

## 상압소결 탄화규소 소결체의 마찰마모특성

백용혁 · 최 웅 · 서영현\* · 박용갑\*\*

전남대학교 세라믹공학과, 포항제철(주) 광양제철소

\*\*선문대학교 재료공학과

(1998년 2월 16일 접수)

## Tribological Properties of Pressureless-sintered Silicon Carbide

Yong-Hyuck Baik, Woong Choi, Young-Hean Seo\* and Yong-Kap Park\*\*

Department of Ceramic Engineering, Chonnam National University

\*Posco, Kwang Yang Works

\*\*Department of Materials Science and Engineering, Sunmoon University

(Received February 16, 1998)

### 요 약

본 연구에서는 Boron과 Carbon black이 소결조제로 첨가된 탄화규소 분말을 1950°C에서 상압소결 방법으로 시편을 제조하고 꺾임강도, 파괴인성, 비마모량을 측정하고 파단면 및 마찰마모면의 미세구조를 SEM으로 관찰하여 마찰마모특성과 미세구조와의 관계를 규명하였다. 또한 마모상대재료로서 SiC pin과 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pin을 사용하였을 때 마찰마모특성과 미세구조와의 관계도 비교 검토하였으며 다음과 같은 결론을 얻었다. 1. SiC pin을 사용한 경우 소결 시편의 비마모량은 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pin을 사용한 경우보다 많았으나, 가압하중이 증가하면 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pin을 사용한 경우가 SiC pin을 사용한 경우보다 비마모량의 증가율이 약 6.5배로 되었다. 2. Pin의 비마모량은 SiC pin의 경우가 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>의 경우보다 많았으나 가압하중이 증가하면 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pin의 경우가 SiC pin의 경우보다 비마모량의 증가율이 약 4배로 되었다. 3. 마모상대재료의 마찰계수가 작은 경우에는 마모면의 미세구조가 평활하면서 crack이 나타나지 않았으나, 마찰계수가 큰 경우에는 마모면이 평활치 못하고 crack의 전파현상이 크게 나타났다. 4. 사용된 Pin의 마찰계수가 큰 경우에는 고상소결한 SiC 시편도 액상소결한 시편과 마찰마모 특성이 유사하였다.

### ABSTRACT

In this study, solid-phase sintered silicon carbide samples, composed of SiC powder having boron and carbon black as additives, were prepared by pressureless sintering at 1950°C. The bending strength, the fracture toughness and the specific wear rate of the samples were examined, and the micro structures of the broken and the worn surfaces were observed by SEM to understand the relationship between the tribological characteristics and the micro structure. Additionally, the relationship between the micro structures and the tribological characteristics of the samples for the frictional opponents, SiC and Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pins, were investigated. Conclusions are as follows: 1. The specific wear rate of the samples for the SiC pin was larger than that for the Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pin. However, the specific wear rate for the Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pin was increased about 6.45 times as that for the SiC pin under the load increasing. 2. The specific wear rate of the SiC pin was larger than that of the Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pin. However, the specific wear rate of the Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pin was increased about 4 times as that of the SiC pin under the load increasing. 3. The micro structure of the worn surface showed a flat face without cracks, in the case that the frictional opponents has the low friction coefficient, but in the case of the high friction coefficient, the micro structure of the worn surface showed an uneven face having spreaded cracks. 4. The tribological characteristics of the solid-phase sintered SiC samples was similar to that of liquid-phase sintered ones when the pin having the high friction coefficient was used.

**Key words :** Tribological properties, Friction coefficient, Wear resistance, Specific wear rate

## 1. 서 론

세라믹스는 실온부근에서 높은 경도와 내마모성 등이 우수하므로 내마모재 등으로 응용가능성이 높은 것으로 알려져 있다. 따라서 세라믹스의 마찰마모 문제는 대단히 중요하며 최근에 이에 대한 연구가 활발히 이루어지고 있다.<sup>1)</sup> 세라믹스를 마찰마모 재료로 사용하는 경우 세라믹스-금속보다는 세라믹스-세라믹스를 조합하는 것이 더 바람직하다고 생각된다.

