



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2015-0075868
(43) 공개일자 2015년07월06일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C04B 35/565 (2006.01) C04B 35/645 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2013-0164247
(22) 출원일자 2013년12월26일
심사청구일자 2013년12월26일

(71) 출원인
한국기계연구원
대전광역시 유성구 가정북로 156 (장동)
(72) 발명자
이세훈
서울 은평구 통일로 590, 1동 603호 (녹번동, 대림아파트)
평륜
경상남도 창원시 성산구 창원대로 797
(74) 대리인
특허법인가산

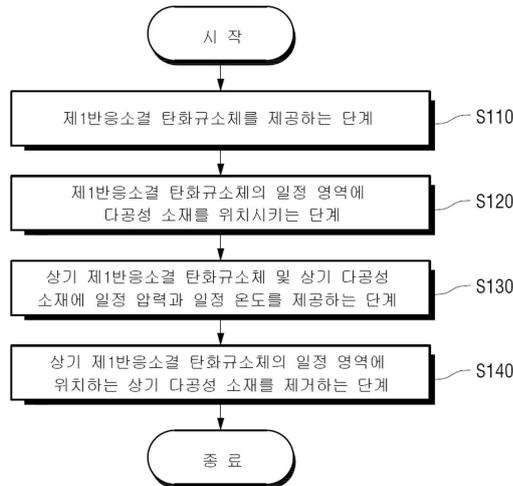
전체 청구항 수 : 총 8 항

(54) 발명의 명칭 반응소결 탄화규소체 및 이의 제조방법

(57) 요약

본 발명은 제1반응소결 탄화규소체를 제공하는 단계; 상기 제1반응소결 탄화규소체의 일정 영역에 다공성 소재를 위치시키는 단계; 및 상기 제1반응소결 탄화규소체 및 상기 다공성 소재에 일정 압력과 일정 온도를 제공하는 단계를 포함하는 반응소결 탄화규소체의 제조방법 및 이에 따른 반응소결 탄화규소체에 관한 것으로, 반응소결 탄화규소체 내부에 존재하던 잔류 Si를 효과적으로 제거할 수 있어서 기존 공정에 비하여 고온에서의 강도 등 기계적 특성을 뚜렷히 개선시킬 수 있다.

대표도 - 도2



이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 PNK3353

부처명 지식경제부

연구관리전문기관 산업기술연구회

연구사업명 주요사업

연구과제명 초고온 세라믹 재료 개발(5/5)

기여율 1/1

주관기관 한국기계연구원 부설 재료연구소

연구기간 2013.01.01 ~ 2013.12.31

명세서

청구범위

청구항 1

제1반응소결 탄화규소체를 제공하는 단계;

상기 제1반응소결 탄화규소체의 일정 영역에 다공성 소재를 위치시키는 단계; 및

상기 제1반응소결 탄화규소체 및 상기 다공성 소재에 일정 압력과 일정 온도를 제공하는 단계를 포함하는 반응소결 탄화규소체의 제조방법.

청구항 2

제 1 항에 있어서,

상기 일정 압력은 0.2 내지 30MPa인 것을 특징으로 하는 반응소결 탄화규소체의 제조방법.

청구항 3

제 1 항에 있어서,

상기 일정 온도는 1350 내지 1700℃인 것을 특징으로 하는 반응소결 탄화규소체의 제조방법.

청구항 4

제 1 항에 있어서,

상기 제1반응소결 탄화규소체의 일정 영역에 다공성 소재를 위치시키는 단계는,

상기 제1반응소결 탄화규소체의 일정 면에 상기 다공성 소재를 접촉시키는 것인 반응소결 탄화규소체의 제조방법.

청구항 5

제 1 항에 있어서,

상기 제1반응소결 탄화규소체 및 상기 다공성 소재에 일정 압력과 일정 온도를 제공하는 단계에 의하여,

상기 제1반응소결 탄화규소체의 내부에 존재하는 잔류 Si가 상기 다공성 소재로 이동하는 반응소결 탄화규소체의 제조방법.

청구항 6

제 1 항에 있어서,

상기 다공성의 소재는 SiC, C 또는 이들의 혼합물로 구성되는 것을 특징으로 하는 반응소결 탄화규소체의 제조방법.

청구항 7

제 1 항에 있어서,

상기 제1반응소결 탄화규소체 및 상기 다공성 소재에 일정 압력과 일정 온도를 제공하는 단계이후,

상기 제1반응소결 탄화규소체의 일정 영역에 위치하는 상기 다공성 소재를 제거하는 단계를 더 포함하는 반응소결 탄화규소체의 제조방법.

청구항 8

제 1 항 내지 제 7 항 중 어느 한 항의 제조방법에 의하여 제조된 반응소결 탄화규소체.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 반응소결 탄화규소체 및 이의 제조방법에 관한 것으로서, 더욱 상세하게는 반응소결 탄화규소체의 내부에 존재하는 잔류 Si의 양을 최소화하기 위한 반응소결 탄화규소체 및 이의 제조방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 반응소결 탄화규소 (Reaction bonded silicon carbide, RBSC)는 제조온도가 1500 내지 1700℃로 비교적 낮고, 출발원료가 세라믹 원료 중 비교적 저렴한 SiC, C 및 Si이며, 가공이 비교적 용이하여 가공비가 적게 들고 대형의 제품을 쉽게 만들 수 있다는 장점 때문에, 반도체 공정의 치구 및 각종 도가니 류 등 다양한 분야에서 산업적으로 활용이 이루어지고 있다.

