(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2024-0045774
(43) 공개일자 2024년04월08일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C04B 35/565 (2006.01) *C04B 35/64* (2006.01)
C04B 38/00 (2006.01)
(52) CPC특허분류
C04B 35/565 (2013.01)
C04B 35/64 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2022-0125496
(22) 출원일자 2022년09월30일
심사청구일자 2022년09월30일

(71) 출원인
한국재료연구원
경상남도 창원시 성산구 창원대로 797 (상남동)
(72) 발명자
송인혁
경상남도 창원시 성산구 외리로34번길 15 한림푸르지오아파트 102-1402
이종만
경상남도 창원시 성산구 가음정로 59 창원센텀푸르지오
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
한상수

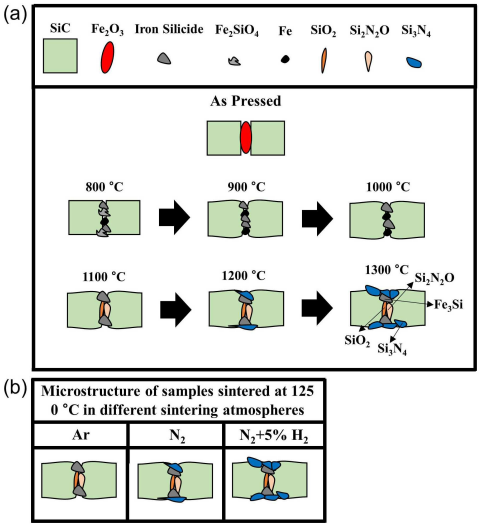
전체 청구항 수 : 총 17 항

(54) 발명의 명칭 **금속 규화물과 질화규소 화합물을 포함하는 탄화 규소 복합체 및 이의 제조방법**

(57) 요 약

본 발명의 일 실시예는 금속 규화물과 질화규소 화합물을 포함하는 탄화 규소 복합체 및 이의 제조방법을 제공한다. 본 발명의 일 실시예에 따르면, 금속 규화물과 질화규소 화합물을 포함하는 탄화 규소계 세라믹 조성물은 기존의 소결 온도보다 저온에서 소결이 가능한 효과가 있고 우수한 전기전도성을 가지며 질화규소 화합물을 포함하여 기계적 강도가 향상된 효과가 있다.

대 표 도 - 도1



(52) CPC특허분류
C04B 38/0051 (2013.01)
C04B 2235/3272 (2013.01)
C04B 2235/3418 (2013.01)
C04B 2235/3873 (2013.01)
C04B 2235/3891 (2013.01)
C04B 2235/658 (2013.01)
C04B 2235/6582 (2013.01)
C04B 2235/96 (2013.01)
(72) 발명자
하장훈
경상남도 창원시 성산구 토월로27번길 18 상남꿈에그린

무하마드 안와르
경남 창원시 성산구 외동반림로40번길 6

이 발명을 지원한 국가연구개발사업
과제고유번호 1711159635
과제번호 2020M3H4A3106359
부처명 과학기술정보통신부
과제관리(전문)기관명 한국연구재단
연구사업명 나노 및 소재 기술개발사업
연구과제명 고위험 폐수의 처리를 위한 세라믹 필터 소재 기술 개발
기 여 율 70/100
과제수행기관명 한국과학기술연구원
연구기간 2022.01.01 ~ 2022.12.31
이 발명을 지원한 국가연구개발사업
과제고유번호 1711159983
과제번호 PNK8120
부처명 과학기술정보통신부
과제관리(전문)기관명 국가과학기술연구회
연구사업명 한국재료연구원 운영비지원사업
연구과제명 (방역소재) 분리·포집 기능 다공성 세라믹 소재 개발(4/5)
기 여 율 30/100
과제수행기관명 한국재료연구원
연구기간 2022.01.01 ~ 2022.12.31

명 세 서

청구범위

청구항 1

탄화규소 기재, 금속 규화물 결정, 산질화규소 결정, 질화규소 결정 및 이산화규소 결정을 포함하는 것을 특징으로 하는 탄화 규소 복합체.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 금속 규화물 결정은 탄화규소 기재 결정립 계면의 사이에 배치되고,

상기 산질화규소 결정, 질화규소 결정 및 이산화규소 결정은 탄화규소 기재 결정립 계면의 바깥쪽 측면에 배치되는 것을 특징으로 하는 탄화 규소 복합체.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 탄화규소 기재는 전체 함량 대비 20wt% 내지 80wt% 이고,

상기 금속 규화물은 전체 함량 대비 4wt% 내지 10wt% 이고,

상기 산질화규소는 전체 함량 대비 4 wt% 이하 이고,

상기 질화규소는 전체 함량 대비 15wt% 내지 60wt% 이고,

상기 이산화규소의 함량은 전체 함량 대비 5wt% 이하인 것을 특징으로 하는 특징으로 하는 탄화 규소 복합체.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 질화규소 결정은 α상 질화규소(α-Si_3N_4) 또는 β상 질화규소(β-Si_3N_4) 로 존재하는 것을 특징으로 하는 탄화 규소 복합체.

청구항 5

제4항에 있어서,

상기 α상 질화규소(α-Si_3N_4)의 함량은 전체 함량 대비 13wt% 내지 44wt%인 것을 특징으로 하는 탄화 규소 복합체.

청구항 6

제4항에 있어서,

상기 β상 질화규소(α-Si_3N_4)의 함량은 전체 함량 대비 6wt% 내지 12wt%인 것을 특징으로 하는 탄화 규소 복합체.

청구항 7

제1항에 있어서,

전기비저항이 0.2 Ω·cm 내지 1.1 Ω·cm 인 것을 특징으로 하는 탄화 규소 복합체.

청구항 8

제1항에 있어서,

열 전도율이 14W/m.K 내지 20 W/m.K 인 것을 특징으로 하는 탄화 규소 복합체.

청구항 9

제1항에 있어서,

상기 탄화규소 복합체는 내부에 미세 기공을 포함하고,

상기 기공률은 10 vol% 내지 50 vol% 인 것을 특징으로 하는 탄화 규소 복합체.

청구항 10

제1항에 있어서,

굽힘 강도가 24 MPa 내지 47 MPa 인 것을 특징으로 하는 탄화 규소 복합체.

청구항 11

탄화 규소 분말, 금속 산화물 분말, 바인더를 혼합하여 혼합 용액을 형성하는 단계;및

상기 혼합 용액을 질소 및 수소 가스 분위기에서 열처리를 통하여 소결하여 금속 규화물과 질화규소 화합물을 포함하는 탄화 규소 복합체를 형성하는 단계를 포함하되,

상기 탄화 규소 복합체는 탄화규소 기재, 금속 규화물 결정, 산질화규소 결정, 질화규소 결정 및 이산화규소 결정을 포함하는 것을 특징으로 하는 탄화 규소 복합체 제조방법.

청구항 12

제11항에 있어서,

상기 혼합 용액을 형성하는 단계에서,

상기 금속 산화물은 산화철(Fe_2O_3), 산화니켈(Ni_2O), 산화 코발트(CoO), 산화 타이타늄(TiO_2), 산화 몰리브덴(MoO_3), 산화 지르코늄(ZrO_2) 및 산화 바나듐(V_2O_3)으로 구성된 군에서 선택된 1종 이상을 포함 하는 것을 특징으로 하는 탄화 규소 복합체 제조방법.

청구항 13

제11항에 있어서,

상기 혼합 용액을 형성하는 단계에서,

상기 금속 산화물의 함량은 전체 분말 함량 대비 5wt% 내지 15wt% 인 것을 특징으로 하는 탄화 규소 복합체 제조방법.

청구항 14

제11항에 있어서,

상기 탄화 규소 복합체를 형성하는 단계에서,

상기 질소 및 수소 가스중에 수소 가스의 함량은 전체 가스 함량 대비 5 vol % 내지 10 vol % 인 것을 특징으로 하는 탄화 규소 복합체 제조방법.

청구항 15

제11항에 있어서,

상기 탄화 규소 복합체를 형성하는 단계에서,

상기 열처리는 1200° C 이상 1500° C 이하의 온도 범위에서 수행되는 것을 특징으로 하는 탄화 규소 복합체 제조방법.

청구항 16

제11항에 있어서,

상기 탄화 규소 복합체를 형성하는 단계에서,

상기 열처리는 30분 이상 5시간 이하의 시간 동안 수행되는 것을 특징으로 하는 탄화 규소 복합체 제조방법.

청구항 17

제11항에 있어서,

상기 금속 규화물 결정은 탄화규소 기재 결정립 계면의 사이에 배치되고,

상기 산질화규소 결정, 질화규소 결정 및 이산화규소 결정은 탄화규소 기재 결정립 계면의 바깥쪽 측면에 배치되는 것을 특징으로 하는 탄화 규소 복합체 제조방법.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 금속 규화물과 질화규소 화합물을 포함하는 탄화 규소계 전기전도성 세라믹 조성물 및 이의 제조방법에 관한 것으로, 더욱 상세하게는 탄화규소의 질화 환원 반응을 통하여 전도성 금속 규화물과 질화규소 화합물을 포함하는 탄화규소계 세라믹 조성물 및 이의 제조방법에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 다공성 실리콘 카바이드(SiC)계 세라믹은 낮은 벌크 밀도, 높은 강도, 높은 열충격 저항, 우수한 화학적 안정성 및 제어 가능한 전기 저항성과 같은 우수한 성질을 보인다. 이러한 특성 때문에 다공성 SiC 세라믹은 촉매 지지대, 입자 제거용 필터, 경량 구조 부품 및 가열 소자를 포함한 다양한 산업에 응용할 수 있다.

[0003] 상기 SiC세라믹의 일반적인 소결온도는 2200° C로 매우 높아서 소결 온도의 감소는 가격경쟁력 확보를 위한 핵심 원천 요소기술이다.

[0004] 상기 문제를 해결하기 위하여, 기존에는 카본을 이용하여 전도성을 향상시키는 방법을 적용하였는데, 상기 방법은 고온에서 발열 시 카본이 산화되어 안정성이 결여된 문제가 있었다.

[0005] 또한, 기존에는 산화규소 표면부에 전도성 금속을 저온 유리질 프릿트와 같이 활용하여 전도성을 부여하는 방법을 적용하였는데, 상기 방법은 고온에서 적용 시 금속 성분이 산화되어 고온 안정성이 결여된 문제가 있었다.

[0006] 따라서, 소결온도가 감소되고 전기 전도성이 우수하며 기계적 강도가 개선된 탄화규소계 전기전도성 세라믹 조성물의 개발이 필요하다.

선행기술문헌

특허문헌

[0007] (특허문헌 0001) 한국 등록특허공보 제10-1635792 호

발명의 내용

해결하려는 과제

[0008] 본 발명이 이루고자 하는 기술적 과제는 탄화규소와 금속 산화물을 사용하고, 질소 및 수소 가스 분위기에서 소결하여 형성된 질화규소 화합물을 포함하는 탄화 규소계 세라믹 조성물 및 이의 제조방법을 제공하는 것이다.

[0009] 본 발명이 이루고자 하는 기술적 과제는 이상에서 언급한 기술적 과제로 제한되지 않으며, 언급되지 않은 또 다른 기술적 과제들은 아래의 기재로부터 본 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자에게 명확하게 이해될 수 있을 것이다.

과제의 해결 수단

[0010] 상기 기술적 과제를 달성하기 위하여, 본 발명의 다른 실시예는 탄화 규소 복합체를 제공한다.

[0011] 본 발명의 일 실시 예에 따른 상기 탄화 규소 복합체는,

[0012] 탄화규소 기재, 금속 규화물 결정, 산질화규소 결정, 질화규소 결정 및 이산화규소 결정을 포함하는 것을 특징으로 한다.

[0013] 또한, 본 발명의 일 실시 예에 따르면, 상기 금속 규화물 결정은 탄화규소 기재 결정립 계면의 사이공간에 배치되고, 상기 산질화규소 결정, 질화규소 결정 및 이산화규소 결정은 탄화규소 기재 결정립 계면의 바깥쪽 측면에 배치될 수 있다.

[0014] 또한, 본 발명의 일 실시 예에 따르면,

[0015] 상기 탄화규소 기재는 전체 함량 대비 20wt% 내지 80wt% 이고,

[0016] 상기 금속 규화물은 전체 함량 대비 4wt% 내지 10wt% 이고,

[0017] 상기 산질화규소는 전체 함량 대비 4wt% 이하 이고,

[0018] 상기 질화규소는 전체 함량 대비 15 wt% 내지 60wt% 이고,

[0019] 상기 이산화규소의 함량은 전체 함량 대비 5wt% 이하 일 수 있다.

[0020] 또한, 본 발명의 일 실시 예에 따르면, 상기 질화규소 결정은 α상 질화규소(α-Si_3N_4) 또는 β상 질화규소(β-Si_3N_4) 으로 존재할 수 있다.

[0021] 또한, 본 발명의 일 실시 예에 따르면, 상기 α상 질화규소(α-Si_3N_4)의 함량은 전체 함량 대비 13wt% 내지 44wt%일 수 있다.

[0022] 또한, 본 발명의 일 실시 예에 따르면, 상기 β상 질화규소(β-Si_3N_4)의 함량은 전체 함량 대비 6wt% 내지 12wt% 일 수 있다.

[0023] 또한, 본 발명의 일 실시 예에 따르면, 탄화 규소 복합체는 전기 비저항이 0.2 Ω·cm 내지 1.1 Ω·cm 일 수 있다.

[0024] 또한, 본 발명의 일 실시 예에 따르면, 탄화 규소 복합체는 열 전도율이 14W/m.K 내지 20 W/m.K 일 수 있다.

[0025] 또한, 본 발명의 일 실시 예에 따르면, 상기 탄화규소 복합체는 내부에 미세 기공을 포함하고, 상기 기공률은 10 vol% 내지 50 vol % 일 수 있다.

[0026] 또한, 본 발명의 일 실시 예에 따르면, 탄화 규소 복합체는 굽힘 강도가 24 MPa 내지 47 MPa 일 수 있다.

[0027] 상기 기술적 과제를 달성하기 위하여, 본 발명의 일 실시예는 탄화 규소 복합체 제조방법을 제공한다.