최근에는 탄화규소의 높은 경도와 강도, 내마모성과 낮은 마찰계수, 우수한 화학적 안정성을 이용하여 절삭 공구, 밸브, mechanical seal, 볼베어링, 노즐 등 각종 산업용 부품으로 그 이용분야가 확대되고 있다.<sup>2,5)</sup> 특히 mechanical seal, 볼베어링, 노즐 등에서 마찰마모 특성은 기계부품 등 구조재료에서 기체의 수명과 밀접한 관계가 있으므로 대단히 중요하다.<sup>6,7)</sup>

탄화규소의 소결방법중 성입하에서 고온으로 소결하는 방법은 소결체의 특성, 성형성 및 생산성에 있어서 적당한 공업적 제조방법 중의 하나이며 현재 시판되고 있는 탄화규소 제품들의 대부분이 이 방법으로 제조되고 있다.

이미 보고된 액상이 개재된 반응소결 탄화규소 소결체 및 반응소결 SiC/Graphite 복합소결체의 마찰마모 특성에 관한 연구결과<sup>8,9)</sup>에서 파괴인성이 마찰마모 특성에 크게 영향을 미치고 있는 것을 알 수 있었다.

본 연구에서는 Boron과 Carbon black이 소결조제로<sup>10,11)</sup> 첨가된 탄화규소 분말을 1950°C에서 상압소결방법으로 탄화규소 소결체를 만들고 이에 대한 꺾임강도, 파괴인성 및 비마모량 측정, 파단면 및 마찰마모면의 미세구조를 SEM으로 관찰하여 마찰마모 저항성과 미세구조와의 관계를 규명하였다. 또한 마찰마모 상대재료로서 SiC pin과 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pin을 사용할 경우에 마찰마모 특성과 미세구조와의 관계도 비교 검토하였다.

## 2. 실험방법

### 2.1. 사용원료 및 시편제조

본 연구에서 사용한 탄화규소 분말은 H. C. STARK사의 상업용 고순도 SiC분말(UF-15 premixed, 독)을 사용하였으며 결정상은 6H-type과 4H-type으로 되어 있으나 6H-type이 주결정상이었다. 소결조제로 B와 C가 각각 0.5 wt%, 3.0 wt% 혼합되어 있으며 평균 입경은 0.6 μm, 비표면적은 15 m<sup>2</sup>/g, 유기 binder가 10 wt% 혼합된 150 μm 이하의 과립분말이었다.

성형은 금형에서 500 kg/cm<sup>2</sup>의 압력으로, 90×90×5 mm의 사각판형으로 예비성형한 후 가압방향에 따른 물

성의 이방성을 방지하기 위하여 2000 kg/cm<sup>2</sup>의 압력으로 2차 냉간 정수압(CIP) 방법으로 하였다.

성형된 시편은 소성하기 전에 N<sub>2</sub> gas 분위기에서 600°C까지 서서히 가열하여 성형조제를 탈지(dewaxing)시켰다. 소결은 BN이 도포된 흑연도가니에 SiC분말을 넣고 그 속에 시편을 묻은 후 graphite를 발열체로 한 고온 진공로를 이용하여 1950°C에서 2시간 유지한 후 냉각하였다.

### 2.2. 물성측정

#### 2.2.1. 경도 및 파괴인성 측정

소결밀도는 아르키메데스법으로 측정하였으며 꺾임강도는 4×3×40 mm크기로 시편을 만들고 300 grit로 표면을 가공한 후 재료시험기(mts, new 810, U.S.A.)를 이용하여 상부지지대 10 mm, 하부지지대 30 mm, cross head speed 0.25 mm/sec, 4 point 방법으로 측정하였다. 소결밀도와 꺾임강도 측정값은 시편 6개의 측정결과를 평균하여 나타내었다.

파괴인성(K<sub>1c</sub>) 및 경도(Hv) 측정은 시편표면을 0.1 μm diamond paste로 최종 연마한 후 비커스 미소경도 시험기(Matsuzawa, DVK-2S Japan)로 측정하였으며 이때 하중은 10 kgf, load speed는 40 μm/sec, 유지시간은 10초로 하였다. 측정값은 Lown and Fuller<sup>12)</sup>가 제시한 방법으로 구하였으며 각 시편당 7회 측정하여 그 평균값을 나타내었다.

