

SHS법으로 제조한 SiC분말 및 소결체의 특성

김홍원 · 최덕순 · 김득중*

대한중석(주) 중앙연구소

*성균관대학교 공과대학 재료공학과

Properties of SiC Powders Prepared by SHS Method and Its Sintered Bodies

Heung Won Kim, Duk Soon Choi, and Deug Joong Kim*

Central R & D, Korea Tungsten Co. Ltd. Taegu P. O. Box 196, Taegu, Korea

*Department of Materials Engineering, Sung Kyun Kwan University,

Suwon 440-746, Korea

(Received February 28, 1994)

ABSTRACT Silicon carbide powder was prepared from mixtures of Sangdong silica sand and carbon black by SHS (Self propagating High temperature Synthesis) method which utilizes magnesiothermic reduction of silica. In the powder preparation process, the reacted powder was leached by chloric acid to remove the magnesium oxide and was subsequently roasted to remove free carbon. The impurities were mostly eliminated by hot acid treatment. The resultant SiC powder showed the mean particle size of 0.22 μm and the specific surface area of 66.55 m^2/g . The SiC powder was mixed with 1 wt% of boron and of carbon to increase densification rate. The mixed powder was pressed and sintered pressurelessly at 2100°C for 30 min in argon gas. The sintered body showed the hardness of 2550 $\text{kg}\cdot\text{f}/\text{mm}^2$ and the fracture toughness, KIC of 3.47 $\text{MN}/\text{m}^{3/2}$.

1. 서 론

탄화규소(SiC)는 높은 강도와 우수한 열안정성, 내화학적 특성으로 인해 고온구조용 재료로 사용되어 왔고 최근에는 고온반도체, 발광소자 등의 전자 재료로의 이용 가능성이 기대되고 있으며 열기관 등의 응용에도 연구되고 있는 중요한 비산화물계 엔지니어링 세라믹스중 하나이다.¹⁾

SiC 분말 합성방법은 요구되는 분말특성에 따라 Acheson법, Silica 환원탄화법, 금속 규소의 직접탄화법, 기상반응법, 열분해법 등이 있으며 이 외에도 여러가지 분말제조 방법이 연구개발되고 있다.²⁾

종래의 분말합성법과는 달리 외부로부터 에너지의 공급이 없이 자체의 화학 반응열을 이용하여 간단하게 분말을 제조할 수 있는 SHS(Self-propagating High-temperature Synthesis)법이 개발되어 미, 일 등의 선진국은 물론 최근들어 국내에서도 활발한

연구가 진행되고 있다.³⁻⁵⁾ SHS공정은 화학반응시 발생하는 발열을 이용하여 탄화물, 붕화물, 질화물, 규화물 등의 세라믹분말과 금속간 화합물 등을 합성할 수 있는 새로운 합성법으로서 점화만 시켜주면 자체의 화학 반응열에 의해 스스로 합성이 진행되므로 외부에너지 공급이 없이 분말을 제조할 수 있어 에너지를 절약할 수 있으며 반응속도가 빠르고 그 후 제조공정도 간단하여 생산성이 높은 장점이 있다.⁶⁾ Yamada⁷⁾와 Pampuch⁸⁾ 등은 고순도 미립의 금속 규소와 탄소로부터 이러한 SHS법을 이용하여 탄화규소 분말을 합성한 바 있다. 금속규소와 탄소의 반응은 단열반응온도(Adiabatic Temperature)가 1500°C 정도로 낮아서 반응이 진행되기에 충분하지 못하며 반응온도를 높이기 위해 반응물의 예열조각이 필요하다. Holt⁹⁾와 Cutler⁹⁾ 등은 규사로부터 마그네슘의 산화력을 이용하여 탄소와 함께 미립 탄화규소 분말을 합성하는 방법(Magnesiothermic Re-

duction)을 보고하였다.

본 연구에서는 국산천연원료인 上東産 규사를 원료로 마그네슘과 탄소를 사용하여 SHS 실험을 하여 탄화규소 분말을 합성하였다. 원료분말의 조성비에 따른 반응성과 산처리에 의한 불순물의 변화를 관찰하고 제조된 분말의 특성을 조사하여 소결원료용 분말로서의 적합성을 조사하였다.

탄화규소는 강한 공유결합성에 따른 낮은 부피확산계수로 인해 치밀화가 어렵기 때문에 높은 소성온도와 압력이 요구되나 Al,¹⁰⁾ B와 C^{11,12)} 등의 소결조제를 첨가하여 상압소결로 이론밀도에 가까운 다양한 소결체를 생산하고 있다. 본 연구에서도 B와 C를 소결조제로 첨가하여 상압소결을 수행하고 소결성과 소결체의 조직 및 기계적 특성을 조사하여 국산천연원료로부터 고온구조용재료의 개발가능성을 검토하였다.

2. 실험방법

2.1. 원료

실험에 사용된 원료는 규소원으로서 SiO₂ 함량 98.3%인 당사의 上東産 규사를 사용하였으며 탄소원으로는 Cancarb사의 순도 99.8% Thermax 990 카이본블랙을 사용하였다. 규사의 환원에 사용된 마그네슘은 고순도 화학사의 순도 99.9%, 80 mesh 이하의 분말을 사용하였고 규사는 분쇄 후 325 mesh 이하의 미립분말로 만들어 사용하였다.

상동규사의 화학조성은 표 1과 같다.

2.2. SiC 분말합성

본 연구에서 수행한 SiC분말의 제조 공정은 다음과 같다.