[0028] 본 발명의 일 실시 예에 따른 상기 탄화 규소 복합체 제조방법은,

[0029] 탄화 규소 분말, 금속 산화물 분말, 바인더를 혼합하여 혼합 용액을 형성하는 단계; 및

[0030] 상기 혼합 용액을 질소 및 수소 가스 분위기에서 열처리를 통하여 소결하여 금속 규화물과 질화규소 화합물을 포함하는 탄화 규소 복합체를 형성하는 단계를 포함하되,

[0031] 상기 탄화 규소 복합체는 탄화규소 기재, 금속 규화물 결정, 산질화규소 결정, 질화규소 결정 및 이산화규소 결정을 포함하는 것을 특징으로 할 수 있다.

[0032] 또한, 본 발명의 일 실시 예에 따르면, 상기 혼합 용액을 형성하는 단계에서, 상기 금속 산화물은 산화철(Fe_2O_3), 산화니켈(Ni_2O), 산화 코발트(CoO), 산화 타이타늄(TiO_2), 산화 몰리브덴(MoO_3), 산화 지르코늄(ZrO_2), 산화 바나듐(V_2O_3)로 구성된 군에서 선택된 1종 이상을 포함할 수 있다.

[0033] 또한, 본 발명의 일 실시 예에 따르면, 상기 혼합 분말 용액을 형성하는 단계에서, 상기 금속 산화물의 함량은 전체 분말 함량 대비 5wt% 내지 15wt% 일 수 있다.

[0034] 또한, 본 발명의 일 실시 예에 따르면, 상기 탄화 규소 복합체를 형성하는 단계에서, 상기 질소 및 수소 가스 중에 수소 가스의 함량은 전체 가스 함량 대비 5 vol % 내지 10 vol % 일 수 있다.

[0035] 또한, 본 발명의 일 실시 예에 따르면, 상기 탄화 규소 복합체를 형성하는 단계에서, 상기 열처리는 1200° C 이상 1500° C 이하의 온도 범위에서 수행될 수 있다.

[0036] 또한, 본 발명의 일 실시 예에 따르면, 상기 탄화 규소 복합체를 형성하는 단계에서, 상기 열처리는 30분 이상 5시간 이하의 시간 동안 수행될 수 있다.

[0037] 또한, 본 발명의 일 실시 예에 따르면, 상기 금속 규화물 결정은 탄화규소 기재 결정립 계면의 사이에 배치되고, 상기 산질화규소 결정, 질화규소 결정 및 이산화규소 결정은 탄화규소 기재 결정립 계면의 바깥쪽 측면에 배치될 수 있다.

발명의 효과

[0038] 본 발명의 일 실시 예에 따른 금속 규화물과 질화규소 화합물을 포함하는 탄화 규소계 세라믹 조성물은 기존의 소결 온도보다 저온에서 소결이 가능한 효과가 있고 우수한 전기전도성을 가지며 질화규소 화합물을 포함하여 기계적 강도가 향상된 효과가 있다.

[0039] 따라서, 발열체로서 응용하여 고온 발열이 가능한 다양한 필터 및 지지체에 적용이 가능하고, 필터의 전기 저항을 제어하여 발열에 의한 촉매 담체의 효율 증대가 가능하며, 제어 가능한 선택적 전도성을 통한 지지체의 손상 상태의 자가 진단이 가능한 효과가 있다.

[0040] 본 발명의 효과는 상기한 효과로 한정되는 것은 아니며, 본 발명의 상세한 설명 또는 특허청구범위에 기재된 발명의 구성으로부터 추론 가능한 모든 효과를 포함하는 것으로 이해되어야 한다.

도면의 간단한 설명

[0041] 도1은 (a) N_2+5% H_2 가스 분위기에 따른 미세구조의 거동을 확인할 수 있는 모식도, (b) Ar, N_2 또는 N_2+5% H_2 가스 분위기에 따른 미세구조 분포를 확인 할 수 있는 모식도이다.

도2는 본 발명의 일 실시 예에 따른 탄화 규소 복합체 제조방법을 도시한 순서도이다.

도3은 소결 온도에 따른 탄화 규소 복합체(제조예1.1 내지 제조예1.6)의 XRD 분석 결과이다.

도4는 Fe_2O_3 함량에 따른 탄화규소 복합체(제조예3.1 내지 제조예3.3)의 전기 저항 값을 나타내는 그래프이다.

도5는 Ar, N_2 또는 N_2+5%H_2 가스 분위기에 따른 탄화규소 복합체(비교예1, 비교예2 및 제조예2)의 열전도율을 나타내는 그래프이다.

도6은 Ar, N_2 또는 N_2+5%H_2 가스 분위기에 따른 탄화규소 복합체(비교예1, 비교예2 및 제조예2)의 XRD 분석 결과이다.

도7은 Ar, N_2 또는 N_2+5%H_2 가스 분위기에 따른 탄화규소 복합체(비교예1, 비교예2 및 제조예2)의 기공 크기 및 기공율을 나타내는 그래프이다.

도8은 Ar, N_2 또는 N_2+5%H_2 가스 분위기에 따른 탄화규소 복합체(비교예1, 비교예2 및 제조예2)의 전기 저항 및 열전도도를 나타내는 그래프이다.

도9는 Ar, N_2 또는 N_2+5%H_2 가스 분위기에 따른 탄화규소 복합체(비교예1, 비교예2 및 제조예2)의 표면을 확인할 수 있는 SEM 이미지이다.

도10은 Ar가스 분위기에서 소결된 탄화규소 복합체(비교예1)의 원소 정보를 확인할 수 있는 EDX 결과이다.

도11은 N_2+5% H_2 가스 분위기에서 소결된 탄화규소 복합체(제조예2)의 원소 정보를 확인할 수 있는 EDX 결과이다.

도12는 N_2 또는 N_2+5%H_2 가스 분위기에서 소결된 탄화규소 복합체(비교예2, 제조예2)의 Fe_2O_3 함량에 따른 굽힘 강도를 나타내는 그래프이다.

도13은 금속산화물로서 산화철(Fe_2O_3)이외에 산화니켈(Ni_2O), 산화 코발트(CoO), 산화 타이타늄(TiO_2)을 활용한 소결된 복합체의 전기 저항을 나타낸 결과이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0042] 이하에서는 첨부한 도면을 참조하여 본 발명을 설명하기로 한다. 그러나 본 발명은 여러 가지 상이한 형태로 구현될 수 있으며, 따라서 여기에서 설명하는 실시예로 한정되는 것은 아니다. 그리고 도면에서 본 발명을 명확하게 설명하기 위해서 설명과 관계없는 부분은 생략하였으며, 명세서 전체를 통하여 유사한 부분에 대해서는 유사한 도면 부호를 붙였다.

[0043] 명세서 전체에서, 어떤 부분이 다른 부분과 "연결(접속, 접촉, 결합)"되어 있다고 할 때, 이는 "직접적으로 연결"되어 있는 경우뿐 아니라, 그 중간에 다른 부재를 사이에 두고 "간접적으로 연결"되어 있는 경우도 포함한다. 또한, 어떤 부분이 어떤 구성요소를 "포함"한다고 할 때, 이는 특별히 반대되는 기재가 없는 한 다른 구성요소를 제외하는 것이 아니라 다른 구성요소를 더 구비할 수 있다는 것을 의미한다.

[0044] 본 명세서에서 사용한 용어는 단지 특정한 실시예를 설명하기 위해 사용된 것으로, 본 발명을 한정하려는 의도가 아니다. 단수의 표현은 문맥상 명백하게 다르게 뜻하지 않는 한, 복수의 표현을 포함한다. 본 명세서에서, "포함하다" 또는 "가지다" 등의 용어는 명세서상에 기재된 특징, 숫자, 단계, 동작, 구성요소, 부품 또는 이들을 조합한 것이 존재함을 지정하려는 것이지, 하나 또는 그 이상의 다른 특징들이나 숫자, 단계, 동작, 구성요소, 부품 또는 이들을 조합한 것들의 존재 또는 부가 가능성을 미리 배제하지 않는 것으로 이해되어야 한다.

[0046] 이하 첨부된 도면을 참고하여 본 발명의 실시예를 상세히 설명하기로 한다.

[0047] **본 발명의 일 실시 예에 따른 탄화 규소 복합체를 설명한다.**

[0048] 본 발명의 일 실시 예에 따른 탄화 규소 복합체는,

[0049] 탄화규소 기재, 금속 규화물 결정, 산질화규소 결정, 질화규소 결정 및 이산화규소 결정을 포함하되,

[0050] 상기 금속 규화물 결정은 탄화규소 기재 결정립 계면의 사이에 배치되고,

[0051] 상기 산질화규소 결정, 질화규소 결정 및 이산화규소 결정은 탄화규소 기재 결정립 계면의 바깥쪽 측면에 배치되며,

[0052] 상기 탄화규소 기재는 전체 함량 대비 20wt% 내지 80wt% 이고,

[0053] 상기 금속 규화물은 전체 함량 대비 4wt% 내지 10wt% 이고,

[0054] 상기 산질화규소는 전체 함량 대비 4wt% 이하 이고,

[0055] 상기 질화규소는 전체 함량 대비 15wt% 내지 60wt% 이고,

[0056] 상기 이산화규소의 함량은 전체 함량 대비 5wt% 이하인 것을 특징으로 할 수 있다.

[0057] 본 발명은 탄화규소를 포함할 수 있다.

[0058] 이때, 상기 탄화규소 기재는 알파상 탄화규소(α-SiC)일 수 있으며, 베타상 탄화규소(β-SiC)인 경우에도 제한없이 사용 가능하다.

[0059] 이때, 본 발명의 일 실시 예에 따라 제조된 탄화규소 복합체에 함유된 상기 탄화규소(SiC)의 함량은 전체 함량 대비 20wt% 내지 80wt% 일 수 있다.

[0060] 일반적으로 탄화규소는 공유 결합성 물질로서 난소결 물질로서 소결온도가 2200° C 이상으로 고온에서 소성하는 것이 특징이다.

[0061] 이에 최종 소결 조직이 치밀해지기 보다는 다공성 물질이 될 수 있다.

[0062] 상기 탄화규소를 치밀하게 하기 위해 소결 첨가체를 첨가하여 소결 온도를 낮추고, 이를 통하여 치밀한 소결 조직을 얻을 수 있다.

[0063] 이때, 일반적인 소결 조제는 안정한 알루미나, 실리카 등의 산화물로서 전기전도성을 저하시킬 수 있다.

[0064] 또한, 일반적으로 상기 탄화규소의 다공성을 감소시킬 경우, 더 조밀한 미세 구조에 의해 전기 전도도가 증가할 수 있으며, 더 조밀한 미세구조는 응력 집중 지점을 줄여 다공성 탄화규소 구조체의 굽힘 강도를 증가시킬 수 있다.

[0065] 상기 탄화규소의 다공성을 조절하기 위하여 다양한 물질을 첨가할 수 있는데, 기존의 카본을 첨가하거나 유리질 프릿트를 첨가한 경우, 고온 안정성이 결여된 문제가 있었고, 이러한 고온 소결은 가격경쟁력이 떨어지는 단점이 있었다.

[0066] 따라서, 본 발명은 상기 탄화규소의 소결온도를 낮춤과 동시에 높은 전기 저항성을 가지도록 하기 위해 금속 산화물을 첨가할 수 있다.

[0067] 이때, 상기 탄화규소와 금속산화물을 열처리를 통해 소결하는 경우 금속산화물의 환원이 일어나서 전이 금속으로 분해될 수 있고, 상기 전이 금속과 탄화규소 화합물이 추가로 반응하여 금속 규화물이 형성될 수 있다.

[0068] 이때, 형성된 금속 규화물(metal silicide, 예를 들어, Fe_3Si)의 함량은 전체 함량 대비 4.0wt% 내지 10.0wt%일 수 있다.

[0069] 상기 금속 규화물의 함량이 4wt% 이하인 경우 효과적인 전기전도성 효과에 문제가 있을 수 있고, 10wt% 이상인 경우 원료인 금속규화물의 함량이 높아 환원공정에서 문제가 있을 수 있으므로, 금속 규화물의 함량은 전체 함량 대비 4wt% 내지 10wt% 일 수 있다.

[0070] 형성된 금속 규화물은 상기 탄화규소 기재 결정립 계면의 사이공간에 배치될 수 있으며, 상기 탄화규소 구조체의 전기전도도가 향상될 수 있도록 한다.

[0071] 금속 규화물(metal silicide)이 Fe_3Si 인 경우에는 금속 산화물이 환원하여 금속 상태로 탄화규소와 반응하여 형성된다. 해당 반응식은 다음과 같다.

[0072] $3SiC+Fe \rightarrow Fe_3Si+3C$

[0073] 이때, 금속 규화물의 생성 온도는 900℃ 이며, 안정화 온도 구간은 1200ºC 내지 1400ºC, 전기저항은 $\sim 1x10^{-6}$ Ω.cm이다.

[0074] 또한, 금속과 SiC의 상호 작용을 통해 SiC를 해리시키며, 소결 가스로 N_2를 사용한 경우, 산질화규소(예를 들어, Si_2N_2O)와 질화규소(예를 들어, Si_3N_4)이 형성될 수 있다.

[0075] 이때, 상기 산질화규소(예를 들어, Si_2N-_2O)의 함량은 전체 함량 대비 4wt%이하 일 수 있다.

[0076] 상기 산질화규소의 함량이 4wt% 이하인 이유는 금속 산화물이 분해될 때 생기는 잔류 산소가 질화규소 반응시 부가적으로 산화시켜 산질화규소가 발생하는 것으로, 가능하면 산질화규소의 함량이 작고, 기계적 특성이 우수한 질화규소의 함량이 증대되는 것이 기계적 특성 향상을 촉진한다. 산질화규소는 산화물의 첨가량에 따라 결정되는 요소로서 2.4wt% 내지 3.4wt% 범위로 조절하는 것이 필요하다.

[0077] 상기 질화규소의 함량은 전체 함량 대비 15wt% 내지 60wt% 일 수 있다.

[0078] 이때, 상기 질화규소 결정은 α상 질화규소($\alpha-Si_3N_4$) 또는 β상($\alpha-Si_3N_4$) 으로 존재할 수 있다.

[0079] 이때, 상기 질화규소의 함량이 15wt% 내지 60wt% 인 이유는 상기 질화규소의 함량이 15wt% 이하인 경우 기계적 강도가 낮아지는 문제가 있고, 상기 질화규소의 함량이 60wt% 이상인 경우 강도는 우수하나 전기전도성 저하를 일으키는 문제가 있기 때문이다.

[0080] 질화규소는 질소와 규소가 Si_3N_4 의 조성으로 결합한 세라믹이다. 열에 강한 세라믹으로 널리 응용되는 물질이다. 특히 기계적 강도 및 인성이 우수하여 기계 구조적 내구성 향상에 우수하다.