또한, crack의 전파상태와 시편의 파단면 및 마찰마모면의 미세구조 변화를 확인하기 위하여 SEM(JSM-840A Jeol Japan)으로 미세구조를 관찰하였다.

#### 2.2.2. 마찰마모

마찰마모량 측정은 pin-on-disk type의 마찰마모시험기(ORIENTEC EFM-111-F)를 사용하였다.

마찰마모측정은 시편을 25×25 mm인 사각형으로 절단하고 표면을 연마한 후 수(water) 중에서 2 kg과 5 kg의 하중으로 행하였으며 각 하중에서의 접동속도(sliding speed)는 300 mm/sec로 2시간 동안 행하여 마모량을 구하였다. 마모량 측정은 표면조도계(Tokyo SEIM-ITSU사 SURFCOM 113-B)로 마모된 track의 4개 지점에서 마모된 단면적을 측정하고 그 평균값을 비교하였다. 이때 마찰마모 상대재질로 사용한 pin(실제 내마모성인 10 mmφ의 ball을 사용)의 마모량측정은 마모된 부분(원형)을 적당한 배율로 하여 직경을 측정, 면적을 구하여 비교하였다. 이때 사용한 pin의 재질은 SiC 97%의 순도를 가지고 밀도 3.1 g/cm<sup>3</sup>, 경도 2500 kg/mm<sup>2</sup>, 탄성율은 4.1×10<sup>4</sup> kg/mm<sup>2</sup>인 SiC ball(日本化學陶業, SiC-11 ball)과, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>가 99.9%이고 밀도 3.9g/cm<sup>3</sup>, 경도 1800 kg/mm<sup>2</sup>, 파괴인성 3.5 MN/m<sup>3/2</sup>인 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ball(NIKKATO,

SSA-999W)을 사용하였다.

3. 결과 및 고찰

1950°C에서 상압소결 방법으로 고상소결한 SiC시편의 물성을 측정하여 Table 1에 나타내었다.

Table 1에서 소결된 SiC소결체의 특성을 보면 hot press방법으로 소결한 시편보다는 다소 낮은 값이지만<sup>5)</sup> 반응소결 방법으로 소결한 소결체<sup>6)</sup>보다는 크게 우수하며 일반적인 상압소결 탄화규소 소결체의 특성값을 충분히 나타내고 있다.

탄화규소 시편을 disk로 하고 마찰마모 상대재질로 SiC pin과 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pin을 사용했을 때 하중 변화에 따른 비마모량의 변화를 Table 2에 나타내었다.

Table 2에서 고상소결한 탄화규소시편(이하 "disk 시편"으로 표현함)의 비마모량 변화를 보면 SiC pin을 상대재질로 하였을 때 가압하중이 2 kg에서 5 kg으로 증가하면 1.665×10<sup>-3</sup> mm<sup>2</sup>에서 2.325×10<sup>-3</sup> mm<sup>2</sup>로 약 39%가 증가하고 있으나 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pin을 사용하면 0.332×10<sup>-3</sup> mm<sup>2</sup>에서 1.190×10<sup>-3</sup> mm<sup>2</sup>로 SiC pin에 비하여 6.5배 증가하고 있다. 이는 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pin의 마찰계수(μ=0.4~0.5)가 SiC pin(μ=0.2)<sup>11)</sup>에 비하여 높기 때문에 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pin에서 새로운 마모면이 더 발생하고 따라서 생성된 마모분들이 disk 시편의 마모를 크게 촉진시켰기 때문이라 생각된다. 또한 상대재질로 SiC pin과 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pin을 사용했을 때 disk시편의 비마모량은 SiC pin의 경우가 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pin에 비하여 2 kg 하중에서는 약 5배, 5 kg으로 증가시켰을 때 약 2배로 증가되었다.

이는 상대재질로 사용한 SiC pin의 경도가 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pin보다 크기 때문이라 생각되며 낮은 하중에서는 그 영향이 더 크게 나타났다.