[0003] 일반적인 반응소결 탄화규소를 제조하는 공정은 SiC 분말에 적당량의 C를 고르게 혼합한 후, 이를 원하는 형태로 성형하여 일정 성형체를 제조하고, 제조된 성형체를 Si 분말 주위에 놓고, 진공 분위기에서 Si의 용융온도인 1410℃ 이상에서 가열함으로써 제조할 수 있다.

[0004] 특히 통상적인 반응소결 탄화규소보다 우수한 고온특성이 요구될 경우 Si 보다 용융온도가 높은 금속과 Si가 혼합된 혼합분말을 사용하거나 이들을 합금형태의 분말로 제조하여 적용하기도 한다.

[0005] 이때, 고온 가열 시 용융된 Si가 모세관력에 의하여 다공성의 SiC 및 C 성형체 내부로 함침되어 들어가며 C와의 반응에 의하여 SiC를 형성한다.

[0006] 하지만, 상기 일반적인 공정에 의해 제조되는 반응소결 탄화규소의 경우, 시편 내부에 C와 반응이 일어나지 못하고 잔류하는 Si가 항상 존재하게 되며 통상적으로 그 값은 10-20% 내외로 알려져 있다.

[0007] 이로 인하여, 일반적인 공정에 의해 제조된 반응소결 탄화규소는 상온에서의 강도가 200MPa 이상으로 비교적 강하나 1350℃ 이상의 온도에서는 잔류 Si의 연화에 의하여 강도가 급격히 감소하는 문제점이 있다.

선행기술문헌

특허문헌

[0008] (특허문헌 0001) 일본공개특허 제1998-209181호

발명의 내용

해결하려는 과제

[0009] 본 발명이 해결하고자 하는 과제는 상술된 종래 기술의 문제를 해결하기 위한 것으로서, 반응소결 탄화규소체의 내부에 존재하는 잔류 Si의 양을 최소화하여, 고온에서의 물성감소를 최소화할 수 있는 반응소결 탄화규소체 및 이의 제조방법을 제공하는데 있다.

[0010] 본 발명의 목적들은 이상에서 언급한 목적으로 제한되지 않으며, 언급되지 않은 또 다른 목적들은 아래의 기재로부터 당업자에게 명확하게 이해될 수 있을 것이다.

과제의 해결 수단

[0011] 상기 지적된 문제점을 해결하기 위해서 본 발명은 제1반응소결 탄화규소체를 제공하는 단계; 상기 제1반응소결 탄화규소체의 일정 영역에 다공성 소재를 위치시키는 단계; 및 상기 제1반응소결 탄화규소체 및 상기 다공성 소재에 일정 압력과 일정 온도를 제공하는 단계를 포함하는 반응소결 탄화규소체의 제조방법을 제공한다.

[0012] 또한, 본 발명은 상기 제1반응소결 탄화규소체의 일정 영역에 다공성 소재를 위치시키는 단계는, 상기 제1반응소결 탄화규소체의 일정 면에 상기 다공성 소재를 접촉시키는 것인 반응소결 탄화규소체의 제조방법을 제공한다.

[0013] 또한, 본 발명은 상기 제1반응소결 탄화규소체 및 상기 다공성 소재에 일정 압력과 일정 온도를 제공하는 단계

에 의하여, 상기 제1반응소결 탄화규소체의 내부에 존재하는 잔류 Si가 상기 다공성 소재로 이동하는 반응소결 탄화규소체의 제조방법을 제공한다.

[0014] 또한, 본 발명은 상기 제1반응소결 탄화규소체 및 상기 다공성 소재에 일정 압력과 일정 온도를 제공하는 단계 이후, 상기 제1반응소결 탄화규소체의 일정 영역에 위치하는 상기 다공성 소재를 제거하는 단계를 더 포함하는 반응소결 탄화규소체의 제조방법을 제공한다.

[0015] 또한, 본 발명은 상기 제조방법에 의하여 제조된 반응소결 탄화규소체를 제공한다.

발명의 효과

[0016] 상기한 바와 같은 본 발명에서는, 상기 제1반응소결 탄화규소체 및 상기 다공성 소재에 일정 압력과 일정 온도를 제공하는 단계를 진행하여, 반응소결 탄화규소체 내부에 존재하던 잔류 Si를 효과적으로 제거할 수 있어서 기존 공정에 비하여 고온에서의 강도 등 기계적 특성을 뚜렷히 개선시킬 수 있다.

[0017] 또한, 본 발명에서는 모재인 SiC와의 열팽창 계수 차이에 의하여 소재 내부에 많은 잔류응력을 유발하는 잔류 Si를 효과적으로 제거하여 줌으로써 소재의 신뢰도를 뚜렷히 개선시킬 수 있다.

[0018] 또한, 본 발명에서는 고온에서 우수한 특성을 갖는 섬유강화 복합재료를 제조함에 탁월한 장점을 갖을 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0019] 도 1a 및 도 1b는 일반적인 반응소결 탄화규소체의 제조방법을 설명하기 위한 개략적인 도면으로, 도 1a는 반응 전의 상태를 도시한 도면이고, 도 1b는 반응 후의 상태를 도시한 도면이다.

도 2는 본 발명에 따른 반응소결 탄화규소의 제조방법을 설명하기 위한 흐름도이다.

