

Ni buffer layer를 사용한 $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{S.S316}$ 접합체에서 접합계면의 미세구조 변화가 접합체의 기계적 특성에 미치는 영향

장희석 · 박상환* · 권혁보** · 최성철

한양대학교 무기재료공학과

*한국과학기술연구원 복합기능세라믹스연구센터

**경남대학교 신소재공학과

(2000년 3월 7일 접수)

Effects of Microstructural Change in Joint Interface on Mechanical Properties of $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{S.S}$ 316 joint with Ni Buffer layer

Hwi Souck Chang, Sang-Wghan Park,* Hyok-Bo Kwon** and Sung-Churl Choi

Dept. Inorganic materials Eng., Hanyang Univ.

*Multi-functional ceramics research center, KIST

**Dept. Materials Sci. & Eng. Kyungnam Univ.

(Received March 7, 2000)

초 록

Ni buffer layer를 사용한 $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{stainless steel}$ 316 접합체 제조를 위하여 Ag-Cu-Ti합금을 사용한 Direct brazing(DIB)방법 및 Ag-Cu-Ti합금을 사용하여 Si_3N_4 와 반응시킨 후 Ag-Cu합금으로 브레이징 하는 Double brazing (DOB)방법을 사용하였다. DIB법을 사용한 접합체에서 $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{brazing alloy}$ 계면에서는 Ti가 segregation 되었으나, 충분한 계면반응물을 형성하지 못하였다. 또한, 접합계면에 인접한 브레이징 합금에서 많은 양의 Ni-Ti 금속간 화합물이 형성되었으며, 형성된 금속간 화합물은 계면 반응에 참여하는 Ti의 양을 감소시켰다. 이와는 달리 DOB법을 사용한 접합체의 접합계면에서는 많은 양의 Ti가 segregation 되어 TiN 및 Ti-Si-Ni-N-(Cu) 등의 안정한 계면반응물을 형성하였으며, Ni buffer layer와 브레이징 시 계면반응물은 브레이징 합금내에 Ni-Ti 금속간 화합물의 형성을 제한하였다. Ni buffer layer를 사용한 $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{S.S}$ 316 접합체에서 DOB법을 사용한 접합체의 파괴강도는 DIB법을 사용한 접합체의 파괴강도보다 현저히 증가하였으며, 브레이징 공정에 따른 Ni buffer layer를 사용한 접합체 파괴강도의 차이는 접합계면에서 안정한 계면의 형성 및 미세구조 변화에 직접 영향을 받는 것으로 나타났다. Ni buffer layer를 사용한 $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{S.S}$ 316 접합체의 파괴강도는 Ni buffer layer의 두께(0.1-1.0 mm)가 증가함에 따라 점차적으로 감소하였다. 이는 Ni buffer layer의 두께가 증가함에 따라 접합체내 발생하는 잔류응력이 증가하기 때문에 접합체의 파괴강도가 감소하는 것으로 생각된다. Ni buffer layer를 사용한 $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{S.S}$ 316 접합체의 최대 파괴강도는 386 MPa 이었으며, 접합체의 파괴는 $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{brazing alloy}$ 접합계면에서 시작되어 Si_3N_4 내부로 진행되었다.

ABSTRACT

$\text{Si}_3\text{N}_4/\text{stainless steel}$ 316 joints with Ni buffer layer were fabricated by direct active brazing method (DIB) using Ag-Cu-Ti brazing alloy only and double brazing method (DOB) using Ag-Cu brazing alloy with Si_3N_4 pretreated with Ag-Cu-Ti brazing alloy. For the joint brazed by DIB method, Ti was segregated at the $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{brazing alloy}$ interface, but was not enough to form a stable joint interface. In addition, large amounts of Ni-Ti inter-metallic compounds were formed in the brazing alloy near the joint interface, which could deplete the contents of Ti involved in the interfacial reaction. However, for the joint brazed by DOB method, segregation of Ti at the joint interface were enough to enhance the formation of stable interfacial reaction products such as TiN and Ti-Si-Ni-N-(Cu) multi-compounds, which restricted the formation of Ni-Ti inter-metallic compounds in the brazing alloy during brazing with Ni buffer layer. Fracture strength of $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{S.S}$ 316 joints with Ni buffer layer was much improved by using DOB method rather than DIB method. It could be deduced that the differences of fracture strength of the joint with Ni buffer layer depending on brazing process adapted were directly affected by the formation of stable joint interface and the change in microstructure of the brazing alloy near the joint interface. It was found that fracture strength of $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{S.S}$ 316 joints with Ni buffer layer was gradually reduced as the thickness of Ni buffer layer in the joint was increased from 0.1 mm to 10 mm. It seems to be due to the increased residual stress in the joint as the thickness of Ni buffer layer is increased. The maximum fracture strength of $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{S.S}$ 316 joints with Ni buffer layer was 386 MPa, and the fracture of joint was originated at $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{brazing alloy}$ joint interface and propagated into Si_3N_4 matrix.