일반적으로 마찰계수 및 비마모량은 경도가 높을수록, 열전도도가 낮을수록 증가하고, 파괴인성이 클수록 낮아지는 것으로 알려져 있으나 경도와 비마모량의 관계는 상대재질에 따라 다르다는 보고도 있다.<sup>1)</sup>

마모면이 평활할수록 마찰계수와 비마모량이 감소되는 것이 일반적이나 동일한 재질을 서로 마모시키면 다른 재질을 마모시킬 때보다 높은 비마모율을 나타내기도 한다.<sup>13)</sup>

Table 1. Properties of Pressureless Sintered SiC Specimen

Density (g/cm <sup>3</sup> )	MOR (kg/mm <sup>2</sup> )	Fracture toughness (MN/m <sup>3/2</sup> )	Hardness (H.V) (kg/mm <sup>2</sup> )
3.17	429.7	4.5	2776

Table 2. Specific Wear Rate of Solid-phase Sintering SiC Specimen(disk) and SiC and Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pins as Load 2 kg and 5 kg

SiC pin (×10 <sup>-3</sup> mm <sup>2</sup> )	SiC specimen (disk) (×10 <sup>-3</sup> mm <sup>2</sup> )	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> pin (×10 <sup>-3</sup> mm <sup>2</sup> )
(2 kg) 5.68	1.665	
(5 kg) 6.74	2.325	
	0.332	1.96 (2 kg)
	1.190	3.46 (5 kg)

가압하중이 2 kg에서 5 kg으로 증가될 때 SiC pin의 비마모량은 5.68×10<sup>-3</sup> mm<sup>2</sup>에서 6.74×10<sup>-3</sup> mm<sup>2</sup>으로 19% 증가하였고 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pin의 경우 1.96×10<sup>-3</sup> mm<sup>2</sup>에서 3.46×10<sup>-3</sup> mm<sup>2</sup>으로 77%가 증가하였다. 즉 가압하중이 2 kg에서 5 kg으로 증가할 때 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pin의 경우가 SiC pin에 비하여 비마모량이 약 4배로 증가하였다.

Disk 시편의 마모면과 마모상대재료인 SiC 및 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pin의 마모면을 SEM으로 관찰하여 Fig. 1 및 2에 나타내었다.

SiC pin을 상대재질로 한 경우가 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pin을 상대재

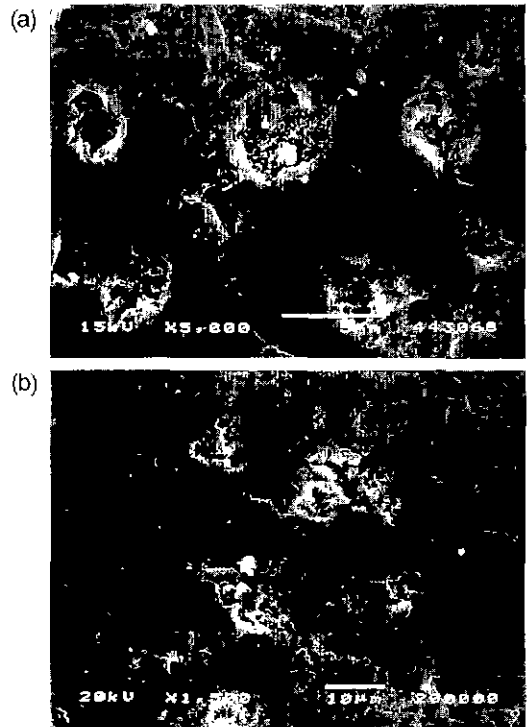


Fig. 1. Scanning electron micrographs of wear surfaces of SiC specimen (disk) and SiC pin. (a) Wear surface of SiC specimen and (b) Wear surface of SiC pin.

