



(19) 대한민국특허청(KR)

(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2015년03월02일

(11) 등록번호 10-1496330

(24) 등록일자 2015년02월17일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

C04B 35/565 (2006.01) C04B 35/645 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2013-0103082

(22) 출원일자 2013년08월29일

심사청구일자 2013년08월29일

(56) 선행기술조사문헌

KR101199088 B1*

JP2008074667 A*

*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자

(주) 이노씨라

경기도 용인시 처인구 이동면 덕성로43번길 2

(72) 발명자

전동일

서울 강남구 선릉로 221, 401동 203호 (도곡동, 도곡렉슬아파트)

윤복규

경기 용인시 처인구 이동면 백옥대로621번길 11, 101동 1002호 (샘골마을풍성신미주아파트1단지)

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

특허법인필앤온지

전체 청구항 수 : 총 9 항

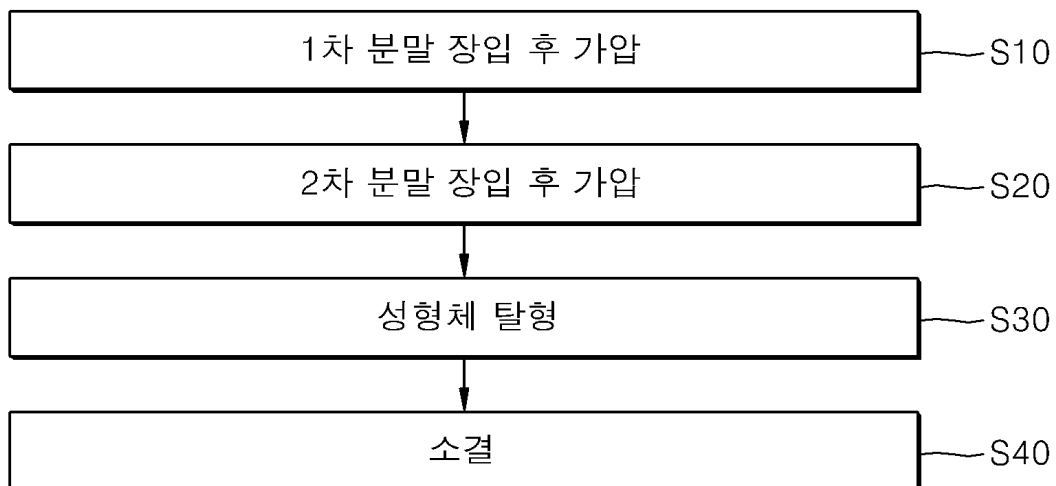
심사관 : 이지민

(54) 발명의 명칭 단일 이중 접합 구조의 탄화규소 소결체 및 그 제조 방법

(57) 요약

열간가압성형법을 이용한 탄화규소 소결체 및 그 제조 방법을 제공한다. 본 발명에 따른 탄화규소 소결체 제조 방법에서는, 예열된 성형지그에 1차 탄화규소 분말을 장입한 후 일축 가압한 다음, 상기 1차 탄화규소 분말보다 평균 크기가 작거나 큰 2차 탄화규소 분말을 장입한 후 다시 일축가압하여 이중 접합 구조의 단일 성형체를 제조하여 소결한다. 본 발명에 따르면, 제품 표면에 평균 분말 크기가 다른 층을 형성하여 열수축 불일치(shrinkage mismatch)를 유발함으로써 표면에 잔류응력을 존재시켜 보다 강도가 높은 제품을 제조할 수 있다.

대표도 - 도1



(72) 발명자

김영석

경기 수원시 영통구 봉영로 1526, 712동 1501호 (영통동, 살구골7단지아파트)

신현익

경기 용인시 처인구 명지로 15-29, 201동 1503호 (역북동, 역북마을금강아파트)

특허청구의 범위

청구항 1

(a) 예열된 성형지그에 1차 탄화규소 분말을 장입한 후 일축 가압하는 단계;
 (b) 상기 성형지그 안의 상기 1차 탄화규소 분말의 성형체 위로 상기 1차 탄화규소 분말보다 평균 크기가 작거나 큰 2차 탄화규소 분말을 장입한 후 다시 일축가압하여 이중 접합 구조의 단일 성형체를 제조하는 단계; 및
 (c) 상기 이중 접합 구조의 단일 성형체를 상기 성형지그에서 제거한 후 소결하는 단계;를 포함하여,
 입자 크기가 다른 둘 이상의 층이 접합된 단일 이중 접합 구조이면서 열수축 불일치(shrinkage mismatch)에 따라 표면에 잔류응력이 존재하는 탄화규소 소결체 제조 방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 (b) 단계와 상기 (c) 단계 사이에 상기 성형지그 안의 상기 이중 접합 구조의 단일 성형체 위로 상기 1차 탄화규소 분말을 장입한 후 다시 일축 가압하는 단계를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 탄화규소 소결체 제조 방법.