규사와 탄소, 마그네슘 분말을 소정의 조성비로 칭량한 다음 Mason jar를 사용하여 알루미늄이나 불용장입한 후 핵산으로 6시간 습식혼합을 하였다. 혼합된 시료는 80℃ 진공건조기 내에서 24시간 충분히 건조한 후 유압 프레스를 사용하여 1.2 ton/cm²의

압력으로 밀도 1.8 g/cm³, 직경 30, 60, 100 mm, 높이 50 mm의 원주형 성형시편을 제조하고 아르곤가스 분위기하에서 텅스텐와이어의 저항열로 점화시켜 반응을 시켰다.

2.3. 미립 고순도화 실험

반응이 끝난 덩어리(ingot) 상태의 시료를 분쇄하여 325 mesh 이하의 미분말을 만든 후 반응생성물 중의 MgO를 제거하기 위해 농도별, 시간별로 염산 용액으로 가열 산처리실험을 하였다. 그리고 미반응 불순물인 잔류탄소를 공기중에서 가열시켜 제거하고 이때 생성되는 SiO₂ 및 잔존불순물을 불산과 질산의 등량혼합산 용액으로 가열산처리하여 제거시켜 고순도 SiC 분말을 만드는 실험을 하였다. 정제공정이 끝난 시료는 화학분석을 하여 처리조건에 따른 불순물의 변화를 조사하고 XRD, 비표면적, 미세구조, 입도분포 등의 분석을 하였다.

2.4. 소결

제조된 탄화규소 분말에 1 wt%의 보론과 탄소를 소결조제로 첨가하고 소량의 성형조제를 첨가하여 2100℃에서 30분간 아르곤 분위기하에서 상압소결을 하였다. 소결을 하여 얻은 소결체는 밀도를 측정하여 치밀화 정도를 알아보고 XRD로 결정상을 조사하였으며 SEM으로 미세조직을 관찰하였다. 그리고 Vicker's 경도기로 경도와 파괴인성(KIC)을 10회 측정하여 그 평균치를 구하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1. 원료분말의 물비에 따른 반응성

본 실험에서 사용된 Magnesiothermic Reduction에 의한 탄화규소의 합성은 다음의 반응식과 같으며 먼저 마그네슘에 의해 규사가 환원되고 생성된 규소가 탄소와 반응하여 탄화규소가 합성되는 것으로 알려져 있다.⁹⁾ 화학양론적으로 규사 1몰에 대해 1몰의 탄소와 2몰의 마그네슘이 필요하지만

Table 1. Chemical composition of Sangdong silica sand

Components	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	K ₂ O	Na ₂ O	CaO	TiO ₂	Ig. loss
(wt%)	98.3	0.88	0.12	0.29	0.02	0.08	0.002	0.26

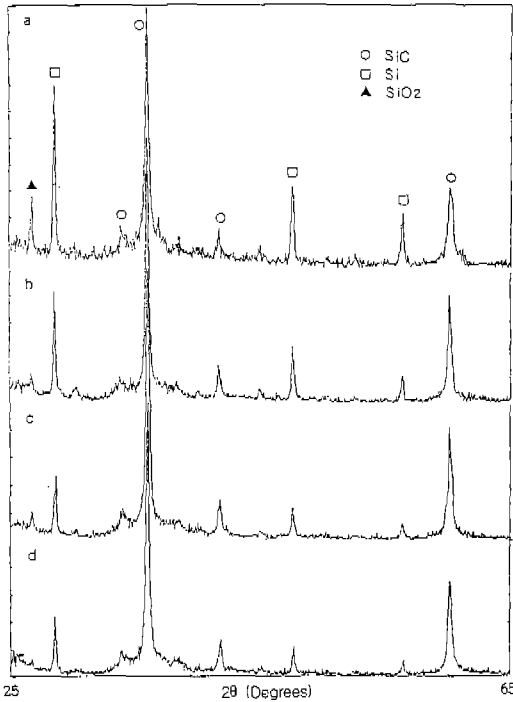
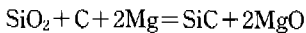


Fig. 1. X-ray diffraction patterns of reaction products with varying carbon mole ratio after HCl leaching ($\text{SiO}_2 : \text{C} = 1 : 2.2$). (a) 1.5, (b) 1.8, (c) 2.0, (d) 2.2.

실험결과 양론비보다 과량이 필요한 것으로 나타났다.



규사에 대한 마그네슘의 몰비가 2.2일 때 탄소의 몰비를 1.5에서 2.2까지 변화시켜 반응시켰을 때 얻은 반응생성물의 MgO 침출 후 X-선 회절결과를 그림 1에 나타내었다. 화학양론비 이상인 탄소 1.5몰에서도 미반응 SiO_2 가 6% 이상 잔류하며 Si도 20% 이상 생성되는 것을 볼 수 있다. 탄소량이 증가함에 따라 Si의 생성량은 감소되어 탄소 2.2몰에서는 5% 이하로 줄어들고 미반응 SiO_2 도 1% 이하로 줄어들었음을 알 수 있다. 미반응물에 대한 분석은 SiO_2 와 Si를 각각 0.5에서 50 wt%까지의 조성비로 SiC와 충분히 혼합한 표준시료를 10종씩 준비하고 SiC (101)면 회절선에 대한 SiO_2 (101)면과 Si (111)면 회절선의 적분강도비를 구하여 검정곡선을 얻은 다음 반응생성물의 적분강도비와 비교하여 정량분석하고 반응 몰비에 따른 미반응 SiO_2 와 Si의 양을 비교하였다.