Key words : Silicon nitride, Active brazing, Ni buffer layer, Interfacial reaction product

1. 서 론

Si_3N_4 는 내열성, 높은 고온강도, 내부식성, 내마모성 등 우수한 구조재료적 특성을 갖고 있지만, 취성 파괴특성에 따른 낮은 신뢰성으로 산업체 부품으로의 응용은 극히 제한되어 이루어져왔다. 따라서, 금속소재로 이루어진 기존의 시스템에 Si_3N_4 를 핵심부품으로 응용하기 위해서는 부품 신뢰성의 향상이 요구되고 있으며 이를 위하여 Si_3N_4 /금속 접합체 제조 및 응용에 관한 연구가 이루어지고 있다.^{1,2)} 비산화물계 세라믹스/금속 접합체 제조에 있어서는 높은 경제성과 신뢰성을 갖는 활성금속 브레이징법이 사용되고 있으며, 활성금속 브레이징 법은 Ti, Zr, Hf 등의 활성금속을 첨가시킨 브레이징 합금을 사용하여 활성금속이 접합계면에서 세라믹스와 반응생성물을 형성시켜 브레이징합금의 세라믹스 표면에 대한 적실성을 향상시키고, 강한 접합계면의 형성을 이루게하여 접합체를 제조하는 방법이다.³⁾ 열기계적 특성이 다른 이종재료를 사용한 세라믹/금속 접합체의 기계적 특성은 강한 접합계면의 형성뿐 아니라, 브레이징 후 냉각 시 세라믹스와 금속과의 열팽창계수의 차이에 의해 접합체에 발생하는 잔류응력의 크기에 직접적인 영향을 받는 것으로 알려져 있다. 따라서, 세라믹/금속 접합체에서는 접합체 제조시 발생하는 잔류응력을 완화시키기 위하여 buffer layer가 사용되고 있으며, 일반적으로 낮은 항복 강도를 갖는 Cu, Ni 등의 연성금속을 buffer layer로 사용하여 연성금속의 소성변형으로 접합체에 발생하는 잔류응력을 완화시키고 있다.^{4,5)}

실제 Si_3N_4 /금속 접합체가 응용되는 터보차저/금속 축 assembly에서 접합부의 온도가 400~450°C 영역이며, 산화분위기에서 장시간 사용되기 때문에 접합체에 사용되는 buffer layer는 고온 creep 저항성 및 내산화성이 요구된다. Ni은 고온 creep 저항성 및 내산화성이 Cu 보다 우수하지만, Ni은 활성금속 브레이징 공정시 브레이징 합금내로 고용되어, 브레이징 합금내 Ti와 반응으로 Ni-Ti 금속간 화합물을 형성하게 된다.^{6,7)} Ni-Ti 금속간 화합물의 형성은 접합계면에 반응 생성물을 형성할 수 있는 브레이징 합금내 Ti 양을 감소시켜 브레이징 합금의 wetting 및 안정된 강한 접합계면의 형성을 어렵게 할 뿐만이 아니라, 금속간 화합물 형성은 브레이징 합금의 소성강도를 증가시켜 잔류응력 완화효과를 감소시킬 것으로 생각된다. Ni buffer layer를 사용한 Si_3N_4 /금속 접합체 제조에 있어서 3 μm 두께의 Ti막을 사용하여 예비 열처리하여 Ti와 Si_3N_4 의 계면반응을 이룬 후 브레이징에 의해 접합하는 공정이 사용되고 있다.^{8,9)} Ti 박판이나 Ti 코팅법을 사용한 Si_3N_4 /금속 접합체 제조공정은 butt type 접합체 제조에 있어서는 가능한 공정이지만, 복잡한 형상의 접합면을 갖는 접합체 제조에 있어서는 Ti 박판의 가공이나 Ti 코팅 두께의 불균일로 인하여 많은 문제점이 예상된다. 본 연구에서는 Ni buffer layer를 사용한

Si_3N_4 /Stainless steel 316(S.S316) 접합체 제조에 있어서 접합면의 형상에 제약받지 않는 활성금속 브레이징 공정을 개발하는 것이 연구의 목적이며, 이를 위해 Ni buffer layer의 브레이징 합금내 고용에 따른 문제점을 해결하기 위한 접합공정에 관한 연구를 하였다. 본 연구에서는 Ni buffer layer를 사용한 Si_3N_4 /S.S 316 접합체 제조에 두가지 브레이징 공정으로 이루어졌다. Ag-Cu-Ti 브레이징 합금을 사용하여 Si_3N_4 와 반응시킨 후 Ag-Cu 브레이징 합금으로 브레이징한 공정 (Double brazing DOB) 및 Ag-Cu-Ti 브레이징 합금만을 사용한 직접 브레이징 공정(Direct brazing DIB)을 사용하여 브레이징 공정의 변화에 따른 접합계면 형성 및 접합계면에 인접한 브레이징 합금의 미세구조와 원소분포 변화를 조사하여, 접합계면에서의 계면변화가 접합체의 기계적 특성에 미치는 영향을 조사하였다. 또한 각 브레이징 공정에서 Ni buffer layer 두께변화에 따른 Si_3N_4 /S.S 316 접합체의 기계적 특성을 조사하였다.