도 3a 및 도 3b는 본 발명에 따른 반응소결 탄화규소의 제조방법을 설명하기 위한 개략적인 도면으로, 도 3a는 고온 가압 처리 전의 상태를 도시한 도면이고, 도 3b는 고온 가압 처리 후의 상태를 도시한 도면이다.

도 4a는 본 발명에 따른 고온가압공정의 처리 전의 시편 형상을 도시한 사진이고, 도 4b 및 도 4c는 본 발명에 따른 고온가압공정의 처리 후의 시편 형상을 도시한 사진이다.

도 5a는 본 발명에 따른 고온가압공정의 처리 전의 시편 형상, 도 5b는 1600℃에서 본 발명에 따른 고온가압공정을 진행한 시편 형상, 도 5c는 1650℃에서 본 발명에 따른 고온가압공정을 진행한 시편 형상, 도 5d는 1700℃에서 본 발명에 따른 고온가압공정을 진행한 시편 형상, 도 5e는 1750℃에서 본 발명에 따른 고온가압공정을 진행한 시편 형상이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0020] 본 발명의 이점 및 특징, 그리고 그것들을 달성하는 방법은 첨부되는 도면과 함께 상세하게 후술되어 있는 실시예들을 참조하면 명확해질 것이다. 그러나 본 발명은 이하에서 개시되는 실시예들에 한정되는 것이 아니라 서로 다른 다양한 형태로 구현될 것이며, 단지 본 실시예들은 본 발명의 개시가 완전하도록 하며, 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자에게 발명의 범주를 완전하게 알려주기 위해 제공되는 것이며, 본 발명은 청구항의 범주에 의해 정의될 뿐이다.

[0021] 아래 첨부된 도면을 참조하여 본 발명의 실시를 위한 구체적인 내용을 상세히 설명한다. 도면에 관계없이 동일한 부재번호는 동일한 구성요소를 지칭하며, "및/또는"은 언급된 아이템들의 각각 및 하나 이상의 모든 조합을 포함한다.

[0022] 비록 제1, 제2 등이 다양한 구성요소들을 서술하기 위해서 사용되나, 이들 구성요소들은 이들 용어에 의해 제한되지 않음은 물론이다. 이들 용어들은 단지 하나의 구성요소를 다른 구성요소와 구별하기 위하여 사용하는 것이다. 따라서, 이하에서 언급되는 제1 구성요소는 본 발명의 기술적 사상 내에서 제2 구성요소일 수도 있음은 물론이다.

[0023] 본 명세서에서 사용된 용어는 실시예들을 설명하기 위한 것이며 본 발명을 제한하고자 하는 것은 아니다. 본 명세서에서, 단수형은 문구에서 특별히 언급하지 않는 한 복수형도 포함한다. 명세서에서 사용되는 "포함한다(comprises)" 및/또는 "포함하는(comprising)"은 언급된 구성요소 외에 하나 이상의 다른 구성요소의 존재 또는 추가를 배제하지 않는다.