청구항 3

제1항에 있어서, 상기 1차 탄화규소 분말이 상기 2차 탄화규소 분말보다 평균 크기가 큰 경우, 상기 1차 탄화규소 분말은 크기가 점차 작아지는 제1 탄화규소 분말, 제2 탄화규소 분말 및 제3 탄화규소 분말의 혼합 분말이고, 상기 2차 탄화규소 분말은 상기 제2 탄화규소 분말 및 제3 탄화규소 분말의 혼합 분말인 것을 특징으로 하는 탄화규소 소결체 제조 방법.

청구항 4

제3항에 있어서, 상기 혼합 분말은,
 원료 분말을 용매에 혼입하여 분산시킨 슬러리를 제조하는 단계;
 상기 슬러리를 필터링하여 케이크를 제조하는 단계; 및
 상기 케이크를 시빙(sieving)하여 과립화하는 단계를 통해 제조한 과립 분말인 것을 특징으로 하는 탄화규소 소결체 제조 방법.

청구항 5

제1항에 있어서, 상기 일축 가압시의 성형압력 범위는 250~1000 kg/cm²인 것을 특징으로 하는 탄화규소 소결체 제조 방법.

청구항 6

제1항에 있어서, 상기 성형지그의 예열 온도는 70~100℃인 것을 특징으로 하는 탄화규소 소결체 제조 방법.

청구항 7

제1항에 있어서, 상기 소결하는 단계 전에 800~1200℃ 범위에서 탄화 열처리를 더 수행하는 것을 특징으로 하는 탄화규소 소결체 제조 방법.

청구항 8

제1항에 있어서, 상기 소결하는 단계의 소결 온도는 1450~1520℃인 것을 특징으로 하는 탄화규소 소결체 제조 방법.

청구항 9

입자 크기가 다른 둘 이상의 층이 접합된 단일 이중 접합 구조이면서 열수축 불일치(shrinkage mismatch)에 따

라 표면에 잔류응력이 존재하는 것을 특징으로 하는 탄화규소 소결체.

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은 탄화규소(SiC) 소결체 및 그 제조 방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 일반적으로 세라믹은 내열성, 내식성, 내마모성, 절연성 등이 매우 우수한 구조 재료로서, 각종 장치에서 종래의 금속 제품을 대체 사용하도록 개발되고 있다. 특히, 질화규소(Si₃N₄)나 탄화규소 등과 같은 세라믹은 일반적인 금속 재료가 견디기 어려운 1000℃ 이상의 고온에서도 고강도를 유지할 수 있을 뿐 아니라, 내마모성 역시 우수하여 가스 터빈이나 자동차 엔진 등의 고온 부위와 운동이 심한 부위, 반도체 공정 설비의 부품에 사용되어 우수한 성능을 발휘하고 있다.

[0003] 반도체 제조에서의 드라이 프로세스나 플라즈마 코팅 등을 실시할 때 이용되는 반도체 공정 설비에서는, 에칭, 클리닝용으로서, 반응성이 높은 F, Cl계 플라즈마가 사용된다. 이 때문에, 이러한 설비에 이용되는 부품에는 높은 내식성이 필요하고, 정전척이나 히터 등의 Si 웨이퍼와 접하는 부품은 한층 더 고내식성이 요구된다. 이러한 요구에 부응할 수 있는 내식성 세라믹 부품을 위해 선호되는 물질은 실리콘과 탄화규소이다.

[0004] 이러한 물질은 반도체 공정 설비의 고순도 요건에 부합하며 실리콘 또는 탄화규소는 컨디셔닝된 표면의 플라즈마 부식이 기관의 파티클 오염없이 챔버 밖으로 펌핑될 수 있는 기상의 Si 또는 C 화합물을 생산하기 때문이다. 탄화규소는 또한 매우 높은 열전도를 보이는 장점을 가지고 있는데, 이것은 이러한 물질로 된 부품이 실리콘 웨이퍼와 같은 기관을 처리하는 동안에 원하는 온도로 가열되었다가 냉각될 수 있게 한다.

[0005] 그러나, 탄화규소를 기재 위에 박막으로 형성하면 성막시에 기공이나 크랙이 내재하기 쉽기 때문에 플라즈마에 의한 부식이 진행되기 쉽고, 또한 기재와의 성질의 차이나 밀착성의 문제에 의해 부식의 진행 및 반복 사용에 따른 박리 등에 의해 반도체 소자 특성에 영향을 미칠 가능성이 있다. 따라서, 탄화규소 소결체가 적합하지만, 에칭률을 보다 작게 억제할 수 있도록 하는 고강도 소결체 재료의 개발이 요구되고 있다.

