

## SiC 휘스커 보강 $Al_2O_3$ -SiC 복합체의 열간특성

김윤주 · 나용한

동신대학교 세라믹공학과  
(1997년 7월 18일 접수)

### Thermal Characteristics of SiC Whisker Reinforced $Al_2O_3$ -SiC Composite

Yoon-Ju Kim and Yong-Han Na

Dept. of Ceramic Engineering, Dong Shin Univ.  
(Received July 18, 1997)

#### 요 약

휘스커 세라믹 복합체를 제조하는데 있어서 저가이며 분산성이 우수한 SiC whisker 강화  $Al_2O_3$ -SiC 복합체를 반응합성법에 의해 제조하였다. 상온에서의 파괴강도는 SiC whiskers의 함량이 가장 많이 이루어진 1500°C에서 가장 우수하였으며 1350°C 열간에서의 파괴강도는 저온과 고온합성 시편간에 큰 차이가 나지 않았는데 이는 고온에서 whisker간 응집과 silicon oxynitride 형성에 의해 입간 sliding이 용이하게 이루어졌기 때문으로 사료된다.

#### ABSTRACT

SiC whisker reinforced  $Al_2O_3$ -SiC composite was fabricated by reaction synthesis method, which is cost effective and allows good dispersion of whiskers. Fracture strength at room temperature showed the highest value with 1500°C reaction temperature because a lot of SiC whiskers was formed. Fracture strength at 1350°C did not show big differences with reaction temperature due to agglomeration of whiskers and formation of silicon oxynitride during hot MOR(modulus of rupture) test, probably promoting grain boundary sliding.

**Key words :** SiC whisker,  $Al_2O_3$ -SiC composite, Reaction synthesis, Silicon oxynitride, Dispersion of whiskers

#### 1. 서 론

세라믹 복합체는 제품에 대한 각종특성을 개선할 목적으로 금속 및 세라믹첨유, 휘스커 등의 복합화가 이루어지고 있으며, 기계적특성 특히 고인성화가 가능하게 되었다.<sup>1,4)</sup>

세라믹 복합체를 제조 하는데 있어서 세라믹 첨유나 휘스커의 분산과 섬유직경, 길이 등이 중요하지만 무엇보다도 재현성 있고 균일한 분산이 요구되고 첨유나 휘스커상과 분산상인 입자와의 결합특성도 매우 중요하다고 알려져 있다.<sup>5,6)</sup> 특히 whisker 복합체의 경우 whisker의 가격이 고가이고 분산이 매우 어려우므로 이에 대한 개선이 요망되고 있다. 본보는 whisker 복합체를 제조하는데 있어서 저가이며 재현성이 우수하도록 초미립의 Si와 C 분말을 이용하여 반응합성에 의해 SiC whisker를 형성하고, 형성된 whiskers의 형성에 따른 기계적 특성과 열간에서 거동에 대하여 초기 합성조건

과 SiC whiskers 형성과정과 1450°C의 열간에서의 이들의 거동에 따른 기계적 특성에 대하여 살펴 보았다.

#### 2. 실험

SiC whiskers를 제조하기 위해서 전체량중의 10 wt%를 Si와 C는 1:1 mol 비로 하고 제조중 carbon의 일부산화와 불균일 분산에 따른 화학적 양론비를 고려하여 Si와 C를 1:1.3 mol비로 하여 SiC whiskers를 제조하였다. 이때 사용된 Si는 평균입경 34  $\mu m$  이고 순도는 99.7% 이었고 carbon black은 비표면적이 68  $cm^2/g$  인것을 이용하였다.

$Al_2O_3$  원료는 입자크기가 0.5 mm를 80 wt%로하고 5  $\mu m$ 인 초미립 고순도  $Al_2O_3$ 를 10 wt%로 하여 phenol resin을 이용하여 고속 Mixer에 넣고 충분히 mixing한 다음 1.2 ton으로 CIP성형 하였다.

성형된 시편은 150°C에서 3일동안 충분히 건조시킨

다음 800°C, 1000°C, 1300°C, 1500°C에서 각각 5시간 coke bed 하에서 반응소결 시켰다. 각 온도에서 제조된 시편에 대하여 기공율, 3점굽힘강도, 부피비중을 측정하였다.

반응합성 유무를 확인하기 위하여 SEM 및 EPMA와 XRD를 이용하여 각각 관찰 하였으며, 열간에서의 거동을 관찰하기위해서 각각의 온도에서 제조된 시편을 1350°C에서 1시간 N<sub>2</sub> 분위기 하에서 유지한 다음 3점 굽힘강도법으로하여 굽힘강도를 측정하였으며 시편은 각각 3개에 대하여 측정하였다.