2. 실험방법

본 실험에서 사용한 세라믹스는 Y_2O_3 를 소결조제로 사용하여 sinter-HIP한 Si_3N_4 (PY6)이었으며, 금속 모재는 삼미특수강(주)에서 구입한 stainless steel 316이었다. 브레이징 합금은 Wesco사에서 제조한 상용 브레이징 합금으로 두께가 50 μm 인 활성금속 Ti가 2 wt% 포함된 Cusil ABA와 Ti가 포함되지 않은 Cusil을 사용하였다. Ni buffer layer는 순도 99%의 냉간압연된 Ni foil을 사용하였으며, 사용된 Ni buffer layer의 두께는 0.1-2.0 mm이었다. 실험에 사용된 각 소재의 특성은 Table 1에 나타내었다. Si_3N_4 와 S.S316 시편의 크기는 3×4×15 mm으로 절단 후 모재의 표면 결함을 줄이기 위하여 Si_3N_4 의 접합표면은 1 μm 다이아몬드 페이스트를 사용하여 표면 연마하였으며, S.S316은 SiC paper #800까지 연마하였다. 브레이징합금 및 Ni foil은 표면 연마 없이 구입상태 그대로 사용하였다. Si_3N_4 , S.S316, Ni foil 및 브레이징 합금은 trichloro-ethylene, acetone 및 isopropanol 용액 차례로 초음파 세척기를 사용하여 각 용액에서 5분간 세척하였다. 세척된 시편은 graphite jig에 고정시켜 브레이징 하였으며, 브레이징 공정시 접합면에 가해진 압력은 250 Pa이었다. 브레이징 공정은 Astro사의 vacuum furnace (Model 1100-2560-W2)을 사용하여 10^{-5} torr 이하의 진공 분위기하에서 이루어졌다. Direct brazing(DIB)공정은 Ag-Cu-Ti(Cusil ABA)브레이징 합금만을 사용하여 850°C에서 10분간 브레이징 하였으며, double brazing(DOB)공정은 Ag-Cu-Ti 브레이징 합금을 사용하여 900°C에서 10분간 Si_3N_4 와 반응시킨 후 Ag-Cu(Cusil)를 사용하여 810°C에서 10분간 브레이징 하였다. 브레이징 공정시 S.S316 및 Ni buffer layer의 잔류응력을 제거하고 접합될 소재의 온도를 균일하게 유지하기 위하여 750°C에서 1시간동안 유지한

Table 1. Characteristics of Materials Used in This Study

Properties Materials	Composition(wt%)	Young's modulus(GPa)	C.TE(× 10 ⁻⁶ /°C)	Yield strength(MPa)	Melting point(°C)
Si ₃ N ₄	Si ₃ N ₄ -6Y ₂ O ₃	300	3.6	850*	1820**
S.S 316	Fe-16Cr-10Ni-2Mo	150	14.0	240	1399
Cusil ABA	Ag-27.5Cu-2Ti	83	18.5	271	Solidus 780 Liquidus 815
Cusil	Ag-28Cu	83	19.6	272	Solidus 780 Liquidus 780
Ni	>99.99%	207	13.3	90	1455

*Fracture strength

**Decomposition temperature

후 브레이징 온도까지 승온하였으며, 브레이징 후 접합체의 냉각속도는 5°C/min 이하로 일정하게 유지하였다. Si₃N₄/S.S 316접합체의 접합강도는 Instron (Model 4200 load cell : 1ton)을 사용하여 4점 굽힘 강도 시험방법으로 측정하였다. 접합체 시편크기는 3×4×30 mm+buffer layer 두께 (0.1-2.0 mm)이었으며, 접합체의 표면은 #800 다이몬드 연마판에서 연마 후 4점 굽힘 강도를 측정하였다. 4점 굽힘 강도 시험은 공기중 상온에서 실시하였으며, 사용된 cross head speed는 0.5 mm/min, upper span은 10 mm, lower span은 20 mm이었다. 4점 굽힘 강도 시험을 한 접합체의 파단면 형상 및 파괴 경로는 SEM을 사용하여 관찰하였다. Si₃N₄/S.S 316 접합체의 접합체면의 미세구조를 조사하기 위하여 접합체 단면을 표면 연마한 후 Si₃N₄/brazing alloy 계면에서의 반응 형성물 및 브레이징 합금의 조성변화를 EPMA (Cameca SX-51)를 사용하여 조사하였다. 접합체면을 구성하는 상변화를 조사하기 위하여 10×10×5 mm 크기의 접합체를 제조한 후 thin film XRD를 사용하여 조사하였다. thin film XRD에 사용된 접합체의 S.S316 및 Ni buffer layer를 제거한 후, 남은 브레이징 합금은 50% 질산용액에서 용해시킨 후 조사하였다.