[0081] 이때, 상기 α상 질화규소($\alpha-Si_3N_4$)의 함량은 전체 함량 대비 13wt% 내지 44wt%일 수 있으며, 상기 β상 질화규소($\alpha-Si_3N_4$)의 함량은 전체 함량 대비 6wt% 내지 12 wt%일 수 있다.

[0082] 상기 산질화 규소 및 질화규소는 탄화규소 기재 결정립 계면의 바깥쪽 측면에 배치될 수 있으며, 이는 다공성 탄화규소 복합체 결정립 간의 결합을 형성하여 기계적 강도가 향상될 수 있도록 할 수 있다.

[0083] 상기 이산화규소(SiO_2)의 함량은 전체 함량 대비 5wt% 이하일 수 있다.

[0084] 상기 금속 산화물이 환원되는 결과로 산소가 방출되면 탄화규소(SiC)가 산화되어 이산화규소(SiO_2)가 형성될 수 있다.

[0085] 이때, 상기 이산화규소는 탄화규소 기재 결정립 계면의 바깥쪽 측면에 배치될 수 있으며, 이는 다공성 탄화규소 복합체 결정립 간의 결합을 형성하여 기계적 강도가 향상될 수 있도록 할 수 있다.

[0086] 본 발명에서 형성된 이산화규소는 크리스토발라이트 (cristobalite) 결정형 구조일 수 있다.

[0087] 상기 크리스토발라이트 결정형 구조는 이산화규소 SiO_2의 최고온 안정형에 보이는 면심 입방 격자에 속하는 구조이다.

[0088] 이때, 상기 크리스토발라이트 결정형 구조는 1000° C 이상의 온도에서 가열한 경우 생성되는 특징을 가지고 있다.

[0089] 그러나 산질화규소와 마찬가지로 이산화규소는 기계적 강도 증가에는 효과를 보여 줄 수 있으나 가능하면 질화규소의 함량을 최대화하고 이산화규소는 최소화하는 것이 더욱 효과적이다.

[0090] 이때, 본 발명의 일 실시 예에 따른 탄화 규소 복합체는 전기 전도도가 0.2 Ω · cm 내지 1.1 Ω · cm 인 것을 특징으로 한다.

[0091] 또한, 본 발명의 일 실시 예에 따른 탄화 규소 복합체는 열 전도율이 14 W/m.K 내지 20 W/m.K 인 것을 특징으로 한다.

[0092] 또한, 본 발명의 일 실시 예에 따른 탄화 규소 복합체는 미세 기공의 크기가 10 μm 내지 50μm 인 것을 특징으로 한다.

[0093] 또한, 본 발명의 일 실시 예에 따른 탄화 규소 복합체는 굽힘 강도가 24 MPa 내지 47 MPa 인 것을 특징으로 한다.

[0094] 상술한 전기비저항, 열 전도율, 미세 기공의 크기, 굽힘 강도에 관한 증명은 하기 실험예에서 자세히 설명하기로 한다.

[0096] **이하, 도1을 참조하여 본 발명의 일 실시 예에 따른 탄화규소계 복합체의 미세구조 거동 및 미세입자의 분포에 대해 자세히 설명한다.**

[0097] 도1은 (a) N_2+5% H_2 가스 분위기에 따른 미세구조의 거동을 확인할 수 있는 모식도, (b) Ar, N_2 또는 N_2+5% H_2 가스 분위기에 따른 최종 미세구조를 확인 할 수 있는 모식도이다.

[0098] 상기 도1(a)는 후술할 XRD 연구에 의한 바와 같이 800° C 내지 1300° C의 소결 온도에 따라 탄화규소(SiC)와 금속산화물(Fe_2O_3)사이의 서로 다른 계면 반응 생성물이 형성된 것을 나타내고, 도1(b)는 소결 가스에 따라 형성된 미세구조의 차이를 나타낼 수 있다.

[0099] 이때, 상기 전기 전도성 금속 규화물(철 실리사이드)는 800° C에서 검출되었지만 질화규소(Si_3N_4) 또는 산질화규소(Si_2N_2O)가 형성되기 위해서는 최소 1200° C의 온도가 필요한 것을 확인 할 수 있다.

[0100] 이때, 상기 1200° C에서 소결된 탄화규소 복합체의 질화규소(Si_3N_4), 산질화규소(Si_2N_2O) 또는 이산화규소 결정(SiO_2)은 탄화규소 기재 결정립 계면의 바깥쪽을 에워싸며 배치되어, 결합력 증진 원리에 의해 탄화규소 복합체의 결정립 간에 미세구조적 결합을 더욱 강화할 수 있으며, 1300° C 에서 소결된 탄화규소 복합체는 바깥쪽 측면 방향으로 질화규소 결정이 더욱 많이 생성될 수 있으므로 결합이 더욱 강해져 기계적 강도가 더욱 증가할 수 있다.

[0101] 이때 상기 소결 과정에서 소결된 탄화규소 복합체의 질화규소(Si_3N_4), 산질화규소(Si_2N_2O) 또는 이산화규소 결정(SiO_2)가 탄화규소 분말사이의 결합을 강화시켜서 미세 구조적 강도를 증가시킨다.

[0102] 도1(b)에서 Ar 가스 분위기에서 소결된 탄화규소 복합체는 질화규소, 산질화규소 화합물이 형성되지 않으므로,

N_2 또는 N_2+5%H_2가스 분위기에서 소결된 탄화규소 복합체와 비교하여 상대적으로 약한 계면 특성을 나타낼 수 있다.

[0103] 또한, 도1(b)는 N_2 가스분위기에서 소결된 탄화규소 복합체는 수소 가스를 포함하지 않기 질화규소 및 산질화규소 화합물이 조밀하게 형성되지 않으므로 N_2+5%H_2가스 분위기에서 소결된 탄화규소 복합체와 비교하여 기계적 특성을 향상시키지 않는 것을 확인 할 수 있다.

[0104] 반면에, N_2+5%H_2가스 분위기에서 소결된 탄화규소 복합체는 질화규소 및 산질화규소를 포함하는 미세구조가 조밀하게 형성되어 기계적 물성이 증가하는 것을 확인 할 수 있다.

[0105] 이때, 상기 탄화규소 복합체는 소결 가스 분위기로 N_2 또는 N_2+5% H_2를 선택할 수 있는데, 수소를 첨가하여 N_2+5% H_2 가스를 포함하는 경우 환원 반응을 촉진하여 수소에 의해 금속산화물의 환원이 더욱 촉진되는 효과가 있을 수 있다.

[0106] 따라서, 상기 도1을 통하여, 질화 규소 및 산질화규소는 탄화규소 복합체의 기계적 특성을 개선하는 역할을 하는 것을 확인할 수 있다.

[0107] 또한, 금속 규화물과 질화규소 화합물을 포함하는 탄화 규소 복합체는 우수한 전기전도성을 가지며 기계적 강도가 향상된 효과가 있다.

[0108] 상기 소결 가스 분위기에 따른 다양한 전기화학적 특성 및 물리적 특성에 관한 증명은 하기 제조예 및 실험예에서 자세히 설명하기로 한다.

[0110] **본 발명의 일 실시 예에 따른 탄화 규소 복합체 제조방법을 설명한다.**

[0111] 도2는 본 발명의 일 실시 예에 따른 탄화 규소 복합체 제조방법을 도시한 순서도이다.

[0112] 도2를 참조하면, 본 발명의 일 실시 예에 따른 탄화 규소 복합체 제조방법은, 탄화 규소 분말, 금속 산화물 분말, 바인더를 혼합하여 혼합 용액을 형성하는 단계; 및

[0113] 상기 혼합 용액을 질소 및 수소 가스 분위기에서 열처리를 통하여 소결하여 금속 규화물과 질화규소 화합물을 포함하는 탄화 규소 복합체를 형성하는 단계를 포함할 수 있다.

[0114] 첫째 단계에서, 탄화 규소 분말, 금속 산화물 분말, 바인더를 혼합하여 혼합 용액을 형성하는 단계를 포함할 수 있다. (S100)

[0115] 본 발명에서 사용되는 탄화 규소 분말은 상용 탄화 규소(SiC)인 경우 제한없이 사용가능하다.

[0116] 이때, 상기 금속 산화물은 산화철(Fe_2O_3), 산화니켈(Ni_2O), 산화 코발트(CoO), 산화 타이타늄(TiO_2), 산화 몰리브덴(MoO_3), 산화 지르코늄(ZrO_2) 및 산화 바나듐(V_2O_3)로 구성된 군에서 선택된 1종 이상을 포함할 수 있다.

[0117] 상기 금속 산화물로서 산화철(Fe_2O_3), 산화니켈(Ni_2O), 산화 코발트(CoO), 산화 타이타늄(TiO_2), 산화 몰리브덴(MoO_3), 산화 지르코늄(ZrO_2) 및 산화 바나듐(V_2O_3)을 사용하는 이유는 상기 금속 산화물과 탄화규소가 반응하여 전도성 규화 금속 화합물(metal silicide)을 형성할 수 있으므로 탄화규소 복합체의 전기전도도를 향상시킬 수 있기 때문이다.

[0118] 이때, 본 발명에서 사용되는 금속 산화물의 함량은 전체 분말 함량 대비 5wt% 내지 15wt% 일 수 있다.

[0119] 상기 금속 산화물의 함량이 5wt% 내지 15wt%인 이유는 5wt% 미만으로 포함된 경우 목적하는 반응이 작아서 효과가 미미하며, 15wt% 초과로 포함된 경우 탄화규소가 대부분 반응하여 탄화규소 복합체의 고유 특성이 저해되는 문제가 있기 때문이다.

[0120] 본 발명에서 사용되는 바인더는 폴리에틸렌글리콜, 폴리비닐알콜, 폴리비닐 피롤리딘, 폴리비닐 아세테이트, 폴리비닐 클로라이드, 폴리비닐 부티르과 이들의 혼합물 등이 있다. 이와 같은 유기 바인더는 무기 입자들과 반응하지 않는 경우 제한없이 사용 가능하다.

[0121] 둘째 단계에서, 상기 혼합 용액을 질소 및 수소 가스 분위기에서 열처리를 통하여 소결하여 금속 규화물과 질화

규소 화합물을 포함하는 탄화 규소 복합체를 형성하는 단계를 포함할 수 있다. (S200)

[0122] 상기 혼합 용액을 질소 및 수소 가스 분위기에서 열처리를 통하여 소결하는 경우 금속 규화물과 질화규소 화합물을 포함하는 탄화 규소 복합체가 형성될 수 있는데, 예를 들어, 탄화규소 복합체를 형성하기 위하여 SiC에 대한 친화성을 나타내는 Fe_2O_3의 환원은 하기 화학식1 및 화학식2로 나타낼 수 있다.

[0123] [화학식1]

[0124] $2SiC(s) + 3Fe_2O_3(s) \rightarrow 4Fe(s) + SiO_2(s) + Fe_2SiO_4(s) + CO(g) + CO_2(g)$

[0125] [화학식2]

[0126] $2SiC(s) + Fe_2SiO_4(s) \rightarrow 6Fe(s) + 5SiO_2(s) + CO(g)$

[0127] 상기 화학식1을 통해서, Fe_2SiO_4 가 형성 될 수 있음을 확인할 수 있고, 화학식 2를 통해서 Fe_2SiO_4 가 다시 Fe로 분해하는 것을 확인 할 수 있다.

[0128] 또한, 상기 Fe_2O_3 환원의 결과로 산소가 방출되면 SiC가 산화되어 이산화규소 크리스토발라이트(SiO_2)가 형성되고 흑연(C)이 일산화탄소(CO)로 변화할 수 있다.

[0129] 상기 Fe_2O_3의 순차 환원에 의해 형성된 Fe은 SiC와 추가로 반응하여 Si 및 C로 분해되고 상기 분해된 Si는 분해된 Fe와 반응하여 철 실리사이드(Fe_3Si)를 형성할 수 있는데, 이는 화학식3에 의해 설명할 수 있다.

[0130] [화학식3]

[0131] $SiC(s) + 3Fe(s) \rightarrow Fe_3Si(s) + C(s)$

[0132] 이때, 형성된 철 실리사이드(Fe_3Si)는 자성을 가지는 전기전도성 물질로서, 형성 시작온도는 900℃ 이며, 안정화 온도 구간은 1200ºC 내지 1400℃, 전기저항은 $\sim 1x10^{-6}$ Ω.cm이다.

[0133] 이때, 상기 전이 금속(Fe)과 SiC의 상호 작용을 통해 SiC를 해리시키는 한편 소결 가스로 N_2를 사용한 경우, 실리콘 산질화물(Si_2N_2O)과 실리콘 질화물(Si_3N_4)이 형성될 수 있는데, 이는 하기 화학식 4 내지 화학식 6으로 설명할 수 있다.

[0134] [화학식4]

[0135] $Si(s) + SiO_2(s) \rightarrow 2SiO(g)$

[0136] [화학식5]

[0137] $6SiO(g) + 4N_2(g) \rightarrow 2Si_3N_4(s) + 3O_2(g)$

[0138] [화학식6]

[0139] $2SiO(g) + N_2(g) \rightarrow Si_2N_2O(s) + 1/2O_2(g)$

[0140] 이때, 상기 질화 환원반응은 수소 첨가에 의하여 촉진효과를 나타낼 수 있으며, 소결 과정에서 Fe_2O_3는 전이 금속인 Fe로 환원되며 전자적 특성으로 인해 감소된 소결 온도에서 Si의 질화를 촉진할 수 있다.

[0141] 이때, 소결 온도가 1300° C 이상으로 증가하면 SiC의 질화반응이 더욱 강화되어 다량의 α-Si_3N_4 과 β_3N_4 가 형성될 수 있다.

[0142] 이때, 형성된 이산화규소 크리스토발라이트(SiO_2), 산질화물(Si_2N_2O), 질화규소(α-Si_3N_4 과 β_3N_4)는 기계적 강도를 증진시키는 역할을 할 수 있으며, 자세한 설명은 하기 탄화 규소 복합체의 미세구조에 관한 설명에서 하도록 한다.

[0143] 이때, 상기 질소 및 수소 가스 중에 수소 가스의 함량은 5 vol % 내지 10 vol % 일 수 있다.

[0144] 상기 수소 가스는 본 발명에서 환원 반응을 수행할 수 있도록 하여, 산화물의 환원 및 이에 따른 질화 반응 촉

진의 효과를 도출될 수 있도록 하는 역할을 한다.