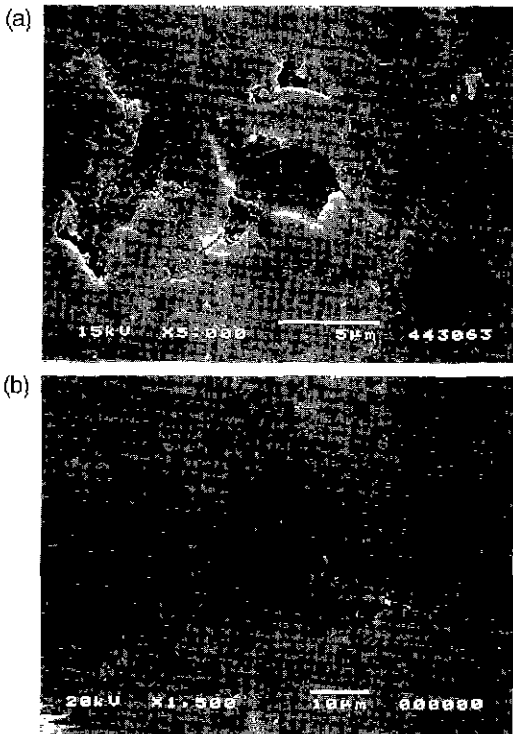


Fig. 2. Scanning electron micrographs of wear surfaces of SiC specimen (disk) and Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pin. (a) Wear surface of SiC specimen and (b) Wear surface of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pin.

질로 한 경우보다 disk시편의 비마모량이 많았으나 마모면은 평활하였다. 즉 disk시편의 마모면을 보면 기공이 있는 곳에서 입자의 탈락이 주로 일어나고 있으며 그 외 마모면은 대단히 평활하였다. 이 경우 crack은 관찰되지 않았고 가압하중을 5 kg으로 증가시켜도 마모면이 평활하며 crack은 역시 보이지 않고 있다. 마모면이 평활한 것은 disk시편 파단면의 SEM사진(Fig. 3)에서도 알 수 있듯이 입체를 구분할 수 없을 정도로 상당히 치밀하게 소결되어 있을 뿐만 아니라 SiC pin의 마찰계수도 낮으므로 마모면이 평활하게 된 것으로 생각된다.

그러나 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pin을 사용한 경우에는 반응소결 SiC소결체(액상소결, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pin 사용)의 결과<sup>8,9)</sup>와 마찬가지로 crack들이 생성, 전파되는 과정이 확실하게 나타나고 있다. 이는 마찰마모 상대재료인 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pin의 마찰계수가 크기 때문이라 생각된다.

SiC 소결체의 마찰마모는 상대재질에 따라 크게 영향을 받고 있다. 상대재질의 마찰계수가 낮을 경우 마모면이 비교적 평활한 상태를 보이고 있으나 마찰계수가 큰 경우에는 마모면에 crack들이 발생하면서 입자들의 탈락이<sup>8)</sup> 일어나고 있음을 볼 수 있다. 한편 마모상대 재료

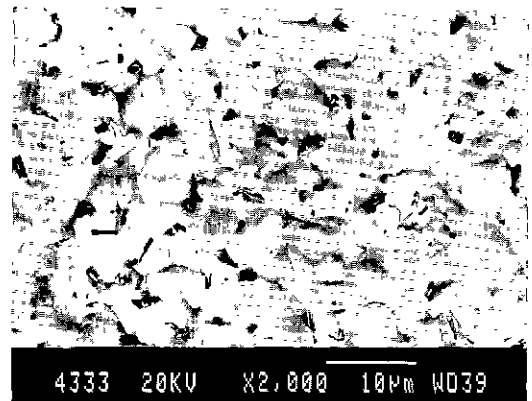


Fig. 3. Scanning electron micrograph of fracture surface of SiC specimen.

인 SiC pin이나 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pin의 마모면은 5 kg의 가압하중에서도 crack을 볼 수 없었고 마찰마모면이 평활하였다. 이는 pin의 상대재료인 disk 시편의 마찰계수가 낮기 때문이라 생각된다.

본 연구에서 고상소결한 SiC 시편(disk)의 마찰마모 현상은 마찰상대 재료의 마찰계수가 클 경우, 액상이 개재된 반응소결 SiC 소결체의 경우와 유사한 상태를 나타내었다. 즉 고상소결한 SiC 소결체나 액상소결한 SiC 소결체에서 마찰마모 기구는 모두 상대재질(pin)의 특성, 즉 마찰계수의 영향을 크게 받고 있음을 나타내고 있다.

