



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2011년06월29일
(11) 등록번호 10-1044202
(24) 등록일자 2011년06월17일

(51) Int. Cl.
C04B 35/584 (2006.01) C04B 35/597 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2009-0016255
(22) 출원일자 2009년02월26일
심사청구일자 2009년02월26일
(65) 공개번호 10-2010-0097355
(43) 공개일자 2010년09월03일
(56) 선행기술조사문헌
KR1020080095075 A
KR1019940014258 A
JP08245266 A
KR100183363 B1

(73) 특허권자
순천향대학교 산학협력단
충남 아산시 신창면 읍내리 646 순천향대학교내
(72) 발명자
이병택
충남 공주시 금홍동 현대아파트 404동 1401호
송호연
충남 천안시 쌍용동 현대4차아파트 401동 707호
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
특허법인 원전

전체 청구항 수 : 총 3 항

심사관 : 김용일

(54) 현탁액에 기포발생을 이용한 다공질 $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}-\text{Si}_3\text{N}_4$ 복합체의 제조방법

(57) 요약

본 발명은 증류수에 유기용매를 혼합하여 제조된 유기용액과 세라믹재료를 혼합하여 제조된 세라믹혼합물을 혼합하고 밀링하여 점액성 현탁액을 제조하고, 제조된 점액성 현탁액을 가열용기에 넣은 후 가열하고 다시 고온가열함과 동시에 질소혼합가스를 노출함으로써,

일반적으로 오염된 공기나 물을 정화하기 위해 사용되고 있는 규소(Si)를 이용한 다공질 세라믹에 비해 강도 및 내산화성을 향상할 수 있을 뿐만 아니라 복잡한 다공질 세라믹 제조방법보다 간단한 제조방법으로 제조할 수 있는 점액성 현탁액에 기포발생을 이용한 다공질 $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}-\text{Si}_3\text{N}_4$ 복합체의 제조방법에 관한 것이다.

본 발명에 따라 점액성 현탁액에 기포발생을 이용한 다공질 $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}-\text{Si}_3\text{N}_4$ 복합체의 제조방법은,

증류수에 유기용매를 혼합하여 제조하는 유기용액 제조과정(제1과정)과; 세라믹재료를 혼합하여 제조하는 세라믹혼합물 제조과정(제2과정)과; 상기 제1과정에서 제조된 유기용액에 상기 제2과정에서 제조된 세라믹혼합물을 혼합한 후 밀링(milling)하는 밀링과정(제3과정)과; 상기 제3과정에서 밀링된 점액성 현탁액을 가열용기에서 가열하는 가열과정(제4과정)과; 상기 제4과정에서 가열된 점액성 현탁액을 고온가열하는 탈지과정(제5과정)과; 상기 제5공정의 다공질 세라믹을 고온가열함과 동시에 질소혼합가스에 노출하는 소결과정(제6과정)으로 이루어진 것을 특징으로 한다.

대 표 도 - 도1



(72) 발명자

이슬람 사미울

충남 천안시 봉명동 223-11번지 101호

김민성

충청남도 공주시 봉황동 360-1

특허청구의 범위

청구항 1

10~15부피%의 증류수에 85~90부피%의 메탄올을 점차적으로 혼합함과 동시에 교반하여 유기용액을 제조하는 유기용액 제조공정(제1공정)과;

세라믹재료인 규소(Si)에 소결첨가제인 메틸셀룰로스, 이트리아, 알루미나를 혼합기에서 혼합하여 세라믹혼합물을 제조하는 세라믹혼합물 제조공정(제2공정)과;

상기 제1공정의 유기용액에 상기 제2공정의 세라믹혼합물을 중량대비 1:0.1~0.2로 혼합한 후 알루미나 볼을 이용하여 2~3시간 동안 볼밀링(ball-milling)하여 점액성 현탁액을 제조하는 밀링공정(제3공정)과;

상기 제3공정의 점액성 현탁액을 가열용기에 넣은 후 가열용기의 하단부분을 가열하되, 2~3시간 동안 110~130℃로 가열하는 가열공정(제4공정)과;

상기 제4공정에서 가열용기의 내부의 형상으로 가공된 점액성 현탁액을 2~3시간 동안 900~1100℃로 가열하여 다공질 세라믹을 제조하는 탈지공정(제5공정)과;

상기 제5공정의 다공질 세라믹을 2~3시간 동안 1350~1450℃에서 가열함과 동시에 질소혼합가스에 노출하는 소결공정(제6공정)으로 이루어진 것을 특징으로 하는 점액성 현탁액에 기포발생을 이용한 다공질 $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O-Si}_3\text{N}_4$ 복합체의 제조방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 제2공정의 세라믹혼합물은 규소에 메틸셀룰로스, 이트리아, 알루미나를 중량대비 1:0.2~0.6:0.04~0.07:0.01~0.03로 혼합한 것을 특징으로 하는 점액성 현탁액에 기포발생을 이용한 다공질 $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O-Si}_3\text{N}_4$ 복합체의 제조방법.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 제6공정에서 사용되는 질소혼합가스는 95~85부피%의 질소와 5~15부피%의 수소로 이루어진 것을 특징으로 소결공정(제6공정)으로 이루어진 것을 특징으로 하는 점액성 현탁액에 기포발생을 이용한 다공질 $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O-Si}_3\text{N}_4$ 복합체의 제조방법.