[0145] 상기 수소 가스의 함량이 5vol% 이하인 경우, 환원 반응의 실효성이 작은 문제가 있을 수 있고, 10 vol % 이상인 경우 수소의 폭발성으로 인하여 실험의 안전성이 저해되어, 수소 가스의 함량을 5 vol % 내지 10 vol % 로 하였다.

[0146] 이때, 상기 수소가스는 소결과정에서 환원 유도제의 역할을 수행할 수 있으며, 수소의 함량이 증가할수록 환원 반응 촉진에 영향이 있을 수 있다.

[0147] 상기 열처리는 1200° C 이상 1500° C 이하의 온도 범위에서 수행될 수 있다.

[0148] 상기 열처리를 1200° C 미만의 온도에서 수행하는 경우 질화규소 화합물이 형성되지 않는 문제가 있을 수 있고, 1500° C 초과의 온도에서 수행하는 경우 과소결로 인한 액상 발현으로 인하여 열처리 로를 오염 시킬 뿐만 아니라 경제성 측면에도 문제가 있을 수 있으므로 1200° C 이상 1500° C 이하의 온도 범위에서 소결 할 수 있다.

[0149] 상기 열처리는 30분 이상 5시간 이하의 시간 동안 수행될 수 있으며, 열처리 시간이 30분 미만인 경우 질화규소 화합물이 형성되지 않는 문제가 있을 수 있고, 열처리 시간이 5시간 초과하는 경우 경제성에 문제가 있을 수 있으므로, 30분 이상 5시간 이하의 시간 동안 열처리를 수행할 수 있다.

[0150] 따라서, 본 발명의 일 실시 예에 따른 금속 규화물과 질화규소 화합물을 포함하는 탄화 규소 복합체의 제조방법은 소결온도를 낮추기 위하여 점토와 같은 별도의 첨가물을 투입하지 않고 기존의 소결 온도보다 저온에서 소결이 가능한 효과가 있다.

[0152] **제조예1.1 내지 제조예1.6 - 소결온도에 따른SiC-15wt% Fe_2O_3 탄화규소 복합체 제조**

[0153] 본 제조예1에서는 소결온도를 달리하여 15wt% Fe_2O_3을 함유하는 탄화규소 복합체를 제조하였다.

[0154] 이때, 소결온도 및 상기 소결온도에 따라 제조된 탄화규소 복합체의 조성은 하기 표1에 정리된 바와 같다.

표 1

[0155]

	제조예1	소결온도 (° C)	조성
SiC-15 wt % Fe_2O_3	제조예1.1	800	$SiC+Fe_2SiO_4+Fe+Fe_{0.905}Si_{0.095}$
	제조예1.2	900	$SiC+Fe+Fe_{0.905}Si_{0.095}$
	제조예1.3	1000	$SiC+Fe+Fe_3Si$
	제조예1.4	1100	$SiC+Fe_3Si+SiO_2+Si_2N_2O$
	제조예1.5	1200	$SiC+Fe_3Si+SiO_2+Si_2N_2O+\alpha-Si_3N_4+\beta-Si_3N_4$
	제조예1.6	1300	$SiC+Fe_3Si+SiO_2+Si_2N_2O+\alpha-Si_3N_4+\beta-Si_3N_4$

[0156] 상기 표1의 탄화규소 복합체의 구체적인 제조방법은 하기와 같다.

[0157] 먼저, 탄화규소로서 α-SiC을 850g, 금속 산화물로서 Fe_2O_3을 150g 및 바인더로서 전체 분말 대비 폴리에틸렌글리콜 6wt%를 혼합하여 혼합 분말을 제조하였다.

[0158] 다음으로, 상기 혼합 분말에 증류수 1000ml 을 투입하여 4시간 혼합 후, 100° C에서 오븐 건조하였다.

[0159] 다음으로, 상기 건조된 분말을 체에 거른 후 30 MPa에서 압착하여 직경과 두께가 각각 36.5 mm 및 4.5 mm인 원통형 펠릿을 형성하였다.

[0160] 이때, 상기 소결은 N_2+5% H_2가스 분위기에서 300μL/min 유속으로 800° C (제조예1.1), 900° C(제조예1.2), 1000° C(제조예1.3), 1100° C(제조예1.4), 1200° C(제조예1.2) 및 1300° C(제조예1.3)온도로 수행되었습니다.

[0161] 이때, 펠릿의 소결 동안 1시간의 유지 시간과 함께 5℃/min의 가열 및 냉각 속도를 사용하였다.

[0162] 이로써, 85wt%의 SiC 및 15wt%의 Fe_2O_3를 포함하는 탄화규소 복합체를 제조하였다.

[0163] 이때 탄화규소의 입자 크기는 4.5 μm 이며, Fe_2O_3의 입자 크기는 5 μm 이며, 첨가된 폴리에틸렌글리콜은 분자량이 4600 이다.

[0164] **비교예 및 제조예2 - 다양한 소결 가스 분위기에 따른SiC-10wt% Fe_2O_3 탄화규소 복합체 제조**

[0165] 본 비교예 및 제조예2에서는 소결 가스 분위기를 달리하여 10wt% Fe_2O_3을 함유하는 탄화규소 복합체를 제조하였다.

[0166] 이때, 사용된 가스 및 상기 사용된 가스에 따라 제조된 탄화규소 복합체의 조성은 하기 표2에 정리된 바와 같다.

표 2

[0167]

사용된 가스	구분	리트벨드 분석에 의한 따른 조성(wt %)					
		SiC	Fe_3Si	α-Si_3N_4	β-Si_3N_4	Si_2N_2O	SiO_2
Ar	비교예1	92.6	7.4	-	-	-	-
N_2	비교예2	56.5	7.5	16.4	-	9.1	10.5
N_2 + 5 wt% H_2	제조예2	44.0	7.1	30.7	9.3	3.1	5.8

[0168] 상기 표2의 탄화규소 복합체의 구체적인 제조방법은 하기와 같다.

[0169] 먼저, 탄화규소로서 α-SiC을 850g, 금속 산화물로서 Fe_2O_3을 150g 및 바인더로서 전체 분말 대비 폴리에틸렌글리콜 6wt%를 혼합하여 혼합 분말을 제조하였다.

[0170] 다음으로, 상기 혼합 분말에 증류수 1000ml 을 투입하여 4시간 혼합 후, 100° C에서 오븐 건조하였다.

[0171] 다음으로, 상기 건조된 분말을 체에 거른 후 30 MPa에서 압착하여 직경과 두께가 각각 36.5 mm 및 4.5 mm인 원통형 펠릿을 형성하였다.

[0172] 이때, 상기 소결은 Ar(비교예1), N_2(비교예2), N_2+5% H_2 (제조예2)가스 분위기에서 300 μL/min 유속으로 1250° C 온도로 수행되었다.

[0173] 이때, 펠릿의 소결 동안 1시간의 유지 시간과 함께 5℃/min의 가열 및 냉각 속도를 사용하였다.

[0174] 이로써, 상기 표2의 조성을 가지는 탄화규소 복합체(비교예1, 비교예2, 제조예2)를 제조하였다.

[0176] **제조예3 - Fe_2O_3 함량에 따른 탄화규소 복합체 제조**

[0177] 본 제조예3에서는 Fe_2O_3 함량을 달리하여 탄화규소 복합체를 제조하였다.

[0178] 이때, Fe_2O_3 함량에 따른 탄화규소 복합체의 조성은 하기 표3에 정리된 바와 같다.

표 3

[0179]

Sample designation	제조예3	Chemical composition (wt %)	
		SiC	Fe_2O_3
SiC-5wt% Fe_2O_3	제조예3.1	95	5
SiC-10wt% Fe_2O_3	제조예3.2	90	10
SiC-15wt% Fe_2O_3	제조예3.3	85	15

[0180] 상기 표3의 탄화규소 복합체의 구체적인 제조방법은 하기와 같다.

[0181] 먼저, 제조예3.1은 탄화규소로서 α-SiC을 950g, 금속 산화물로서 Fe_2O_3을 50g 및 바인더로서 전체 분말 대비 폴

리에틸렌글리콜 6wt%를 혼합하여 혼합 분말을 제조하였다.

[0182] 제조예3.2는 탄화규소로서 α-SiC을 900g, 금속 산화물로서 Fe_2O_3을 100g 및 바인더로서 전체 분말 대비 폴리에틸렌글리콜 6wt%를 혼합하여 혼합 분말을 제조하였다.

[0183] 제조예3.3는 탄화규소로서 α-SiC을 850g, 금속 산화물로서 Fe_2O_3을 150g 및 바인더로서 전체 분말 대비 폴리에틸렌글리콜 6wt%를 혼합하여 혼합 분말을 제조하였다.

[0184] 다음으로, 상기 혼합 분말에 증류수 1000ml 을 투입하여 4시간 혼합 후, 100° C에서 오븐 건조하였다.

[0185] 다음으로, 상기 건조된 분말을 체에 거른 후 30 MPa에서 압착하여 직경과 두께가 각각 36.5 mm 및 4.5 mm인 원통형 펠릿을 형성하였다.

[0186] 이때, 상기 소결은 N_2+5% H_2 가스 분위기에서 300μL/min 유속으로 1250° C 온도로 수행되었다.

[0187] 이때, 펠릿의 소결 동안 1시간의 유지 시간과 함께 5℃/min의 가열 및 냉각 속도를 사용하였다.

[0188] 이로써, 상기 표3의 조성을 가지는 탄화규소 복합체(제조예3.1, 제조예3.2, 제조예3.3)를 제조하였다.

[0189] 또한, Fe_2O_3함량 변화에 따라서 리트벨드 분석한 결과 조성은 하기 표4에 정리된 바와 같다.

표 4

[0190]

Fe_2O_3 (wt%) 함량		리트벨드 분석에 의한 따른 조성(wt %)					
		SiC	Fe_3Si	α-Si_3N_4	β-Si_3N_4	Si_2N_2O	SiO_2
5	제조예3.1	73.1	3.8	13.4	6.0	3.4	0.1
10	제조예3.2	44.0	7.1	30.7	9.3	3.1	5.8
15	제조예3.3	26.3	10.0	44.4	12.6	2.4	4.4

[0191] 상기 표4는 Fe_2O_3함량 변화에 따라서 리트벨드 분석한 결과 조성을 분석한 것으로, N_2+5% H_2 가스 분위기에서 소결한 결과이다.

[0193] **실험예1: 소결 온도에 따른 탄화 규소 복합체의 XRD 분석**

[0194] 도3은 소결 온도에 따른 탄화 규소 복합체(제조예1.1 내지 제조예1.6)의 XRD 분석 결과이다.

[0195] 즉, 상기 도3은 N_2+5%H_2가스 분위기이며 800° C 내지 1300° C온도에서 소결된 SiC-Fe_2O_3(15wt%) 탄화규소 복합체의 X선 회절 패턴(XRD)을 나타낸 결과이다.

[0196] 이때, 상기 도3을 참조하면, 상기 XRD 연구는 소결 온도가 800° C 에서 1300° C로 증가함에 따라 다양한 2차 상의 형성과 함께 소결된 샘플의 모재가 α-SiC인 것을 확인 할 수 있으며, 상기 도3의 XRD 결과는 SiC-Fe_2O_3 반응의 결과로 형성된 2차 상의 안정성이 주로 소결 온도에 의해 제어됨을 나타낼 수 있다.

[0197] 이때, 상기 Fe_2O_3의 환원은 800° C에서 소결하였을 때, 철 규산염(Fe_2SiO_4) 및 철 규화물($Fe_{0.905}Si_{0.095}$)의 형성과 함께 철(Fe)의 형성을 확인 할 수 있다.

[0198] 또한, 상기 도3을 참조하면, 1200° C에서 α-Si_3N_4 및 β-Si_3N_4 가 형성된 것으로 보아 N_2+5%H_2 가스의 영향으로 약 1200° C에서 SiC의 질화가 시작되었음을 확인 할 수 있다.

[0199] 이하 N_2+5%H_2 가스 분위기에서 SiC 와 Fe_2O_3가 반응하여 탄화규소계 복합체를 형성하는 원리를 설명한다.

[0200] 상기 SiC에 대한 친화성을 나타내는 Fe_2O_3의 환원은 하기 화학식1 및 화학식2로 나타낼 수 있다.

[0201] [화학식1]

[0202] $2SiC(s) + 3Fe_2O_3(s) \rightarrow 4Fe(s) + SiO_2(s) + Fe_2SiO_4(s) + CO(g) + CO_2(g)$

[0203] [화학식2]

[0204] $2SiC(s) + Fe_2SiO_4(s) \rightarrow 6Fe(s) + 5SiO_2(s) + CO(g)$

[0205] 상기 화학식1 및 화학식 2를 통해서, 소결온도가 800° C 인 경우, Fe_2SiO_4 가 형성 될 수 있음을 확인할 수 있고, 소결온도가 900° C로 증가함에 따라, Fe_2SiO_4 가 다시 Fe로 분해하는 것을 확인 할 수 있다.

[0206] 또한, 상기 Fe_2O_3 환원의 결과로 산소가 방출되면 SiC가 산화되어 크리스토발라이트(SiO_2)가 형성되고 흑연(C)이 일산화탄소(CO)로 변화할 수 있다.

[0207] 상기 Fe_2O_3의 순차 환원에 의해 형성된 Fe은 SiC와 추가로 반응하여 Si 및 C로 분해되고 철 실리사이드를 형성할 수 있는데, 이는 화학식3에 의해 설명할 수 있다.

[0208] [화학식3]

[0209] $SiC(s) + 3Fe(s) \rightarrow Fe_3Si(s) + C(s)$

[0210] 이때, 상기 전이 금속과 SiC의 상호 작용을 통해 SiC를 해리시키며, 한편 소결 가스로 N_2를 사용한 경우, 실리콘 산질화물(Si_2N_2O)과 실리콘 질화물(Si_3N_4)이 형성될 수 있다.

[0211] 이때, 1200° C 내지 1300° C 온도범위에서 형성된 Si_3N_4 및 Si_2N_2O 은 하기 화학식 4 내지 화학식 6으로 설명할 수 있다.

[0212] [화학식4]

[0213] $Si(s) + SiO_2(s) \rightarrow 2SiO(g)$

[0214] [화학식5]

[0215] $6SiO(g) + N_2(g) \rightarrow 2Ni_3N_4(s) + 3O_2(g)$

[0216] [화학식6]

[0217] $2SiO(g) + N_2(g) \rightarrow Si_2N_2O(s) + 1/2O_2(g)$

[0218] 이때, 상기 도 3을 참조하면, 1200 ° C부터 α-Si_3N_4 과 β-Si_3N_4 이 형성되는 것으로 보아 1200 ° C부터 질화 환원반응이 시작되는 것을 확인 할 수 있다.