마찰마모 저항성은 재료의 파괴인성 값이 클수록 우수한 것으로 알려져 있으나<sup>11)</sup> 파괴인성을 좌우하는 crack의 전파속도는 상대재질의 마찰계수에 영향을 크게 받고 있는 것을 확인할 수 있었다.

#### 4. 결 론

Boron과 Carbon black을 소결조제로 첨가한 SiC분말을 1950°C에서 상압소결하여 소결시편을 만들고 SiC pin과 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pin으로 하중 2 kg과 5 kg에서 마찰마모하였을 때 비마모량의 변화와 미세구조와의 관계를 비교, 검토한 결과는 다음과 같다.

1. SiC pin을 사용한 경우, 소결시편의 비마모량은 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pin을 사용한 경우보다 많았으나 가압하중이 증가하면 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pin을 사용한 경우가 SiC pin을 사용한 경우보다 비마모량의 증가율이 약 6.5배로 되었다.
2. Pin의 비마모량은 SiC pin의 경우가 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>의 경우보다 많았으나 가압하중이 증가하면 비마모량의 증가율은 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pin의 경우가 SiC pin의 경우보다 비마모량의 증가율이 약 4배로 되었다.

3. 마모상대재료의 마찰계수가 작은 경우에는 disk시편의 마모면이 평활하면서 crack도 나타나지 않았으나 마찰계수가 큰 경우에는 마모면이 평활치 않았고 crack의 발생 및 전파현상이 크게 나타났다.

4. 사용된 Pin의 마찰계수가 큰 경우에는 고상소결한 SiC 시편도 액상소결한 시편과 마찰마모 특성이 유사하였다.

감사의 글

본 연구는 1996년도 한국과학재단 특정기초연구(과제번호:96-03-00-02-01-3)지원에 의하여 이루어 졌으며 이에 감사를 드립니다.

REFERENCES

1. M. Iwasa and Y. Toibana, "Friction and wear of Ceramics Measured by a Pin-on-disk Tester," *Yogyo Kyokai-Shi*, **94**(3), 336-343 (1986).
2. B. Wachtman Jr., *Structural Ceramics*, Academic Press Inc. (1989).
3. S. Somiya and Y. Inomata, *SiC Ceramics*, Rokakuho, pp. 409-425 (1988).
4. E. M. Lence and J. L. Meglen, "International Perspective on Ceramic heat Engines," *Am. Ceram. Bull.*, **64**(2), 271-275 (1985).
5. D. R. Johnson, A. C. Schaffhauser, V. J. Tennery and E. L. Long, "Ceramic Technology for Advanced heat Engines Roject," *Am Ceram. Bull.*, **64**(2), 276-281 (1985).
6. J. Derby, J. G. Seshadri and M. Srinivasan, *Fracture Mechanics of Ceramics*, 8, Plenum Press, p. 113 (1986).
7. D. B Marshall, B. R. Lawn and A. G. Evans, "Elastic/plastic Indentation Damage in Ceramics," *J. Am. Ceram. Soc.*, **65**, 561-565 (1982).
8. Y. H. Baik and H. K. Park, "Effect of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> on Tribological Properties of Reaction Bonded SiC," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **31**(9), 1069-1075 (1994).
9. Y. H. Baik, "Sintering of Silicon Carbide by Reaction Bonding and its Characteristics," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **25**(6), 609-614 (1988).
10. S. Prochazka, "The Role of Boron and Carbon in the Sintering of Silicon Carbide." *Brit. Ceram. Association, in Special Ceramics*, **6**, 171-181 (1975).
11. P. Popper, "The Preparation of Dense Self-bonded Silicon Carbide," *Special Ceramics*, pp. 209-219, Heywood, London (1960).
12. B. R. Lawn and E. R. Fuller, *J. Mater. Sci.*, **10**(12), 2016-24 (1976).
13. 岩佐美喜男, ファインセラミックス 評価技術セミナー-中部科 學技術センター pp. 125-141 (1984).