

## 탄화규소막의 형성에 의한 흑연소지의 내산화성 향상에 관한 연구

조성준, 이종민, 김인기\*, 장진석\*\*

배재대학교 무기재료공학과

\* 한서대학교 재료공학과

\*\* 충북 지방 공업기술원

## A Study on the Improvement of the Oxidation-Resistance of the Graphite Substrate by Forming of SiC Film on its Surface

Sung-Jun Cho, Jong-Min Lee, In-Ki Kim\*, Jeen-Suck Jang\*\*

*Dept. of Inorganic Materials Engineering, Pai Chai Univ.*

*\* Dept. of Material Science and Engineering, Hanseo Univ.*

*\*\* Industrial Technology Institute of Chung-Buk*

Sol-Gel법에 의해 흑연소지의 표면에 SiC막을 형성해 줌으로써 내산화성을 향상시키고자 하였다. 규소(Si) 및 탄소(C)의 근원물질로는 TEOS(Tetraethyl orthosilicate)와 phenol수지를 각각 사용하였으며, TEOS Sol의 농도가 SiC막의 형성에 미치는 영향을 알아 보기 위해, H<sub>2</sub>O/TEOS의 몰비를 2, 4, 6, 8 및 10으로 변화시켜 흑연소지에 SiC가 피복된 상태를 X-ray diffractometer와 SEM(scanning electron microscope)을 이용하여 분석한 결과, 약 5 μm, 12 μm, 7 μm, 7 μm 및 2 μm의 SiC코팅층이 각각 형성되었음을 알 수 있었다. 또, 내산화성을 알아 보기 위해 1600°C에서 코팅된 흑연소지를 다시 공기중에서 1000°C의 온도하에서 1 시간 동안 열처리해 준 후의 무게소실율을 조사한 결과, 각각 26.17%, 20.97%, 17.28%, 21.73% 및 28.13%로 나타났다.

To increase the oxidation-resistance of graphite substrate, we have tried to form SiC film on its surface by Sol-Gel method. TEOS(Tetraethyl orthosilicate) and phenol resin have been used as silicon(Si) and carbon(C) sources, respectively. In order to know the effect of the TEOS Sol concentration on the forming of SiC film, we have taken 5 different H<sub>2</sub>O/TEOS mol ratios of 2, 4, 6, 8 and 10. And the coating states of SiC on the graphite substrate have been analyzed with X-ray diffractometer and scanning electron microscope (SEM), and we have obtained about 5 μm, 12 μm, 7 μm, 7 μm and 2 μm as the thickness of SiC coating layers, respectively. For also knowing the oxidation resistance the SiC coated graphites at 1600°C were heated again at 1000°C under air atmosphere for 1 hr, and as a result we have received the weight losses of 26.17%, 20.97%, 17.28%, 21.73% and 28.13%, respectively.

**Key words :** Oxidation-resistance, Sol-Gel method, TEOS, Phenol resin, Graphite substrate

## 1. 서 론

탄소재료는 윤활성, 내부식성, 내열성, 전기 전도성, 열전도성 및 가공성이 우수하여 용도가 다양하다.<sup>1)</sup> 특히 불활성 분위기하에서는 그들의 기계적 물성을 2000°C 이상에서도 유지하는 것으로 알려져 있다.<sup>1)</sup> 그러나 산소존재시에는 600°C 이상에서 산화되기 때문에 그 사용범위가 한정되어 있다. 이러한 이유로 탄소재료의 내산화성을 증가시키려는 연구가 많이 진행되어 왔다.<sup>2),3)</sup> 탄소재료의 내산화성을 증가시키는 방법으로는 탄소의 개기공(開氣孔, open pore)을 통해 유리질 또는 코크스, 각종 수지 등의 탄화될 수 있는 물질을 침투시키는 함침(imregnation)법이 많이 연구되었으며,<sup>4),5)</sup> 이외에도 화학증착(Chemical vapor deposition, CVD)<sup>6)</sup>이나 Sol-Gel법을 이용하여 탄소재료의 표면에 내산화막을 입혀 산화현상을 방지하는 방법도 일반적인 방법중의 하나이다.<sup>7)~10)</sup> 함침법을 이용할 경우 탄소내부로 침투되는 물질의 열팽창계수와 탄소재료의 열팽창계수가 서로 상이하여 고온에서의 응용이 적절치 못한 경우가 있다. 따라서 탄소재료와 열팽창계수가 유사한 물질을 찾고자 하는 연구가 많이 수행되었으며, 그 결과 탄화규소(SiC)나 탄화티타늄(TiC) 등과 같은 탄소화합물의 열팽창계수가 유사한 것으로 판명되었기 때문에<sup>11)</sup> 고온에서 이용될 수 있는 적절한 물질로 기대되어 왔다.<sup>12)~17)</sup>

앞서 언급한 바와 같이 화학증착(Chemical Vapor Deposition, CVD)법이나 Sol-Gel process를 거쳐 탄소표면에 탄화규소 내산화막을 입히는 방법이 있지만, 이러한 방법들은 SiH<sub>4</sub>나 SiCl<sub>4</sub>, methoxy silane 등을 주로 이용하므로 취급하는데 어려움이 따를 뿐만 아니라, 그들로부터 SiC를 합성하는 과정 또한 복잡하다.<sup>18)~20)</sup> 이러한 이유로, 최근 이를 출발물질이 아닌 Si(OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>4</sub> (Tetraethyl orthosilicate, 이하 TEOS라 칭함)을 출발물질로 하여 흑연소자에 SiC막을 제조하려는 연구가 시도되고 있다.