3. 결과 및 고찰

Fig. 1 (a)는 Ni buffer layer를 사용하여 850°C에서 10분간 Ag-Cu-Ti 브레이징 합금으로 direct brazing(DIB)한 Si₃N₄/stainless steel 316 접합체에서 Si₃N₄/brazing alloy/Ni buffer layer 접합부위의 secondary electron image 및 구성원소의 EPMA analysis 결과를 보여준다. 브레이징 합금의 미세조직은 Ag-rich 및 Cu-rich region으로 분리된 공정조직으로 이루어졌으며, 브레이징 합금의 두께는 50 μm이었다. Ti는 Si₃N₄/brazing alloy 계면에 segregation 되어 나타났으나, 많은 양의 Ti는 브레이징 합금 내부에 확산 이동된 Ni와 반응하여 Ni-Ti 화합물을 형성하였다. Ni-Ti 이성분계에서는 TiNi₃, TiNi, 및 Ti₂Ni 등의 금속간 화합물이 형

성되며, Cu-Ni 이성분계는 완전고용체를 이루기 때문에 Cu-rich region에서는 많은 양의 Ni가 고용된 것으로 관찰되었다.^{6,7)} 또한 Ni buffer layer에서는 Cu가 10 μm 깊이로 확산 이동되어 고용되는 것으로 관찰되었다. DIB법을 브레이징된 접합체에서는 브레이징 시 접합체면에서 Ti와 Si₃N₄의 반응으로 형성된 접합체면을 통한 Ti의 확산 이동 속도보다 액상의 브레이징 합금내부로 Ni의 확산 이동 속도가 빠르기 때문에 브레이징 합금내부에서 많은 양의 Ni-Ti 화합물이 형성되는 것으로 생각된다. 브레이징 합금내부에 Ni-Ti 화합물의 형성은 Si₃N₄/brazing alloy 접합체면 형성에 참여하는 브레이징 합금내의 Ti양을 감소시켜 Si₃N₄/brazing alloy 접합체면에 안정한 계면 반응물의 형성을 억제하는 것으로 생각된다. Fig.1 (b)는 DIB법을 사용한 Si₃N₄/stainless steel 316 접합체에서 Si₃N₄/brazing alloy 접합체면의 secondary electron image 및 구성원소의 EPMA analysis 결과를 보여준다. Si₃N₄/brazing alloy 접합체면은 원소의 분포에 따라 세 부분으로 Ti-rich region, Cu-Ni rich region, 및 Ag-rich region으로 구분되었다. Ti는 Si₃N₄와 반응하여 Ti-rich region을 형성하였으나, TiN 또는 Ti-Silicide 계면 반응물층의 형성은 명확히 구분되어 나타나지 않았다. Cu-Ni rich region에서는 Ni가 접합체면까지 확산 이동하여 고용체를 형성함을 알 수 있었다.

Fig. 2 (a)는 Ag-Cu-Ti를 사용하여 900°C에서 10분간 Si₃N₄와 반응시킨 후 Ag-Cu를 사용하여 810°C에서 10분간 double brazing(DOB)된 접합체에서 Si₃N₄/brazing alloy/Ni 접합부위의 secondary electron image 및 구성원소의 EPMA analysis 결과를 보여준다. DOB법을 사용한 접합체의 미세구조는 DIB를 사용한 접합체에서와 같이 Ag-rich 및 Cu-rich region 공정 조직으로 이루어졌으며, 전체 브레이징 합금의 두께는 70 μm로 DIB법을 사용한 접합체 보다 증가하였다. 접합체면에서 Si₃N₄와 Ti 사이의 반응으로 분해된 free Si은 브레이징 합금 내부로 확산 이동하였으며, Ti는 Si₃N₄/brazing alloy 접합체면에 segregation된 것으로 관찰되었다. Ni은 Si₃N₄/brazing alloy 계면 인접부위에서 Ni-Ti