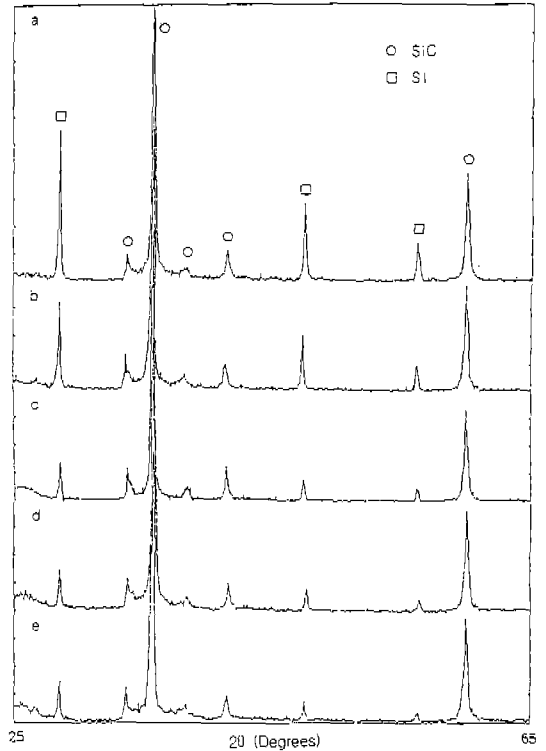


Fig. 2. X-ray diffraction patterns of reaction products with varying carbon mole ratio after HCl leaching ($\text{SiO}_2 : \text{C} = 1 : 2.2$). (a) 1.5, (b) 1.8, (c) 2.0, (d) 2.2, (e) 2.4.

SiO_2 와 Si의 회절선 강도가 강하여 1 wt% 이하에서도 정확한 비교가 가능하였다. 그림 2는 규사에 대한 마그네슘의 몰비가 2.4일 때 탄소의 몰비를 1.5에서 2.4까지 변화시켜 반응시켰을 때 얻은 반응생성물의 MgO 침출 후 X-선 회절결과이다. 탄소 1.5몰에서 미반응 SiO_2 피크는 나타나지 않았으며 역시 탄소량이 증가함에 따라 미반응 Si의 생성량은 줄어들어 2.2몰에서는 2%로 나타났고 탄소를 2.4몰 이상 증가시켜도 생성량은 줄어들지 않았다.

그림 3은 규사에 대한 탄소의 몰비가 2.2일 때 마그네슘의 몰비를 2.4에서 2.8까지 변화시켜 반응시켰을 때 얻은 반응생성물의 MgO 침출 후 X-선 회절결과로서 2.4몰 이상에서 반응생성물의 변화가 없음을 볼 수 있다. 이상에서 반응성이 99% 이상이 되기 위한 최적 몰비는 규사 1몰에 대해 마그네슘 2.4몰, 탄소 2.2몰이 필요하다는 것을 알 수 있다. 이와 같이 과량의 탄소와 마그네슘이 필요한 것은

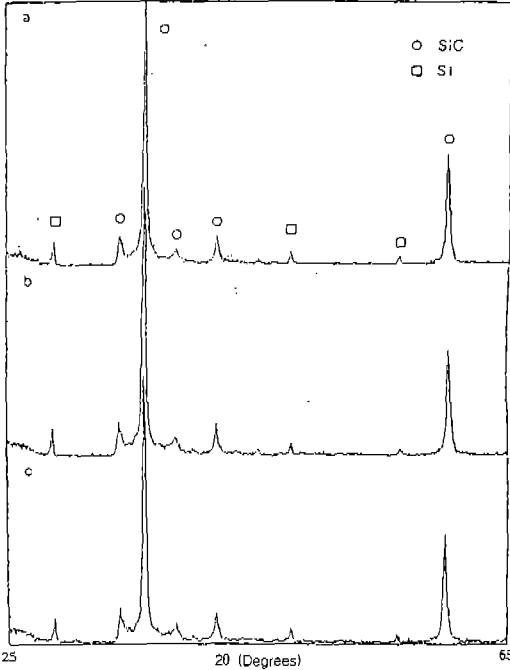


Fig. 3. X-ray diffraction patterns of reaction products with varying magnesium mole ratio after HCl leaching ($\text{SiO}_2 : \text{C} = 1 : 2.2$). (a) 2.4, (b) 2.6, (c) 2.8.

반응이 수초만에 끝나고 폭발적으로 이루어지기 때문에 반응중간 생성물인 Si이 충분한 탄화반응을 이루기 위해서는 과량의 탄소가 필요하며 마그네슘의 휘발온도가 1107°C 로서 반응온도($T_{ad} = 2500^\circ\text{C}$)보다 낮기 때문에 반응가스 등과 함께 성형체 외부로 유출되기 때문으로 생각된다.

반응성을 높이기 위해 성형체의 밀도를 1.9 g/cm^3 로 올리고 규사의 입도를 $5 \mu\text{m}$ 에서 $1 \mu\text{m}$ 대까지 변화시켜 실험을 하였으나 탄화규소의 전환율에는 영향을 주지 않았다.

3.2. 성형체의 크기 변화

일반적으로 환원 및 탄화반응은 적절한 온도와 시간이 필요하므로 성형체 크기를 직경 30 mm에서 100 mm까지 변화시켜 실험하고 그 결과를 그림 4에 나타내었다. 성형체의 크기가 증가할 수록 반응성은 증가되어 직경 30 mm일 때 미반응 Si이 1.5% 이상이었으나 직경 60 mm에서는 1% 이하 정도로 줄어들고 직경 100 mm에서는 0.4% 이하로 줄어드는 것을 볼 수 있다. 이러한 효과는 반응개시 후 시간에