### 3. 실험 결과 및 고찰

반응 합성 온도별로 얻어진 시편에 대한 물성시험 결과는 Fig. 1과 같으며 합성온도가 높아질수록 파괴강도는 증가되나 SiC whiskers 형성이 이루어 지는 1300°C에서는 파괴강도는 현저히 상승함을 알수있고 1500°C에서는 그 형성이 활발하고 가장높은 값을 나타내었다.

상온에서의 파괴강도는 800°C, 1000°C에서 각각 반응

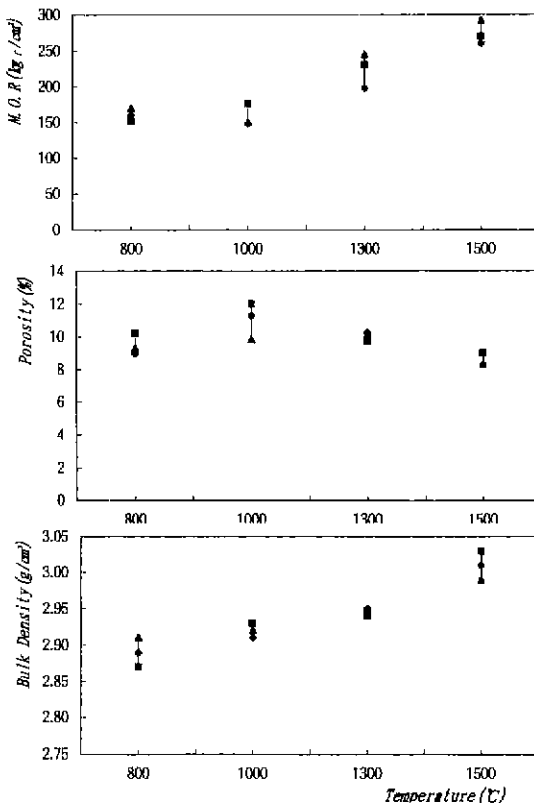


Fig. 1. Physical properties of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiC composite with reaction sintering temperature.

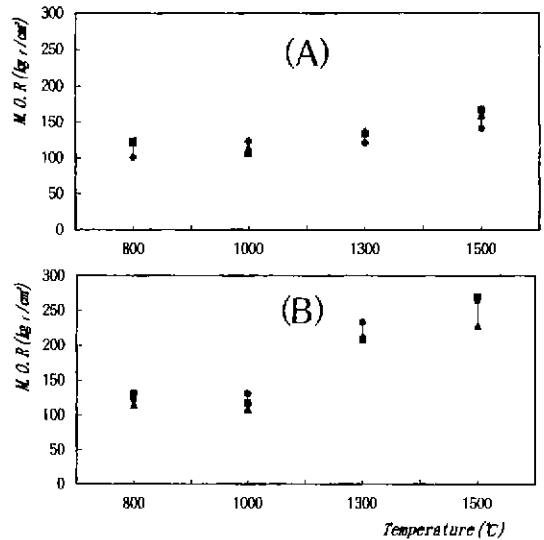


Fig. 2. Hot MOR values of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiC composite at 1350°C with reaction sintering temperatures (a) 1300°C and (b) 1500°C respectively.

합성 제조된 제품의 경우 약 108-131 kgf/cm<sup>2</sup> 범위이고 1300°C 이상에서는 208-270 kgf/cm<sup>2</sup>의 범위로 급격히 향상됨을 알수있고 이것은 형성된 SiC whiskers가 소결 특성 및 파괴강도에 크게기여함을 말해준다.

반면, Fig. 2에서와 같이 1350°C의 열간에서의 파괴강도는 1300°C이하 800°C 및 1000°C에서는 상온에서의 파괴강도와 열간에서의 파괴강도의 변화가 적은 반면 1300°C, 1500°C의 고온에서 반응합성된 시편에 대하여서는 상온 및 열간에서의 파괴강도 값이 크게 차이가 남을 알수있다. 이것은 반응합성된 SiC whisker의 열간에서의 합체 성장에 따른 강도저하와 1300°C이하 저온에서 합성된 시편의 경우는 가열유지시 SiC whisker가 합성. 성장에 따라 큰 차이가 나지 않을수 있다. 반응합성 온도별 SiC whisker의 형성은 Fig. 3과 같은데 1300°C이하에서는 SiC whisker은 형성되지 않았다.