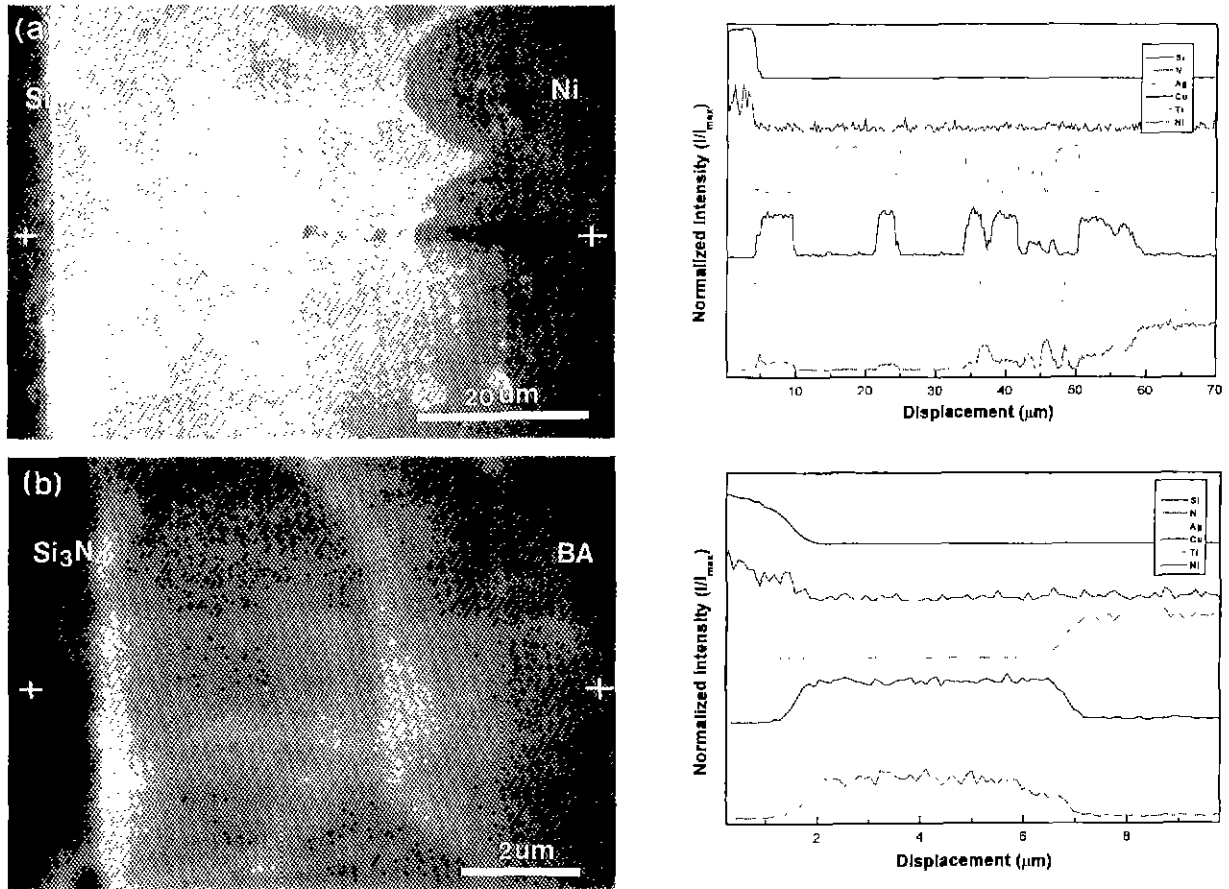


Fig. 1. SEM microstructure and EPMA analysis of Si, N, Ag, Cu, Ti, Ni at (a) the Si_3N_4 /brazing alloy/Ni interface and (b) the Si_3N_4 /brazing alloy interface of Si_3N_4 /S.S 316 joint with Ni buffer layer brazed at 850°C for 10 min using Ag-Cu-Ti alloy. (DIB method).

rich region을 형성하였으나, 브레이징합금 내부에서 Ni-Ti 화합물의 형성은 관찰되지 않았다. Ni buffer layer에 인접한 부근에서는 Cu-Ni rich region을 형성하였다. Fig. 2의 b)는 DOB법을 사용한 접합체의 Si_3N_4 /brazing alloy 접합계면의 secondary electron image 및 구성원소의 EPMA analysis 결과를 보여준다. Si_3N_4 /brazing alloy 접합계면의 미세구조는 TiN 및 Ti-Si-Ni-N(Cu)로 이루어진 복합화합물, Cu-Ni rich region 및 Ag-rich region으로 구분되어진다. Ti 및 N은 Si_3N_4 /brazing alloy 계면에 segregation 되었으며, DIB법을 사용한 접합체보다 두꺼운 $1\ \mu\text{m}$ 정도의 TiN 계면 반응물 형성이 명확히 관찰되었다. Si_3N_4 와 Ti의 반응으로 생성된 free Si은 브레이징 합금내에 $3\ \mu\text{m}$ 까지 확산 이동하였으며, DIB법을 사용한 접합체에서는 관찰되지 않은 Ti-Si-Ni-N 또는 Ti-Si-Ni-Cu-N으로 이루어진 복합화합물을 형성하였다. Carim에 의하면 Si_3N_4 /Ag-Cu-Ti계 브레이징 합금 계면에서 TiN 계면반응물 다음층으로 Ti-Si-Cu-N 준안정상이 형성되는 것으로 보고하였으나,¹⁰⁾ Ni buffer layer를 사용한 접합체의 접합계면에서는 Ni이 포함되거나(Ti-Si-Ni-Cu-N), Ni이 Cu을 대체한(Ti-Si-Ni-N) 복합화합물이 형성되

는 것으로 관찰되었다. 따라서, DOB법을 사용한 접합체의 접합계면에서는 Ag-Cu-Ti 브레이징 합금과 Si_3N_4 의 반응처리 시 TiN 및 Ti-Si-Cu-N등의 계면반응물이 형성되며, Ni buffer layer와 브레이징시 브레이징 합금내로 고용된 Ni은 TiN와 반응에 의한 Ni-Ti 화합물의 형성은 열역학적으로 불안정하기 때문에 Ti-Si-Cu-N 복합화합물과 반응하여 Ti-Si-Ni-N 또는 Ti-Si-Ni-Cu-N 복합화합물을 형성하는 것으로 생각된다.

