500× magnification of SEM.

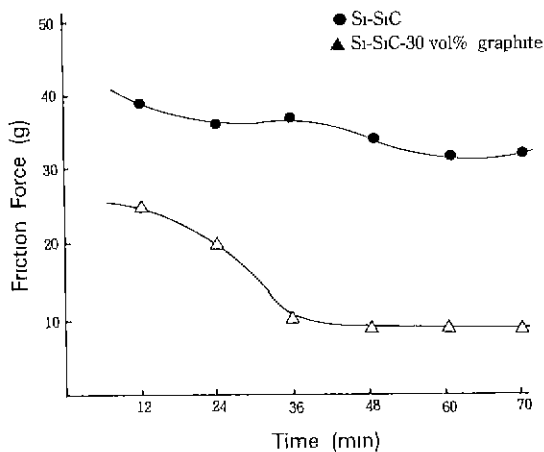


Fig. 10. The variation of friction force with sliding time.

되어진 형태와 유사한 현상을 나타내었다.

Fig. 10은 Si-SiC와 Si-SiC-30 vol% 조성에 대하여 접촉 시간에 대한 마찰력의 변화를 나타낸 것으로 graphite 무첨가 조성에서는 마찰력이 높고 마찰력이 정상상태 (steady state)까지 도달되는 시간이 60분 이상인 반면 30 vol% graphite 첨가 조성은 마모초기 상태에서는 마찰저항이 크나 정상상태까지의 도달시간이 약 30분 정도로 빨리 안정화되는 것을 알 수 있다. 이것은 □, ▽ 형태의 초기표면의 graphite의 이동으로 빨리 smooth하게 되어져 정상마모상태에 도달하는데 걸리는 시간이 짧아진 것으로 생각된다.

Table 2에 Si-SiC-graphite 복합재료의 각 조성의 plate 시편의 비마모량을 Fig. 3에 나타낸 방법으로 구하는 과정을 도표화한 것이다. 각 조성의 비마모량을 구한 결과, graphite 함량이 20 vol% 첨가한 조성이  $1.5 \times 10^{-8} \text{ mm}^2$



**Table 2.** Calculation Procedure of The Specific Wear Rate of Si-SiC-Graphite Composites as a Method of Fig. 3.

Composition	d (mm)	h (mm)	D (mm)	A (°)	S (mm <sup>2</sup> )	W (mm <sup>3</sup> )	Ws (mm <sup>2</sup> kg <sub>r</sub> <sup>-1</sup> )
SiSiC- 0 vol% graphite	1.7776	0.0037	17.2	0.4887	0.0044	0.2357	2.4×10 <sup>8</sup>
SiSiC-20 vol% graphite	1.4515	0.0027	17.6	0.4293	0.0026	0.1454	1.5×10 <sup>8</sup>
SiSiC-25 vol% graphite	1.5420	0.0035	17.3	0.5317	0.0036	0.1999	12.0×10 <sup>8</sup>
SiSiC-30 vol% graphite	1.3010	0.0047	17.8	0.8451	0.0041	0.2327	2.4×10 <sup>8</sup>

kg<sub>r</sub><sup>-1</sup>로 가장 낮았으며 graphite 무첨가 조성과 30 vol% 첨가조성에서는 거의 비슷한 값을 나타내었다. 그 이유는 graphite 함량이 많으면 고체 윤활성의 증가로 마찰계수는 향상되지만 graphite 입자의 손실이 많아 비마모량은 높아졌다고 생각된다.

#### 4. 결 론

1. Si-SiC matrix에 입경이 150~500 μm인 graphite 입자를 2차상으로 35 vol%까지 첨가하여도 기공이 없는 치밀한 Si-SiC-graphite 복합재료를 제조할 수 있었다.

2. graphite 첨가함량이 증가할 수록 로크웰 경도, 곡강도, 압축강도, 영율이 감소한 이유는 2차 분산상인 graphite 입자의 낮은 곡강도값과 압축강도값에 기인되었다.

3. graphite 입자를 첨가하지 않은 조성의 Si-SiC plate와 상압소결 SiC ball을 물속에서 가압하중 4 kg, 접동속도 500 mm/sec 조건으로 마모시험을 행한 결과 마찰계수는 0.09 정도로 높았으나 graphite 첨가함량이 30 vol%인 경우는 0.025 정도로 감소된 결과는 고체 윤활성을 갖는 graphite가 [□]부에 graphite 마모분이 이동되어져 마찰저항을 감소시킨 결과로 생각된다.

4. 마모면의 표면 분석 결과 graphite의 [□]부분으로의 물질이동, free silicon의 우선 마모, 미소파괴, abrasive 마모 현상이 복합적으로 일어났음을 알 수 있었다.

