

고분자 열분해에 의한 MoSi₂/SiC 세라믹 복합체 개발 (Development of MoSi₂/SiC Ceramic Composites by Polymer Pyrolysis)

성균관대학교 김범섭*, 김득중

1. 서론

발열소재로 많이 사용하는 소재로서 SiC, MoSi₂가 있다. 본 연구에서는 용점이 높고 고온에서 내산화성 및 기계적 성질이 양호하여 고온발열체로 사용 가능한 MoSi₂와 내산화성과 열충격에 대한 저항성이 우수하고 공기 중에서 최고 1650°C까지 승온 가능한 SiC로 혼합된 MoSi₂/SiC 복합체를 고분자를 이용하여 개발하고자 한다.

최근의 고분자재료의 발달은 실리콘을 함유한 많은 고분자재료들을 생산하기에 이르렀고 이를 세라믹제조에 응용하려는 시도가 활발하게 진행되고 있다. Si-C-H-O로 이루어진 이들 고분자재료는 1200°C의 비교적 낮은 온도의 열분해과정에서 쉽게 세라믹으로 변환이 가능하며 polysilanes, -carbosilanes, -silanzanes, -siloxanes 등의 고분자 화합물은 열분해과정에서 세라믹으로의 변환율이 75% 이상으로 높아서 이들 재료를 이용한 세라믹 제조 개발이 기대되고 있다.

따라서 본 연구에서는 취급과 세라믹 변환이 용이한 고분자유기물로서 polymethylsiloxane을 이용하여 이에 Si, MoSi₂, SiC를 첨가하여 MoSi₂/SiC 복합체를 제조하고 MoSi₂/SiC 세라믹스 특성과 조성을 설계하여 미래지향적 발열 기능성 신소재를 개발하고자 한다.

2. 실험방법

원료분말로서 독일 Hules사의 NH2100으로 분자식 [CH₃Si_{3/2}-]의 polymethylsiloxane을 세라믹 전구체로 사용하였고 이에 Si, MoSi₂, SiC 분말을 첨가하였다. 본 실험에서는 60vol%polymethylsiloxane-40vol%(MoSi₂, SiC, Si) 조성의 분말을 준비하고 아세톤으로 습식 혼합하여 초음파분산 후 교반하여 Rotary Vacuum Evaporator로 용매를 제거하였다. 제조된 분말은 건조 후 230°C에서 30MPa으로 45분 유지하면서 성형하였다. 열분해 및 세라믹화 반응은 수직튜브로에서 질소분위기로 1320~1450°C 온도에서 수행되었다. 제조된 소결시편은 아르키메데스법을 이용하여 밀도를 측정하였고 이론밀도는 Micrometritics사의 AccuPyc 1330 Gas pycnometer로 측정하였다. XRD를 통해 최종시편의 상분석을 하였고 SEM을 통해 미세조직을 관찰하였으며 800, 1000, 1200°C까지 TGA를 측정하였다. 또한 16mm 지그를 이용 상온에서 3점취임강도를 구하고 시편의 열팽창계수와 전기전도도를 측정하였다. 최종적으로 소결한 시편의 발열특성을 관찰하였다.

3. 결과 및 고찰

고분자의 분해과정에서 파인탄소 영역의 조성이 관찰됨에 따라 Si를 첨가하여 MoSi₂/SiC phase만이 형성되는 조성영역을 찾을 수 있었다. 또한 소결시편의 XRD분석결과와 미세조직의 결과 MoSi₂/SiC phase와 Si-O-C 기지상으로 이루어진 소결체를 만들 수 있었다. 소결시편의 밀도는 소결온도가 증가함에 따라 증가하였으나 밀도, 수축율, 흡수율을 고려해 볼 때 1400°C에서 소결한 시편이 가장 적합한 조건으로 고려되었다. 또한 1400°C에서 소결한 시편의 밀도는 이론밀도에 약 83~87%까지 도달하였다. 1400°C에서 소결한 시편의 열팽창계수는 4~7×10⁻⁶/K를 나타내었으며 전기전도도는 약 400°C까지 큰 변화가 없이 일정하게 유지되었고 그 이상의 온도에서는 증가하였다. 소결시편의 3점취임강도는 약 213~284MPa을 나타내었다. 소결시편의 산화실험 결과 800°C까지는 변화가 없었으나 1000°C이상에서는 산화반응이 나타났다.