[0006] 탄화규소는 이러한 반도체 공정 설비 부품 이외에도 연마재, 저항발열체, 마이크로파 흡수체, 각종 내열구조재 및 펌프 부품 등으로 다양한 분야에 이용이 되고 있으며, 이러한 분야에서도 보다 고순도, 고밀도의 소결체에 대한 요구가 지속적으로 증가하고 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0007] 본 발명이 해결하고자 하는 과제는 보다 견고한 탄화규소 소결체, 그리고 이러한 탄화규소 소결체를 간단하고 경제적인 방법으로 제조하는 방법을 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0008] 상기 과제를 해결하기 위해, 본 발명은 (a) 예열된 성형지그에 1차 탄화규소 분말을 장입한 후 일축 가압하는 단계; (b) 상기 성형지그 안의 상기 1차 탄화규소 분말의 성형체 위로 상기 1차 탄화규소 분말보다 평균 크기가 작거나 큰 2차 탄화규소 분말을 장입한 후 다시 일축 가압하여 이중 접합 구조의 단일 성형체를 제조하는 단계; 및 (c) 상기 이중 접합 구조의 단일 성형체를 상기 성형지그에서 제거한 후 소결하는 단계;를 포함하는 탄화규소 소결체 제조 방법을 제안한다.

[0009] 본 발명에 따른 탄화규소 소결체 제조 방법에 있어서, 상기 2차 탄화규소 분말은 크기가 점차 작아지는 제1 탄화규소 분말, 제2 탄화규소 분말 및 제3 탄화규소 분말의 혼합 분말이고, 상기 1차 탄화규소 분말은 상기 제2 탄화규소 분말 및 제3 탄화규소 분말의 혼합 분말일 수 있다. 이 때, 상기 혼합 분말은, 원료 분말을 용매에 혼합하여 분산시킨 슬러리를 제조하는 단계; 상기 슬러리를 필터링하여 케이크를 제조하는 단계; 및 상기 케이크를 시빙(sieving)하여 과립화하는 단계를 통해 제조한 과립 분말임이 바람직하다.

- [0010] 본 발명에 따른 탄화규소 소결체 제조 방법에 있어서, 상기 일축 가압시의 성형압력 범위는 250~1000 kg/cm², 상기 성형시그의 예열 온도는 70~100℃, 상기 소결하는 단계의 소결 온도는 1450~1520℃일 수 있다.
- [0011] 본 발명에 따른 탄화규소 소결체 제조 방법에 있어서, 상기 (b) 단계와 상기 (c) 단계 사이에 상기 성형시그 안의 상기 이중 접합 구조의 단일 성형체 위로 상기 1차 탄화규소 분말을 장입한 후 다시 일축 가압하는 단계를 더 포함할 수도 있고, 상기 소결하는 단계 전에 800~1200℃ 범위에서 탄화 열처리를 더 수행할 수도 있다.
- [0012] 상기 과제를 해결하기 위해, 본 발명은 상술한 방법에 의하여 제조된 탄화규소 소결체도 제공한다.

발명의 효과

- [0013] 본 발명에 따르면, 제품 표면에 평균 분말 크기가 다른 층을 형성하여 열수축 불일치(shrinkage mismatch)를 유발함으로써 표면에 잔류응력을 존재시켜 보다 강도가 높은 제품을 제조할 수 있다. 이러한 제조 방법은 분말 크기가 서로 다른 분말의 층을 적층하여 성형체 제조하여 소결하면 되는 것이므로 간단하고 경제적이다.
