

## 자전고온합성법(SHS)에 의해 제조된 $\alpha$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$ 분말특성 (Characteristic of $\text{Si}_3\text{N}_4$ powders prepared by Self-propagating High-temperature Synthesis)

충남대학교 임성재, 윤기석, 이종현\*, 원창환  
\*급속응고신소재센터

### 1. 서 론

Silicon Nitride( $\text{Si}_3\text{N}_4$ )는 구조용 재료로서 매우 높은 잠재성을 가지고 있는 세라믹재료로서 지난 반세기동안 집중적으로 연구되어 왔다. Silicon Nitride( $\text{Si}_3\text{N}_4$ )는 자연적으로 발견되지 않는 화합물로서, 금속 Si과 비금속  $\text{N}_2$ 간의 화학적 반응에 의해 인위적으로 합성되고 있다. Silicon Nitride( $\text{Si}_3\text{N}_4$ )는 고온 기계적 강도, 내구성, 열충격 저항성, 파괴 인성, 화학적 안정성등과 같은 특성 때문에 공업적 세라믹 분야에서 매우 큰 관심을 끌고 있으며, 특히 Gas-Turbine 엔진에 사용하기 위해 연구되고 있다. 본 실험에서는 시료의 발열반응을 이용하여 물질을 합성하는 방법인 자전연소 고온합성법(Self-propagating High-temperature Synthesis)을 이용해  $\text{Si}_3\text{N}_4$  합성하였다.  $\text{Si}_3\text{N}_4$  합성과정에서의 금속 Si의 질화 특성은  $\text{N}_2$  분위기의 압력과 회석제의 조성 및 첨가제의 종류와 조성에 따라 크게 달라지는데, 본 연구에서는  $\text{N}_2$  Gas 압력과 회석제의 조성 및 첨가제의 종류와 조성에 따른 질화 특성을 조사하였고, 이에 따른 결과를 바탕으로 SHS법을 이용한  $\text{Si}_3\text{N}_4$  제조의 최적 조건을 찾고자 하였다.

### 2. 실험방법 및 결과

본 연구에서는 원료분말로 Si,  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , NaCl,  $\text{NaN}_3$ ,  $\text{NH}_4\text{Cl}$ ,  $\text{NH}_4\text{F}$ 를 사용하였으며, 질화반응을 위해 고순도  $\text{N}_2$ (99.98%)를 사용되었다. 평균 입도 2~3 $\mu\text{m}$ , 6~7 $\mu\text{m}$ 로 분급된 각각의 Si 분말에 회석제( $\text{Si}_3\text{N}_4$ , NaCl)과 첨가제( $\text{NaN}_3$ ,  $\text{NH}_4\text{Cl}$ ,  $\text{NH}_4\text{F}$ )를 미리 계산된 결과에 따라 칭량한 후  $\text{Si}_3\text{N}_4$  ball과 함께 polyethylene bottle에 넣고 6시간 이상 견식 혼합되었다. 혼합된 분말은 200mesh의 iron net으로 제조된 육면체의 반응 mold에 장입되었고, 50~100atm의 압력으로  $\text{N}_2$  gas가 주입되었다. 점화는 Ni-Cr wire를 이용하여 시편위에 장착된  $\text{Ti}+\text{C}_2\text{F}_4$ 의 ignition powder에 의해 점화되었다. 본 실험에서는 미리 계산된 열역학적 결과를 토대로 회석제로서  $\text{Si}_3\text{N}_4$ 의 양을 0~70wt%까지 첨가하였으며, NaCl의 양을 0~20%까지 첨가하였다. 또한 첨가제로써,  $\text{NaN}_3$ 와  $\text{NH}_4\text{Cl}$ 의 양을 각각 0~27.5%까지 첨가하였고,  $\text{NH}_4\text{F}$ 는 0~5%까지 첨가하였다. 또한 본 실험에서는 혼합분말의 양을 50~200g까지 변화시켜 혼합물의 양에 따른 반응성 및 반응 생성물에 미치는 영향을 찾고자 하였다.  $\text{Si}_3\text{N}_4$ 의 제조시 연소반응 및 연소 생성물에 미치는 반응변수의 영향을 관찰하고자 일정한 간격으로 시편에 2, 3쌍의 열전대를 삽입하여 연소온도 및 연소속도, 냉각시간을 측정하였다. 반응 생성물은 100 $\mu\text{m}$  이하로 1차 분쇄하여 room temp.~80 $^\circ\text{C}$ 의 증류수 내에서 4시간 이상 침출하였고, 다시 10 $\mu\text{m}$  이하로 2차 분쇄하였다. 이때 분쇄과정은  $\text{Si}_3\text{N}_4$ 의 ball과 Jar를 사용하였다. 본 실험에서 얻은 생성물의 결정구조 분석은 XRD를 이용하였고 생성물의 미세구조를 관찰하기 위하여 SEM을 사용하였으며, EDXS로 성분분석을 하여 고순도의  $\text{Si}_3\text{N}_4$  분말을 합성하였다.