- [0024] 다른 정의가 없다면, 본 명세서에서 사용되는 모든 용어(기술 및 과학적 용어를 포함)는 본 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자에게 공통적으로 이해될 수 있는 의미로 사용될 수 있을 것이다. 또 일반적으로 사용되는 사전에 정의되어 있는 용어들은 명백하게 특별히 정의되어 있지 않는 한 이상적으로 또는 과도하게 해석되지 않는다.
- [0025] 공간적으로 상대적인 용어인 "아래(below)", "아래(beneath)", "하부(lower)", "위(above)", "상부(upper)" 등은 도면에 도시되어 있는 바와 같이 하나의 구성 요소와 다른 구성 요소들과의 상관관계를 용이하게 기술하기 위해 사용될 수 있다. 공간적으로 상대적인 용어는 도면에 도시되어 있는 방향에 더하여 사용시 또는 동작시 구성요소들의 서로 다른 방향을 포함하는 용어로 이해되어야 한다. 예를 들면, 도면에 도시되어 있는 구성요소를 뒤집을 경우, 다른 구성요소의 "아래(below)" 또는 "아래(beneath)"로 기술된 구성요소는 다른 구성요소의 "위(above)"에 놓여질 수 있다. 따라서, 예시적인 용어인 "아래"는 아래와 위의 방향을 모두 포함할 수 있다. 구성 요소는 다른 방향으로도 배향될 수 있고, 이에 따라 공간적으로 상대적인 용어들은 배향에 따라 해석될 수 있다.
- [0026] 이하, 첨부된 도면을 참조하여 본 발명의 바람직한 실시예를 상세히 설명하기로 한다.
- [0027] 일반적으로, 탄화규소(SiC)는 다이아몬드 다음 가는 높은 경도를 지니는 등 우수한 기계적강도 및 내화학특성을 갖기 때문에 많은 부분에 산업적인 적용이 이루어 지고 있다.
- [0028] 하지만, 높은 경도 때문에 대표적 난성형성 소재로 분류되어 다양한 형상의 부품 적용에 제약이 따른다.
- [0029] 이러한 문제점 해결을 위해 SiC와 C 분말로 된 성형체를 형성시킨 후 여기에 용융 Si를 함침 시킨 후 Si와 C의 화학반응에 따라 β-SiC를 생성 및 결합시키는 반응소결 탄화규소 (Reaction Bonded Silicon Carbide, RBSC)가 개발되었다. (이하, 반응소결 탄화규소의 용어는 반응소결 탄화규소체, 반응소결 탄화규소 다공체, 다공질 탄화규소 반응 소결체 및 다공질 반응소결 탄화규소 소재 등의 용어와 혼용될 수 있다.)
- [0030] 기존의 소결법으로 제조되는 SiC가 2000℃ 이상의 높은 온도를 요구하는데 비하여, 이러한 용융 실리콘의 침윤 반응을 이용한 반응소결 탄화규소는 1500 내지 1700℃의 비교적 낮은 온도 범위에서 기공이 거의 없는 치밀한 소결체를 제조할 수 있다.
- [0031] 또한, 소결 후 성형체의 원래 치수와 형상이 거의 유지되기 때문에 최소한의 가공만으로 복잡한 형상의 대형 탄화규소 부품을 비교적 낮은 제조 단가로 제조할 수 있다.
- [0032] 하지만, 반응 도중 SiC 반응 생성열로 용융 Si에서 국부적 온도 분포 변화가 형성되며, 용융 Si-C계 내에 열전달 및 물질이동 속도 차이가 발생하기 때문에 액상의 Si에 용융된 C의 과포화 영역이 발생되어 β-SiC가 반응 석출되고 성장하는 것으로 보고되고 있다.
- [0033] 따라서 Si + C → SiC 반응으로 β-SiC가 α-SiC 표면에 석출됨에 따라, α-SiC 입자들 사이에 β-SiC가 미립 응집체 분포방식으로 충전되며 나머지 부분은 용융된 Si가 채우기 때문에 형성된 반응소결 탄화규소는 기공이 없는 치밀한 조직이 생성되어 고온 내부식성, 상온강도, 내마모성 등이 탄화규소와 거의 유사한 수준까지 향상된다고 보고되고 있다.
- [0034] 이러한 이유로 반응소결 탄화규소체 소재는 반도체용 process tube, liner tube, wafer carrier 등의 boat류와 dummy wafer, edge ring, fork와 같은 loading 부위에 많이 적용되고 있다.
- [0035] 하지만, 반응소결 탄화규소 소결체 내부에 존재하는 잔류 Si 때문에 반응소결 탄화규소 소재는 잔류 Si와 기지상인 SiC와의 열팽창 계수 차이에 의한 열충격성 저하, 1350℃ 이상에서 잔류 Si의 연화 및 용융에 의한 고온강도 저하와 낮은 내 플라즈마 부식 특성 등의 단점을 갖기 때문에 고온 응용분야에서의 사용이 제한적이다.
- [0036] 이 문제를 해결하기 위하여 최근 Si 보다 높은 녹는점을 갖는 금속을 Si와 함께 용융시켜 반응시킴으로써 적용 온도를 높이는 연구가 시도되고 있다. 예를 들어 Hf 금속을 Si와 함께 용융시킴으로써 녹는 온도를 1800℃ 이상으로 증가시킴으로써 반응소결 탄화규소의 사용온도를 1400℃ 이상으로 증가시키려는 연구가 진행되고 있다.
- [0037] 하지만, 이 경우 고가의 Hf 등을 사용해야 하며, 반응소결 탄화규소 제조공정 온도를 Hf-Si의 용융온도인 1800℃ 이상의 고온에서 진행함으로써, 소재 내부에 C나 SiC 등의 섬유가 존재할 경우, 고온에서 섬유 손상이 발생하는 문제점이 있다.
- [0038] 도 1a 및 도 1b는 일반적인 반응소결 탄화규소체의 제조방법을 설명하기 위한 개략적인 도면으로, 도 1a는 반응

전의 상태를 도시한 도면이고, 도 1b는 반응 후의 상태를 도시한 도면이다.