따라서, 본 연구에서는 이러한 연구의 일환으로 Si의 균원물질인 TEOS를 Sol화시키고, 여기에 수지중 탄화율이 가장 높은 물질의 하나로 알려진 Phenol수지를<sup>21)</sup> 탄소의 균원물질로 가하여 Sol 혼합물을 만들었다. 이 Sol혼합물에 흑연소자를 Dipping 및 함침시킨 후, 이를 Gel화 및 열처리해 줌으로써 흑연표면 및 개기공내에 SiC를 형성시켰다. SiC형성에 관련된 인자로 H<sub>2</sub>O/TEOS

의 혼합비를 변화시켰으며, 열처리온도 또한 변화시켜 보았다. 이에 따른 SiC형성과 그 함침특성 및 내산화특성을 X-ray, SEM 등의 분석을 통하여 살펴 보았다.

## 2. 실험방법

### 2.1 출발물질

본 실험에서 TEOS는 和光純藥工業株式會社(日本)의 순도 95%시약을 사용하였고, 에틸알코올은 Hayman Limited사(英國)의 순도99.9%시약을 사용하였으며, 물은 중류수를 사용하였다. 질산(HNO<sub>3</sub>)은 堀製藥株式會社(日本)의 순도 98%시약을 사용하였다. 폐놀수지는 국내제품인 (주)강남화성의 KC300A를 사용하였다. 흑연소자는 국내의 (주)신아탄소 제품을 사용하였다.

### 2.2 실험방법

TEOS Sol은 Figure 1과 같은 반응기내에서 온도를 약 80°C로 하고 200rpm정도의 속도로 3시간 동안 교반하여 얻었다. 용매로 에틸알코올(C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH)을, 촉매로는 질산(HNO<sub>3</sub>)을 사용하였으며, 물의 양에 따른 함침 및 코팅효과를 알아 보기 위해 TEOS 1몰에 대한 물의 양을 2몰, 4몰, 6몰, 8몰 및 10몰로 변화시켜 주었으며, 에틸알코올과 질산의 양은 각각 10몰과 0.01몰로 고정시켜 주었다.

이와 같이 제조된 각각의 Sol에 폐놀수지를 혼합하였다. 본 실험에서 폐놀수자의 양은 탄화율을 50%로 가정하여 실리콘(Si) 1몰당 3몰의 탄소가 반응하도록 하였다.

아세톤으로 세척한 흑연소자를 폐놀수지가 포함된 각각의 혼합 Sol용기에 담근 후, 전체 용기를 Figure 2에 도시된 함침장치에 넣어 주었다. 그리고 나서 함침장치에 연결된 진공펌프를 이용하여 전체 함침과정에 걸쳐 30분마다 10초동안 진공을 가해 주었다. 함침은 3시간 동안 행하여졌으며, 함침과정이 종료된 후 혼합 Sol용기로부터 흑연시편을 꺼내 주었다. 이 때 끌어 올리는 속도에 의해 코팅두께가 좌우되므로 각 흑연시편에 대하여 균일한 코팅두께를 얻기 위해 인상기(lifter)를 이용하여 6 cm/min의 일정한 인상속도로 시편을 꺼내 주었다.

이렇게 해서 얻은 시편은 3. 1절의 시차열분석

결과에 따라 페놀수지의 1차 경화도 함께 이루어 지도록 130°C에서 2시간 동안 건조되었다.

건조된 시료의 열처리는 환원분위기하에서 수행되었다. 이 경우 외부로부터의 산소유입을 차단하고, 또 시편에 함유된 산소를 제거시켜 주기 위해 탄소분말속에 시편을 묻어 주었다. 또한 열처리온도 및 시간은 각 시료에 대하여 1600°C 및 1시간으로 하였다. 전 열처리 과정을 통해 승온 속도는 6 deg/min로 고정하였다.

### 2.3 물성 분석 및 내산화도

흑연시료에 코팅될 물질, 즉 TEOS Sol과 페놀수지의 혼합물에 대한 흡열 및 발열상태를 알아 보기 위해 아르곤(Argon)분위기하에서 1600°C까지 시차열분석(DTA)을 수행하였으며, 이 때 DTA분석기로는 Dupont사의 9900시차열분석기를 사용하였다. 함침후 2. 2절에 언급한 바와 같이 열처리한 후 얻어진 흑연시료의 구조를 알아 보기 위해 X-선 회절분석을 하였으며, 이 경우 X-선 회절분석기로 SIMADZU XD-D1 X-선 회절분석기(CuK $\alpha$ -radiation,  $\lambda=1.5418 \text{ \AA}$ )를 사용하였다. 또한 열처리된 흑연시료의 코팅상태를 조사하기 위해서는 TOPCON ABT 32 주사전자 현미경(SEM)을 사용하여 분석하였다.

또한 내산화성을 알아 보기 위해 내산화막이 형성되지 않은 흑연시편과 탄화규소 내산화막이 형성된 1600°C로 열처리한 시편을 로(furnace)에 넣고 산소를 함유하는 일반적인 공기분위기하에서 1000°C의 온도로 1시간 가열하였다. 가열전, 후의 무게차를 계산하여 소실정도를 비율로 환산하였다.

Figure 3에 지금까지 설명한 실험절차에 대한 개략적인 공정도를 나타내었다.

## 3. 결과 및 고찰

### 3.1 Sol 혼합물의 DTA 분석

Figure 4는 TEOS Sol과 페놀수지의 혼합물을 시차열분석기(DTA)를 통해 분석한 결과이다. 분석결과, 125°C부근에서 페놀수지의 1차 경화가 일어나며, 210°C부근에서 2차 경화가 발생함을 알 수 있었다. 490~720°C에 걸쳐 발열반응이 진행됨을 보아 탄화(Carbonization)가 일어남을 알 수 있었다.