Fig. 3은 DIB 및 DOB법을 사용한 접합체에서 Si_3N_4 표면에 형성된 접합계면을 형성하는 결정상의 small angle XRD pattern를 보여준다. DIB법을 사용한 접합체의 Si_3N_4 접합계면에서는 모재인 Si_3N_4 peak만이 관찰되었으나, DOB법을 사용한 접합체의 Si_3N_4 접합계면에서는 Si_3N_4 및 TiN이 관찰되었다. DIB법을 사용한 접합체의 Si_3N_4 접합계면에서는 브레이징 합금내 Ti는 Ni-Ti 화합물을 형성하여 충분한 양의 접합계면 반응생성물이 형성되지 못하여 XRD pattern에 나타나지 않은 것으로 생각된다. DOB법을 사용한 접합체에서는 Ag-Cu-Ti 브레이징 합금과 Si_3N_4 의 반응처리 시 형성된 계면반응물인 TiN은 충분한 양이 형성되고 브레이징

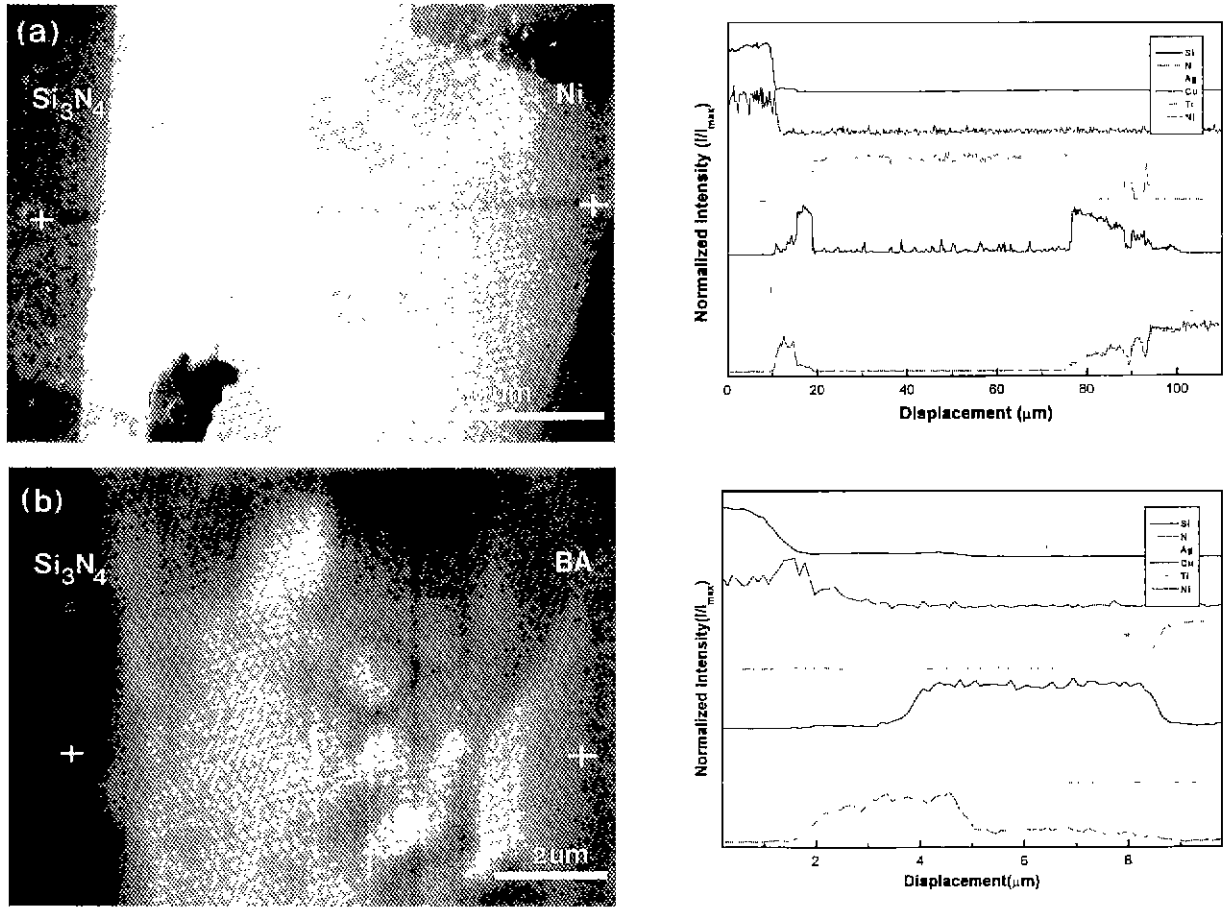


Fig. 2. SEM microstructure and EPMA analysis of Si, N, Ag, Cu, Ti, Ni at (a) the Si_3N_4 /brazing alloy/Ni interface and (b) the Si_3N_4 /brazing alloy interface of $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{S.S 316}$ joint with Ni buffer layer brazed at 900°C for 10 min using Ag-Cu-Ti alloy and at 810°C for 10 min using Ag-Cu alloy. (DOB method).