- [0039] 먼저, 도 1a를 참조하면, 일반적인 반응소결 탄화규소체의 제조방법은 SiC 분말에 적당량의 C를 고르게 혼합한 후, 이를 원하는 형태로 성형하여 SiC 및 C를 포함하는 성형체(11)를 제조한다.
- [0040] 이후, 상기 제조된 SiC 및 C를 포함하는 성형체(11)를 진공소성로(10)의 내부에 위치시킨 후, 상기 제조된 SiC 및 C를 포함하는 성형체(11)의 일정 영역에 Si 분말(12)을 위치시킨다.
- [0041] 이때, 상기 제조된 SiC 및 C를 포함하는 성형체(11)를 상기 진공소성로(10)의 내부의 지그(13) 상에 위치시킬 수 있다.
- [0042] 또한, 상기 진공소성로(10)의 내부에는 상기 제조된 SiC 및 C를 포함하는 성형체(11) 및 상기 Si 분말(12)에 일정 온도를 제공하기 위한 가열수단(14)을 포함하고 있다.
- [0043] 다음으로, 도 1b를 참조하면, 상기 가열수단(14)에 의해, 상기 제조된 SiC 및 C를 포함하는 성형체(11) 및 상기 Si 분말(12)에 열이 제공되며, 상기 제조된 SiC 및 C를 포함하는 성형체(11) 및 상기 Si 분말(12)이 상호 반응하게 된다.
- [0044] 이때, 상기 Si 분말(12)에 제공된 일정 열에 의하여, 상기 Si 분말(12)은 용융상태가 되고, 용융된 Si(15a)는 모세관력에 의하여 다공성의 성형체(11) 내부로 함침되어 들어가며, 상기 용융된 Si(15a)는 성형체(11) 내부의 C와의 반응에 의하여 SiC를 형성하게 되며, 이로써, 반응소결 탄화규소체(16)를 제조할 수 있다.
- [0045] 하지만, 상기 일반적인 공정에 의해 제조되는 반응소결 탄화규소의 경우, 시편 내부에 C와 반응이 일어나지 못하고 잔류하는 Si(15b)가 항상 존재하게 되며, 상술한 바와 같이, 통상적으로 그 값은 10 내지 20% 내외로 알려져 있다.
- [0046] 이로 인하여, 일반적인 공정에 의해 제조된 반응소결 탄화규소는 상온에서의 강도가 200MPa 이상으로 비교적 강하나, 1350℃ 이상의 온도에서는 잔류 Si(15b)의 연화에 의하여 강도가 급격히 감소하는 문제점이 있다.
- [0047] 도 2는 본 발명에 따른 반응소결 탄화규소의 제조방법을 설명하기 위한 흐름도이고, 도 3a 및 도 3b는 본 발명에 따른 반응소결 탄화규소의 제조방법을 설명하기 위한 개략적인 도면으로, 도 3a는 고온 가압 처리 전의 상태를 도시한 도면이고, 도 3b는 고온 가압 처리 후의 상태를 도시한 도면이다.
- [0048] 먼저, 도 2 및 도 3a를 참조하면, 본 발명에 따른 반응소결 탄화규소체의 제조방법은 제1반응소결 탄화규소체를 제공한다(S110).
- [0049] 상기 제1반응소결 탄화규소체(16)는 시편 내부에 C와 반응이 일어나지 못하고 잔류하는 Si(15b)가 존재하게 되며, 상술한 바와 같이, 통상적으로 그 값은 10 내지 20% 로 포함될 수 있다.
- [0050] 한편, 상기 제1반응소결 탄화규소체(16)는 상술한 도 1b의 반응소결 탄화규소체일 수 있으며, 따라서, 도 1a 및 도 1b에 도시된 제조방법에 의해 제조될 수 있다. 다만, 본 발명에서 상기 제1반응소결 탄화규소체의 제조방법을 제한하는 것은 아니다.
- [0051] 다음으로, 도 2 및 도 3a를 참조하면, 본 발명에 따른 반응소결 탄화규소체의 제조방법은 제1반응소결 탄화규소체의 일정 영역에 다공성 소재를 위치시키는 단계를 포함한다(S120).
- [0052] 상기 제1반응소결 탄화규소체(16)의 일정 영역에 다공성 소재(140)를 위치시킨다 함은, 상기 제1반응소결 탄화규소체(16)의 일정 면에 다공성 소재(140)를 접촉시키는 의미로 이해할 수도 있다.
- [0053] 상기 다공성 소재(140)는 후술할 바와 같은 고온 가압에 의하여 상기 제1반응소결 탄화규소체(16) 내부에 존재하는 잔류 Si(15b)를 제거하기 위한 것으로, 상기 다공성의 소재(140)는 SiC, C 또는 이들의 혼합물로 구성될 수 있다.
- [0054] 이때, 상기 다공성 소재가 SiC 및 C의 혼합물로 구성되는 경우, 상술한 도 1a의 SiC 및 C를 포함하는 성형체일 수 있다.
- [0055] 한편, 도 3a에 도시된 바와 같이, 상기 제1반응소결 탄화규소체(16) 및 상기 제1반응소결 탄화규소체(16)의 일정 영역에 위치하는 다공성 소재(140)는 가압 지그(110)의 내부에 위치시킬 수 있으며, 상기 가압 지그(110)는 가압 수단(120)에 의해, 상기 제1반응소결 탄화규소체(16) 및 상기 다공성 소재(140)에 일정 압력을 제공할 수 있다.