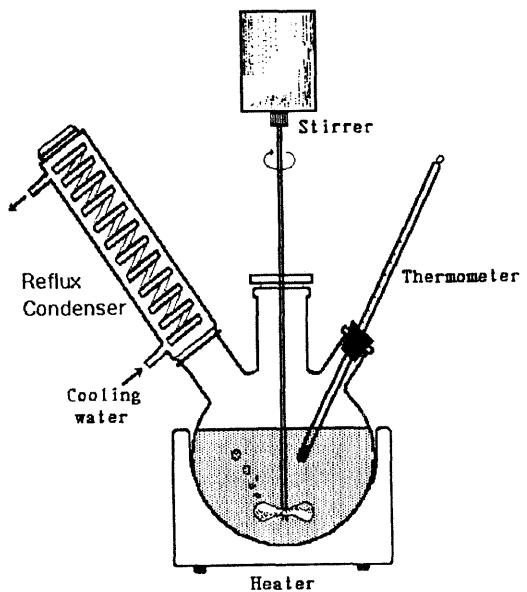


Figure 1. Schematic Diagram of Reactor for TEOS Sol.

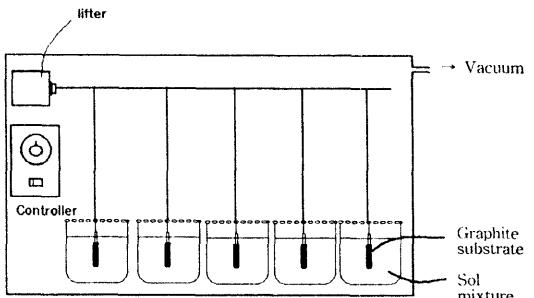


Figure 2. Schematic Diagram of Impregnation Equipment.

### 3.2 SiC 내산화막 형성

코팅처리를 하지 않은 흑연시편과 1600°C에서 열처리된 흑연시편에 대한 XRD 분석결과를 Figure 5 및 Figure 6에 각각 나타내었다. 두 그림을 비교해 보면, Figure 6에 H<sub>2</sub>O/TEOS의 몰비가 4와 6인 경우  $2\theta = 35.775^\circ$  ( $d = 2.508 \text{ \AA}$ ) 인 위치에 Figure 5에는 없는 peak가 존재함을 알 수 있다. 따라서 이 peak는 코팅처리되지 않은 흑연시편에 속하는 것이 아니고, 코팅물질에

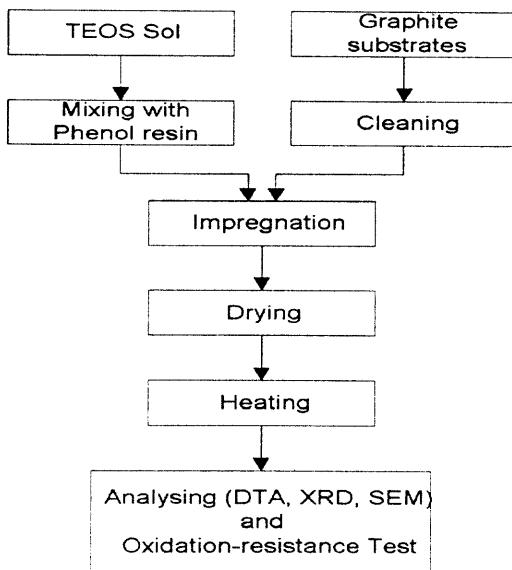


Figure 3. Flow Sheet for Experimental Procedure.

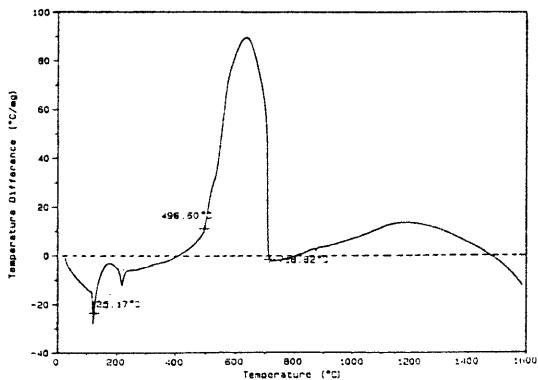


Figure 4. DTA curve of TEOS Sol and Phenol Resin Mixture.

의해 나타난 peak이라고 할 수 있다. 또한 이 peak는  $\alpha$ -SiC 및  $\beta$ -SiC의 경우 주 peak에 해당될 수 있으며,  $\alpha$ - 및  $\beta$ -SiO<sub>2</sub>의 경우 주 peak가 아닌 강도가 약한 peak에 상응할 수 있다. 이와 같이 규소화합물(Silicon Compounds)이 흑연소지 위에 코팅된 것은 3. 3절의 SEM분석에 의해서도 뒷받침되었다. 그런데  $\beta$ -SiC에서  $\alpha$ -SiC로 전이되는 온도는 2050°C 이상이므로<sup>22)</sup> 해당 peak가  $\alpha$ -SiC에 속할 가능성은 배제될 수 있다. 또 고온에서 탄소(C)가 존재할 경우 SiO<sub>2</sub>가 SiC로 전이

되기 때문에 SiO<sub>2</sub>가 전부 SiC로 전이되지는 않았다고 하더라도 상당량의  $\beta$ -SiC가 형성된 것은 사실이라고 생각할 수 있다. SiC에 속하는 다른 peak들도 있을 수 있겠으나, peak들이 너무 작거나 또는 흑연peak에 함께 포함되어 확인하기가 매우 어려운 상태이지만, 앞에서 언급된  $2\theta = 35.775^\circ$ 에 해당되는 peak만 갖고서도 흑연시편에  $\beta$ -SiC가 형성된 것을 확인하기에 충분하다고 사려된다.