5. graphite 무첨가 Si-SiC 조성과 graphite 첨가조성을 같은 조건에서의 마모시험결과 정상상태까지의 도달시간이 graphite 첨가 조성의 경우가 더 빨랐다.

6. graphite 첨가함량이 20 vol%인 경우가 비마모량 1.5×10<sup>-8</sup> mm<sup>2</sup>Kg, l로 가장 낮았다.

#### 감사의 글

이 논문은 1994년도 교육부 학술연구 조성비(신소재 분야)에 의하여 수행된 것입니다. 이에 감사를 드립니다.

#### REFERENCES

- G.R. Sawyer and T.F. Page, "Microstructural Characterization of 'REFEL' (Reaction-Bonded) Silicon Carbides," *J. Mat. Sci.*, **13**, 885-904 (1978).
- P.A. Willerment, R.A. Pett and J.J. Whalen, "Development and Processing of Injection-Moldable Reaction-Sintered SiC Compositions," *Am. Ceram. Soc. Bull.*, **57**(8), 744-747 (1978).
- C.W. Forrest, P. Kennedy, and J.V. Shennan, "The Fabrication and Properties of Self-Bonded Silicon Carbide Bodies," *Special Ceramics*, 5, p. 99-123, Brit. Ceram. Res. Association, Stoke-on-Trent, U.K., (1972).
- M. Iwasa and S. Kakiuchi, "Mechanical and Tribological Properties of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>-BN Composite Ceramics," *Yogyo-Kyokai-Shi*, **93**(10), 1985.
- P. Popper, "The Preparation of Dense Self-Bonded Silicon Carbide," *Special Ceramics*, p. 209-219, Heywood, London, (1960).
- Wallbridge, N., Dawson, D. and Roberts, E.W. In *Wear of Materials*, Ludema, K.C. (ED.), American Society of Mechanical Engineers, Reston, Virginia, p. 202, (1983).
- Iwasa, M., Toibana, Y., Yoshimura, S. and Kobayashi, E., *Journal of the Ceramic Society of Japan*, **93**(21), (1985).
- Ishigaki, H., Kawaguchi, I., Iwasa, M. and Toibana, Y. In *Wear of Materials*, Ludema, K.C. (ED.), American Society of Mechanical Engineers, Vancouver, p. 13, (1985).
- M. Iwasa and M. Kinoshita, "Wear Behaviour of Silicon Nitride Ball," *日本セラミックス協會學術論文誌*, **97**(2), 195-99 (1989).
- C.B. Lim and T. Iseki, "Transport of Fine-Grained β-SiC in SiC/Liquid Si System," *Adv. Ceram. Mater.*, **3**, 291-293 (1988).
- C.B. Lim and T. Iseki, "Formation and Transportation of Intergranular and Nodular Fine-Grained β-SiC in Reaction-Sintered SiC," *Adv. Ceram. Mater.*, **3**, 590-594 (1988).

12. M. Srinivasan and M. Kasprzyk, "Effect of Microstructure on the Mechanical Properties of Reaction Sintered Silicon Carbide," Presented at the Fall Meeting of the Basic Science Division of the American Ceramic Society, New Orleans La, November (1979).
13. In-Sub Han, Joo-Hwan Yang and Dong-soo Suhr, "Properties of Reaction-Bonded Silicon Carbide Depending on Graphite Additions," *Journal of the Korean Ceramic Society*, **30**(1), 69-77 (1993).
14. J. Derby, J.G. Seshadri and M. Srinivasan, "Fracture Mechanics of Ceramics, 8," Plenum Press, p. 113, (1986).
15. D.B. Marshall, B.R. Lawn and A.G. Evans, *J. Am. Ceram. Soc.*, **65**, 561 (1982).
16. K. Miyoshi and D.H. Buckley, "Tribological Properties of Sintered polycrystalline and single-crystal Silicon Carbide," *Am. Ceram. Soc. Bull.*, **62**(4), 494-500 (1983).
17. K. Miyoshi and D.H. Buckley, "Anisotropic Tribological Properties of SiC," *Wear*, **75**, 253-268 (1982).
18. T. Suigita and A. Hashikawa, "The Roles of Brittle Microfracture and Plastic Flow in the Wear of MgO single Crystals," *Wear*, **72**(3), 295-303 (1981).
19. D.H. Buckley, "Friction and Wear of Ceramics," *Am. Ceram. Soc. Bull.*, **51**(12), (1972).
20. D.S. Lim, Ph. D. Thesis (1986).
21. D.S. Lim and S. Danyluk, *J. of Mater Sci.*, **23**, 2607-2612 (1988).