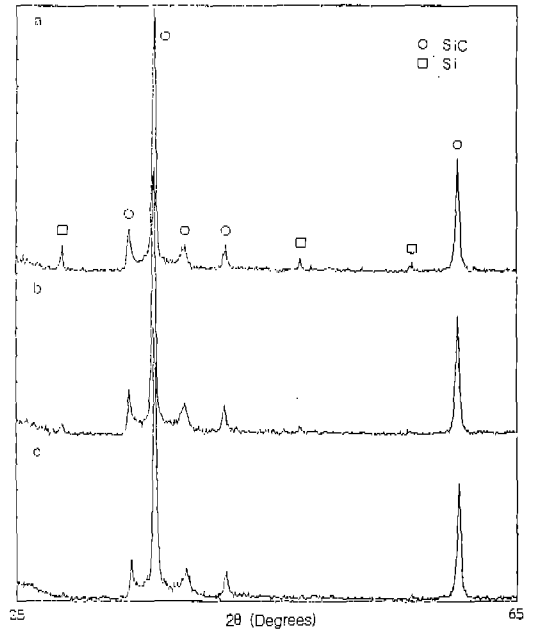


Fig. 4. Effect of compact size on the X-ray diffraction patterns of reaction products after HCl leaching ($\text{SiO}_2 : \text{C} : \text{Mg} = 1 : 2.2 : 2.4$). (a) ϕ 30 mm, (b) ϕ 60 mm, (c) ϕ 100 mm.

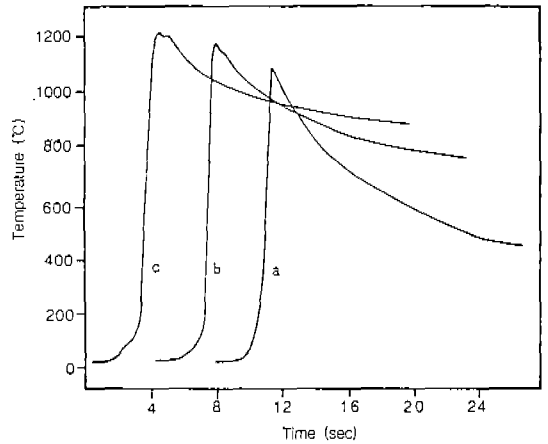


Fig. 5. Variation of reaction temperature versus combustion time. (a) ϕ 30 mm, (b) ϕ 60 mm, (c) ϕ 100 mm.

다른 성형체 표면의 온도변화를 성형체 크기에 따라 나타낸 그림 5에서 알 수 있다. 온도측정은 열전대를 성형체 1/2 높이의 표면에 접촉시킨 다음 반응개시 후 시간에 따른 온도변화를 기록계를 사용하여 측정하였다. 성형체가 커질 수록 반응온도는 높아지고

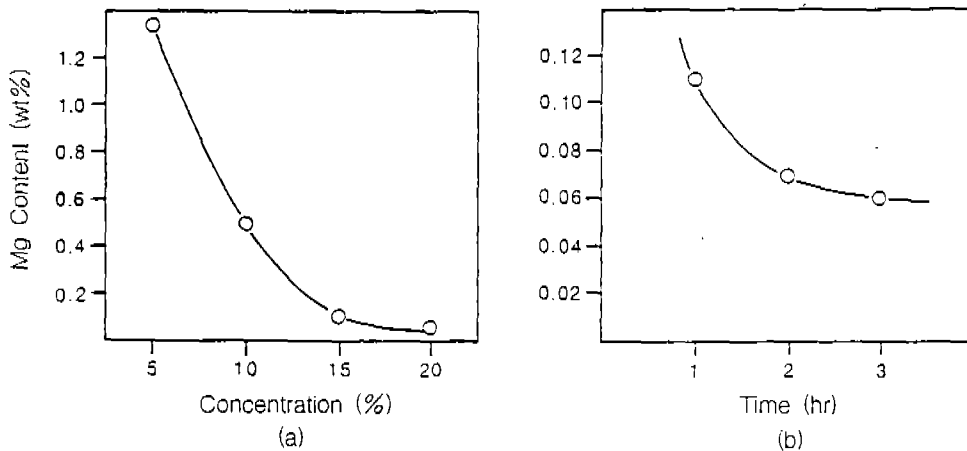


Fig. 6. Variation of magnesium content according to concentration of HCl solution (a) and leaching time (b).

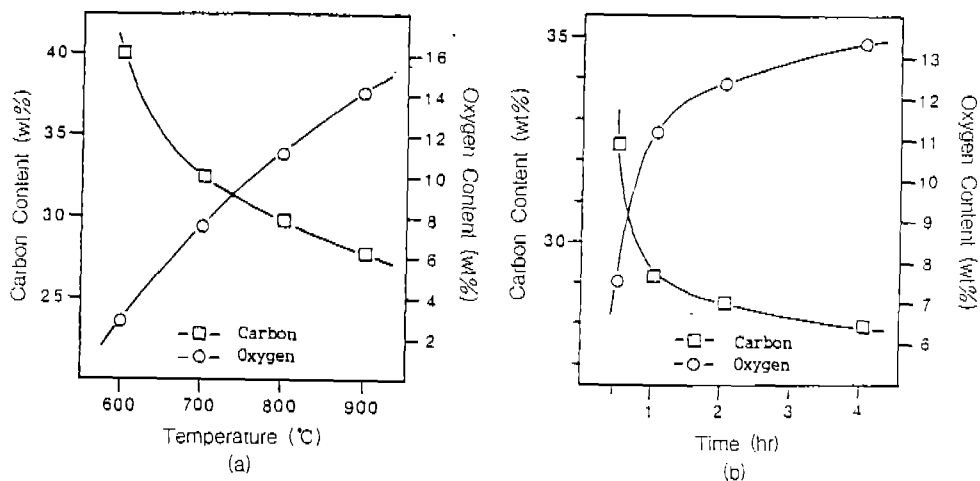


Fig. 7. Variation of carbon and oxygen contents according to roasting temperature (a) and reaction time at 700°C (b).