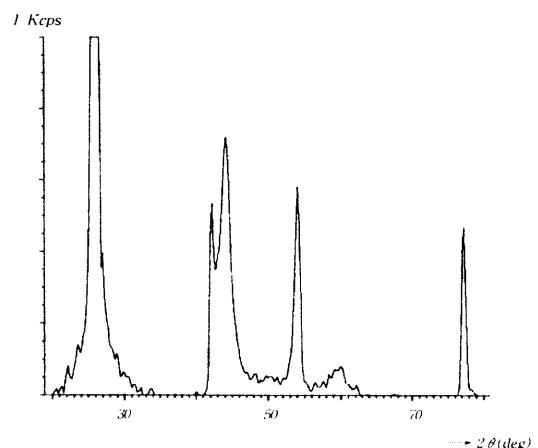


Figure 5. XRD Patterns of as received Graphite.

### 3.3 코팅 및 미세구조 관찰

비교를 위하여 아무 처리도 하지 않은 흑연소지의 표면 및 단면에 대한 SEM 사진을 Figure 7에 나타내었고, 1600°C의 온도하에서 내산화막이 형성된 시편의 표면과 단면에 대하여 촬영한 SEM 사진을 H<sub>2</sub>O/TEOS의 몰비에 따라 Figure 8 ~ Figure 12에 각각 나타내었다. 코팅된 흑연소지의 SEM 사진으로부터 표면상태가 아주 좋지는 않으나, 모든 시편에 있어서 코팅이 비교적 균일하게 이루어졌음을 알 수 있었으며, 단면사진으로부터는 코팅두께를 짐작할 수 있었다. Figure 10에 대하여 대표적으로 설명하면, 이는 H<sub>2</sub>O/TEOS의 몰비가 6인 경우의 시편에 대한 SEM 사진이다. Figure 10의 a는 표면상태를 나타낸 사진이고, Figure 10의 b는 후방산란전자(後方散亂電子, back scattered electron)를 이용하여 서로 다른 두 원소의 원자량차이에 따라 그 밝기를 다르게 보이도록 촬영한 사진이며, c는

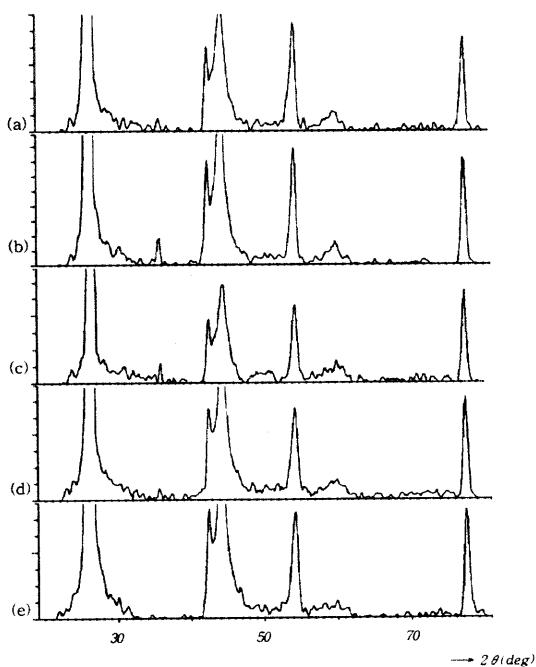


Figure 6. XRD Patterns of SiC Coated Graphite at 1600°C for various  $\text{H}_2\text{O}/\text{TEOS}$  mol Ratios.  
 (a) 2 (b) 4 (c) 6 (d) 8 (e) 10

같은 부분을 2차전자(secondary electron)를 이용하여 촬영한 사진이다. b의 경우 검정색의 흑연소자 바깥쪽에 일직선의 백색띠 모양이 약  $7\text{ }\mu\text{m}$  정도의 두께로 나타나(일반적으로 원자번호가 클수록 상대적으로 더 하얀 색을 띠게 되는데, 이 그림에서 보듯이 하얀 색 부분이 그다지 뚜렷하지 않은 것은 Si와 C의 원자량차가 그리 크지 않은 때문이다.), 이 부분이 SiC코팅층으로 생각되며, 이러한 사실은 c의 사진에서도 역시 찾아 볼 수 있었다.

$\text{H}_2\text{O}/\text{TEOS}$ 의 몰비가 4인 경우 Figure 9에서 보듯이 약  $12\text{ }\mu\text{m}$ 의 코팅층이 형성되어  $\text{H}_2\text{O}/\text{TEOS}$ 의 몰비가 6인 경우에 얻어진 약  $7\text{ }\mu\text{m}$ 보다 훨씬 더 두꺼운 것을 알 수 있다. 또한  $\text{H}_2\text{O}/\text{TEOS}$ 의 몰비가 2, 8 및 10인 경우에는 각각 약  $5, 7\text{ }\mu\text{m}$  및  $2\text{ }\mu\text{m}$ 정도의 코팅층이 형성되었음을 Figure 8, 11 및 12로부터 알 수 있다.

Figure 7의 표면사진에 나타난 개기공의 상당 부분이 Figure 8 ~ Figure 12의 표면사진에는

관찰되지 않고 있는 것으로 미루어 보아, 그러한 개기공들이 함침 및 코팅공정에 의해 닫혀진 것으로 사려된다. 이러한 사실은 Figure 11 및 12의 단면사진에서도 찾아 볼 수 있다. 그러나 표면사진에 나타난 표면상태를 볼 경우 코팅물질이 손상되어 없어진 것으로 여겨지는 부분이 관찰되는데, 이는 코팅된 흑연소자를 취급할 때 심한 외력을 가할 경우 나타나는 현상으로 여겨져, 이러한 코팅막의 손상이 본 실험에 있어서의 가장 큰 문제인 것으로 사려된다.