- [0056] 또한, 상기 가압 지그(110)의 외측에는 상기 제1반응소결 탄화규소체(16) 및 상기 다공성 소재(140)에 일정 온도를 제공하기 위한 가열수단(130)을 포함하고 있다.
- [0057] 한편, 도 3a에서는 상기 제1반응소결 탄화규소체(16) 및 상기 다공성 소재(140)에 일정 압력을 제공하기 위한 가압 지그(110) 및 가압 수단(120)을 도시하고 있고, 또한, 상기 제1반응소결 탄화규소체(16) 및 상기 다공성 소재(140)에 일정 온도를 제공하기 위한 가열수단(130)을 도시하고 있으나, 본 발명에서 이들 구성에 제한을 두는 것은 아니다.
- [0058] 즉, 본 발명에서는 상기 제1반응소결 탄화규소체(16) 및 상기 다공성 소재(140)에 일정 압력과 일정 온도를 제공할 수 있는 다른 수단도 사용할 수 있다.
- [0059] 다음으로, 도 2 및 도 3b를 참조하면, 본 발명에 따른 반응소결 탄화규소체의 제조방법은 상기 제1반응소결 탄화규소체 및 상기 다공성 소재에 일정 압력과 일정 온도를 제공하는 단계를 포함한다(S130). (이하, 본 S130 단계를 설명의 편의를 위하여, 고온가압공정으로 명칭할 수 있다.)
- [0060] 본 발명에서는 상기 제1반응소결 탄화규소체(16)의 일정 면에 다공성 소재(140)를 접촉시키고, 이들 상기 제1반응소결 탄화규소체 및 상기 다공성 소재에 일정 압력과 일정 온도를 제공함으로써, 상기 제1반응소결 탄화규소체(16)의 내부에 존재하는 잔류 Si(15b)를 상기 다공성 소재(140)로 이동시킬 수 있다.
- [0061] 즉, 상기 제1반응소결 탄화규소체(16)를 Si의 연화가 본격적으로 진행되는 1350℃ 이상의 온도로 가열 후, 0.2 내지 30MPa의 압력을 가해주면, 상기 제1반응소결 탄화규소체(16)의 내부에 존재하던 잔류 Si(15b)가 상기 다공성 소재(140) 내부로 짜내어져 들어가게 된다.
- [0062] 한편, 도 3b에는 상기 다공성 소재(140)가 제1다공성 소재층(140a) 및 제2다공성 소재층(140b)으로 구분되어, 상기 제2다공성 소재층(140b)에만 잔류 Si(15b)가 이동되는 것으로 표현하고 있으나, 이는 설명의 편의를 위한 것일 뿐, 상기 다공성 소재(140)의 전체 영역에 걸쳐 상기 잔류 Si(15b)가 이동될 수 있다.
- [0063] 상기 일정 압력은 0.2 내지 30MPa일 수 있으며, 상기 일정 압력이 0.2MPa 미만인 경우, 제1반응소결 탄화규소체 내의 잔류 Si의 제거 효과가 뚜렷히 나타나지 않고, 상기 일정 압력이 30MPa를 초과하는 경우, 가압을 위한 장비의 가격이 크게 높아지며 추가적인 가압에 의한 효과 또한 뚜렷하기 않기 때문에, 따라서, 본 발명에서 상기 일정 압력은 0.2 내지 30MPa인 것이 바람직하다.
- [0064] 또한, 상기 일정 온도는 1350 내지 1700℃인 것이 바람직하며, 기 일정 온도가 1350℃ 미만인 경우, 잔류 Si의 가압에 의한 변형이 활발히 일어나지 않아서 다공성 소재로의 잔류 Si의 이동이 활발히 일어나지 않게 되고, 상기 일정 온도가 1700℃를 초과하는 경우, 1700℃ 이상에서의 용융된 Si의 점도는 충분히 낮아, 그 이하의 온도에서도 결과가 동일하게 나올 수 있기 때문에 1700℃를 초과하는 온도범위는 크게 의미가 없으며, 따라서, 본 발명에서 상기 일정 온도는 1350 내지 1700℃인 것이 바람직하다.
- [0065] 한편, 상기 고온가압 공정은 진공, 질소 또는 아르곤 분위기에서 진행될 수 있다.
- [0066] 다음으로, 도 2 및 도 3b를 참조하면, 본 발명에 따른 반응소결 탄화규소체의 제조방법은 상기 제1반응소결 탄화규소체의 일정 영역에 위치하는 상기 다공성 소재를 제거하는 단계를 포함한다(S140).
- [0067] 즉, 상기 S130의 일정 압력과 일정 온도를 제공하는 단계에 의하여, 상기 상기 제1반응소결 탄화규소체의 내부에 존재하는 잔류 Si는 상기 다공성 소재의 내부로 이동하였으며, 상기 다공성 소재는 불필요한 구성이므로, 상기 다공성 소재를 제거함으로써, 본 발명에 따른 반응소결 탄화규소체를 제조할 수 있다.
- [0068] 상기 다공성 소재는 낮은 강도를 갖기 때문에, 기계적인 가공에 의하여, 상기 다공성 소재를 제거가능하다.
- [0069] 도 4a는 본 발명에 따른 고온가압공정의 처리 전의 시편 형상을 도시한 사진이고, 도 4b 및 도 4c는 본 발명에 따른 고온가압공정의 처리 후의 시편 형상을 도시한 사진이다.
- [0070] 이때, 도 4b는 잔류 Si의 양이 적은 시편(No.1)을 도시한 것이고, 도 4c는 잔류 Si의 양이 많은 시편(No.2)을 도시한 것이며, 다공성 소재로는 흑연 펠트를 사용하였다.
- [0071] 도 4a 내지 도 4c를 참조하면, 본 발명에 따른 고온가압 공정 전후의 시편 형상을 비교한 결과, 반응소결 탄화규소체 내부에 존재하던 잔류 Si가 다공성 소재 쪽으로 빠져 나옴을 뚜렷히 확인할 수 있었으며, 그 양은 반응소결 탄화규소체 내부에 존재하는 잔류 Si의 양이 많을 수록 증가함을 확인할 수 있었다.
- [0072] 하기 표 1에는 압착 단조(squeeze forging)에 의한 잔류 Si 함량 변화가 시편의 상온 강도에 미치는 영향을 나

타내었다. 하기 표 1에서 1600℃에서 압착 단조(squeeze forging)된 시편은 (-1600)으로 표기하였다. 즉, (-1600)으로 표기된 부분이 본 발명에 따른 고온가압 공정을 진행한 시편에 해당한다.

표 1

조건	강도(MPa)	조건	강도(MPa)
No.1	228±146	No.2	90±72
No.1-1600	160±32	No.2-1600	65±52

원소재는 많은 양의 잔류 Si 때문에 강도 편차가 매우 심하나, 시편 내에 비교적 적은양의 잔류 Si가 존재하는 No.1 시편이 No.2 시편에 비하여 높은 강도를 나타내었다 (228 vs 90MPa). 또한, 잔류 Si 많은 No.2 시편의 경우, 강도값이 급격히 감소하였으며, 이는 시편 내의 Si가 SiC 보다 기본 강도값이 낮을 뿐 아니라, Si와 SiC의 열팽창계수 차이에 의하여 발생한 잔류응력이 잔류 Si가 많이 존재하는 No.2 시편에 더 크게 존재하기 때문에 강도를 크게 떨어트리는 것으로 판단된다.