명세서

발명의 상세한 설명

기술분야

[0001] 본 발명은 증류수에 유기용매를 혼합하여 제조된 유기용액과 세라믹재료를 혼합하여 제조된 세라믹혼합물을 혼합하고 밀링하여 점액성 현탁액을 제조하고, 제조된 점액성 현탁액을 가열용기에 넣은 후 가열하고 다시 고온가열함과 동시에 질소혼합가스를 노출함으로써,

[0002] 일반적으로 오염된 공기나 물을 정화하기 위해 사용되고 있는 규소(Si)를 이용한 다공질 세라믹에 비해 강도 및 내산화성을 향상할 수 있을 뿐만 아니라 복잡한 다공질 세라믹 제조방법보다 간단한 제조방법으로 제조할 수 있는 점액성 현탁액에 기포발생을 이용한 다공질 $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O-Si}_3\text{N}_4$ 복합체의 제조방법에 관한 것이다.

배경 기술

- [0003] 산업혁명 이후 산업의 발전에 따라 각 산업공정에서 발생하는 분진, 매연, 폐가스, 연기, 휘발성 유기 화합물(Volatile organic chemicals : VOC's)등의 유해물질의 폐해는 더욱 늘어나고 있는 실정이다. 따라서 이러한 공해물질의 방출을 막기 위하여 일부에서는 고분자 필터를 사용하고 있으나 고분자 필터의 경우에는 내열성, 내화학적, 내마모성 및 난연성에 있어서 취약한 문제점이 있다.
- [0004] 또한 각 산업의 연소공정 중에 불꽃이 발생하여 필터에 붙게 되면 필터에 붙은 불꽃은 화재로 이어지거나, 필터에 구멍을 내며, 쓰레기 소각로, 보일러, 석탄 화력 발전소, 석탄 가스화 복합 발전의 경우는 배기가스가 대기 중에 노출될 위험이 있으므로 강화되는 환경규제에 역행하게 된다는 문제점이 있다.
- [0005] 이러한 문제점을 해결하기 위하여 세라믹 필터의 개발이 이루어져 왔는데, 특히, 탄화규소 분말을 포함한 조성물을 압출, 건조 및 열처리하여 제조되는 압출 타입의 탄화규소(SiC) 필터가 널리 통용되고 있는 실정이다.
- [0006] 여기서 탄화규소는 규소를 이용한 세라믹이며, 오염된 동거나 물을 정화하는 환경필터로써 각광을 받아 왔다. 이중에서도 반응소결을 통해 제조된 질소-규소(Si_3N_4 (RBSN))세라믹은 저가의 초기 물질, 쉬운 크기 제어, 강한 강도 보유력, 고온에서의 우수한 화학적 안정성등의 장점을 갖기 때문에 환경필터로써 주목을 받고 있으며, 산화질소-규소($\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}$)세라믹은 고온 강도와 내산화성이 우수하여 환경이 심각한 공업 분야에서 사용되고 있다.
- [0007] 상기의 질소-규소 세라믹(Si_3N_4)와 산화 질소-규소($\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}$)로 이루어진 복합체는 질소-규소 세라믹(Si_3N_4)의 강도와 산화 질소-규소($\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}$)의 내산화성이 결합된 특성을 나타내는 변형된 미세구조를 갖는다는 것이 밝혀졌다.
- [0008] 따라서, $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}$ - Si_3N_4 다공질 복합체는 심각한 환경에서 필터로 사용할 수 있다.
- [0009] 반면, 종래의 제조방법에서는 여과 능력을 향상하기 위해서 다공질 세라믹의 기공율을 높이거나 표면을 변형하지만, 수많은 열처리 과정을 비롯한 제조공정상의 복잡함과 제조공정에 필요한 장치의 비대함으로 시간 및 공간의 제약으로 인한 경제적 손실이 있을 뿐만 아니라 기공율의 증가로 인한 다공질 세라믹의 기계적 특성이 저하되는 문제점이 있다.