XRD 분석만으로는 미량 합성된 SiC의 정량 분석이 곤란하다고 판단되어 습식법을 이용하여 Si 및 SiC를 정량 분석한 결과는 Table 1과 같다. SiC는 1300°C에서 제조된 시편에서 0.85%가 1500°C에서는 1.54%의 많은 양이 합성되어 있음을 알수 있다.

이들 반응합성 온도별 XRD 분석결과는 Fig. 4와 같고 1300°C 이하에서는 SiC whisker는 형성되지 않고 1300°C 이상에서 형성되어 있음을 알수있다. 각 온도에서 반응합성 제조된 SiC whisker의 전형적인 morphology는 Fig. 3과 같다. 800°C, 1000°C에서는 초미분의 Si, C가 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 입자 주위에 응집되어있고 일부 초미

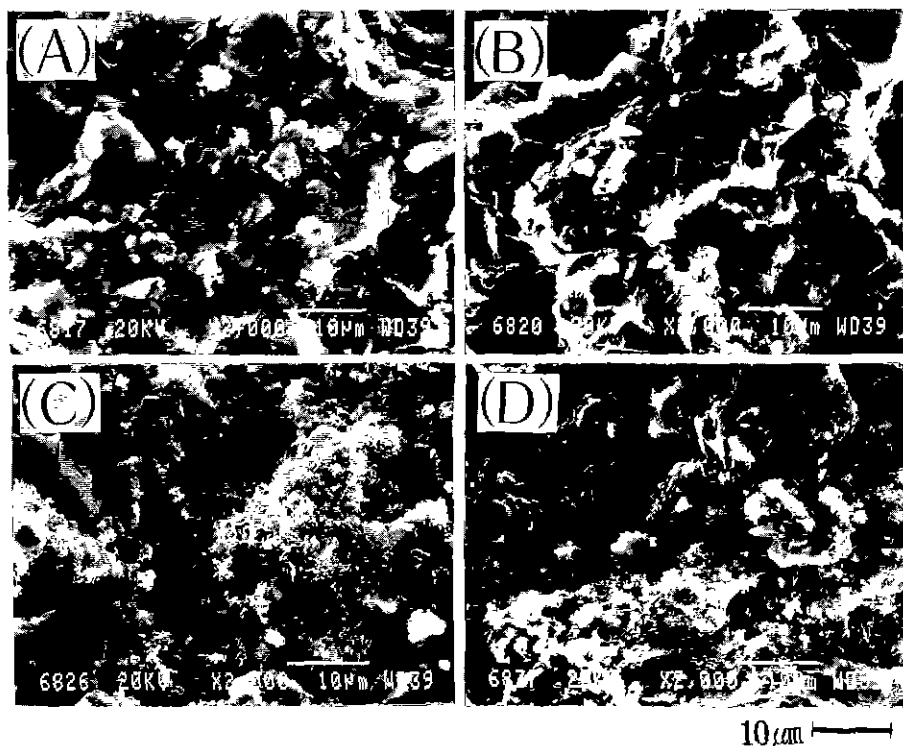


Fig. 3. Microphotographs of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiC composite fabricated at reaction sintering temperature (a) 800°C, (b) 1000°C, (c) 1300°C and (d) 1500°C respectively.

Table 1. Chemical Analysis Results After Firing Under Coke Bed

Comp. / Temp.	800°C	1000°C	1300°C	1500°C
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	79.76	80.78	79.13	79.25
SiC	-	-	3.98	6.28
Si	5.87	4.07	1.51	0.85
C	13.67	13.45	15.25	13.39

립 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 입자는 1000°C 부터는 상당부분의 입자간결합이 이루어져 있음을 알수있다. 1300°C에서 제조된 시편의 경우는 직경 0.1 µm에서 1 µm 이하의 SiC whisker가 매우 발달되어 있음을 알수 있고 1500°C에서 제조된 시편의 경우 SiC whisker가 상호 합체, 성장되어 1 µm 전후의 입자로 이루어져 있음을 알수있다.

열간에서의 파괴강도는 SiC whisker 형성량에 의한 효과는 상당히 감소됨을 알수 있다. 이에 대해서는 시험 후 시편에 대해 Fig. 5 에서와 같이 일부 SiC whisker나 미반응 Si가 silicon oxynitride (Si<sub>3</sub>ON<sub>2</sub>) 광물을 형성하거나, 열간에서 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 입자와 SiC whisker와의 sliding이 쉽게 이루어 지기 때문으로 사료된다.