냉각속도는 상대적으로 지연되는 것을 볼 수 있다. 그러므로 성형체의 크기가 증가될 수록 표면적에 대한 부피의 비율이 증가되어 열손실이 적어지므로 반응 후 성형체에 남게 되는 열에너지가 상대적으로 많아져서 이것이 탄화반응 정도를 증대시킨 것으로 생각된다.

3.3. 산처리(acid leaching) 효과 및 배소(roasting)

Fine ceramics용 원료분말이 되기 위해서는 고순도의 분말이 요구되므로 반응생성물인 MgO와 미

반응 Si, 탄소 및 잔류 불순물을 제거하기 위해 가열산세척 및 배소실험을 하여 그 결과를 그림 6와 7에 나타내었다.

그림 5는 가열 산세척하는 HCl 용액의 농도 및 시간에 따른 Mg의 침출 효과를 나타낸 것이다. 처리하는 HCl 용액의 농도가 증가할 수록 MgO의 제거율은 증가되었으며 15% 이상에서 99.9% 이상의 Mg이 제거되는 것을 알 수 있다. 그리고 15% 용액으로 처리시 처리시간이 증가함에 따라 역시 Mg의 침출 효과는 증가되며 2시간 이상 처리할 때 Mg 잔존량은 0.07% 이하로 나타났다. 이상의 결과에서

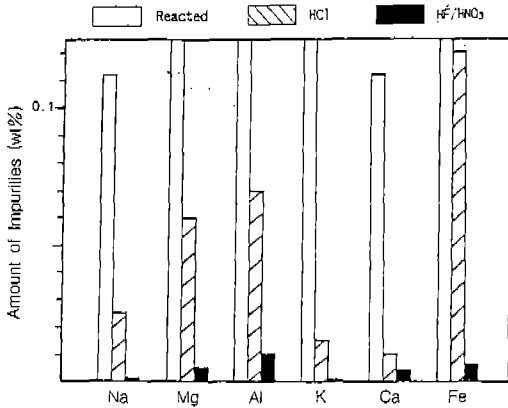


Fig. 8. Chemical composition according to acid treatment steps.

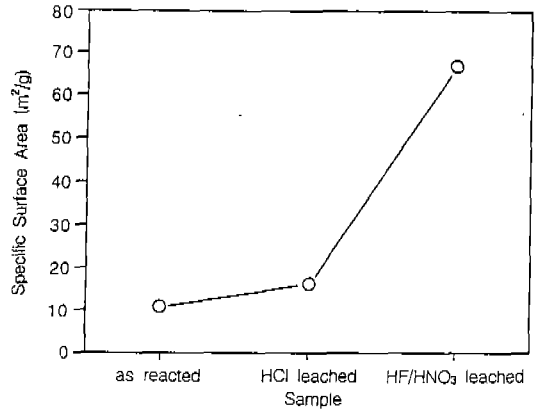


Fig. 9. Effect of acid leaching on the specific surface area of SiC powder.

HCl 처리 조건은 15% 용액 2시간 이상 가열 열처리하는 것이 최적 조건임을 알 수 있다. 미량의 MgO는 다음의 HF/HNO₃ 세척공정이 있으므로 이때 거의 제거되는 것으로 나타났다.

그럼 6은 과잉의 탄소로 인해 발생하는 미반응 잔류탄소를 제거하기 위해 공기 중에서 온도 및 시간별로 배소실험을 하고 그 결과를 나타낸 것이다. 그림에서 볼 수 있듯이 열처리 온도가 높을수록 잔류탄소의 양은 감소하지만 SiC 분말의 산화가 증가되어 산소 함유량이 증가되는 것을 볼 수 있다. SiC가 산화되면서 표면에 silica 산화피막이 형성되어 고온에서 안정하다고 하나 처리하는 SiC가 미분말인 관계로 800°C 이상에서는 산화 정도가 심해서 10 wt% 이상의 산소 함유량을 나타내었다. 최적 배소 조건을 알기 위해 700°C 에서 시간별로 배소한 결과 초기 1시간 이내에 잔류탄소의 대부분이 제거되는 것을 알 수 있고 미량의 탄소는 소결조제로 사용되므로 배소조건은 700°C 에서 1시간 정도가 적당한 것으로 생각된다.

소결에 적합한 분말이 되기 위해서는 금속불순물도 적어야 하지만 산소함유량도 1.5 wt% 이하가 되어야 하므로 잔존 불순물 및 배소시 생성된 silica 산화피막을 제거하기 위해 불산과 질산의 등량 혼합산 용액으로 80°C 에서 2시간 가열 산세척을 하였다. 산세척 공정중 대표적인 불순물의 변화를 그림 8에 나타내었다. HCl처리를 거치면서 대부분 0.1 wt% 이하로 감소되었으며 혼합산처리를 함으로써

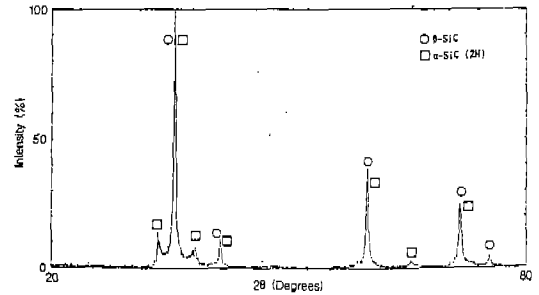


Fig. 10. X-ray diffraction pattern of the final product.