[0219] 이때, 상기 질화 환원반응은 Fe_2O_3 첨가제에 의하여 촉진효과를 나타낼 수 있으며, 소결 과정에서 Fe_2O_3는 전이 금속인 Fe로 환원되며 전자적 특성으로 인해 감소된 소결 온도에서 Si의 질화를 촉진할 수 있다.

[0220] 이때, 소결 온도가 1200° C에서 1300° C로 더 증가하면 SiC의 질화가 더욱 강화되어 다량의 α-Si_3N_4 과 β_3N_4 가 형성될 수 있다.

[0221] 따라서, 예를 들어 본 발명의 소결온도 범위인 1200° C 내지 1500° C 에서 본 발명의 일 실시 예에 따른 탄화규소 복합체는 탄화규소(SiC), 금속 규화물(Fe_3Si), 산질화규소(Si_2N_2O), 질화규소(α-Si_3N_4, β-Si_3N_4), 이산화규소(SiO_2)를 포함하는 것을 확인할 수 있다.

[0222] **실험예2: Fe_2O_3 함량에 따른 탄화 규소 복합체의 전기저항 분석**

[0223] 도4는 Fe_2O_3 함량에 따른 탄화규소 복합체(제조예3.1 내지 제조예3.3)의 전기 저항 값을 나타내는 그래프이다.

[0224] 도4를 참조하면, Fe_2O_3 함량이 증가함에 따라 전기 저항 값은 감소하는 것으로 나타났으며 각각의 Fe_2O_3 함량에서 Ar 가스 분위기 및 N_2가스 분위기에 비해 N_2+5% H_2 분위기에서 가장 낮은 전기 저항 값을 나타내는 것을 확인할 수 있다.

[0225] 예를 들어, SiC-10wt% Fe_2O_3 의 탄화규소 복합체(제조예3.2)의 전기저항값은 소결 가스 분위기에 따라 4.7×10

Ω · cm(Ar)에서 6.1×10-1Ω · cm(N_2), 3.8×10-1Ω · cm(N_2+5%H_2)로 감소하는 것을 확인할 수 있다.

[0226] 이로써, 본 발명의 일 실시 예에 따른 탄화 규소 복합체는 우수한 전기 저항값을 가질 수 있으며, Fe_2O_3 함량이 증가할수록 전기 저항이 감소하는 것을 확인하였다.

[0227] 상기 Fe_2O_3 함량이 증가함에 따라 전기 저항이 감소하는 이유는 Fe 함량이 증가하는 경우 더 많은 철 실리사이드를 형성할 수 있으므로, 낮은 전기저항값을 나타낼 수 있다.

[0228] **실험예3: 가스 분위기에 따른 탄화 규소 복합체의 열전도율 분석**

[0229] 도5는 Ar, N_2 또는 N_2+5% H_2 가스 분위기에 따른 탄화규소 복합체(비교예1, 비교예2 및 제조예2)의 열전도율을 나타내는 그래프이다.

[0230] 상기 도5를 참조하면, N_2+5% H_2 소결 분위기에서 소결된 샘플이 동일한 Fe_2O_3 함량에서 Ar 또는 N_2에서 소결된 샘플보다 상대적으로 높은 열전도율을 나타내는 것을 확인할 수 있다.

[0231] 예를 들어, 열전도율은 Ar에서 2W/m.K, N_2에서 14W/m.K 로, 그 다음 N_2 + 5% H_2로 소결 분위기에서 20W/m.K로 증가하였다.

[0232] 이로써, 본 발명의 일 실시 예에 따른 탄화 규소 복합체는 N_2+5%H_2 소결 가스 분위기에서 가장 우수한 열전도율을 가지는 것을 확인 하였다.

[0233] **실험예4: 가스 분위기에 따른 탄화 규소 복합체의 XRD 분석**

[0234] 도6은 Ar, N_2 또는 N_2+5% H_2 가스 분위기에 따른 탄화규소 복합체(비교예1, 비교예2 및 제조예2)의 XRD 분석 결과이다.

[0235] 도6을 참조하면, SiC-10wt% Fe_2O_3 는 모든 소결 분위기에서 Fe_2O_3함량이 감소하였고, N_2 및 N_2+5% H_2의 사용에 의하여 SiC의 질화 환원 반응을 수행한 것을 확인할 수 있다.

[0236] 또한, 상기XRD 연구에 따르면 Ar 가스를 사용하면 소결된 샘플에서 두 가지 상, 즉 SiC 및 Fe_3Si만 생성되는 반면, N_2 가스 또는 N_2 + 5% H_2 가스를 사용하면, 소결된 샘플에서 Si_3N_4, Si_2N_2O 및 SiO_2을 형성하는 것을 확인할 수 있다.

[0237] 이때, Ar가스 분위기에서는 SiC의 질화반응이 불가능하지만, N_2+5%H_2가스를 사용하면 SiC의 질화반응을 향상시키면서 N_2가스만 사용한 경우와 비교하여 H_2 의 환원 반응에 의한 효과에 의해 소결된 탄화규소 복합체에 함유된 산화물 (Si_2N_2O, SiO_2)함량을 감소시킬 수 있다.

[0238] 이처럼, 상기 소결된 탄화규소 복합체의 산화물 (Si_2N_2O, SiO_2)의 함량이 감소하는 경우 질화규소 함량이 증가하여 강도 증진 효과를 극대화시킬 수 있다.

[0239] **실험예5: 가스 분위기에 따른 탄화 규소 복합체의 기공크기 분석**

[0240] 도7은 Ar, N_2 또는 N_2+5% H_2 가스 분위기에 따른 탄화규소 복합체(비교예1, 비교예2 및 제조예2)의 기공 크기 및 기공율을 나타내는 그래프이다.

[0241] 이때, 도7을 참조하면, 탄화규소 복합체의 기공 크기는 Ar가스 분위기에서 소결된 경우(비교예1) 0.90 μm, N_2 가스 분위기 에서 소결된 경우(비교예2) 0.66 μm, N_2+5%H_2가스 분위기에서 소결된 경우(제조예2) 0.55 μm인 것을 확인 할 수 있다.

[0242] 또한, 상기 도7을 참조하면, 탄화규소 복합체의 기공율은 Ar가스 분위기에서 소결된 경우(비교예1) 44.82%, N_2 가스 분위기 에서 소결된 경우(비교예2) 38.07%, N_2+5%H_2가스 분위기에서 소결된 경우(제조예2) 32.93%인 것을 확인 할 수 있다.

[0243] 이때, 상기 도7을 참조하면, N_2+5%H_2 가스 분위기에서 수행된 소결 반응은 Ar 가스 및 N_2가스에 비해 기공의 크

기 및 기공률이 작은 것으로 보아 N_2+5%H_2 가스 분위기에서 소결된 탄화규소 복합체가 더 조밀해지는 것을 확인할 수 있다.

[0244] 따라서, 기공의 크기와 기공율이 감소된 탄화규소 복합체는 치밀화 효과에 의해 전자의 이동 경로를 최적화함으로서 우수한 열전도도를 가질 수 있으므로 본 발명은 발열 필터로서 사용하기 적절하다.

[0246] **실험예6: 가스 분위기에 따른 탄화 규소 복합체의 전기 저항 및 열전도도 분석**

[0247] 도8은 Ar, N_2 또는 N_2+5% H_2 가스 분위기에 따른 탄화규소 복합체(비교예1, 비교예2 및 제조예2)의 전기 저항 및 열전도도를 나타내는 그래프이다.

[0248] 도8을 참조하면, N_2+5%H_2 가스 분위기에서 소결된 탄화규소 복합체는 대략 33% 로서 최소 다공성을 나타내므로 열전도율 값은 20 W/m.K 로서 Ar 가스 (2 W/m.K), N_2 가스(14 W/m.K)의 열전도율 보다 높은 값을 나타내고, 전기 저항은 0.38 Ω · cm 로서 Ar 가스 (47 Ω · cm), N_2 가스(0.61 Ω · cm) 보다 낮은 저항 값을 가지는 것을 확인할 수 있다.

[0249] **실험예7: 가스 분위기에 따른 탄화 규소 복합체의 SEM분석**

[0250] 도9는 Ar, N_2 또는 N_2+5% H_2 가스 분위기에 따른 탄화규소 복합체(비교예1, 비교예2 및 제조예2)의 표면을 확인할 수 있는 SEM 이미지이다.

[0251] 예를 들어, Ar 가스분위기에서 형성된 탄화규소 복합체는 N_2 또는 N_2 + 5% H_2 가스 분위기에서 형성된 탄화규소 복합체보다 상대적으로 깨끗한 표면을 가진 것을 확인 할 수 있다.

[0252] 이때, 상기 도9(a)를 참조하면, Ar 가스 분위기에서 소결된 탄화규소 복합체의 표면 형태는 큰 입자의 표면에 미세 입자가 균일하게 분포하는 것을 나타내는 반면, 도9(b) 의 N_2 및 도9(c)의 N_2+5%H_2가스분위기에서 소결된 탄화규소 복합체는 거친 표면의 형상을 나타낼 수 있는데, 이는 큰 입자의 표면에 질화 환원 반응이 일어난 것을 의미한다.

[0253] 따라서, N_2+5%H_2가스 분위기에서 소결된 샘플은 N_2 가스 또는 Ar가스 에서 소결된 샘플보다 조밀한 미세 구조를 나타내는 것을 확인할 수 있다.

[0254] **실험예8: Ar가스 분위기에서 소결된 탄화 규소 복합체의 EDX 분석**

[0255] 도10은 Ar가스 분위기에서 소결된 탄화규소 복합체(비교예1)의 원소 정보를 확인할 수 있는 EDX 결과이다.

[0256] 상기 도10을 참조하면, EDX 분석은 큰 입자(스펙트럼 1 및 스펙트럼 3)에 비해 미세 입자(스펙트럼 2 및 스펙트럼 4)에서 Fe 함량이 높음을 확인할 수 있다.

[0257] 이때, 상기 미세 입자(스펙트럼2 및 스펙트럼4)에서 Fe과 Si이 상호 존재하는 것은 SiC의 큰 입자 사이에 전기 전도성 Fe_3Si 상이 형성되기 때문이다.

[0258] 이때, Ar 가스 분위기에서 소결된 탄화규소 복합체(비교예1)의 경우는 SiC와 Fe_3Si의 두 가지 상만 존재하므로, SiC 입자 사이에 전도성 상(Fe_3Si)의 존재로 인해 전기 저항이 감소될 수 있다.

[0259] **실험예9: N_2+5%H_2가스 분위기에서 소결된 탄화 규소 복합체의 EDX 분석**

[0260] 도11은 N_2+5% H_2 가스 분위기에서 소결된 탄화규소 복합체(제조예2)의 원소 정보를 확인할 수 있는 EDX 결과이다.

[0261] 상기 실험예8의 Ar 가스 분위기에서 소결된 탄화규소 복합체(비교예1)와 대조적으로 N_2+5%H_2 가스 분위기에서 소결된 탄화규소 복합체(실시예2)의 미세 구조는 Fe_3Si 과 SiC 상 이외에도 Si_3N4, Si_2N_2O 및 SiO_2을 포함할 수 있다.

[0262] 이때, N_2+5%H_2 가스 분위기에서 소결된 탄화규소 복합체의 미세 구조(스펙트럼 2 및 스펙트럼 4)에서 미세 입자

가 Si과 함께 Fe의 높은 강도를 나타낼 수 있으며, 이는 Fe_3Si 상의 형성에 기여할 수 있다.

[0263] 반면, 큰 입자 표면에서 N_2의 검출은 Si_3N_4 및 Si_2N_2O와 같은 화합물의 형성을 나타내었고 도6의 XRD 결과에서도 확인할 수 있다.

[0264] 이때, Ar 가스 분위기에서 소결된 탄화규소 복합체의 경우 SiC 입자의 표면 반응이 없기 때문에 상대적으로 깨끗한 표면을 가지며 N_2+5%H_2 가스 분위기에서 소결된 탄화규소 복합체의 경우 질화 환원 반응에 의해 표면이 상대적으로 거칠며 Si_3N_4과 같은 화합물에 의해 SiC 입자의 계면을 강화할 수 있다.

[0265] **실험예10: N_2 또는 N_2+5% H_2 가스 분위기에서 소결된 탄화 규소 복합체의 Fe_2O_3 함량에 따른 굽힘 강도 분석**

[0266] 도12는 N_2 또는 N_2+5% H_2 가스 분위기에서 소결된 탄화규소 복합체(비교예2, 제조예2)의 Fe_2O_3 함량에 따른 굽힘 강도를 나타내는 그래프이다.

[0267] Ar 하에서 처리된 샘플은 깨지기 쉽고 굽힘 강도 측정을 위해 준비할 수 없습니다.

[0268] 도12는 N_2 또는 N_2+5%H_2 가스분위기에서 소결된 탄화규소 복합체의 굽힘 강도 결과를 요약한 것이다.

[0269] 상기 도12를 참조하면, 탄화규소 복합체의 굽힘강도(Flexural Strength)는 Fe_2O_3가 5 wt% 에서 15 wt%로 증가함에 따라 N_2 가스 분위기에서 소결한 경우 16 MPa에서 32 MPa로 증가하였고, N_2+5%H_2 가스 분위기에서 소결한 경우 24 MPa에서 47 MPa로 증가하였다.

[0270] 따라서, 굽힘 강도 측정 결과 Fe_2O_3함량이 증가할 수록 탄화규소 복합체의 굽힘 강도가 증가하는 것을 확인 할 수 있고, N_2+5%H_2 가스 분위기에서 소결시키는 경우, N_2 가스 분위기에서 소결하는 경우보다 굽힘 강도가 높은 것을 확인 할 수 있다.

[0271] 상기 굽힘 강도 분석 결과를 통해서, Fe_2O_3가 탄화규소 복합체 전체 조성물에서 소결 보조제로 작용함을 확인 할 수 있다.

[0272] 즉, 탄화 규소 복합체의 굽힘 강도는 입자간 결합 및 다공성(%)과 같은 미세 구조에 의존하는 것을 확인할 수 있다.

[0274] **실험예11: N_2+5% H_2 가스 분위기에서 다양한 금속 산화물을 사용하여 소결된 탄화 규소 복합체의 전기저항 분석**

[0275] 도13은 금속산화물로서 산화철(Fe_2O_3)이외에 산화니켈(Ni_2O), 산화 코발트(CoO), 산화 타이타늄(TiO_2)을 활용한 소결된 복합체의 전기 저항을 나타낸 결과이다.