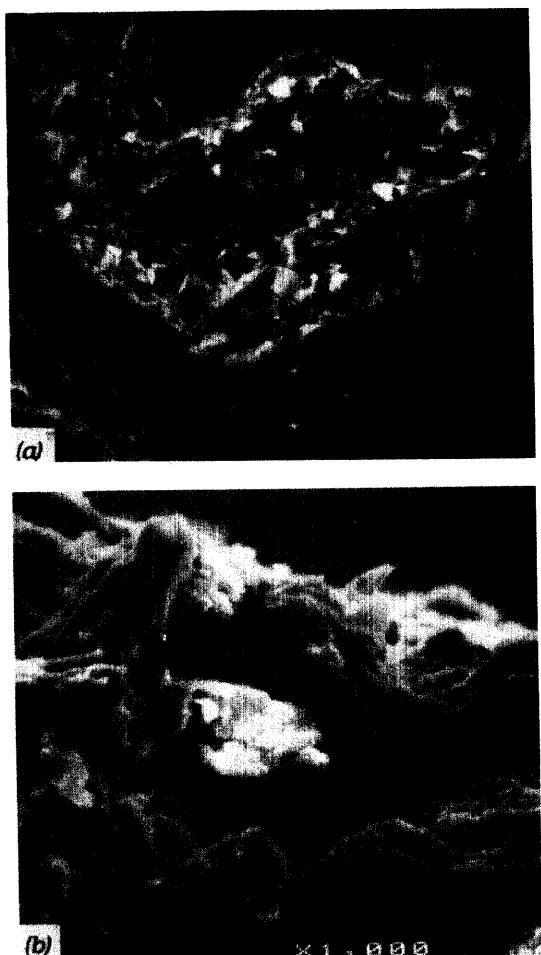


Figure 7. SEM Micrographs of Surface (a) and Cross Section(b) of as received Graphite.

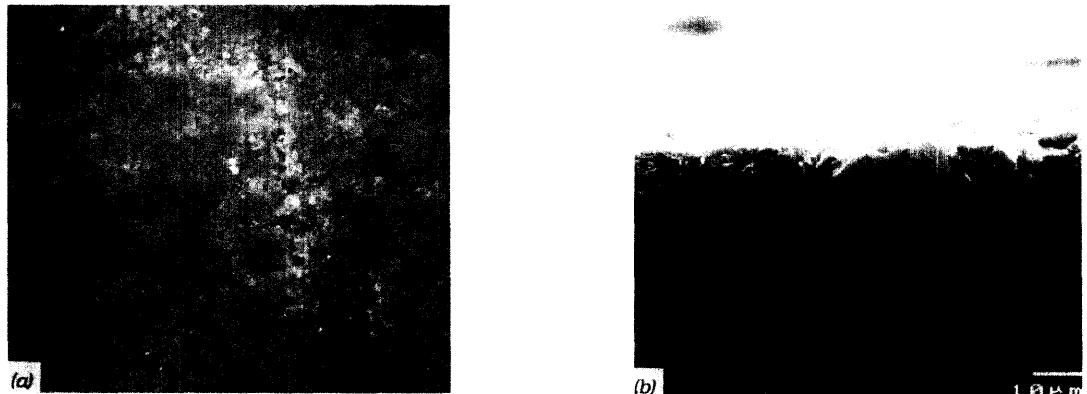


Figure 8. SEM Micrographs of Surface(a) and Cross Section(b) of SiC coated Graphite. ( $\text{H}_2\text{O}/\text{TEOS}=2$ ).



Figure 9. SEM Micrographs of Surface(a) and Cross Section(b) of SiC coated Graphite. ( $\text{H}_2\text{O}/\text{TEOS}=4$ ).

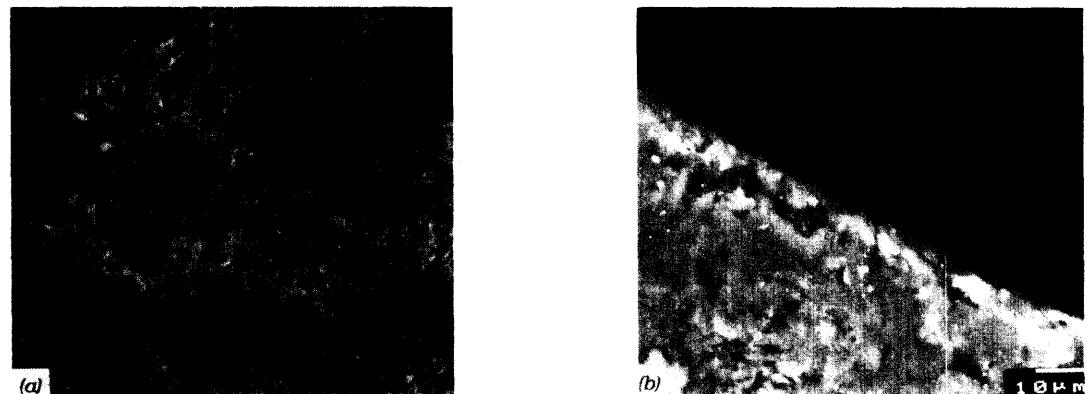


Figure 11. SEM Micrographs of Surface(a) and Cross Section(b) of SiC coated Gra-phite. ( $\text{H}_2\text{O}/\text{TEOS}=8$ ).