발명의 내용

해결 하고자하는 과제

- [0010] 상기와 같은 실정 및 문제점을 해결하고자 발명한 것으로,
- [0011] 본 발명은 증류수에 유기용매를 혼합하여 제조된 유기용액과 세라믹재료를 혼합하여 제조된 세라믹혼합물을 혼합하고 밀링하여 점액성 현탁액을 제조하고, 제조된 점액성 현탁액을 가열용기에 넣은 후 가열하고 다시 고온가열함과 동시에 질소혼합가스를 노출함으로써,
- [0012] 일반적으로 오염된 공기나 물을 정화하기 위해 사용되고 있는 규소(Si)를 이용한 다공질 세라믹에 비해 강도 및 내산화성을 향상할 수 있을 뿐만 아니라 복잡한 다공질 세라믹 제조방법보다 간단한 제조방법으로 제조할 수 있는 점액성 현탁액에 기포발생을 이용한 다공질 $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}$ - Si_3N_4 복합체의 제조방법을 제공하는데 그 목적이 있다.

과제 해결수단

- [0013] 상기와 같은 목적을 달성하기 위한 본 발명에 따라 점액성 현탁액에 기포발생을 이용한 다공질 $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}$ - Si_3N_4 복합체의 제조방법은,
- [0014] 증류수에 유기용매를 혼합하여 제조하는 유기용액 제조공정(제1공정)과; 세라믹재료를 혼합하여 제조하는 세라믹혼합물 제조공정(제2공정)과; 상기 제1공정에서 제조된 유기용액에 상기 제2공정에서 제조된 세라믹혼합물을 혼합한 후 밀링(milling)하는 밀링공정(제3공정)과; 상기 제3공정에서 밀링된 점액성 현탁액을 가열용기에서 가열하는 가열공정(제4공정)과; 상기 제4공정에서 가열된 점액성 현탁액을 고온가열하는 탈지공정(제5공정)과; 상기 제5공정의 다공질 세라믹을 고온가열함과 동시에 질소혼합가스에 노출하는 소결공정(제6공정)으로 이루어진

것을 특징으로 한다.

효 과

- [0015] 본 발명에 의한 점액성 현탁액에 기포발생을 이용한 다공질 $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O-Si}_3\text{N}_4$ 복합체의 제조방법은,
- [0016] 일반적으로 오염된 공기나 물을 정화하기 위해 사용되고 있는 규소(Si)를 이용한 다공질 세라믹에 비해 강도 및 내산화성을 향상할 수 있다.
- [0017] 그리고, 복잡한 다공질 세라믹 제조방법보다 간단한 제조방법으로 제조할 수 있다.

발명의 실시를 위한 구체적인 내용

- [0018] 이하, 첨부된 도면에 의거 본 발명의 구성을 상세히 설명하면 다음과 같다.
- [0019] 도 1은 본 발명에 따른 점액성 현탁액에 기포발생을 이용한 다공질 $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O-Si}_3\text{N}_4$ 복합체의 제조방법을 개략적으로 도시한 공정흐름도이고, 도 2는 본 발명에서 가열공정(제4공정) 이후 점액성 현탁액의 종단면을 촬영한 SEM 현미경 사진이고, 도 3은 본 발명에서 가열공정(제4공정) 이후 점액성 현탁액의 횡단면을 촬영한 SEM 현미경 사진이고, 도 4는 본 발명에 따라 제조된 다공질 $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O-Si}_3\text{N}_4$ 복합체의 종단면을 촬영한 SEM 현미경 사진이고, 도 5는 본 발명에 따라 제조된 다공질 $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O-Si}_3\text{N}_4$ 복합체의 종단면을 확대 촬영한 SEM 현미경 사진이고, 도 6은 본 발명에 따라 제조된 다공질 $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O-Si}_3\text{N}_4$ 복합체의 횡단면을 촬영한 SEM 현미경 사진이고, 도 7은 본 발명에 따라 제조된 다공질 $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O-Si}_3\text{N}_4$ 복합체의 횡단면을 확대 촬영한 SEM 현미경 사진이고, 도 8은 본 발명에서 탈지 공정(제5공정) 이후 제조된 다공질 세라믹의 조성물을 분석한 X선 회절 분석기(XRD) 분석 데이터이고, 도 9는 본 발명에 따라 제조된 다공질 $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O-Si}_3\text{N}_4$ 복합체의 조성물을 분석한 X선 회절 분석기(XRD) 분석 데이터이다.
- [0020] 1. 유기용액 제조공정(제1공정)
- [0021] 증류수에 유기용매를 혼합하여 제조하는 공정으로,
- [0022] 10~15부피%의 증류수에 85~90부피%의 유기용매를 점차적으로 혼합함과 동시에 교반하여 제조한다.
- [0023] 이때 상기 유기용액의 유기용매는 메탄올(Methanol), 에탄올(Ethanol), 프로판올(propanol), 부탄올(butanol) 중 어느 하나를 선택하여 사용한다.
- [0024] 특히 상기에서 사용되는 유기용매로는 에탄올을 사용하는 것이 바람직하다.
- [0025] 상기와 같이 증류수에 유기용매를 혼합한 것을 유기용액이라 한다.
- [0026] 2. 세라믹혼합물 제조공정(제2공정)
- [0027] 세라믹재료에 소결첨가제를 혼합하여 제조하는 공정으로,
- [0028] 세라믹재료인 규소(Si)에 소결첨가제인 메틸셀룰로스(Methylcellulose, MC), 이트리아(yttria, Y_2O_3), 알루미늄(Al_2O_3)을 혼합기에서 혼합한다.
- [0029] 상기의 규소, 메틸셀룰로스, 이트리아, 알루미늄은 분말의 형태로 이루어져 있다.
- [0030] 여기서, 세라믹재료에 소결첨가제를 혼합한 것을 세라믹혼합물이라고 한다.
- [0031] 이때, 상기 세라믹혼합물은 규소에 메틸셀룰로스, 이트리아, 알루미늄을 중량대비 1:0.2~0.6:0.04~0.07:0.01~0.03로 혼합한 것을 특징으로 한다.
- [0032] 특히, 규소에 메틸셀룰로스를 혼합하는 것은 메틸셀룰로스 분말에 수분이 혼합되면 메틸셀룰로스는 점성(끈적거