금속 불순물은 거의 제거가 되는 것을 볼 수 있다. 정제공정을 마친 SiC 분말은 잔류탄소 1 wt% 이하, 산소함유량 1.25 wt%, 금속불순물 0.04 wt% 이하의 고순도 SiC 분말임을 알 수 있었다.

그럼 9는 합성분말의 산처리에 따른 비표면적의 변화를 나타낸 것이다.

산처리를 함으로써 비표면적이 증가하는 것을 볼 수 있으며 혼합산으로 처리한 경우 비표면적이 반응 직후보다 6배나 증가하였다. 이것은 SiC 분말이 HF와 HNO₃ 혼합산에 의해 부식 용해가 매우 쉽게 일어나고 산처리 후 입자 표면의 선택적인 부식으로 비표면적이 증가한다는 Hase¹³⁾의 보고와도 일치한다.

3.4. 분말의 특성

그림 10은 정제공정을 마친 SiC 분말의 XRD 분석 결과이다. 주상이 β-SiC와 α-SiC(2H)가 섞여 있는 상태로 나타났다. 이는 SiC 합성시 반응온도의 구

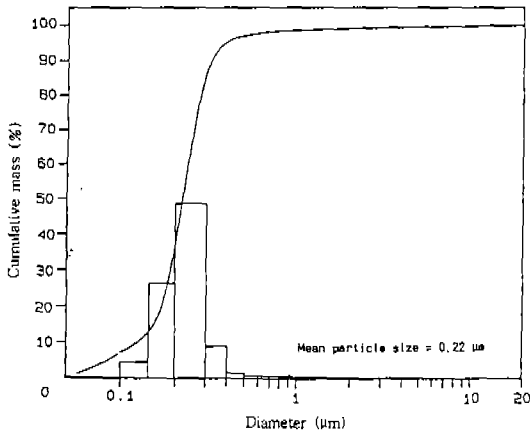


Fig. 11. Particle size distribution of the final product.

배가 크기 때문에 여겨지며 주상이 안정한 α -SiC로 되기 위해서는 보다 고온의 반응조건이 필요한 것으로 생각된다.

그림 11은 산세척을 마친 SiC 분말의 Micrometric社의 Sedigraph 5100 기기로 측정된 입도 분포를 나타낸 것이다. 97% 이상이 $0.4 \mu\text{m}$ 이하인 미립으로 나타났고 $0.1 \mu\text{m}$ 이하도 7% 이상 나타났다. 이때 측정된 평균 입경은 $0.22 \mu\text{m}$ 로서 SHS법으로 보다 미세한 SiC 분말의 합성이 가능하다는 것을 알 수 있다.

3.5. 소 결

그림 12는 초경볼을 사용하여 핵산으로 6시간에서

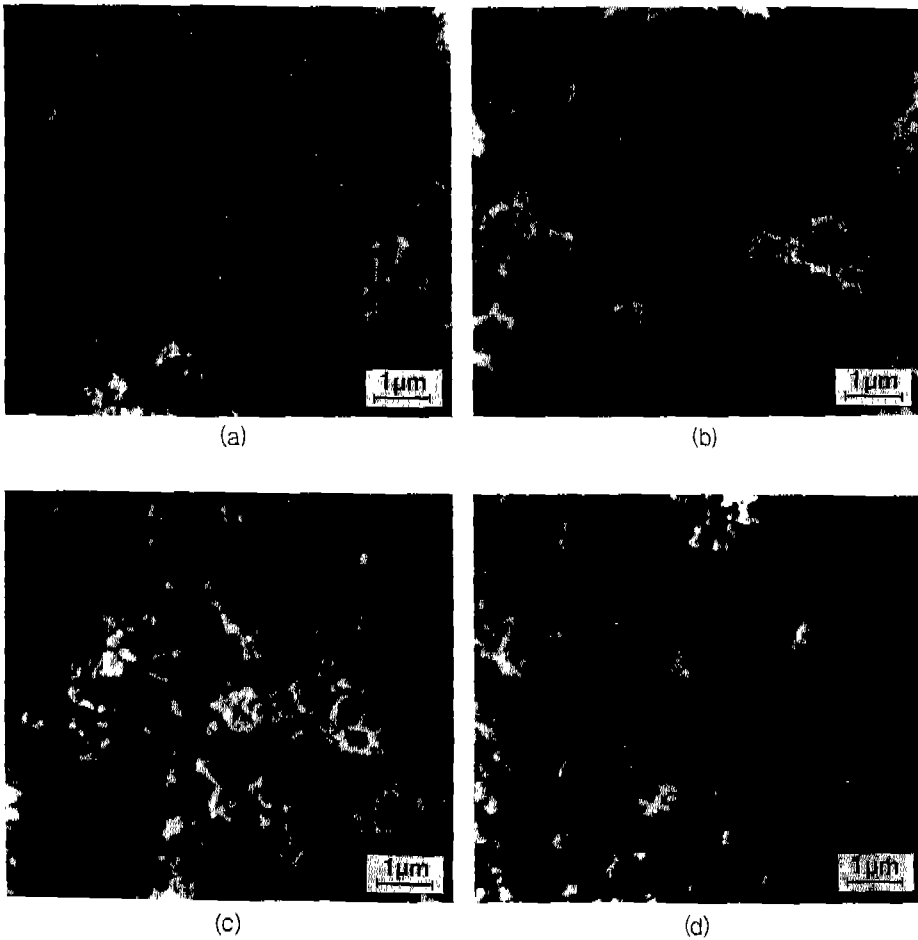


Fig. 12. Scanning electron micrographs of SiC powders at various milling time. (a) 6 hrs, (b) 24 hrs, (c) 100 hrs, (d) 200 hrs.