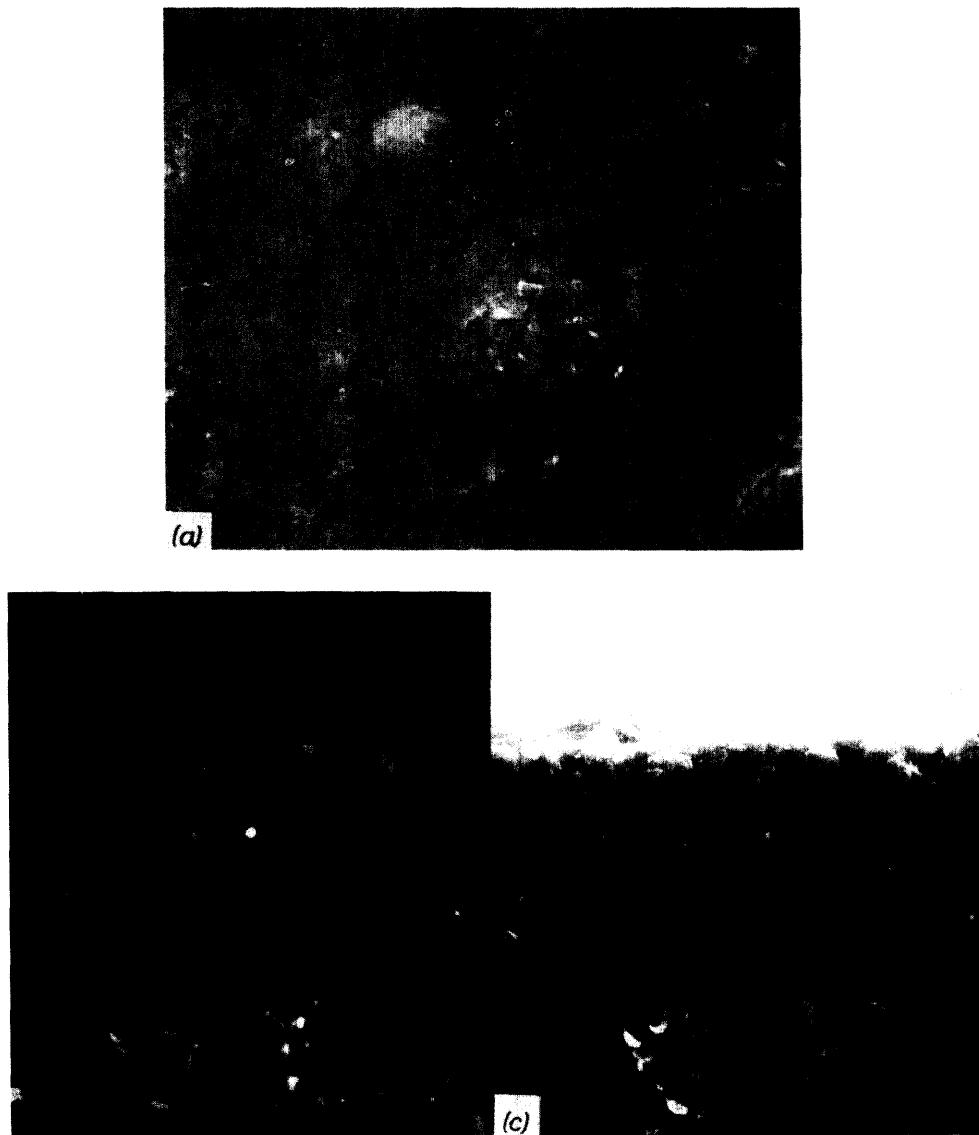


Figure 10. SEM Micrographs of Surface(a) and Back Scattered Elettron Image(b) and Secondary Electron Image(c) of Cross Section of SiC coated Graphite. ( $H_2O/TEOS=6$ ).

### 3.4 함침 및 코팅효과

함침 및 코팅공정에 의해 최종적으로 내산화 막이 형성된 흑연소지의 무게는 초기 흑연소지의 무게에 비해 증가하게 된다. 이 경우 코팅처리된 흑연소지의 무게는  $1600^{\circ}C$ 의 온도하에서 열처리된 후의 무게이므로, 코팅처리되지 않은 흑연소지의 초기 무게로는 역시 동일한 조건( $1600^{\circ}C$ )하

에서 다루어진 뒤의 무게로 해야 한다. 이러한 점을 감안하면 코팅후의 무게증가는 다음과 같이 계산될 수 있다 :

$$W_g = W_c - W_f$$

$$W_s = \frac{W_g}{W_r} \times 100 \ (\%)$$

## 여기서

$W_g$  : 무게증가량(weight gain)

$W_c$  : 코팅후의 무게(weight of SiC coated graphite at 1600°C for 1 hr)

$W_f$  : 1600°C에서 열처리해 준 후의 흑연소지무게 (weight of as received graphite after firing at 1600°C for 1 hr)

$W_s$  : 단위질량당 무게증가율 (ratio of weight gain per unit mass)

$W_r$  : 1600°C에서 열처리해 주기 전의 흑연소지무게 (weight of as received graphite)

이다. 이렇게 해서 얻은 결과를 Table 1에 나타내었다.

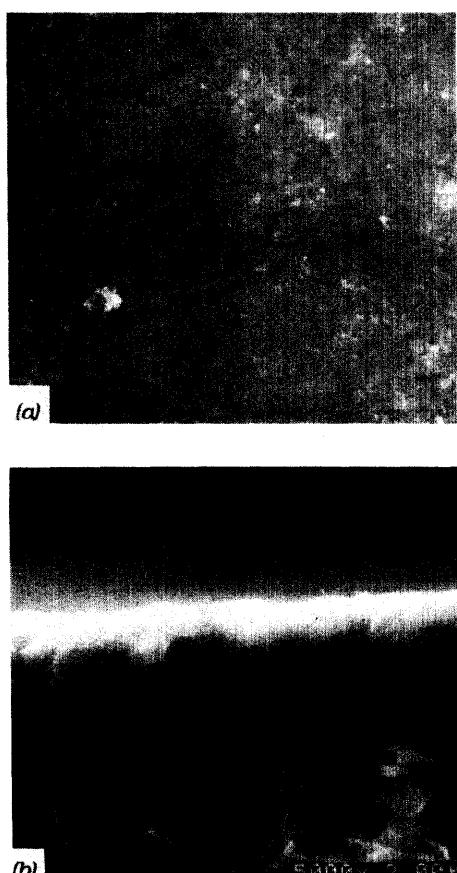


Figure 12. SEM Micrographs of Surface(a) and Cross Section(b) of SiC coated Graphite. ( $H_2O/TEOS=10$ ).