림)이 생김에 따라, 규소가 특정한 위치에 소집되는 것이 아니라 고르게 분산되는 것이다.

[0033] 3. 밀링공정(제3공정)

[0034] 유기용액에 세라믹혼합물을 혼합하여 밀링(milling)하는 공정으로,

[0035] 상기 제1공정의 유기용액에 상기 제2공정의 세라믹혼합물을 중량대비 1:0.1~0.2로 혼합한 후 알루미나 볼을 이용하여 2~3시간 동안 볼밀링(ball-milling)한다.

[0036] 여기서, 유기용액에 세라믹혼합물을 중량대비 1:0.1~0.2로 혼합하는 것은 세라믹혼합물의 메틸셀룰로스 분말이 유기용액에 분산됨과 동시에 점성이 생김에 따라, 규소가 점성이 있는 메틸셀룰로스에 접착되어 고르게 분산하기 위함이다.

[0037] 그리고, 유기용액에 세라믹혼합물을 중량대비 1:0.1 미만으로 혼합될 경우 세라믹혼합물의 메틸셀룰로스 분말이 유기용액에 분산됨과 동시에 생기는 점성이 충분하지 못하여 규소가 고르게 분산되지 않으며, 유기용액에 세라믹혼합물을 중량대비 1:0.2 초과로 혼합될 경우 유기용액의 혼합 비율이 낮아 규소가 고르게 분산되지 못하여 최종생성물의 기공이 충분히 형성하지 못하기 때문이다.

[0038] 또한, 유기용액에 세라믹혼합물을 혼합한 후 알루미나 볼을 이용하여 밀링한 것을 점액성 현탁액(Viscous Slurry)이라 한다.

[0039] 4. 가열공정(제4공정)

[0040] 점액성 현탁액을 가열용기에 넣은 후 가열하는 공정으로,

[0041] 상기 제3공정의 점액성 현탁액을 가열용기에 넣은 후 가열용기의 하단부분을 가열하되, 2~3시간 동안 110~130℃로 가열한다.

[0042] 여기서, 점액성 현탁액을 넣은 가열용기의 하단을 가열하면서 가열온도가 110~130℃인 것은 유기용액의 유기용매와 증류수가 110~130℃ 이하의 온도에서 기화되어 기포가 발생하게 되며, 발생된 기포는 가열용기의 하단에 가열함에 따라 하단부터 기포가 발생하여 외부로 방출된다.

[0043] 이와 같이, 점액성 현탁액의 하단에서 발생된 유기용매와 증류수의 기포는 외부로 방출됨에 따라 점액성 현탁액에 기포로 인해 기공이 형성되게 된다.

[0044] 또한, 유기용매가 기포로 증발할수록 점액성 현탁액에 유기용매와 증류수가 줄어들어 점액성 현탁액의 밀도가 증가하여 결합력이 향상되어 가열용기의 내부의 형상으로 형성이 되므로, 사용자가 원하는 최종생성물의 형태는 가열용기의 내부의 형상에 따라 최종생성물의 형태가 결정된다.

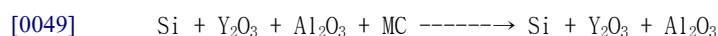
[0045] 5. 탈지공정(제5공정)

[0046] 가열용기의 내부의 형상으로 가공된 점액성 현탁액을 고온가열하는 공정으로,

[0047] 상기 제4공정에서 가열용기의 내부의 형상으로 가공된 점액성 현탁액을 2~3시간 동안 900~1100℃로 가열한다.

[0048] 여기서, 가열용기의 내부의 형상으로 형성된 점액성 현탁액에 900~1100℃의 온도를 가하는 것은 점액성 현탁액의 메틸셀룰로스를 제거하기 위한 뿐만 아니라 상기 제4공정에서 제거되지 않은 유기용매와 증류수를 제거하기 위함이며, 하기의 반응식 1을 통해 알 수 있다.