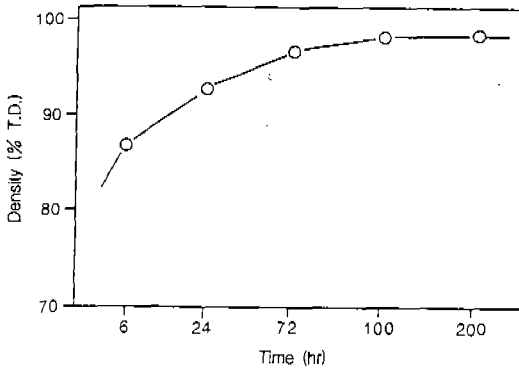


Fig. 13. Influence of milling time on densification of SiC.

200시간까지 습식 분쇄하여 분쇄시간에 따른 소결용 SiC 분말의 SEM 사진이다. 분쇄실험은 혼산처리 전에 수행하여 정제공정을 거쳤다. 합성된 SiC 분말은 구형에 가까운 입형을 가진 미세분말로 이루어져 있으나 분말입자들이 응집체로 형성되어 있는 것을 볼 수 있는데 분쇄시간이 길어질수록 응집체의 분리정도는 증가하였으며 부분적으로 나타난 응집체들이 100시간 이후부터 거의 분리되었으며 200시간의 경우는 분리된 분말의 재응집이 일어나는 것을 볼 수 있다. 이러한 응집체는 합성과정중 고온에서 생성되는 것이기 때문에 쉽게 분리되지 않았으며 분말의 소결성에도 큰 영향을 주었다.

SiC 분말의 분쇄시간을 달리하여 얻은 분말을 상압소결을 하여 소결체의 밀도 변화를 관찰하고 그 결과를 그림 13에 나타내었다. 분쇄시간이 6시간인 경우 소결체의 밀도가 SiC 이론밀도(3.21 g/cm³)의 90% 이하로서 치밀화가 잘 이루어지지 못함을 볼 수 있으며 분쇄시간이 증가함에 따라 치밀화 정도는 증가하여 100시간 이상 분쇄한 경우 이론 밀도의 98% 이상까지 상압소결로 치밀화가 가능하다는 것을 볼 수 있다. 이것은 소결온도보다 높은 반응온도에서 합성될 때 생성된 분말 응집체들이 치밀화에 방해가 되고 분쇄시간이 증가함에 따라 응집체가 분리되는 정도가 증가하여 분말의 비표면적 상승으로 인한 소결밀도의 증가로 이어졌다고 판단된다.

이상의 결과로 볼 때, 이론밀도 수준의 치밀화를 실현하기 위해서는 무엇보다 먼저 반응시 생성되어 분리되기 힘든 분말 응집체를 가능한한 분쇄하여

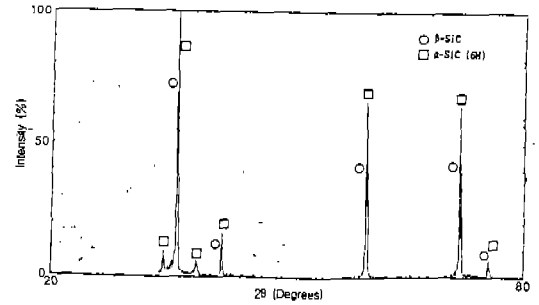


Fig. 14. X-ray diffraction pattern of the sintered SiC at 2100°C for 30 min in Ar.

분리시켜야 된다는 것을 알 수 있다.

3.6. 소결체의 특성

그림 14는 SHS법으로 합성한 탄화규소분말을 분쇄하고 정제공정을 거친 후 2100°C에서 30분간 상압소결하여 얻은 소결체에 대한 XRD 분석결과이다. 소결전에는 주상이 β-SiC 및 α-SiC(2H)에서 소결 후에 주상은 6H α-SiC와 β-SiC로 변화된 것을 알 수 있다.

그림 15는 상업용 SiC 분말(α-SiC)과 SHS법으로 제조한 SiC 분말을 상압소결하여 얻은 소결체를 무라카미 시약으로 에칭한 후 관찰한 미세조직 사진이다. 기존 상업용 분말은 소결체가 5μm 대의 조직들로 이루어져 있는 것에 비해 SHS법에 의한 SiC 분말의 소결체는 주로 2μm 대의 보다 미세한 구조로 되어 있으며 β-SiC가 소결되면서 β→α 전이과정 중 생성되는 수십 μm의 조대한 관상형조직은 생성되지 않았으며 입성장이 별로 일어나지 않고 미세한 2μm 이내의 관상형조직이 섞여 있는 특이한 구조로 나타났다. 이것은 SiC 분말이 합성되면서 미반응 잔류탄소가 입자 사이에 존재하고 이것이 완전히 제거되지 않고 부분적으로 존재하여 이로 인해 입성장이 억제되고 α와 β상이 섞여 있는 분말 상태로 인해 β→α 전이시 생성되는 이상 입성장이 억제되는 현상으로 보여진다. Stutz¹⁴⁾ 등은 B과 Al을 doping한 β-SiC 분말을 승온속도를 느리게 하고 전이온도 이하(1750°C)에서 1시간 holding함으로써 소결온도를 낮추고 조대한 입성장이 억제된다고 보고한 바 있다. SHS법으로 제조한 SiC 분말의 특이한 소결거동을 완전히 이해하기 위해서는 소결기구에