[0276] 이때, 소결 분위기는 N_2+5% H_2 가스 분위기에서 1250℃에서 소결하였으며, 금속 산화물의 함량은 10wt%로 고정하였다.

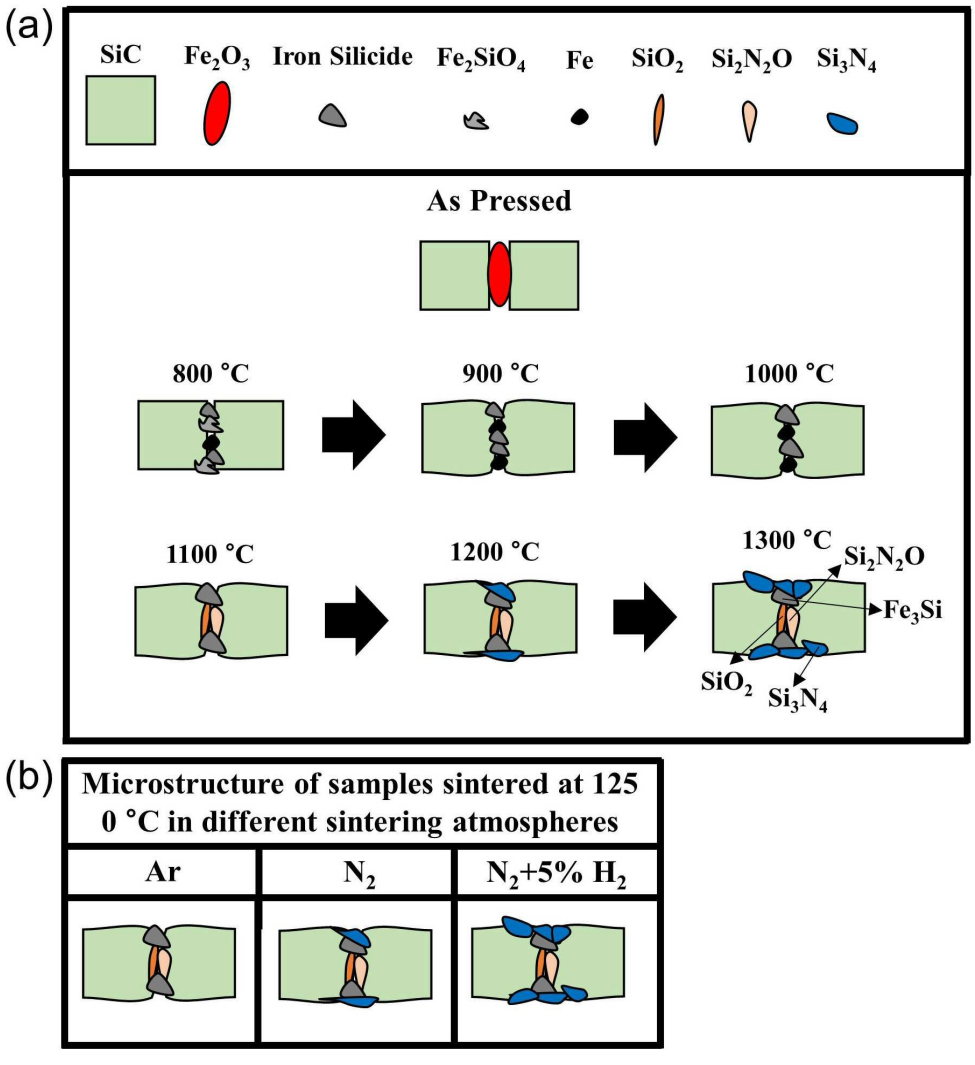
[0277] 도 13에 나타낸 바와 같이 다양한 금속 산화물이 환원 공정을 거쳐서 금속 규화물과 질화물을 형성함으로서 낮은 전기 저항 및 기계적 강도가 우수한 복합소재를 제조할 수 있다. 다만 전기 저항 측면에서는 산화철이 가장 효과적으로 낮은 전기저항을 가지는 탄화규소 복합체를 제조할 수 있다.

[0279] 전술한 본 발명의 설명은 예시를 위한 것이며, 본 발명이 속하는 기술분야의 통상의 지식을 가진 자는 본 발명의 기술적 사상이나 필수적인 특징을 변경하지 않고서 다른 구체적인 형태로 쉽게 변형이 가능하다는 것을 이해할 수 있을 것이다. 그러므로 이상에서 기술한 실시예들은 모든 면에서 예시적인 것이며 한정적이 아닌 것으로 이해해야만 한다. 예를 들어, 단일형으로 설명되어 있는 각 구성 요소는 분산되어 실시될 수도 있으며, 마찬가지로 분산된 것으로 설명되어 있는 구성 요소들도 결합된 형태로 실시될 수 있다.

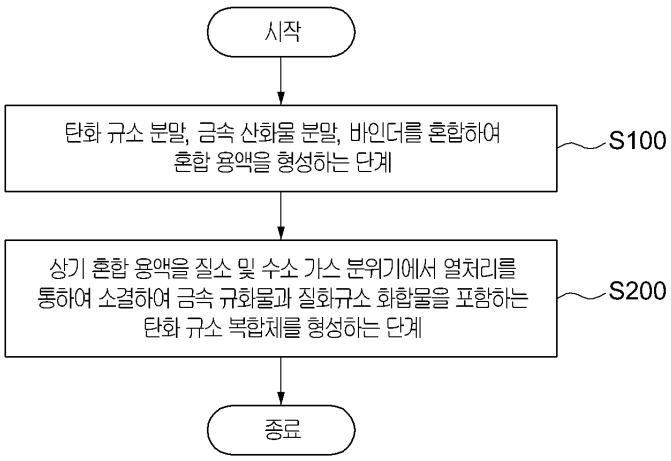
[0280] 본 발명의 범위는 후술하는 특허청구범위에 의하여 나타내어지며, 특허청구범위의 의미 및 범위 그리고 그 균등 개념으로부터 도출되는 모든 변경 또는 변형된 형태가 본 발명의 범위에 포함되는 것으로 해석되어야 한다.

도면

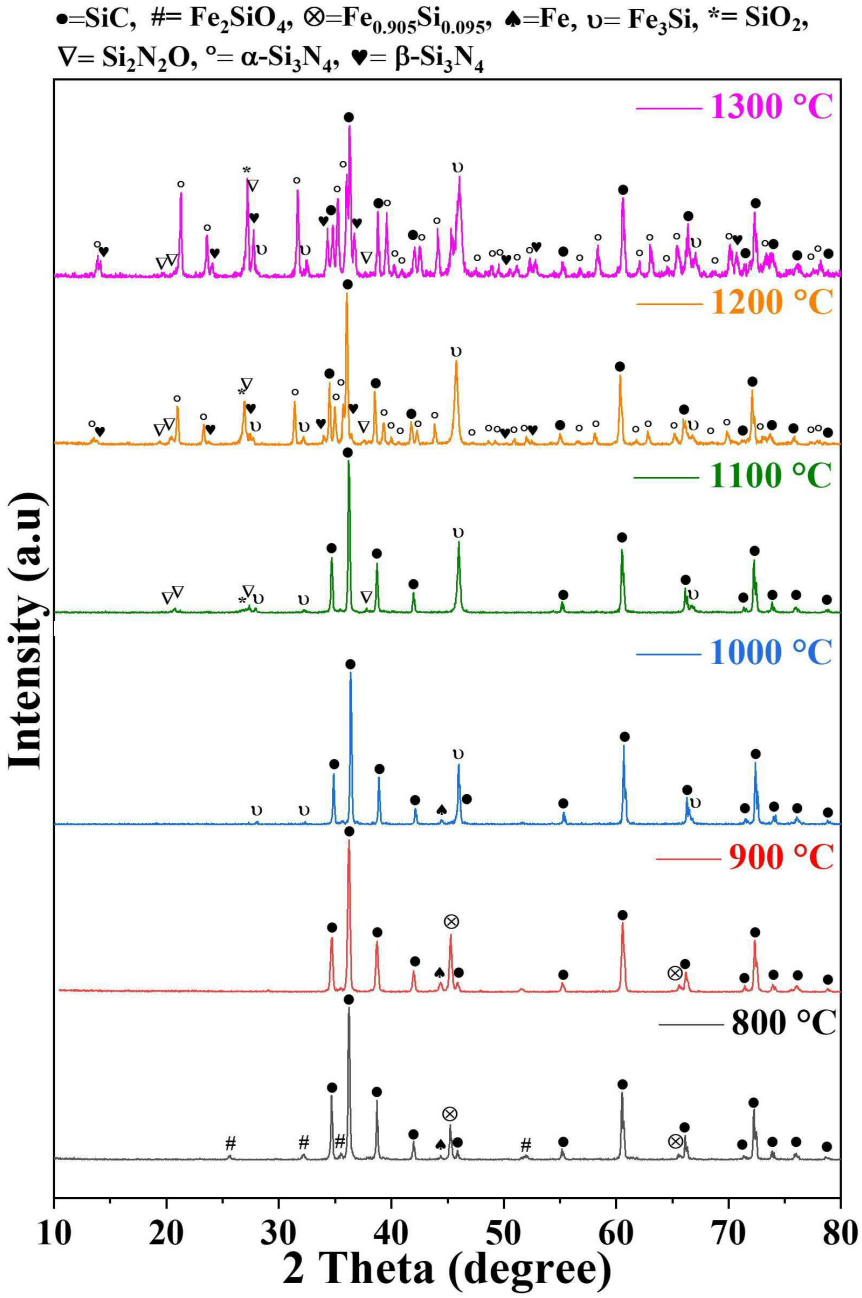
도면1


(a)
SiC
Fe_2O_3
Iron Silicide
Fe_2SiO_4
Fe
SiO_2
Si_2N_2O
Si_3N_4
As Pressed
800 °C
900 °C
1000 °C
1100 °C
1200 °C
1300 °C
Si_2N_2O
Fe_3Si
SiO_2
Si_3N_4
(b)
Microstructure of samples sintered at 1250 °C in different sintering atmospheres
Ar
N_2
N_2+5% H_2

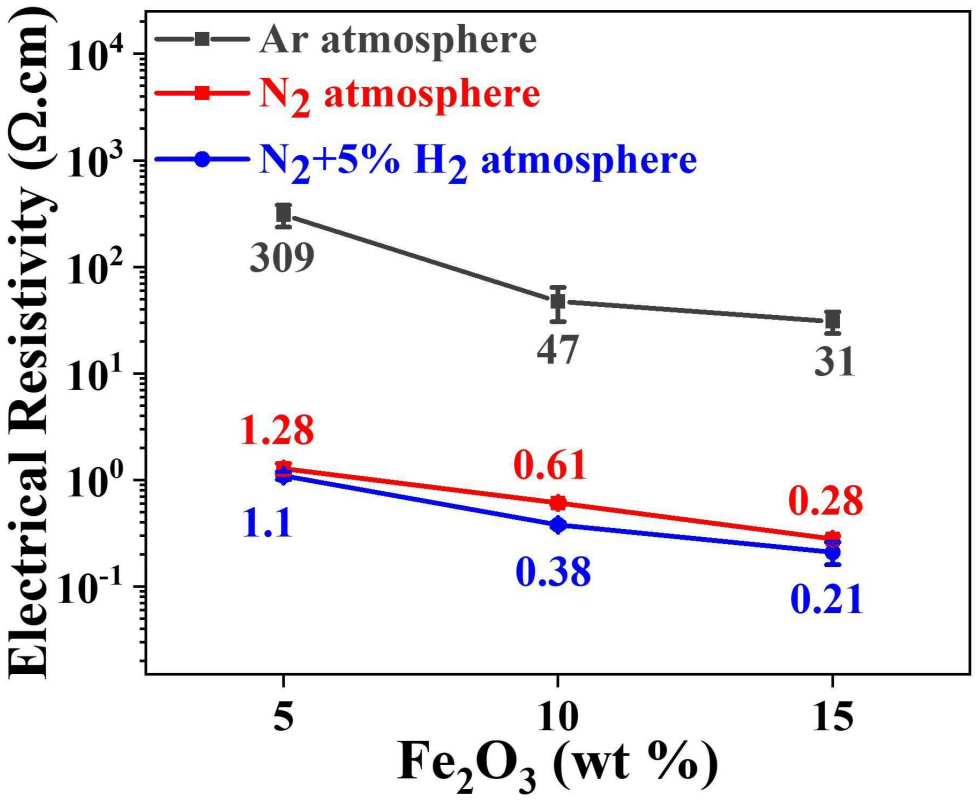
도면2


시작
탄화 규소 분말, 금속 산화물 분말, 바인더를 혼합하여 혼합 용액을 형성하는 단계
S100
상기 혼합 용액을 질소 및 수소 가스 분위기에서 열처리를 통하여 소결하여 금속 규화물과 질화규소 화합물을 포함하는 탄화 규소 복합체를 형성하는 단계
S200
종료

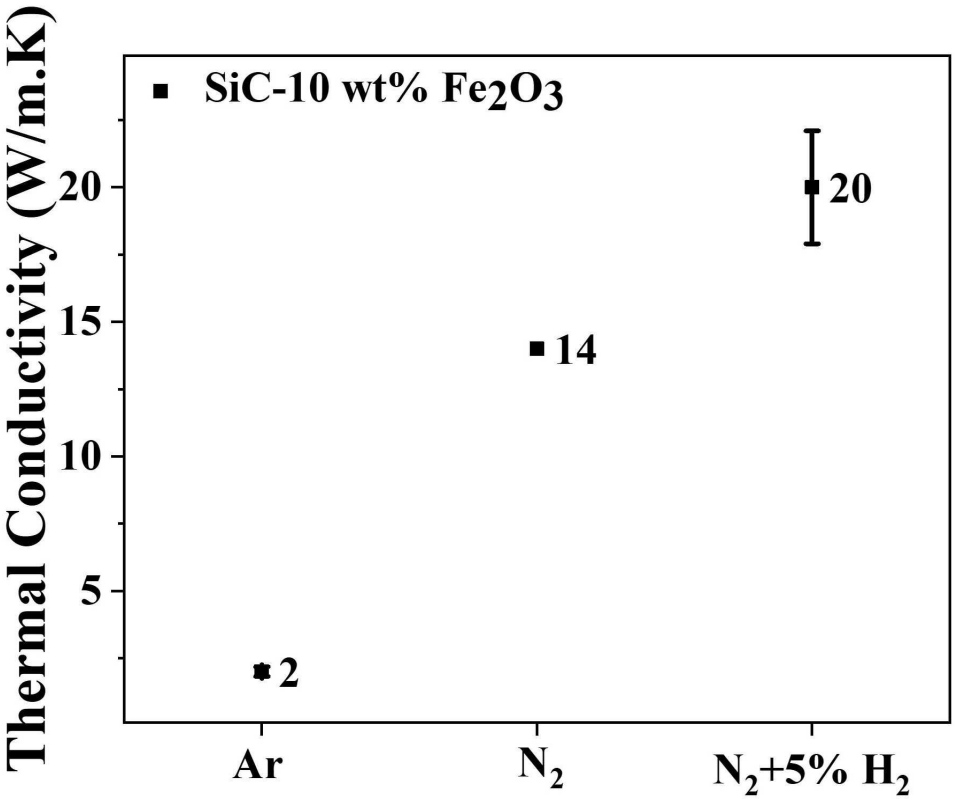
도면3


●=SiC, #= Fe2SiO4, ⊗=Fe0.905Si0.095, ♠=Fe, υ= Fe3Si, *= SiO2,
∇= Si2N2O, °= α-Si3N4, ♥= β-Si3N4
1300 °C
1200 °C
1100 °C
1000 °C
900 °C
800 °C
Intensity (a.u)
10
20
30
40
50
60
70
80
2 Theta (degree)