- [0014] 본 발명에 따라 제조된 탄화규소 소결체는 반도체 제조에서의 드라이 프로세스나 플라즈마 코팅 등을 실시할 때 이용되는 반도체 공정 설비에 이용 가능하다. 지금까지 알려져 있는 다른 탄화규소 소결체에 비하여 강도값이 높게 측정되고 이에 따라 예칭률을 보다 작게 억제할 수 있기 때문에, 내식성 부재로부터의 발진량이 줄어들고, 반도체 제조 프로세스에서 사용되는 반응성이 높은 F, Cl계 플라즈마에 장기간 견딜 수 있다.
- [0015] 뿐만 아니라, 본 발명에 따라 제조된 탄화규소 소결체는 반도체 공정 설비 부품 이외에도 연마재, 저항발열체, 마이크로파 흡수체, 각종 내열구조재 및 펌프 부품 등에 요구되는 성능을 만족하는 우수한 제품으로 제조될 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [0016] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 탄화규소 소결체 제조방법에 대한 순서도이다.
- 도 2는 본 발명의 일 실시예에 따른 탄화규소 소결체의 단면도이다.
- 도 3은 본 발명의 다른 실시예에 따른 탄화규소 소결체 제조방법에 대한 순서도이다.
- 도 4 및 도 5는 본 발명의 다른 실시예에 따른 탄화규소 소결체의 단면도들이다.
- 도 6은 본 발명 실험예에서 제조한 과립 분말의 SEM 사진이다.
- 도 7은 본 발명 실험예에 따라 제조한 특성시편의 단면 SEM 사진이다.
- 도 8은 본 발명 실험예에 따라 제조한 특성시편에서의 접합 계면을 보여주는 단면 SEM 사진이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0017] 이하, 첨부 도면들을 참조하면서 본 발명의 바람직한 실시예를 상세히 설명하기로 한다. 그러나 본 발명의 실시예에는 여러 가지 다른 형태로 변형될 수 있으며, 본 발명의 범위가 아래에서 상술하는 실시예로 한정되는 것으로 해석되어져서는 안 된다. 본 발명의 실시예는 당업계에서 평균적인 지식을 가진 자에게 본 발명을 보다 완전하게 설명하기 위하여 제공되는 것이다. 따라서, 도면에서의 요소의 형상 등은 보다 명확한 설명을 강조하기 위해서 과장되어진 것이다.
- [0018] 우선 1차 탄화규소 분말과 상기 1차 탄화규소 분말보다 평균 크기가 크거나 작은 2차 탄화규소 분말을 준비한다. 즉, 상기 1차 탄화규소 분말과 2차 탄화규소 분말의 평균 크기는 서로 다르기만 하면 된다.
- [0019] 예를 들어, 상기 1차 탄화규소 분말이 상기 2차 탄화규소 분말보다 평균 크기가 큰 경우, 상기 1차 탄화규소 분말은 크기가 점차 작아지는 제1 탄화규소 분말, 제2 탄화규소 분말 및 제3 탄화규소 분말의 혼합 분말이고, 상기 2차 탄화규소 분말은 상기 제2 탄화규소 분말 및 제3 탄화규소 분말의 혼합 분말일 수 있다. 비슷한 예로 상기 1차 탄화규소 분말은 크기가 점차 작아지는 제4 탄화규소 분말 및 제5 탄화규소 분말의 혼합 분말이고, 상기 2차 탄화규소 분말은 상기 제5 탄화규소 분말로만 이루어진 것일 수도 있다.
- [0020] 앞의 예는 상기 1차 탄화규소 분말이 3 성분계인 경우이고 상기 2차 탄화규소 분말이 2 성분계인 경우이다. 뒤의 예는 상기 1차 탄화규소 분말이 2 성분계인 경우이고 상기 2차 탄화규소 분말이 1 성분계인 경우이다. 어느 경우이든 상기 1차 탄화규소 분말과 2차 탄화규소 분말의 평균 크기를 서로 다르게 만드는 경우이지만, 소결 후