한편, No.1 조건에서, 이러한 원소재의 높은 강도 편차는 본 발명에서 제시된 고온가압공정 후 146MPa에서 32MP로 뚜렷히 감소하였다. 이는 시편의 강도 감소에 큰 영향을 미치는 잔류 Si가 본 공정에 의하여 크게 감소하였기 때문으로 판단된다.

이때, 본 발명에서 제시된 방법인 고온가압 공정이 진행된 시편(No.1-1600)이 그렇지 않은 시편(No.1) 보다 상온에서의 강도값이 낮은 이유는 처리 후 냉각 도중의 잔류응력 때문으로 판단된다.

하기 표 2에는 본 발명에서 제시된 고온가압 공정이 반응소결 탄화규소체의 고온강도에 미치는 영향을 도시하였다. 하기 표 2에서 1600℃에서 압착 단조(squeeze forging)된 시편은 (-1600)으로 표기하였다. 즉, (-1600)으로 표기된 부분이 본 발명에 따른 고온가압 공정을 진행한 시편에 해당한다. 또한, 이들 시편의 강도측정 조건으로, 1350℃에서 고온강도를 측정할 경우에는, 조건에 1350℃를 기재하였다.

표 2

조건	강도(MPa)	조건	강도(MPa)
No.1	228±146	No.1, 1350℃	243±44
No.1-1600	160±32	No.1-1600, 1350℃	351±87

No.1의 조건에서, 제조된 반응소결 탄화규소체의 시편은 1350℃ 까지는 강도의 저하가 관찰되지 않았으며, 오히려 약간의 강도 증가가 관찰되었다. 이는 고온에서 실질적으로는 Si의 연화에 의한 강도 감소가 나타났으나 상온에서 높은 잔류 응력에 의한 강도값의 편차로부터 유발된 강도 감소가 고온에서는 응력 완화에 의하여 크게 발생하지 않았기 때문으로 판단된다. 또한, No.1 조건의 시편의 경우, 상온에서의 강도값의 편차가 146MPa인데 비하여 고온에서는 그 값이 32MPa로 감소하였다.

이에 비하여 본 특허에서 제시된 고온가압 공정을 처리한 No.1-1600 시편의 경우, 1350℃에서 상온에 비하여 2 배 이상의 강도값을 나타내었다(351 vs 160MPa). 이는 전술한 바와 같이, 본 방법에 의하여 처리된 시편은 상온에서 냉각 도중 발생한 높은 잔류 응력 때문에 비교적 낮은 강도값을 나타내었으나 고온에서는 잔류 응력 완화에 의하여 원래의 높은 강도값이 나타났기 때문으로 판단된다.

또한, 1350℃에서의 본 발명에서 제시된 공정으로 처리된 시편의 강도값은 No.1의 시편과 비교하여 뚜렷히 증가하였으며(351 vs 243 MPa), 고온에서의 강도값 증가는 44%로 나타났다.

도 5는 공정온도가 잔류 Si의 제거에 미치는 영향을 비교하기 위한 사진으로, 도 5a는 본 발명에 따른 고온가압 공정의 처리 전의 시편 형상, 도 5b는 1600℃에서 본 발명에 따른 고온가압공정을 진행한 시편 형상, 도 5c는 1650℃에서 본 발명에 따른 고온가압공정을 진행한 시편 형상, 도 5d는 1700℃에서 본 발명에 따른 고온가압공정을 진행한 시편 형상, 도 5e는 1750℃에서 본 발명에 따른 고온가압공정을 진행한 시편 형상이다. 이때, 도 5b 내지 도 5e의 고온가압공정은 질소분위기 하에서 30MPa의 압력을 제공하여, 30분간 진행하였다.

도 5a 내지 도 5e를 참조하면, Si의 용융온도인 1410℃ 보다 높은 1600℃ 이상에서는 공정온도에 관계없이 유사한 잔류 Si의 제거 거동이 관찰되었다.

한편, 잔류 Si의 연화가 충분히 일어나지 않는 1350℃ 미만의 온도범위에서는 잔류 Si의 제거가 충분히 발생하

지 않았고, 1700℃ 이상의 온도에서는 용융된 Si의 점도가 충분히 낮아서 실험결과가 거의 동일하게 나타났기 때문에, 본 발명에서 제시된 공정은 1350 내지 1700℃의 온도 범위에서 진행되는 것이 바람직하다.

[0085] 전술한 바와 같이, 종래의 반응소결 탄화규소체의 제조 공정에서는 많은 잔류 Si가 시편 내에 혼입되는 것을 막을 수 없었다. 이러한 잔류 Si는 시편의 상온 및 고온강도를 낮추고 강도의 편차를 높게 나타나게 한다.

[0086] 이에 반하여, 본 발명에 따른 상기 고온가압 공정을 진행하는 경우, 반응소결 탄화규소체 내부에 존재하던 잔류 Si를 효과적으로 제거할 수 있어서 기존 공정에 비하여 고온에서의 강도 등 기계적 특성을 뚜렷히 개선시킬 수 있다.

[0087] 또한, 잔류 Si는 모재인 SiC와의 열팽창 계수 차이에 의하여 소재 내부에 많은 잔류응력을 유발하며, 이에 의하여 제조된 RBSC 소재의 강도값에 큰 편차가 나타나는 반면, 본 발명에서는 잔류 Si를 효과적으로 제거하여 줌으로써 소재의 신뢰도를 뚜렷히 개선시킬 수 있다.

