

자전연소합성법에 의한 Si₃N₄ 분말의 제조 Preparation of Si₃N₄ Powder by SHS Process

충남대학교 윤기석, 이종현, Hayk Nersesian, 원창환

1. 서론

Silicon Nitride(Si₃N₄)는 구조용 재료로서 매우 높은 잠재성을 가지고 있는 Ceramic으로서 지난 반세기동안 집중적으로 연구되어 왔다(). Silicon Nitride(Si₃N₄)는 자연적으로 발견되지 않는 화합물로서, 금속 Si와 비금속 N₂간의 화학적 반응에 의해 인공적으로 합성된다(). Silicon Nitride(Si₃N₄)는 고온 기계적 강도, 내구성, 열충격 저항성, 파괴 인성, 화학적 안정성등과 같은 특성 때문에 공업적 세라믹 분야에서 매우 큰 관심을 이끌고 있는데, 특히 Silicon Nitride(Si₃N₄)가 적용되어야 하는 주요 분야는 Gas-Turbine 엔진이다. 자전고온합성법(SHS;Self-propagating High-temperature Synthesis)은 시료의 발열반응을 이용하여 물질을 합성하는 방법이다. 즉 분말상의 혼합물을 적당한 점화원으로 점화시키면 최초 반응된 시료에서 다음 반응에 충분한 발열반응을 일으키면서 스스로 반응이 진행되어 원하는 각종 소재를 합성하는 방법이다. 이 방법은 고온 반응로가 필요없고, 추가의 열원이 필요하지 않다. 또한 장치가 간단하여 설비비가 적게 들고 제조공정이 단순하여 다른 제조공정에 비해 매우 경제적인 방법으로 알려져 있다.

2. 실험방법

5 μ m의 평균 입자크기를 가지는 Si(Grinded Waste Substrate)가 사용되었고, SHS에 의해 직접 만들어진 Si₃N₄ 분말들이 이 연구에서 각각 반응물과 회석제로 이용되었다. 또한 NaCl(99.5% 이상, 삼첨 케미칼) 및 NaN₃(97% 이상, 덕산약품 공업주식회사), NH₄Cl(99% 이상, Kanto Chemical)이 첨가제로 이용되었다. 각각의 혼합물은 실험조건에 따라 계산되어진 몰비에 따라 플라스틱 용기안에서 6시간동안 200rpm의 속도로 알루미늄아 불을 이용하여 혼합되었다. 이 혼합물은 일정한 형태의 -200mesh의 스테인레스망에 압력에 가해지지 않은 상태로 장착되었다. 반응기는 -76cmHg의 진공까지 빼었다가 5기압의 N₂ gas를 채워넣고, 다시 한번 반복한 후 50에서 100기압까지 실험조건에 따라 N₂ gas를 채워 넣었다. 점화는 0.5mm의 Ni-Cr wire를 이용하였고, XRD와 SEM을 이용하여 생성물의 상과 입형을 관찰하였다.

3. 실험결과

고압의 N₂가스 분위기에서 Si₃N₄는 합성되어질 수 있었는데, 회석제의 양, 첨가제의 종류와 양, 펠렛밀도, 압력, 점화 위치에 따라 각각의 반응특성을 연구하였다. 회석제로서 NaCl과 Si₃N₄의 양이 증가할수록 반응온도는 낮아졌으며, 압력이 높아질수록 반응온도는 낮아졌다. 또한 첨가제의 종류와 양에 따라 다양한 반응특성을 나타내었으며, 펠렛밀도가 높을수록 반응특성은 좋지 않았다. 점화원의 위치는 펠렛의 하부에서 점화시킬때 반응열이 가장 높았으며, 펠렛의 윗부분에서 반응시킬때 가장 낮았다. 반응온도는 대략 1600-2000 $^{\circ}$ C사이를 나타내었으며, 1800 $^{\circ}$ C이상에서는 β 상의 Si₃N₄가 많았으며, 그 이하에서는 α 상의 Si₃N₄가 많이 나타났다. 또한 1900 $^{\circ}$ C 이상에서는 재분해된 용융 Si가 존재함을 알 수 있었다.