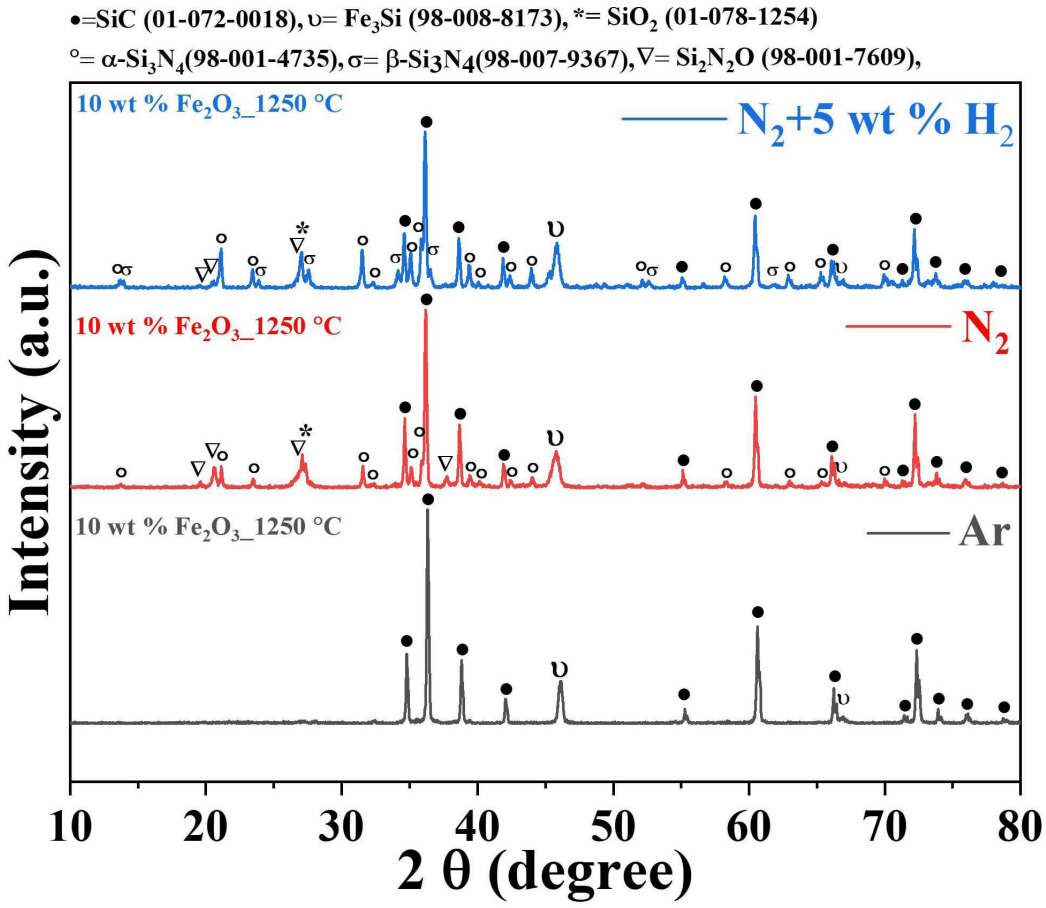
도면4


Ar atmosphere
N2 atmosphere
N2+5% H2 atmosphere
Electrical Resistivity (Ω.cm)
10^4
10^3
10^2
10^1
10^0
10^-1
309
47
31
1.28
0.61
0.28
1.1
0.38
0.21
5
10
15
Fe2O3 (wt %)

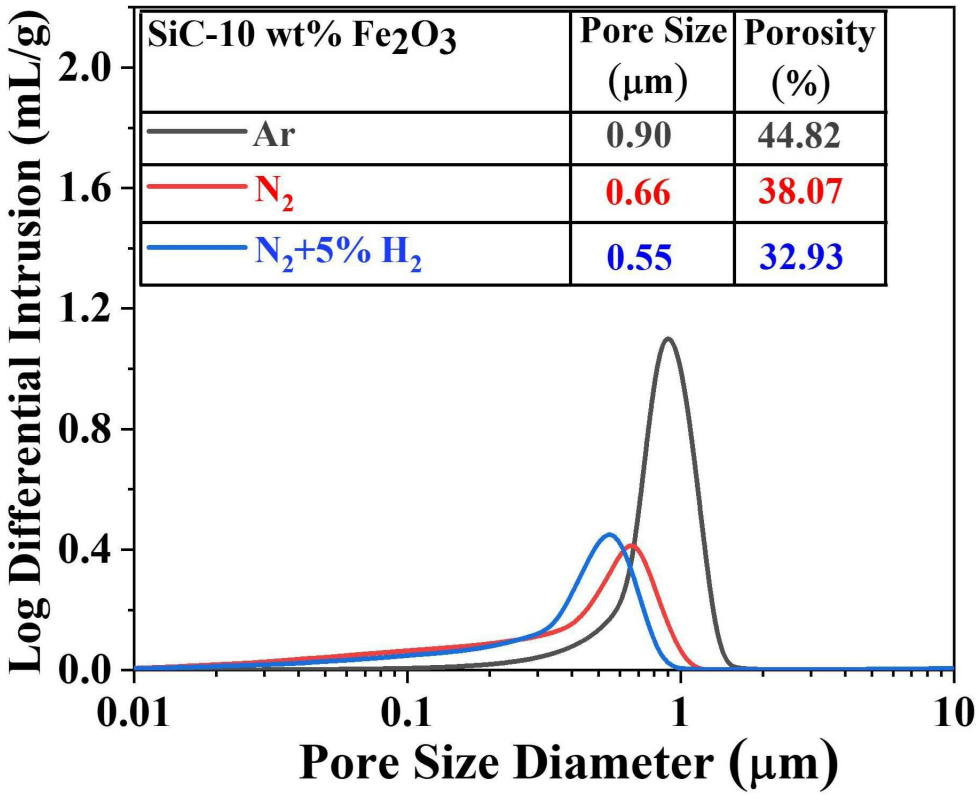
도면5


SiC-10 wt% Fe2O3
Thermal Conductivity (W/m.K)
20
15
10
5
20
14
2
Ar
N2
N2+5% H2

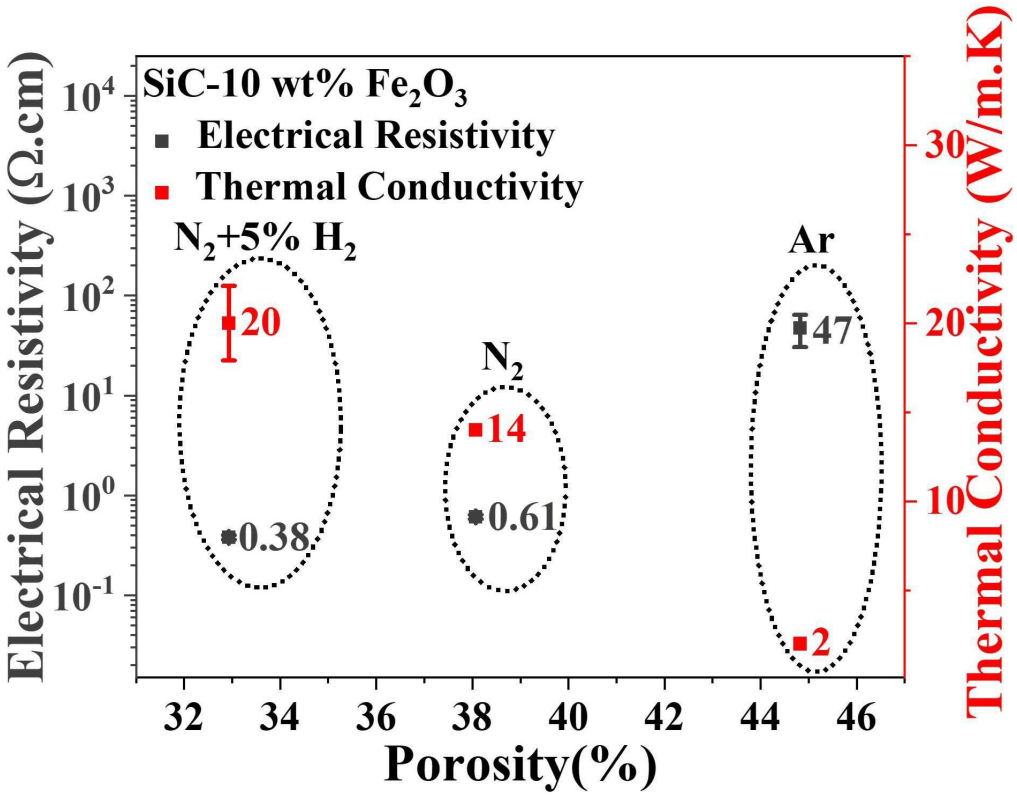
도면6


•=SiC (01-072-0018), υ= Fe3Si (98-008-8173), *= SiO2 (01-078-1254)
°= α-Si3N4(98-001-4735), σ= β-Si3N4(98-007-9367), ∇= Si2N2O (98-001-7609),
10 wt % Fe2O3_1250 °C
N2+5 wt % H2
10 wt % Fe2O3_1250 °C
N2
10 wt % Fe2O3_1250 °C
Ar
Intensity (a.u.)
10
20
30
40
50
60
70
80
2 θ (degree)

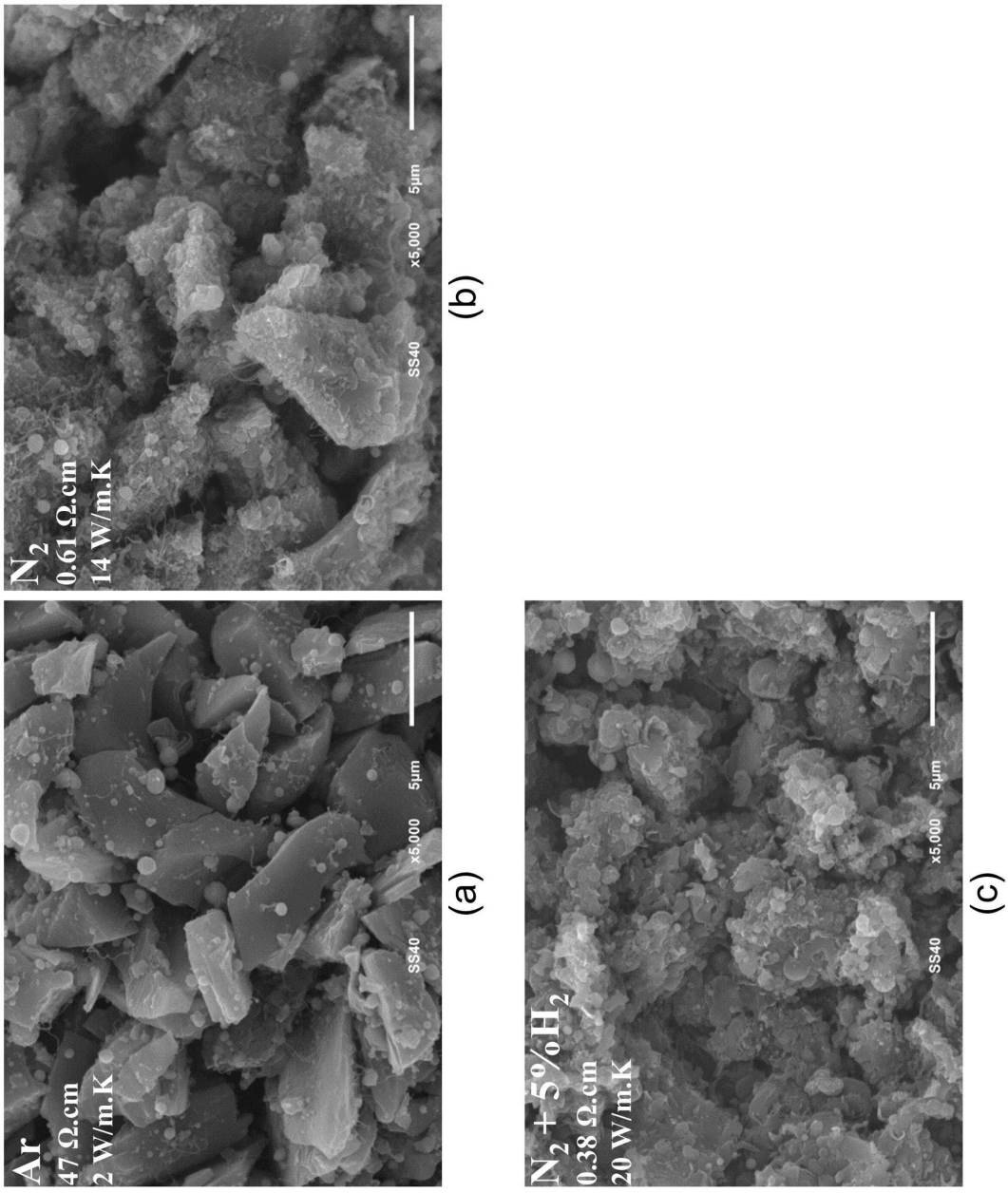
도면7


SiC-10 wt% Fe2O3
Pore Size (μm)
Porosity (%)
Ar
0.90
44.82
N2
0.66
38.07
N2+5% H2
0.55
32.93
Log Differential Intrusion (mL/g)
2.0
1.6
1.2
0.8
0.4
0.0
0.01
0.1
1
10
Pore Size Diameter (μm)