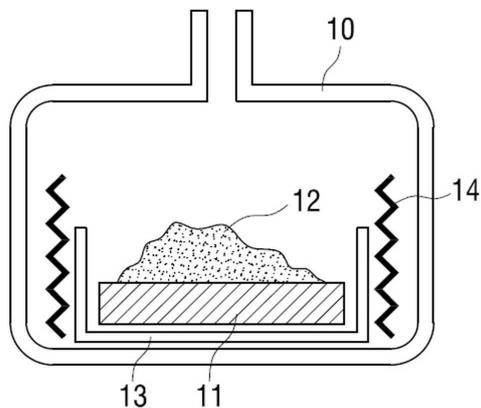
[0088] 또한, 종래의 반응소결 탄화규소체 제조 공정에서 고온 특성을 향상시키기 위하여 시도된 Hf 등을 첨가하는 합금법은 공정온도가 올라가기 때문에, C, SiC 등의 섬유를 포함하는 섬유강화 복합재료를 제조할 때 섬유의 손상이 발생하는 반면, 본 발명에서는 공정 온도 및 압력이 낮기 때문에 공정 도중 섬유의 손상을 최소화 할 수 있으며, 따라서 본 발명에 따른 반응소결 탄화규소체의 제조방법을 통하여, 고온에서 우수한 특성을 갖는 섬유강화 복합재료를 제조함에 탁월한 장점을 갖을 것으로 판단된다.

[0089] 따라서, 종래와 비교하여, 본 발명은 반응소결 탄화규소체의 상온 강도 편차 및 고온 강도값 등에서 나은 효과를 달성할 수 있다.

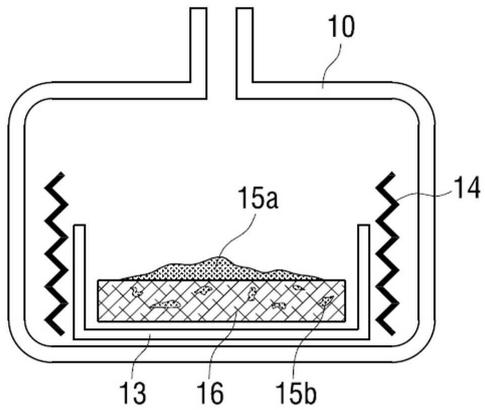
[0090] 이상과 첨부된 도면을 참조하여 본 발명의 실시예를 설명하였지만, 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자는 본 발명이 그 기술적 사상이나 필수적인 특징을 변경하지 않고서 다른 구체적인 형태로 실시될 수 있다는 것을 이해할 수 있을 것이다. 그러므로 이상에서 기술한 실시예들은 모든 면에서 예시적인 것이며 한정적이 아닌 것으로 이해해야만 한다.

도면

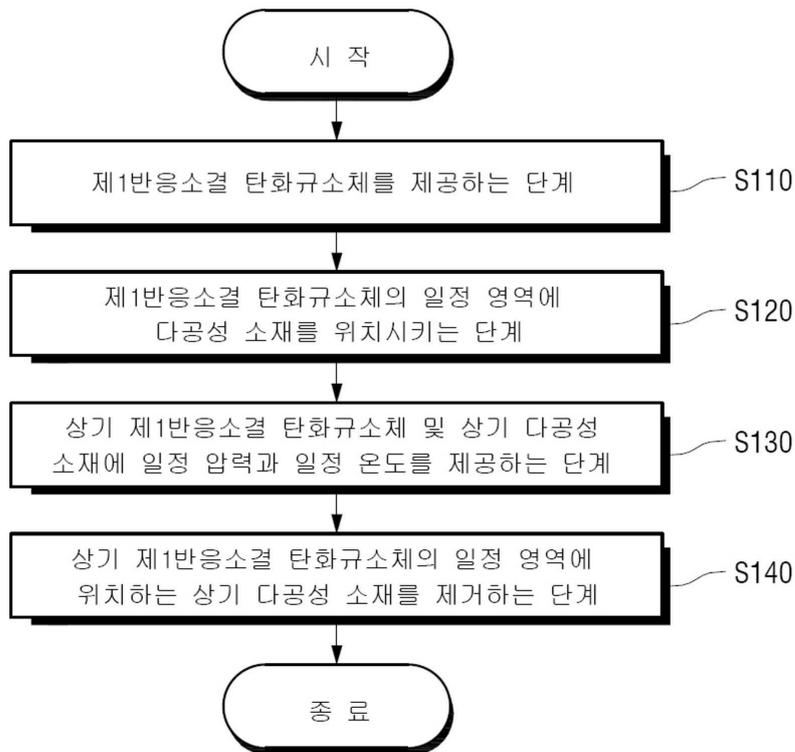
도면1a



도면1b



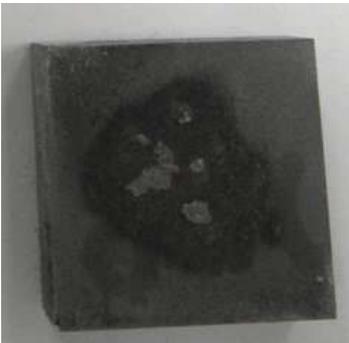
도면2



도면4b



도면4c



도면5a



도면5b



도면5c



도면5d



도면5e