반응식 1



[0050] 여기서, 메틸셀룰로스를 제거한 가열용기의 내부의 형상으로 형성된 점액성 현탁액을 다공질 세라믹이라고 한다.

- [0051] 6. 소결공정(제6공정)
- [0052] 다공질 세라믹을 고온가열함과 동시에 질소혼합가스에 노출하는 공정으로,
- [0053] 상기 제5공정의 다공질 세라믹을 2~3시간 동안 1350~1450℃에서 가열함과 동시에 질소혼합가스에 노출한다.
- [0054] 이때, 상기에서 사용되는 질소혼합가스는 95~85부피%의 질소와 5~15부피%의 수소로 이루어진 것을 특징으로 한다.
- [0055] 여기서, 다공질 세라믹에 1350~1450℃의 온도로 가열함과 동시에 95~85부피%의 질소와 5~15부피%의 수소로 이루어진 질소혼합가스를 노출하는 것은 다공질 세라믹에 질소를 용융하기 위함이며, 하기의 반응식 2를 통해 알 수 있다.
- 반응식 2**
- [0056] (1) $\text{SiO}_2(\text{s}) + \text{N}_2(\text{g}) \rightarrow \text{SiO}(\text{g}) + \text{N}_2\text{O}(\text{g})$
- [0057] (2) $3\text{SiO}(\text{g}) + \text{N}_2(\text{g}) \rightarrow \text{Si}_2\text{N}_2\text{O}(\text{s}) + \text{SiO}_2(\text{g})$
- [0058] (3) $2\text{SiO}(\text{g}) + \text{N}_2(\text{g}) \rightarrow \text{Si}_2\text{N}_2\text{O}(\text{s}) + 1/2\text{O}_2(\text{g})$
- [0059] (4) $3\text{Si}(\text{s}) + 2\text{N}_2(\text{g}) \rightarrow \text{Si}_3\text{N}_4(\text{s})$
- [0060] 상기의 반응식 2를 통해 알 수 있듯이, 다공질 세라믹에 질소가 용융되어 최종생성물인 다공질 $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}-\text{Si}_3\text{N}_4$ 복합체가 생성된다.
- [0061] 이하에서 실시예를 통하여 본 발명을 보다 구체적으로 설명한다. 그러나 하기의 실시예는 본 발명을 구체적으로 예시하기 위한 것일 뿐, 본 발명의 권리범위를 제한하는 것이 아님은 당업자에게 있어서 명백한 사실이다. 즉, 본 발명의 단순한 변형 내지 변경은 당업자에 의하여 용이하게 실시될 수 있으며, 이러한 변형이나 변경은 모두 본 발명의 영역에 포함되는 것으로 볼 수 있다.
- [0062] 실시예 : 본 발명에 따라 제조된 다공질 $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}-\text{Si}_3\text{N}_4$ 복합체
- [0063] 15ℓ의 증류수(D.W.)에 85ℓ의 메탄올을 점차적으로 혼합함과 동시에 교반하여 유기용액을 제조한다.
- [0064] 그리고, 세라믹재료인 10kg의 규소, 4kg의 메틸셀룰로오스, 0.5kg의 이트리아, 0.2kg의 알루미늄을 혼합하여 세라믹혼합물을 제조한다.
- [0065] 상기에서 제조된 100ℓ의 유기용액에 상기에서 제조된 14.7kg의 세라믹혼합물을 혼합한 후 알루미늄을 이용하여 3시간 동안 불밀링하여 점액성 현탁액을 제조한다.
- [0066] 상기 제조된 점액성 현탁액을 가열용기에 넣은 후 120℃의 온도로 가열용기의 하단부분을 3시간 동안 가열한 후 1000℃의 온도로 3시간 동안 다시 가열하여 다공질 세라믹을 제조한다.
- [0067] 상기에서 제조된 다공질 세라믹을 3시간 동안 1400℃의 고온에서 가열함과 동시에 90부피%의 질소와 10부피%로 이루어진 질소혼합가스를 노출한다.
- [0068] 비교예 : 종래의 제조방법으로 제조된 다공질 $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}-\text{Si}_3\text{N}_4$ 복합체
- [0069] 이하, 첨부된 도 10에 의거 종래의 제조방법으로 제조된 다공질 $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}-\text{Si}_3\text{N}_4$ 복합체를 상세히 설명하면 다음과 같다.
- [0070] 세라믹재료인 10kg의 규소, 4kg의 탄소(Carbon), 0.5kg의 이트리아, 0.2kg의 알루미늄을 혼합하여 세라믹혼합물을 제조한다.