열수축으로 인한 크랙 등을 방지하는 데에는 앞의 예에서와 같이 최소한 3 성분계와 2 성분계로 각각 구성함이 바람직하다.

- [0021] 반대로, 상기 1차 탄화규소 분말이 상기 2차 탄화규소 분말보다 평균 크기가 작은 경우, 상기 2차 탄화규소 분말은 크기가 점차 작아지는 제1 탄화규소 분말, 제2 탄화규소 분말 및 제3 탄화규소 분말의 혼합 분말이고, 상기 1차 탄화규소 분말은 상기 제2 탄화규소 분말 및 제3 탄화규소 분말의 혼합 분말일 수도 있다.
- [0022] 특히 이 혼합 분말들은 원료 분말을 용매에 혼입하여 분산시킨 슬러리를 제조하는 단계; 상기 슬러리를 필터링하여 케이크를 제조하는 단계; 및 상기 케이크를 시빙(sieving)하여 과립화하는 단계를 통해 제조한 과립 분말임이 바람직하다.
- [0023] 본 발명의 실시예들에서는 상기 1차 탄화규소 분말이 상기 2차 탄화규소 분말보다 평균 크기가 큰 경우이고, 상기 1차 탄화규소 분말은 크기가 점차 작아지는 제1 탄화규소 분말, 제2 탄화규소 분말 및 제3 탄화규소 분말의 혼합 분말이며, 상기 2차 탄화규소 분말은 상기 제2 탄화규소 분말 및 제3 탄화규소 분말의 혼합 분말인 경우를 예로 들어 설명하기로 한다. 그러나 많은 변형예가 가능하다.
- [0024] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 탄화규소 소결체 제조방법에 대한 순서도이다.
- [0025] 도 1을 참조하면, 예열된 성형지그에 먼저 1차 탄화규소 분말을 장입한 후 일축 가압한다(단계 s10).
- [0026] 상기 성형지그를 예열시키는 이유는 열간가압성형법을 수행하기 위해서이다. 열간가압성형법은 성형 지그에 분말을 넣고 고주파전력에 의해 성형지그를 가열하면서 가압해서 성형하는 방법으로, 고순도, 고밀도의 탄화규소 분말 치밀화 방법으로 효과적이다. 상기 성형지그의 예열 온도는 70~100℃일 수 있다. 성형 단계의 온도는 치밀한 성형체를 얻을 수 있는 온도이면 되고, 장입하는 분말의 양 등에 따라서 적절하게 설정하면 된다.
- [0027] 상기 성형지그는 흑연 등의 내열성 몰드일 수 있다. 상기 성형지그에 1차 탄화규소 분말을 장입한 후 250~1000 kg/cm² 압력 범위로 일축 가압을 하면, 가압과 가열을 동시에 분말에 작동시켜 치밀한 성형체가 제조된다. 성형시의 압력은, 특별히 제한되지는 않고, 형상을 유지할 수 있는 압력으로 적절하게 설정하면 된다.
- [0028] 다음으로, 상기 성형지그 안의 상기 1차 탄화규소 분말의 성형체 위로 상기 2차 탄화규소 분말을 장입한 후 다시 일축 가압하여 이중 접합 구조의 단일 성형체를 제조한다(단계 s20).
- [0029] 상기 성형지그 안에 상기 1차 탄화규소 분말의 성형체가 있는 상태에서 상기 2차 탄화규소 분말을 장입한다. 그런 다음, 250~1000 kg/cm²의 압력 범위로 다시 일축 가압을 실시한다. 그러면, 1차 탄화규소 분말의 성형체 위에 2차 탄화규소 분말의 성형체가 형성되는 동시에 두 성형체간의 접합이 이루어져 이중 접합 구조의 단일 성형체를 제조할 수 있게 된다. 열간가압성형법을 수행하므로, 이러한 적층 구조의 성형체 계면 접합을 보다 높은 강도로 얻을 수 있다.
- [0030] 그런 다음, 상기 이중 접합 구조의 단일 성형체를 상기 성형지그에서 제거함으로써 탈형한다(단계 s30).
- [0031] 그리고 나서, 상기 성형체의 소결을 진행하여, 단일 이중 접합 구조의 탄화규소 소결체를 제조한다(단계 s40). 소결 온도는 1450~1520℃일 수 있다. 이 때, 반응소결을 진행하면 고상의 원료에 기상 혹은 액상을 화학 반응시켜 합성과 치밀화를 동시에 행하므로 기계적 강도 증진 관점에서 더욱 바람직하고 치수 수축이 없다. 따라서, 탄화체의 완전한 반응소결을 이룰 수 있도록 금속 실리콘의 용융온도보다 높은 1500℃ 정도로 유지하는 것이 좋다.
- [0032] 본 발명에 따른 실시예에서, 성형체 탈형시 이형제(離型劑) 역할을 하는 페놀수지와 같은 첨가물을 원료 분말에 첨가하여 이용할 수도 있다. 따라서, 완전한 탄화를 이루기 위하여, 이러한 물질이 사용된 경우라면 상기 소결하는 단계 전에 800~1200℃ 범위에서 불활성 분위기의 탄화 열처리를 더 수행할 수도 있다. 여기서, 불활성 분위란, 원료의 소성에 영향을 미치지 않는 분위기이면 되고, 예를 들어 질소 분위기나 아르곤 분위기, 헬륨 분위기 등을 들 수 있다.
- [0033] 이상과 같은 제조 방법에 따르면, 조성은 탄화 규소 한가지이면서 입자 크기가 다른 둘 이상의 층이 접합된 단일 이중 접합 구조의 탄화 규소 소결체를 얻을 수 있으며, 두 가지 이상의 층을 성형 단계에서 적층하므로 두 가지 이상의 층을 접합하는 것에 따른 추가의 공정이 발생하지 않고 한 번의 소결 공정으로 다층 접합 구조의 고밀도 탄화규소를 제조함으로써 추가적인 공정 비용의 절감을 기대할 수 있다.
- [0034] 도 2는 본 발명의 일 실시예에 따른 탄화규소 소결체의 단면도이다.

