

Si/SiC계의 질화반응에 관한 연구

A Study on the Nitridation of Si/SiC Compacts

김연운, 이 주신, 최 태운, 김 해두*

경성대학교 재료공학과, *한국기계연구원

1. 서론

반응소결 질화규소(RBSN)는 출발원료인 Si를 1200-1400℃의 온도에서 질소가스와 반응시켜 Si_3N_4 소결체를 얻는 방법으로서, 소결체의 치수변화가 거의 없어 복잡한 형상의 제품을 비교적 쉽게 만들 수가 있고 제조원가가 낮다는 장점을 가지고 있다. 또한 Si이 질소가스와 반응하여 Si_3N_4 로 변화할 때 20vol% 정도의 부피팽창을 유발하기 때문에 세라믹 기지 복합재료의 보강재의 구조를 유지할 수 있다는 장점을 제공한다.

본 연구에서는 순수 Si과 SiC가 함량별로 첨가된 Si의 반응온도 및 반응시간에 따른 질화반응의 상태들을 질화반응률, 밀도, 상변화, 미세구조의 관찰로 살펴보아 Si_3N_4 반응소결체 제조시 필요한 반응소결변수들의 기초데이터를 제공하고자 하였다.

2. 실험방법

실험에 사용되어진 분말들은 5종류로 만들었는데, 먼저 Si분말만으로 된 것과 두 번째는 Si분말에 소결조제를 첨가한 것과 세 번째, 네 번째, 다섯 번째는 두 번째 분말에 SiC의 조성이 10, 20, 30wt%가 되게끔 첨가하였다. 각각의 분말을 혼합한 후 성형하고 질소분위기에서 6시간 동안 탈지하였다. 탈지된 시편은 95% N_2 /5% H_2 혼합가스를 질화가스로 하여 알루미늄 튜브로에서 반응소결하였는데, 1100-1400℃의 온도에서 1-40시간동안 반응을 시켰다.

얻어진 소결체의 무게의 변화로부터 질화율을 구한 후 각 성분의 밀도로부터 계산한 이론밀도와 상대밀도를 구하였다. 각 소결체는 XRD를 이용하여 α - Si_3N_4 의 (102), (210), (201) 피크와 β - Si_3N_4 의 (101), (210) 피크, Si은 (111) 피크의 강도로부터 각 성분의 무게분율을 구하고 그로부터 Si_3N_4 로 변화한 분율을 계산하였다.

소결체의 미세구조는 광학현미경과 주사전자현미경으로 분석하였다.

3. 실험결과

무게 변화에 따른 질화율에서 Si만으로 된 시편이 저온과 단시간에서 질화율이 높게 나타났으며, SiC가 10wt% 첨가된 시편은 1300℃이상에서 Si만으로 된 시편보다 질화율이 높게 나타나기 시작했다. 또한 SiC가 20, 30wt% 첨가된 시편은 1400℃, 10시간이상부터 10wt% 첨가시편과 비슷한 질화율을 나타내었다.

XRD분석 결과 Si 소결체는 β 상의 증가가 온도와 시간의 증가에도 두드러지지 않았지만, SiC가 첨가된 소결체는 온도와 시간의 증가에 따라 β 상의 증가가 나타났다.

미세구조관찰에 있어서도 반응온도와 반응시간에 따른 질화율변화, 상변화와 상용하는 관찰을 할 수 있었다.