- [0071] 100 ℓ의 증류수에 상기에서 제조된 14.7kg의 세라믹혼합물을 혼합한 후 알루미늄 불을 이용하여 3시간 동안 불 밀링하여 점액성 현탁액인 카본 로드(Carbon Rod)를 제조한다.
- [0072] 상기에서 제조된 카본 로드를 압출기에 넣은 후 압출하고, 사용자가 원하는 두께에 맞게 압출된 카본 로드를 적층시킨다.
- [0073] 적층시킨 카본 로드를 700℃의 고온에서 가열함과 동시에 질소혼합가스(N₂ MIX gas)를 노출한 후 1000℃의 고온에서 가열함과 동시에 일반공기(Air)를 노출하고, 다시 1400℃의 고온에서 질화(Nitridation)공정을 한다.
- [0074] 실험 : 압축강도 측정 실험
- [0075] 본 발명에 따라 제조된 다공질 Si₂N₂O-Si₃N₄ 복합체(실시예)와 종래 방법으로 제조된 다공질 Si₂N₂O-Si₃N₄ 복합체(비교예)를 압축강도 측정기로 측정을 하였다. 측정한 결과는 하기의 표 1에 나타내었다.
- [0076] 압축강도 측정방법은 압축강도 측정기(UnitechTM, R&B, Daejeon, Korea)를 이용하여 0.5mm/min의 속도로 압축강도를 5회 반복 측정을 하였다.

표 1

	실시예의 압축강도(MPa)	비교예의 압축강도(MPa)
1	31	25
2	30	23.5
3	28	26.5
4	28.5	24
5	32.5	26
평균	30	25

- [0078] 상기 표1을 통해 알 수 있듯이, 실시예와 비교예의 압축강도를 측정한 결과 평균적으로 실시예의 압축강도가 비교예의 압축강도에 비해 높음을 알 수 있다.
- [0079] 이는 실시예의 제조방법에서는 비교예의 제조방법에서 있는 질화공정이 없어 졌기 때문이다.

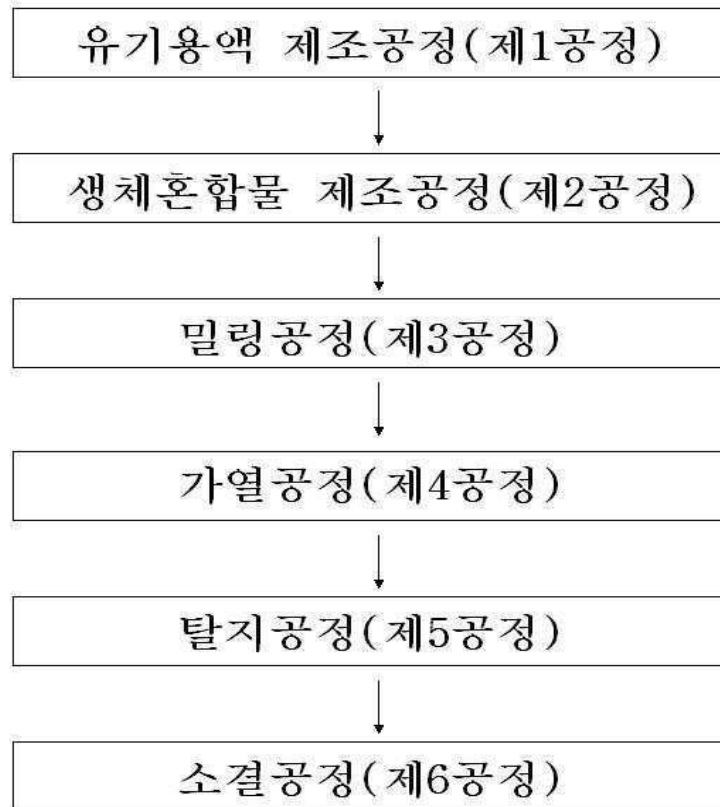
도면의 간단한 설명

- [0080] 도 1은 본 발명에 따른 점액성 현탁액에 기포발생을 이용한 다공질 Si₂N₂O-Si₃N₄ 복합체의 제조방법을 개략적으로 도시한 공정흐름도이다.
- [0081] 도 2는 본 발명에서 가열공정(제4공정) 이후 점액성 현탁액의 종단면을 촬영한 SEM 현미경 사진이다.
- [0082] 도 3은 본 발명에서 가열공정(제4공정) 이후 점액성 현탁액의 횡단면을 촬영한 SEM 현미경 사진이다.
- [0083] 도 4는 본 발명에 따라 제조된 다공질 Si₂N₂O-Si₃N₄ 복합체의 종단면을 촬영한 SEM 현미경 사진이다.
- [0084] 도 5는 본 발명에 따라 제조된 다공질 Si₂N₂O-Si₃N₄ 복합체의 종단면을 확대 촬영한 SEM 현미경 사진이다.
- [0085] 도 6은 본 발명에 따라 제조된 다공질 Si₂N₂O-Si₃N₄ 복합체의 횡단면을 촬영한 SEM 현미경 사진이다.
- [0086] 도 7은 본 발명에 따라 제조된 다공질 Si₂N₂O-Si₃N₄ 복합체의 횡단면을 확대 촬영한 SEM 현미경 사진이다.
- [0087] 도 8은 본 발명에서 탈지공정(제5공정) 이후 제조된 다공질 세라믹의 조성물을 분석한 X선 회절 분석기(XRD) 분석 데이터이다.
- [0088] 도 9는 본 발명에 따라 제조된 다공질 Si₂N₂O-Si₃N₄ 복합체의 조성물을 분석한 X선 회절 분석기(XRD) 분석 데이터이다.
- [0089] 도 10은 종래의 제조방법(비교예)에 따른 다공질 Si₂N₂O-Si₃N₄ 복합체의 제조방법을 개략적으로 도시한 공정흐름