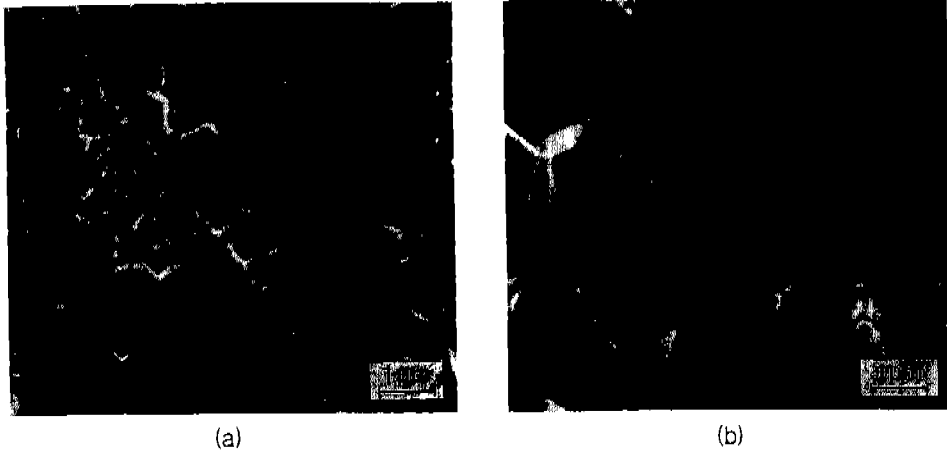


Fig. 15. Scanning electron micrographs of sintered SiC. (a) SHS formed SiC, (b) Commercial SiC (HCST A10).

Table 2. Comparison of measured properties for sintered SiC

	SHS	HCST社 A10
Hardness (kg·f/mm ²)	2550	2470
K _{IC} (MN/m ^{3/2})	3.47	3.33

대한 연구가 더 필요한 것으로 생각한다.

SHS법으로 합성한 SiC 분말의 상압소결한 소결체와 상업용 SiC 소결체를 Vickers Hardness 시험기로 10 kg의 하중으로 압인한 다음 경도와 파괴인성을 측정하여 그 결과를 표 2에 나타내었다. 기계적 특성은 기존 상업용소결 제품과 비교시 뒤떨어지지 않는 수준을 나타내었다.

이상의 결과에서 종래의 분말합성법과는 상이한 기술인 SHS법을 이용하여 국산천연원료인 상동규사로부터 고순도 미립의 SiC 분말을 합성할 수 있었으며 고온구조재료용으로 응용이 가능하다는 것을 알 수 있었다.

4. 결 론

SHS법을 사용하여 상동규사를 마그네슘과 탄소로 SHS 반응을 시키고 산처리와 배소 실험을 하여 미립 고순도의 SiC 분말을 합성할 수 있었으며 2100°C에서 30분간 Ar 분위기하에서 상압소결을 하여 SiC 소결체를 만들고 분말과 소결체의 물성검사를 한

결과 다음과 같은 결론을 얻을 수 있었다.

(1) 반응성은 원료분말의 조성비, 성형체의 크기에 가장 큰 영향을 받았으며 최적몰비 SiO₂ : C : Mg = 1 : 2.2 : 2.4에서 성형체의 크기가 직경 100 mm일 때, SiC 전환율은 99.5% 이상으로 나타났다.

(2) 15% HCl 용액과 30%HF/HNO₃ 혼합산용액으로 80°C, 3시간 이상 처리하였을 때 최적 산세척 조건을 나타내었고 700°C에서 1시간 이상 배소하여 잔류탄소를 거의 제거할 수 있었다.

(3) 제조된 탄화규소 분말은 평균입경 0.22 μm, 잔류탄소 1% 이하, 산소함유량 1.25%, 금속불순물 0.04% 이하의 미립 고순도의 분말을 제조할 수 있었다.

(4) 합성된 SiC 분말은 고온에서 합성되면서 응집화가 되어 상압소결용 미립 고순도 분말이 되기 위해서는 충분한 분쇄공정이 필요하였으며 100시간 이상 분쇄하였을 때 이론밀도의 98% 이상 치밀화가 가능하였다.

(5) 상압소결을 하여 얻은 소결체는 거의 3 μm 이하의 미세조직으로 밀도는 3.15 g/cm³, 경도(HV) 2550 kg·f/mm², K_{IC} 3.47 MN/m^{3/2}의 특성치를 나타내었고 상업용 제품과 품질비교시 차이가 나지 않는 우수한 수준인 것으로 나타났다.

참 고 문 헌

1. R. A. Penty and J. W. Bjerklie : Ceram. Sci. Proc.,

- 3 (1982) 120
2. M. Yamamoto : 세라믹스, **22** (1987) 46
3. J. B. Holt and Z. A. Munir : Proc. of International Symposium on Ceramic Components for Engine, Japan (1983) 721
4. J. F. Cider : Ceram. Eng. Sci. Proc., **3** (1982) 519
5. J. W. McCauley : Ceram. Eng. Sci. Proc., **11** (1990) 1137
6. J. W. McCauley : Ceram. Bull., **67** (1988) 1903
7. O. Yamada, Y. Miyamoto and M. Koizumi : Am. Ceram. Bull., **64** (1985) 319
8. R. Pampuch, L. Stobierski and J. Lis : J. Am. Ceram. Soc., **72** (1989) 1434
9. R. A. Cutler and K. M. Rigrup : J. Am. Ceram. Soc., **75** (1992) 36
10. W. Bocker, H. Landfermann and H. Hansner : Powder Metall., **11** (1979) 83
11. B. C. Prochazka and R. M. Scanlan : J. Am. Ceram. Soc., **58** (1974) 72
12. R. M. Williams : Am. Ceram. Soc. Bull., **64** (1985) 1385
13. T. Hase, H. Suzuki and T. Iseki : Yogyo Kyokai Shi., **87** (11) 1979
14. D. H. Stutz, S. Prochazka and J. Lorentz : J. Am. Ceram. Soc., **68** (1985) 479