- [0035] 상기 1차 탄화규소 분말의 조성을 A라 표기하고, 상기 2차 탄화규소 분말의 조성을 B라 표기하는 경우, 본 발명의 일 실시예에 따른 탄화규소 소결체는 도 2에서와 같이 A 조성의 탄화규소와 B 조성의 탄화규소가 접합된 단일 이중 접합체의 형태를 갖게 된다. 이 때, A 조성과 B 조성은 탄화규소 재질인 점은 동일하고 단지 평균 분말 크기만 다르다.
- [0036] 도 3은 본 발명의 다른 실시예에 따른 탄화규소 소결체 제조방법에 대한 순서도이다.
- [0037] 도 3을 참조하면, 도 1을 참조하여 설명한 경우와 다른 점은 2차 탄화규소 분말 장입과 일축 가압 단계(단계 s20) 이후에 다시 1차 탄화규소 분말을 장입한 후 일축 가압하는 단계(단계 s25)가 추가되는 것이다. 즉, 분말의 적층 순서가 1차 탄화규소 - 2차 탄화규소 - 1차 탄화규소의 순으로 되는 경우이다.
- [0038] 이러한 실시예에 의한 탄화규소 소결체의 단면도는 도 4에 보여지는 바와 같고, A 조성의 탄화규소 사이에 B 조성의 탄화규소가 삽입된 샌드위치 구조의 단일 이중 접합체의 형태를 갖게 된다.
- [0039] 한편, 위 실시예에서와 같이 분말 크기가 큰 1차 탄화규소, 분말 크기가 작은 2차 탄화규소를 그대로 이용하되 분말의 적층 순서를 위와는 달리하는 경우, 즉 분말의 적층 순서가 2차 탄화규소 - 1차 탄화규소 - 2차 탄화규소의 순으로 되는 경우에는 도 5에 도시한 바와 같이, B 조성의 탄화규소 사이에 A 조성의 탄화규소가 삽입된 샌드위치 구조의 단일 이중 접합체의 형태를 갖게 된다.
- [0040] 본 발명에 의한 탄화규소 소결체는 도 2, 도 4 및 도 5에 도시된 바와 같이 분말 평균 크기가 서로 다른 층이 각각 한층 이상씩 포함되는 구조를 갖게 된다. 어느 한 층이 두 층 이상 포함되는 경우에는 다른 층과 교번적으로 적층된다. 도 2는 분말 평균 크기가 큰 조성 A의 층이 한층, 분말 평균 크기가 작은 조성 B의 층이 한층으로 이루어져 있다. 적층 순서는 반대로 될 수도 있다. 도 4는 분말 평균 크기가 큰 조성 A의 층이 두층, 분말 평균 크기가 작은 조성 B의 층이 한층으로 이루어져 있다. 도 5는 분말 평균 크기가 큰 조성 A의 층이 한층, 분말 평균 크기가 작은 조성 B의 층이 두층으로 이루어져 있다.
- [0041] 인장응력과 압축응력의 관점에서 도 2 및 도 5에서와 같이 분말 평균 크기가 작은 조성 B의 층이 표면으로 드러나 있는 것이 유리하다. 그러나 도 4에서와 같이 분말 평균 크기가 큰 조성 A의 층이 표면으로 드러나 있는 경우라고 하더라도, 단일 조성으로 이루어진 구조에 비하여 기계적 강도가 우수해진 것을 본 발명자들이 확인할 수 있었다.
- [0042] 이하, 실험예를 통해 본 발명을 더욱 상세히 설명하기로 한다.
- [0043] 실험예 : 열간가압성형법을 이용한 반응소결 탄화규소 단일 이중 접합체의 강도 특성
- [0044] (1) 사용 원료
- [0045] 세 가지 종류의 탄화규소 분말(이하, 분말 1, 2, 3라고 칭함)을 원료 분말로서 사용하였고 크기는 약 100um에서부터 10um까지 점차 작아지는 순서로 하였다. 성형 후 탈형을 용이하게 하기 위한 첨가제로서 노블락 페놀수지도 사용하였다.
- [0046] (2) 조성
- [0047] 조성 A로 나타내기로 한 1차 탄화규소 분말은, 앞의 실시예에서 설명한 바와 같이 3 성분계 탄화규소로 이루어지게 하였으며, 이형제로서 노블락 페놀수지를 첨가하였다(분말 1 : 분말 2 : 분말 3 : 노블락 페놀수지 = 60 : 30 : 10 : 10 wt%). 조성 B로 나타내기로 한 2차 탄화규소 분말의 경우는 2 성분계 탄화규소와 노블락 페놀수지로 이루어지게 하였으며, 전체 중량을 맞추기 위하여 카본블랙을 소량 첨가하였다(분말 2 : 분말 3 : 노블락 페놀수지 : 카본블랙 = 68 : 32 : 12 : 3 wt%).
- [0048] (3) 과립 제조
- [0049] 날진용기에 증류수를 넣고 탄화규소 분말과 노블락 페놀수지를 고상부피분율이 50vol% 되도록 투입하고 10mm SiC 볼을 사용하여 볼밀링을 16시간 행하였다. 혼합된 슬러리에 과립의 파괴성을 용이하게 하기 위하여 폴리에틸렌글리콜(PEG#300)을 투입, 1시간 교반 혼합하였다. 혼합 슬러리는 필터링 장비를 이용하여 잉여의 물을 제거, 케이크를 제조하였다. 케이크는 간격이 1mm인 스테인리스 체를 이용하여 시빙하여 과립화한 후 50℃ 건조기에서 16시간 건조하여 1~2mm 크기의 과립을 제조하였다.
- [0050] 도 6은 제조한 과립의 형상을 보여주는 SEM 사진이다. 이와 같은 과립 형성으로 분말의 유동성이 좋고 성형시 충진이 잘 되어 성형 밀도가 높은 성형체를 제조할 수 있게 된다.