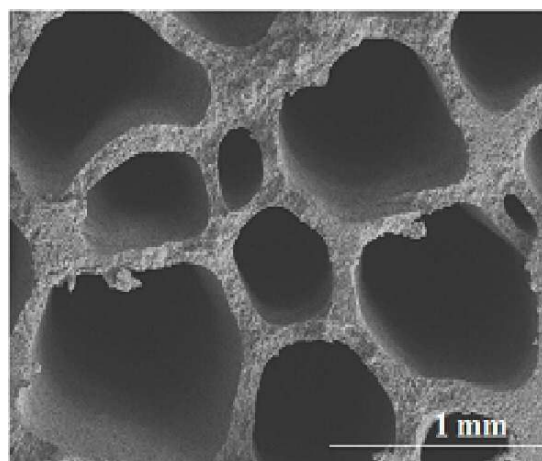
도이다.

도면

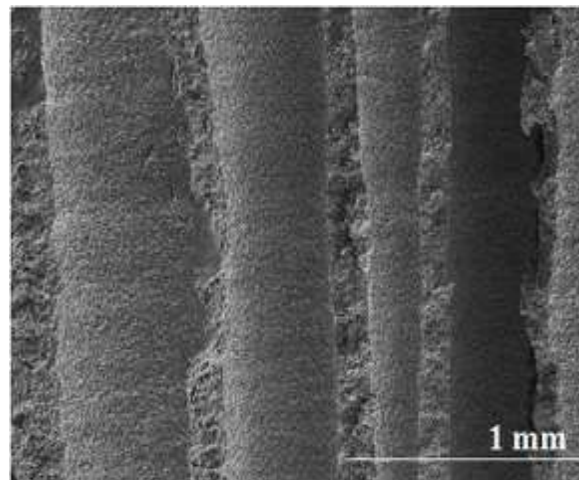
도면1



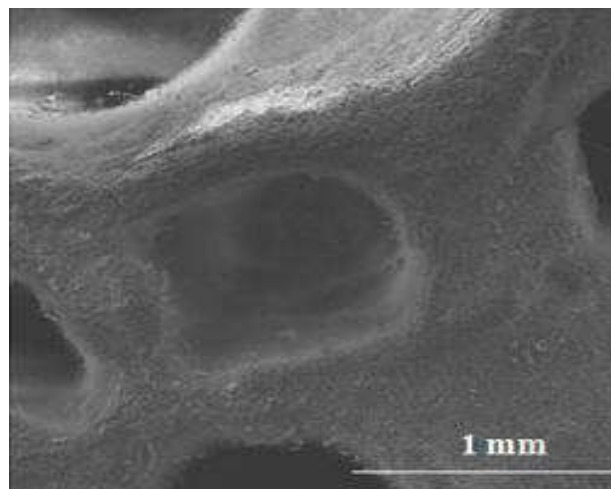
도면2



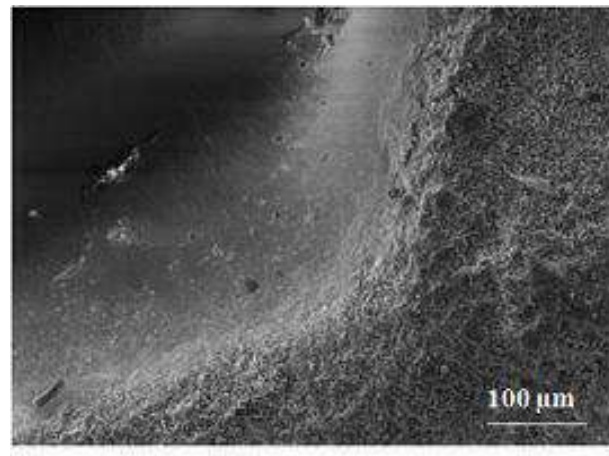
도면3



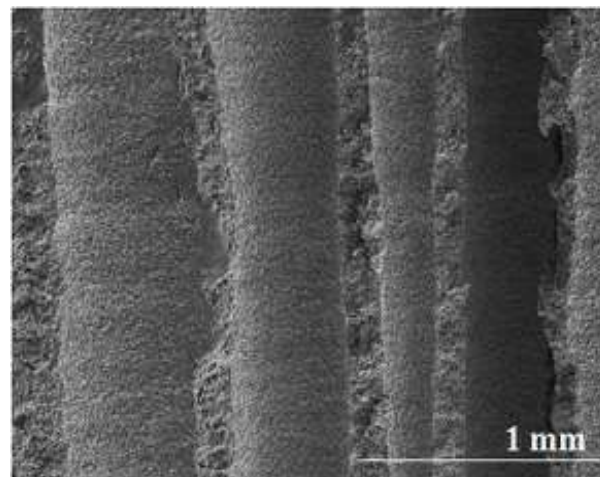
도면4



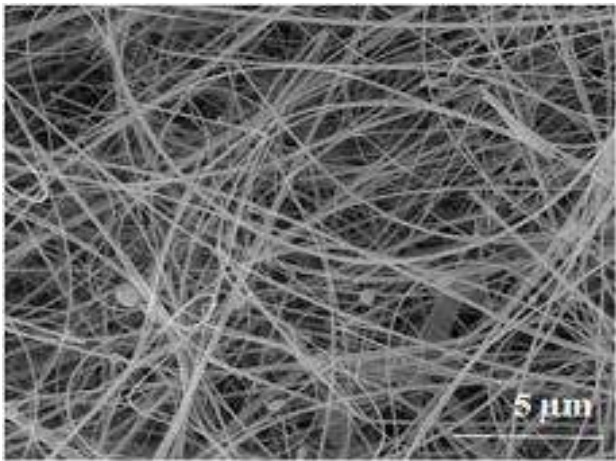