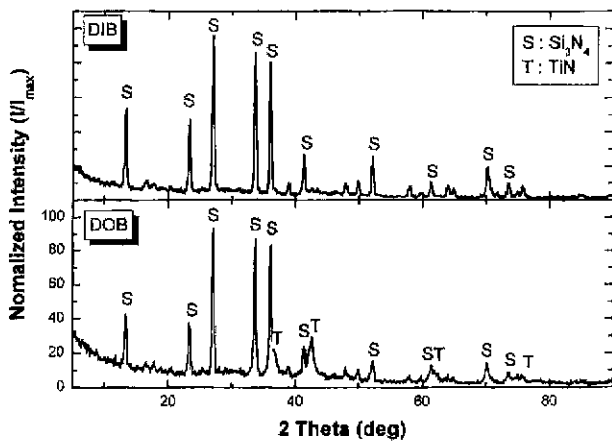


Fig. 3. Small angle XRD patterns of Si_3N_4 /brazing alloy interface brazed by DIB and DOB methods.

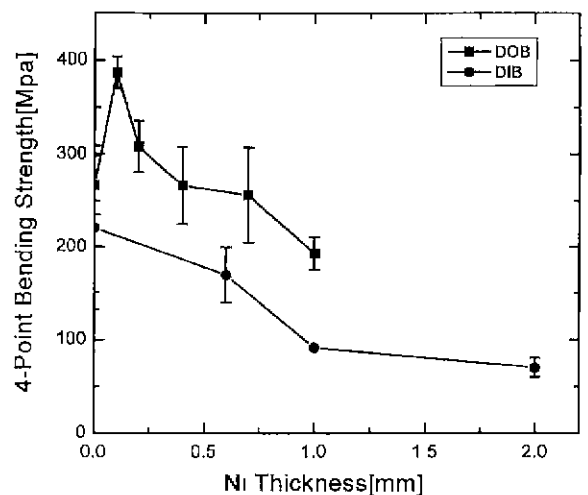


Fig. 4. 4-point bending strength of $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{S.S 316}$ joints with Ni buffer layer as a function of Ni buffer layer thickness.

시 Ni과의 반응으로 분해되지 않아 관찰된 것으로 생각된다.
 Fig. 4는 Ni buffer layer의 두께변화 및 브레이징 공정변화에 따른 $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{stainless steel 316}$ 의 4점 굽힘 강도 변화

를 보여준다. DOB법을 사용한 접합체의 4점 굽힘 강도는 DIB법을 사용한 접합체보다 높게 나타났으며, DOB법을 사

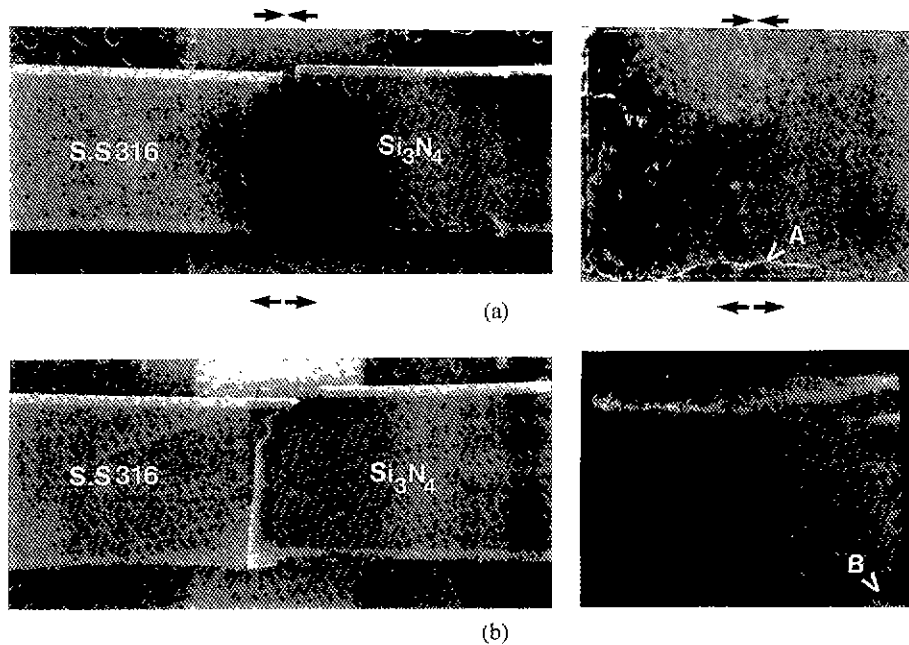


Fig. 5. SEM micrographs of fracture path and fracture surface of $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{S.S316}$ joints with Ni buffer layer: (a) DIB method (b) DOB method.

