

**Nicalon과 Hi-Nicalon fiber의 미세조직 변화에 대한
B₄C 첨가 및 열처리 조건의 효과**
**The Effect of an Adding B₄C and Heat Treatment Conditions on the
Microstructure Changes of Nicalon and Hi-Nicalon Fiber**

한국원자력연구소 편영미, 김상근, 정충환, 김찬중

1. 서론

Polymer 전구체를 이용하여 SiC 화이버를 제조하는 공정이 개발된 이후에 Nicalon 화이버 (Nippon Carbon Co., Japan)를 이용한 화이버 강화 세라믹 복합체(fiber-reinforced ceramic composites)에 대한 연구가 활발히 진행되었다. 그러나 Nicalon 화이버 내에 상당량의 산소가 함유되어 있어 고온 반응시 함유 산소와 화이버 내의 Si, C 등과의 반응으로 인하여 SiO, CO 등과 같은 기체상을 형성하고 과도한 입성장을 일으켜 화이버 특성이 저하된다. 따라서 제조 공정 개선을 통하여 산소함량이 1% 미만이고 고온 특성이 향상된 Hi-Nicalon이 제조되었다.

본 연구에서는 두 화이버의 열처리 조건을 변화하여 고온특성 변화를 살펴보고 첨가된 B₄C로 인한 미세구조 변화를 관찰하였다.

2. 실험방법

Nicalon과 Hi-Nicalon 화이버를 흑연 도가니에 넣고 흐르는 알곤 분위기에서 1400-2100℃, 1 시간동안 열처리한 후 XRD와 SEM을 이용하여 각 온도에 따른 화이버들의 입자성장 거동과 미세 조직 변화를 관찰하였다. 화이버의 고온특성에 미치는 B₄C의 영향을 알아보기 위해 화이버를 B₄C 분말로 덮고 같은 조건으로 열처리 한 후 세척하여 XRD와 SEM으로 관찰하였고, 열처리 시간을 달리하여 시간에 따른 화이버의 입성장 정도를 관찰하였다. 화이버 단면 사진을 통하여 화이버의 직경변화와 EDS를 이용하여 각 화이버의 내부 조성을 측정하였다.

3. 실험결과

Nicalon은 1600℃부터 표면에 SiC 재결정과 기공들이 생성되어 열처리 온도가 올라갈수록 그 정도가 더 심해지며 1900℃ 이상의 온도에서는 완전 결정화로 화이버의 형태가 소멸되었다. Hi-Nicalon의 경우는 2100℃까지 매끄러운 표면과 화이버 형태를 유지하였고 큰 기공도 관찰되지 않았다. XRD를 통해 얻은 입성장 관찰 결과에서도 같은 경향을 보였다. 알곤 분위기에서 열처리한 화이버와는 달리 B₄C 분말에서 열처리한 경우, Nicalon의 경우도 2100℃까지 기공의 형성이나 표면에 생성되는 재결정이 관찰되지 않았고 화이버 형태를 유지하여 향상된 고온 특성을 나타내었다. 화이버의 성분분석 결과, 열처리 전 Nicalon에 존재하던 산소가 제거됐으며 화이버의 직경은 열처리 온도에 따라 줄어드는 현상을 보였다.