도면5



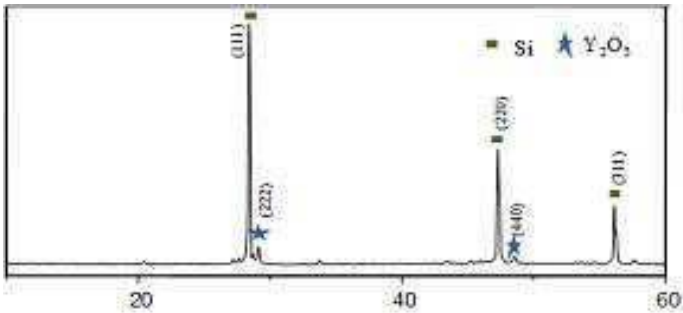
도면6



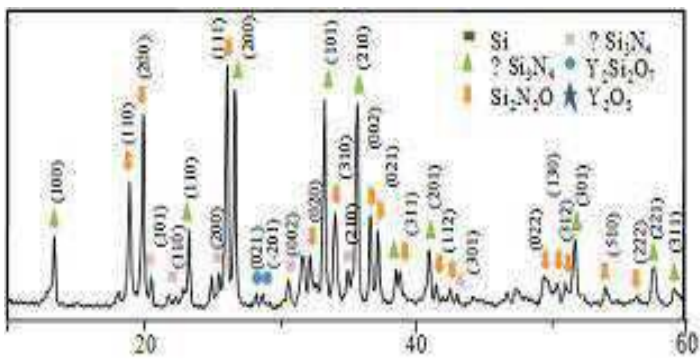
도면7



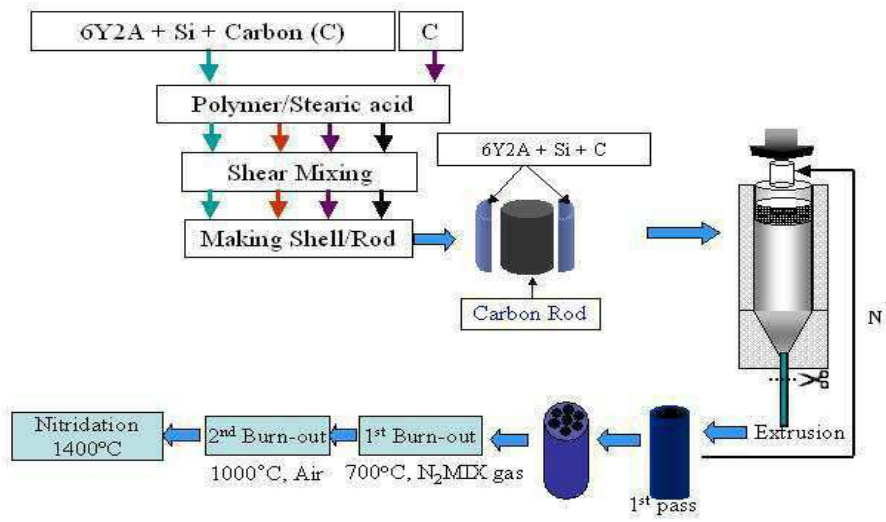
도면8



도면9



도면10



Experimental procedure of extrusion process for $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O-Si}_3\text{N}_4$