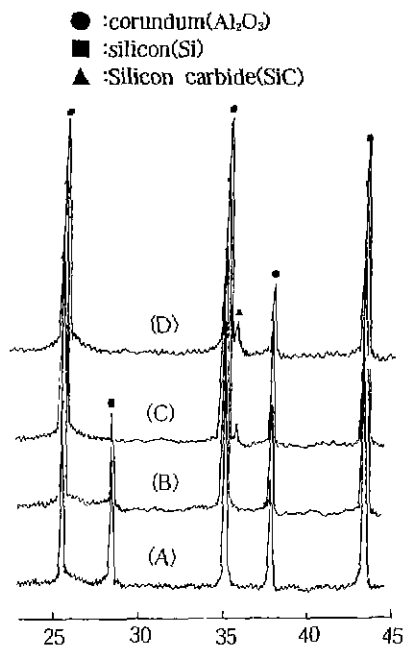


Fig. 4. XRD results after reaction sintering at temperature of (a) 800°C, (b) 1000°C, (c) 1300°C and (d) 1500°C, respectively.

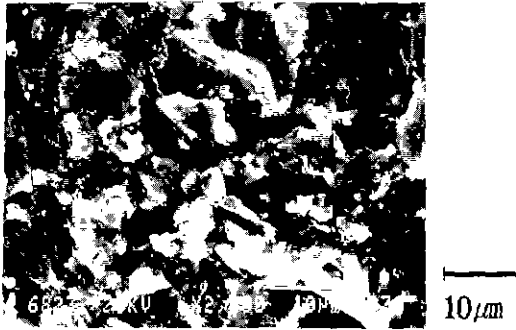


Fig. 5. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiC composite after hot MOR test, showing SiC whiskers.

한편, 초기 출발원료로 whisker를 이용시 문제되는 균일 분산성에의 개선효과는 비교적 양호함을 알수 있으며 열간에서의 높은 강도가 요구되는 세라믹 엔진, 세라믹 열교환기, 고열 열부하 구조체나 내마모 관련 부품에 대하여서 1300°C 저온에서 제조가능하나 열간강도, 기밀성 및 내마모성 향상을 기하기 위해서는 SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Sol 등에 의한 impregnation 방법등이 이루어 져야 할것으로 사료된다.

#### 4. 결 론

균일 분산 및 비교적 용이한 제조공정으로 저가의 whiskers 복합체를 제조하기 위하여 초미분 Si와 C 분말의 반응합성 소결 방법에 의해 제조된 SiC whiskers 강화 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiC 복합체는 상온에서의 파괴 강도는 SiC whiskers의 형성이 많이 이루어진 1500°C에서 제조된 시

편이 최고 270 kgf/cm<sup>2</sup> 으로 가장 높은 값을 나타내었으며, 전시편이 공히 온도증가에 따라 초미분 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 입자간의 소결이 진행되었다. 1300°C 이상에서 0.1 μm에서 1 μm 이하의 SiC Whiskers가 반응합성 됨을 알수있다. 1350°C의 열간에서의 파괴강도는 상온과는 달리 저온합성 시편과 큰 차이가 나타나지 않았는데 이는 silicon oxynitride의 형성과 whiskers 간 응집에 따라 열간에서의 입간 sliding이 용이하게 이루어 졌기 때문으로 판단된다.

#### REFERENCES

1. N.J.J Fang and T.W. Chou "Characterization of Interlaminar Shear Strength of Ceramic Matrix Composites," *J. Am. Ceram. Soc.*, **75**(10), 2539~2548(1993).
2. M.W. Weiser and L. C. Dejonghe "Inclusion Size and Sintering of Composite Powders," *J. Am. Ceram. Soc.*, **71**(3), 125~127 (1988).
3. D. J. Green and F. F. Lange, "Micromechanical Model for Fibrous Ceramics Bodies," *J. Am. Cer. Soc.*, **65**(1), 138~141 (1982).
4. J. Chou and D.J. Green "Silicon Carbide Platelet Alumina Composites, II Mechanical Properties." *J. Am. Cer. Soc.*, **76**(6), 1452~1458 (1983).
5. C. G. Pantano, G. Chen and D. Qi "Interface Reactions and Wetting in Carbon Fiber Reinforced Glass Matrix Composites," *Mater. Sci. Eng., A*, **126**, 191~201 (1990)
6. W.K. Trendway, K.M. Prewo and C. G. Pantano, "Fiber Matrix Interfacial Effects in Carbon Fiber Reinforced Glass Matrix Composites," *Carbon*, **27**(5), 717~727 (1989).