- [0051] (4) 성형체 제조, 탄화 및 반응소결
- [0052] 성형압력 범위는 250~1000 kg/cm², 성형온도는 70~100℃, 탄화 열처리 온도는 800~1200℃, 소결온도는 1450~1520℃로 하여, 앞의 실시예에서와 같은 방법으로 소결체들을 제조하였다. 특히 과립 분말을 80x40mm 물드를 사용하여 500kg/cm² 성형압력으로 성형온도 90℃, 성형 유지시간 5분 공정으로 성형체를 제조하였다. 제작된 성형체 내의 페놀수지의 완전한 탄화를 이루고자, Ar 가스 분위기 하에서 1200℃ 1시간 열처리하였다. 탄화체의 완전한 반응소결을 이루고자 금속 실리콘의 용융온도보다 높은 1500℃에서 30분간 유지하여 반응소결을 행하였고, 도 2의 소결체(이하, 방법 1), 도 4의 소결체(이하, 방법 2), 도 5의 소결체(이하, 방법 3) 구조를 제조하였다.
- [0053] 방법 1 : 90℃로 예열된 금속 금형에 조성 A 과립을 투입, 일축가압(500kg/cm²) 성형 후 그 위에 조성 B 과립을 투입, 재일축가압하여 이중의 단일 성형체를 제작
- [0054] 방법 2 : 90℃로 예열된 금속 금형에 조성 A 과립을 투입, 일축가압(500kg/cm²) 성형 후 그 위에 조성 B 과립을 넣고 다시 일축가압하고, 그 위에 조성 A 과립을 투입, 일축가압하여 이중의 삼층 구조의 단일 성형체를 제작
- [0055] 방법 3 : 방법 2와 동일하나 과립의 투입 순서를 조성 B - 조성 A - 조성 B 순으로 변환하여 이중의 삼층 구조의 단일 성형체를 제작
- [0056] 방법 1 내지 3과의 비교를 위해, 순수 조성 A로만 이루어진 비교예 1, 순수 조성 B로만 이루어진 비교예 2도 제조하였다.
- [0057] (5) 특성시편 제조방법 및 강도 특성 측정 (3점 혹은 4점 굽힘강도)
- [0058] 성형체 제조 방법 1, 2, 3으로 제작된 반응소결 탄화규소 소결체를 표면가공을 통하여 이중단일 소결체 내의 조성 A층과 조성 B층의 두께 비율을 달리하여 특성시편을 제작하였다. 도 7은 각 시편의 단면 SEM 사진이다. 도 7에서 보는 바와 같이 반응소결을 진행한 결과 원료 중의 C와 Si가 반응하여 SiC를 생성하면서 치밀화가 일어나며 반응종료 후 소결체의 기공은 Si가 충전되어 치밀한 소결체를 얻게 된다. 특히 소결 수축이 거의 일어나지 않기 때문에 치수정밀도가 우수하다.
- [0059] 다음의 표 1은 이러한 특성 시편과 비교예의 조성 및 강도 특성 측정값을 정리한 것이다.

표 1

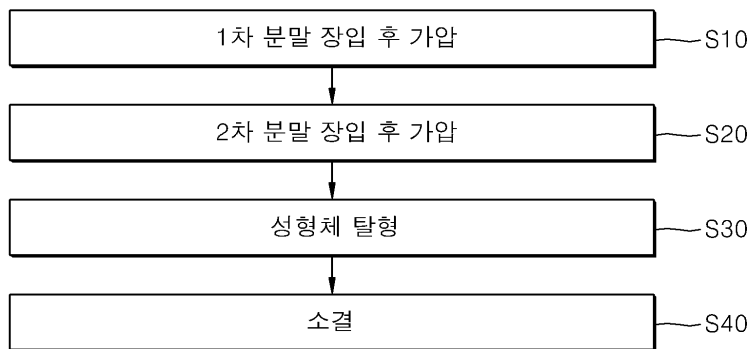
	두께비율				강도값 (MPa)	시편번호
	조성 A	조성 B	조성 A	조성 B		
방법 1	1	0.19			408 ± 25.4	1
	1	0.54			437 ± 31.9	2
	1	1.06			471 ± 11.3	3
방법 2	0.82	1	1.06		283 ± 36.5	4
방법 3		0.80	1	0.77	392 ± 5.29	5
		0.59	1	0.63	406 ± 28.6	6
		0.46	1	0.46	397 ± 37.7	7
		0.33	1	0.36	406 ± 17.6	8
비교예 1	1				247 ± 14.7	4점굽힘강도값
비교예 2		1			380 ± 15.8	4점굽힘강도값

[0060]