용한 접합체의 강도는 Ni buffer layer의 두께 0.1 mm에서 386 MPa로 최대 값을 나타내었다. Ni buffer layer의 두께가 증가할수록 4점 굽힘 강도는 점차적으로 감소한다. T.W. Kim에 의하면 FEM으로 계산된 Cu buffer layer는 두께가 증가할수록 접합체내에 발생하는 잔류응력의 크기가 증가하기 때문에 4점 굽힘강도는 감소한 것으로 나타났다.¹¹⁾ 따라서, Ni buffer layer를 사용한 접합체에서도 Cu buffer layer를 사용한 접합체와 같이 buffer layer의 두께가 증가할수록 접합체내 잔류응력의 증가에 따라 4점 굽힘 강도는 감소한 것으로 생각된다.

Fig. 5는 DIB 및 DOB법을 사용한 접합체의 파괴경로 및 파괴단면을 보여준다. DIB법을 사용한 접합체의 파괴경로는 4점 굽힘 강도 시험 시 인장응력을 받는 Fig. 5에 나타난 A지점의 브레이징 합금에서 시작되었으며, 충분한 계면반응물의 형성이 이루어지지 않았기 때문에 약한 강도를 갖는 $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{brazing alloy}$ 접합계면을 따라 진행되었다. DOB법을 사용한 접합체의 파괴경로는 안정한 계면반응물의 형성으로 충분한 접합계면 강도를 갖기 때문에 최대잔류응력을 받는 Fig. 5에 나타난 B지점인 $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{brazing alloy}$ 계면에서 시작하여 접합체내의 잔류응력의 분포에 따라 Si_3N_4 내부로 진행되었다.

결 론

Ni buffer layer를 사용한 $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{stainless steel 316}$ 접합체를 Ag-Cu-Ti합금을 사용하여 Si_3N_4 와 반응시킨 후 Ag-

Cu합금으로 브레이징 하는 Double brazing (DOB)방법을 사용하여 제조할 수 있었다. DIB법을 사용한 접합체의 브레이징 합금내에서는 Ti는 Ni과의 반응으로 많은 양의 Ni-Ti 화합물이 형성되어 $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{brazing alloy}$ 접합계면 형성에 참여하는 브레이징 합금내의 Ti량을 감소시켜 $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{brazing alloy}$ 접합계면에 안정한 계면 반응물의 형성을 억제하는 것으로 나타났다. DOB법을 사용한 접합체의 $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{brazing alloy}$ 접합계면에서는 Ag-Cu-Ti를 사용하여 Si_3N_4 와 반응처리 시 강한 접합계면을 형성하는 TiN이 형성되었으며, 형성된 TiN은 Ni buffer layer와 브레이징 후 분해되지 않은 것으로 나타났다. Ni buffer layer를 사용한 $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{S.S316}$ 접합체에서 DIB방법을 사용한 접합체의 4점 굽힘 강도는 160 MPa이하이었으며, 파괴 경로는 $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{brazing alloy}$ 접합계면을 따라 진행되었다. DOB방법을 사용한 접합체의 4점 굽힘 강도는 386 MPa이었으며, 파괴경로는 $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{brazing alloy}$ 접합계면에서 시작되어 Si_3N_4 내부로 진행되었다. Ni buffer layer의 두께가 증가할수록 4점 굽힘 강도는 감소하였으며, Ni buffer layer의 두께가 증가할수록 접합체내에 발생하는 잔류응력의 크기가 증가되기 때문에 4점 굽힘 강도는 감소하는 것으로 생각된다.

REFERENCES

1. M. L. Santella, "A review of techniques for joining advanced ceramics." *Ceram. Bull.*, **71**(6), 947-954 (1992).
2. C. H. Bates, "Joining of non-oxide ceramics for high-

- temperature applications," *Ceram. Bull.*, **69**(3), 350-356 (1990).
3. M. G. Nicholas, "Active metal brazing," *Br. Ceram. Trans. J.*, **85**, 144-146 (1986).
 4. K. Suganuma, "Influence of shape and size on residual stress in ceramic/metal joining," *J. Mater. Sci.*, **22**(8), 2702-2706 (1987).
 5. S. I. Tanaka, "Residual stress relaxation in Si_3N_4 /metal joined system. Metal-ceramic joints," MRS Int'l meeting on advanced materials, **Vol. 8**, 125-130 (1988).
 6. Binary alloy phase diagrams, ASM., **Vol. 1**, 942 (1986).
 7. *ibid.* **Vol. 2**, 1655 (1986).
 8. S. Kang and J. H. Selverian, "Effect of active metal coatings on the mechanical properties of silicon nitride-base ceramics," *J. Mat. Sci.*, **28**, 5514-5520 (1993).
 9. S. Hata and T. Narita, "Effects of ceramic strength and Ni-interlayer thickness on fracture strength of Si_3N_4 ceramic/stainless steel joint," *J. Jpn. Inst. metals*, **61**(11), 1255-1259 (1997).
 10. H. Carim, "Transition phases at ceramic-metal interfaces: Orthorhombic, cubic, hexagonal Ti-Si-Cu-N compounds," *J. Am. Ceram. Soc.*, **73**(9), 2764-2766 (1990).
 11. T. W. Kim and S. W. Park, "Mechanical properties of Si_3N_4 /stainless steel 316 joint with joint configuration changes," Intl. Symp. Ceramic material and components for engines, pp. 321-325 (1997).