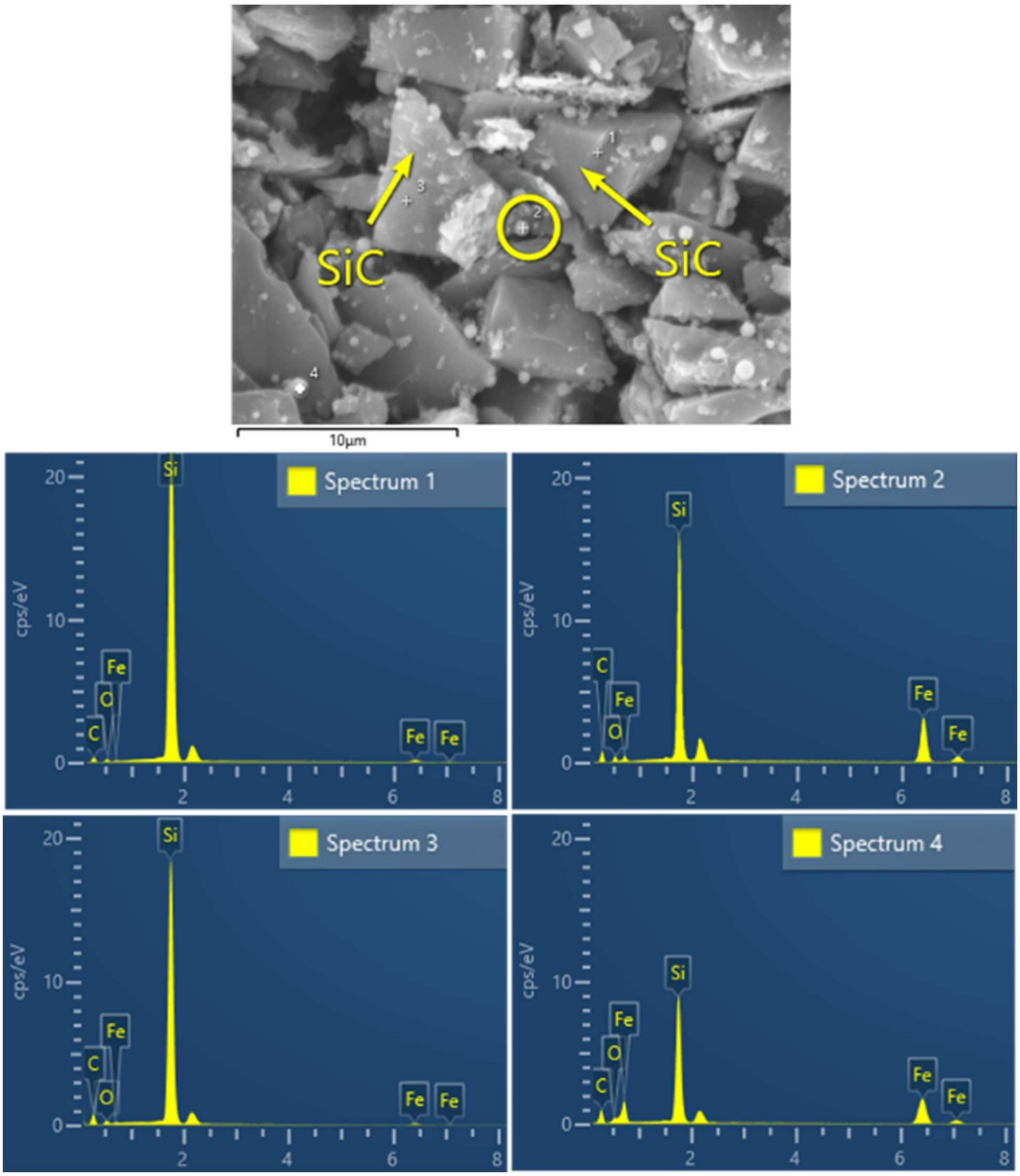
도면8


SiC-10 wt% Fe2O3
Electrical Resistivity
Thermal Conductivity
N2+5% H2
N2
Ar
20
0.38
14
0.61
47
2
Electrical Resistivity (Ω.cm)
Thermal Conductivity (W/m.K)
Porosity(%)

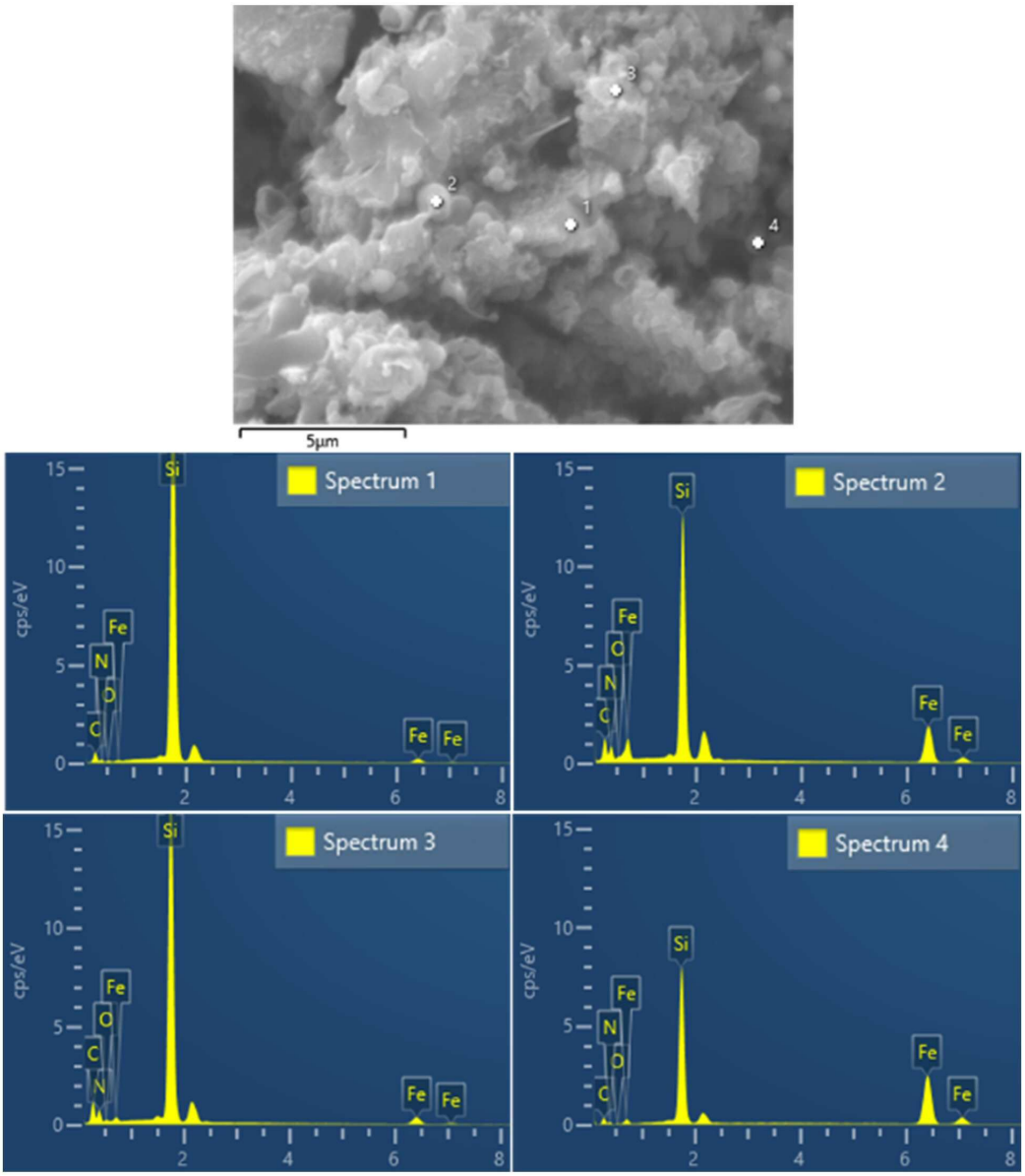
도면9


Ar
47 Ω.cm
2 W/m.K
SS40 x5,000 5μm
(a)
N2
0.61 Ω.cm
14 W/m.K
SS40 x5,000 5μm
(b)
N2 + 5%H2
0.38 Ω.cm
20 W/m.K
SS40 x5,000 5μm
(c)

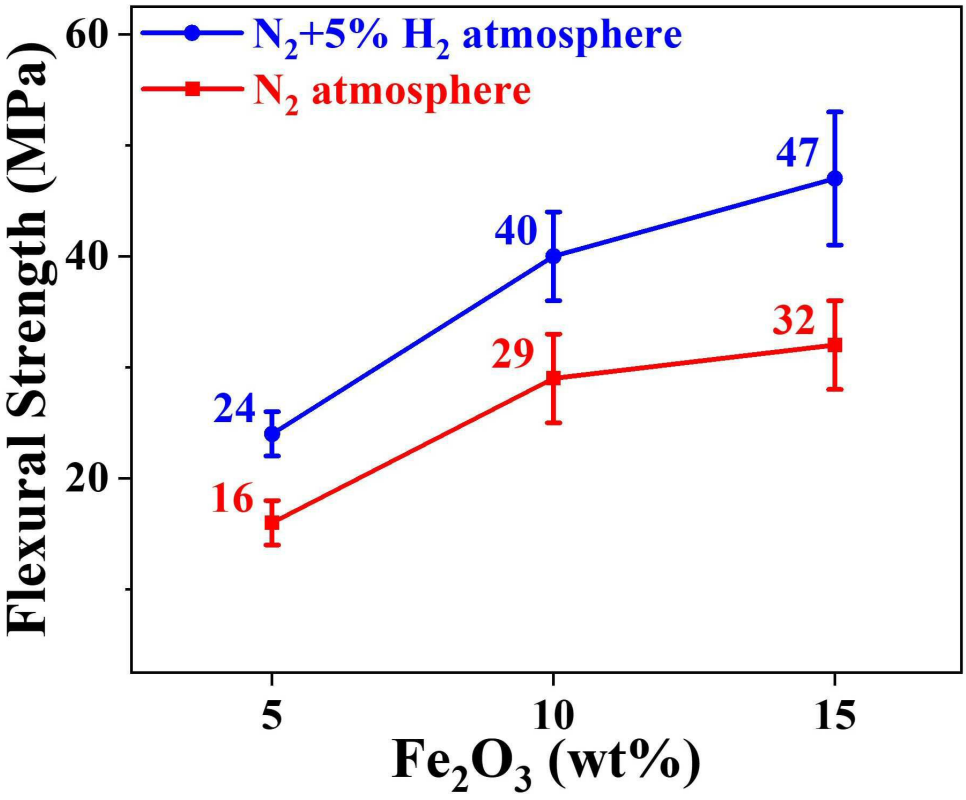
도면10


SiC
SiC
10μm
Spectrum 1
Spectrum 2
Spectrum 3
Spectrum 4
cps/eV
Si
Fe
C
O

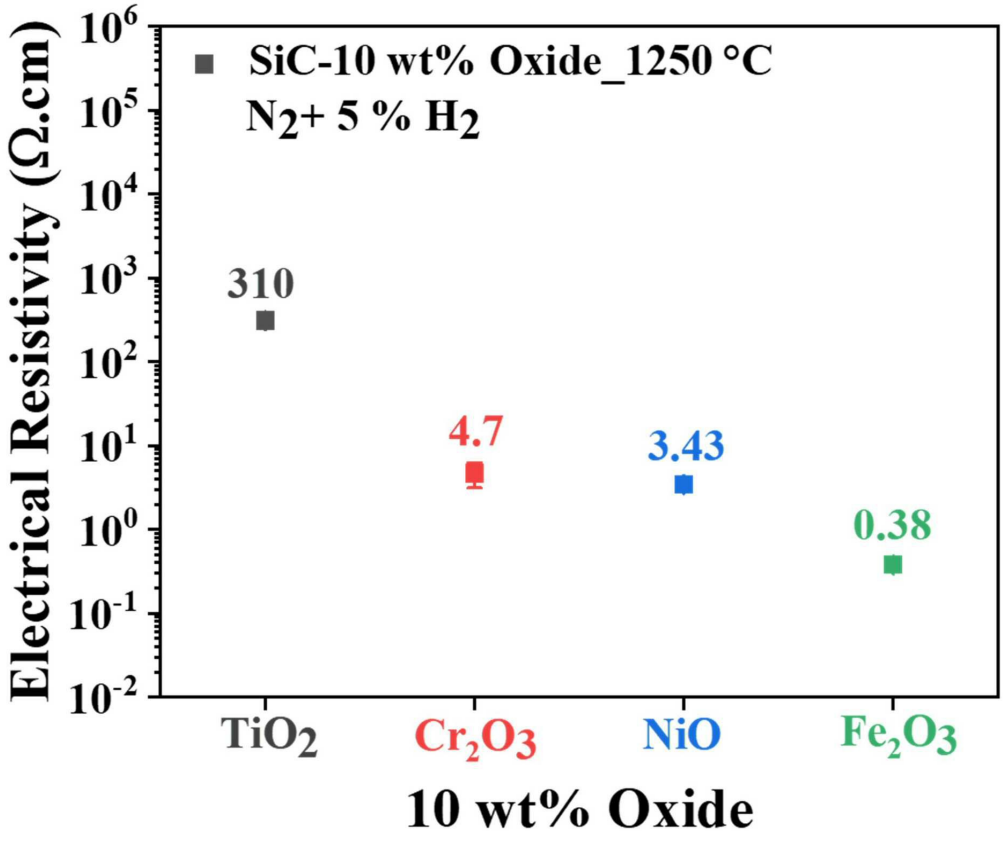
도면11


1
2
3
4
5μm
Spectrum 1
Spectrum 2
Spectrum 3
Spectrum 4
cps/eV
Si
Fe
O
N
C

도면12


N2+5% H2 atmosphere
N2 atmosphere
Flexural Strength (MPa)
60
40
20
47
40
32
29
24
16
5
10
15
Fe2O3 (wt%)

도면13


SiC-10 wt% Oxide_1250 °C
N2+ 5 % H2
Electrical Resistivity (Ω.cm)
10^6
10^5
10^4
10^3
10^2
10^1
10^0
10^-1
10^-2
310
4.7
3.43
0.38
TiO2
Cr2O3
NiO
Fe2O3
10 wt% Oxide