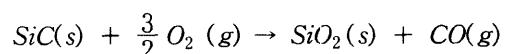
Table 1. Weight Gain after SiC Coating on Graphite in various  $H_2O/TEOS$  Concentration

$H_2O/TEOS$	$W_r$ (g)	$W_f$ (g)	$W_c$ (g)	$W_g$ (g)	$W_s$ (%)
2	5.8742	5.8471	5.8685	0.0271	0.363
4	5.5365	5.5109	5.532.2	0.0231	0.368
6	5.3240	5.2994	5.3166	0.0171	0.330
8	5.7809	5.7542	5.772.9	0.0186	0.321
10	6.1946	6.1660	6.1861	0.0201	0.327

Table 1에서 보듯이 coating하기 전·후의 흑연소지의 무게가 서로 다른 것으로 보아 X-선 및 SEM 분석결과에서 입증된 바와 같이 흑연소지에 coating층이 형성되었음을 알 수 있다. 그런데 단위질량당 무게증가율( $W_s$ )은  $H_2O/TEOS$ 의 몰비에 관계없이 거의 일정한 것을 알 수 있다. 이는 3. 3절의 SEM 분석결과  $H_2O/TEOS$  몰비에 따라 서로 상이한 코팅층을 얻은 사실과 상충된다. 이러한 결과로 미루어 볼 때 상이한  $H_2O/TEOS$  몰비에 따라 함침정도가 서로 다르며, 이로 인한 코팅 역시 서로 상이하게 이루어진 것으로 사려된다.

### 3.5 내산화도

SiC막이 형성된 탄소재료는 그렇지 못한 탄소재료에 비하여 산화가 지연되거나 또는 억제될 수 있다. SiC에 의한 탄소재료의 산화방지는 탄소재료의 표면이 SiC층에 의해 완전히 피복될 경우 실현될 수 있을 것으로 사려된다. 즉, 반응들은 각 온도 및 분위기에 따라 결정되는 안정상에 의해 달라지며, 산소를 함유하는 일반적인 공기분위기하에서는 이론적으로  $SiO_2$ 가 1660°C까지 안정하다고 알려져 있으므로, 이 온도 미만에서는 SiC의 산화가 일어나서  $SiO_2$ 층을 형성하는 반응이 지배적으로 일어날 것이다.



또는



한편, 앞서 가정한 조건하에서는 열역학적으로

$\text{SiO}_2$ 의 기화가 발생하지 않을 것이므로, SiC코팅 층이 손상되지만 않는다면, 내부의 탄소재료는 산화되지 않을 것이다. 그러나 탄소표면을 SiC로 완전히 코팅하는 것은 그리 쉽지 않으며, 본 연구에서도 3. 3절의 전자현미경사진에서 보듯이 코팅이 손상되거나 다소 균일하지 못한 부분이 나타나므로 질량감소가 일어남은 물론 완전한 코팅이 이루어지지 않았음을 알 수 있다. 코팅처리를 하지 않은 흑연소지와 1600°C의 온도하에서 코팅처리를 한 흑연소지를 각각 공기중에서 1000°C의 온도로 1시간 가열한 후의 무게소실율을 다음과 같이 계산하였다;

$$W_l = \frac{W_1 - W_2}{W_1} \times 100 (\%)$$

여기서

$W_l$  : 무게 소실율(weight loss ratio)

$W_1$  : 각 시료의 산화처리전 무게(weight of each specimen before firing)

$W_2$  : 1000°C, 공기중에서 1시간 가열후의 시료무게(weight of each specimen before firing 1 hr under atmospheric condition)

이렇게 해서 얻어진 결과를 Table 2 및 Figure 13에 나타내었다.

Table 2. Weight Loss of Each Specimen at 1000°C 1hr under Atmospheric Condition.

$\text{H}_2\text{O}/\text{TEOS}$	$W_1$ (g)	$W_2$ (g)	$W_l$ (%)
As received Graphite	4.9026	2.6351	46.25
2	4.2073	3.1059	26.17
4	4.9741	3.9348	20.97
6	5.8366	4.8280	17.28
8	4.4337	3.4703	21.73
10	6.1603	5.8580	28.13

Table 2 및 Figure 13에서 보듯이 아무 처리도 하지 않은 흑연시편의 소실율은 47%로 거의 반정도가 소실되는 반면,  $\text{H}_2\text{O}/\text{TEOS}$  몰비가 2인 경우 26.17%, 4인 경우 20.97%, 6인 경우 17.28%, 8인 경우 21.73% 및 10인 경우 28.13%

의 훨씬 적은 소실율을 각각 나타내었다. 이러한 결과로부터 흑연소지의 내산화성이 향상되었음을 알 수 있다.

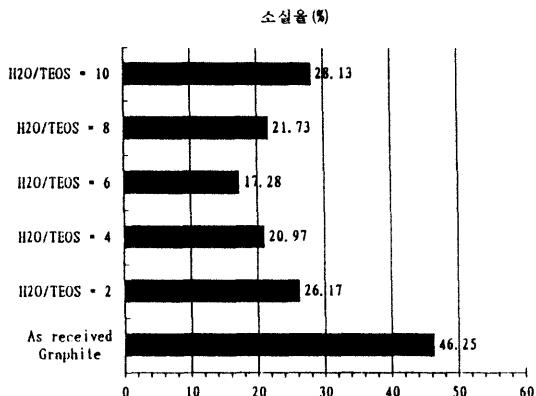


Figure 13. Percentage Weight Loss of SiC Coating Specimen in various  $\text{H}_2\text{O}/\text{TEOS}$  Concentration after firing at 1000°C, 1hr under Atmospheric Condition.

이러한 결과는 박 종욱이 pack cementation을 이용하여 흑연소지위에 SiC를 코팅한 후 내산화도를 중량분석기(TG)를 이용하여 일정하게 승온시키면서 산화가 급격히 발생하는 온도를 측정하여 얻어낸 결과와 유사한 것으로 여겨진다.<sup>23)</sup>

#### 4. 결 론

$\text{H}_2\text{O}/\text{TEOS}$ 의 몰비를 서로 달리 하여 제조한 Sol과 폐놀수지의 혼합액에 흑연소지를 담금 및 함침한 다음 서로 다른 온도하에서 열처리한 후 그 특성을 조사하여 다음과 같은 결과를 얻었다;

1. XRD 및 SEM 분석결과 함침된 흑연소지를 열처리한 후에 얻은 시편에 형성된 코팅층의 두께는 다음과 같다;  $\text{H}_2\text{O}/\text{TEOS}$ 의 몰비가 4인 경우 약  $12\mu\text{m}$ 의 코팅층이 형성되어 가장 두꺼운 것으로 나타났고, 몰비가 2, 6, 8 및 10인 경우에 대해서는 약  $5\mu\text{m}$ ,  $7\mu\text{m}$ ,  $7\mu\text{m}$  및  $2\mu\text{m}$ 의 코팅층이 형성되었다.
2. 함침 및 코팅공정에 의해 얻어진 흑연소지의 무게변화비는  $\text{H}_2\text{O}/\text{TEOS}$ 의 몰비에 관계없이 단위질량당 0.32~0.36%정도로 나타났다.

3. 내산화성을 알아보기 위해 1600°C에서 코팅된 시료를 다시 1000°C, 공기중에서 1시간 열처리한 후 소실상태를 알아 본 결과, H<sub>2</sub>O/TEOS의 몰비가 2, 4, 6, 8 및 10인 경우 각각 26.17%, 20.97%, 17.28%, 21.73% 및 28.13%로 나타났다. 이는 코팅처리하지 않은 흑연소지를 동일한 조건하에서 다루어 준 후의 소실을 46.25%보다 훨씬 적은 양이다. 이로부터 coating에 의해 흑연소지의 내산화성이 향상되었음을 알 수 있다.

### 감사의 글

본 논문은 95년도 배재대학교 교내학술연구비 지원에 의하여 수행된 연구의 일부로 이에 감사를 드립니다.

### 참 고 문 헌

1. Kirk-Othmar, Encyclopedia of Chemical Technology, Vol. 3, pp. 556~709
2. J. Chown, R. F. Deacon, N. Singer, and A. E. S. White, In *Special Ceramics*, 1962, ed. by P. Popper, p. 81, Academic Press, London, 1963
3. Erich Fitzer, *Carbon*, 25(2), pp. 163~190(1987)
4. 池田, 掘 董井, 松尾, 江口, 在間 蒲田, 炭素, No. 124, 2(1989)
5. R. C. Bradt, A. Navarrete-Guijosa, P. L. Walker, *Am Ceram Soc. Bull.*, 55, 640(1976)
6. D. J. Kim etc., *J. Kor. Ceram Soc.*, Vol. 32, No. 4, pp. 419~428 (1995)
7. 日本 公開特許 昭和 59-184781
8. D. W. Mackee, C. L. Spiro, and E. J. Lamby, *Carbon*, 22(3), 285(1984)
9. W. N. Reynolds, In *Chemistry and Physics of Carbon*, Vol. 11, pp. 1~67, Marcel Dekker, New York, 1973
10. D. W. McKee, *Carbon* 26(5), 664(1988)
11. 角田康五郎, 炭素 No. 112, 16(1983)
12. R. W. Mckelvy, Material in Design Engineering, No. 6, 93(1966)
13. 内堀善吉, 工業材料, 31, No. 12, 139(1983)
14. 山下三千雄, 俵隆, 伊藤誠, 日本公開特許 昭和 57-135771
15. U. S. Patent, 4, 476, 178
16. U. S. Patent, 4, 425, 409
17. O. Yamamoto, T. Sasamoto and M. Inagaki, In Extended Abstracts of the 22th Biennial Conference on Carbon, Sandiego, p. 612 (1995)
18. D. Lubben, G. E. Jellison, and F. A. Modine, Technical Digest of Int'l Conf. on SiC and Related Materials-ICSCRM '95-, Kyouto, Japan, 1995
19. R. A. Sinclair, *Mat. Res. Soc. Proc.* Vol. 32(1984)
20. Huann der Wu and Dennis W. Readey, Ceramic Transactions Vol. 2, Silicon Carbide '87, Edited by J. D. Cawley and C. E. Semler, p. 35, The American Ceramic Society, Inc., 1989
21. 이 종민, "Graphite Mechanical Seal재 개발에 관한 연구 (I)", 상공부 보고서, p. 85 (1992)
22. 이 종근 등, "無機材料工業概論", 半島出版社, p. 310 (1994)
23. C. O. Park, SiC Coating on C/C Composite by Pack Cementation, 3rd Composite Conference, (1991).