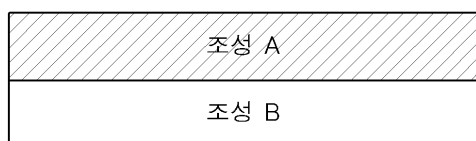
- [0061] 방법 1 중에서도 B 조성층의 두께가 큰 시편번호 3의 경우가 강도값이 제일 높게 측정되었다. 따라서, A 조성의 층과 B 조성의 층을 포함하되 B 조성의 층이 상대적으로 두꺼운 경우가 강도값에서 유리하다는 것을 알 수 있다. 방법 2의 경우는 다른 방법 1 및 3에 비하여 강도값이 작다. 그러나 조성 A로만 이루어진 비교예 1에 비하여는 강도값이 크다. 방법 1 및 방법 3에서와 같이 분말 평균 크기가 작은 조성 B의 층이 표면으로 드러나 있는 경우는 제품 표면에 압축응력이 발생한다. 그러므로 비교예 1 및 비교예 2에 비하여 강도 증진 효과를 보인다. 방법 2에서와 같이 분말 평균 크기가 큰 조성 A의 층이 표면으로 드러나 있는 경우는 제품 표면에 인장응력이 발생한다. 이 경우 비교예 1에 비하여 강도 증진 효과를 보이지만 그 효과는 미미하며 비교예 2에 비해서는 오히려 강도가 작다. 따라서, 바람직하게는 방법 1 및 방법 3에서와 같이 분말 평균 크기가 작은 조성 B의 층이 표면으로 드러나도록 적층 순서를 결정하는 것이 좋다.
- [0062] 도 8은 각 시편에서의 접합 계면 미세구조를 보여주는 단면 SEM 사진이다. 조성 B의 경우는 분말 크기가 작은 경우이므로 조성 A에 비하여 입자 간의 조밀정도가 더 치밀해지도록 구성되는 것을 알 수 있고, 접합 계면에 크랙 등이 전혀 발생하지 않고 매끈하게 접합되었음을 볼 수 있다.
- [0063] 경사기능 재료 제조방법 등에서 분말 종류가 다른 분말을 사용하여 분말적층법으로 소결체를 형성하는 경우가 알려져 있는데, 소결 후 각각의 분말의 수축률이 상이하여 2차 가공 공정이 반드시 요구되며 접합 계면에 크랙 등의 결함이 존재하는 문제가 많이 발생하고 있다. 본 발명에 따른 탄화규소 소결체는 분말적층법을 이용하는 것이지만 분말 조성이 서로 다른 것은 아니고 재질 자체는 탄화규소로 단일의 것이다. 다만 분말 크기를 3 성분계와 2 성분계로 사용하여 열간가압성형을 이용하여 접합하는 특징에 따라 계면에서의 크랙 등의 문제없이 단일 이중 접합체를 제조할 수 있는 결과를 얻게 되었다.
- [0064] 이상, 본 발명을 바람직한 실시예를 들어 상세하게 설명하였으나, 본 발명은 상기 실시예에 한정되지 않으며, 본 발명의 기술적 사상 내에서 당 분야의 통상의 지식을 가진 자에 의하여 여러 가지 많은 변형이 가능함은 명백하다. 본 발명의 실시예들은 예시적이고 비한정적으로 모든 관점에서 고려되었으며, 이는 그 안에 상세한 설명 보다는 첨부된 청구범위와, 그 청구범위의 균등 범위와 수단내의 모든 변형예에 의해 나타난 본 발명의 범주를 포함시키려는 것이다.

도면

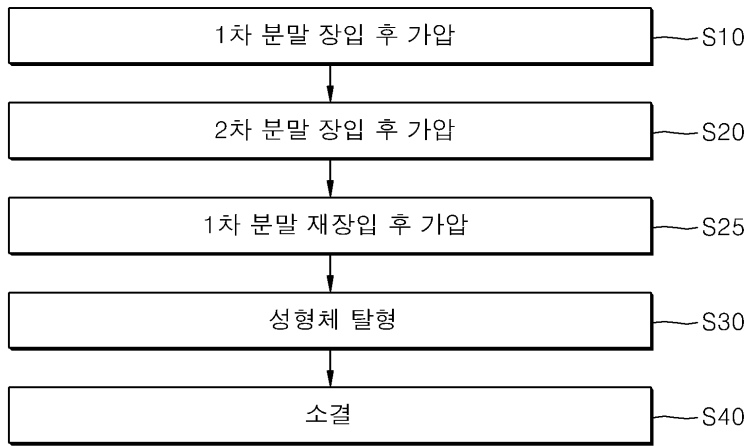
도면1



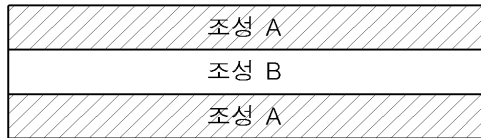
도면2



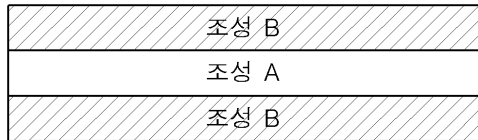
도면3



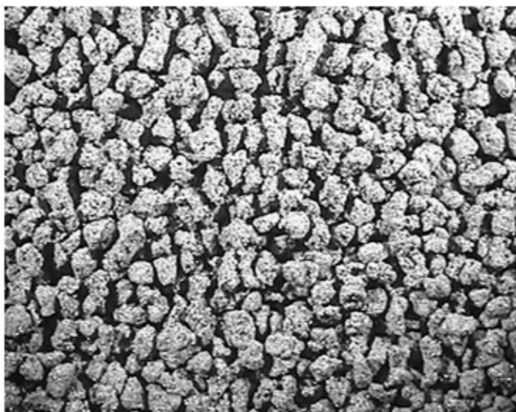
도면4



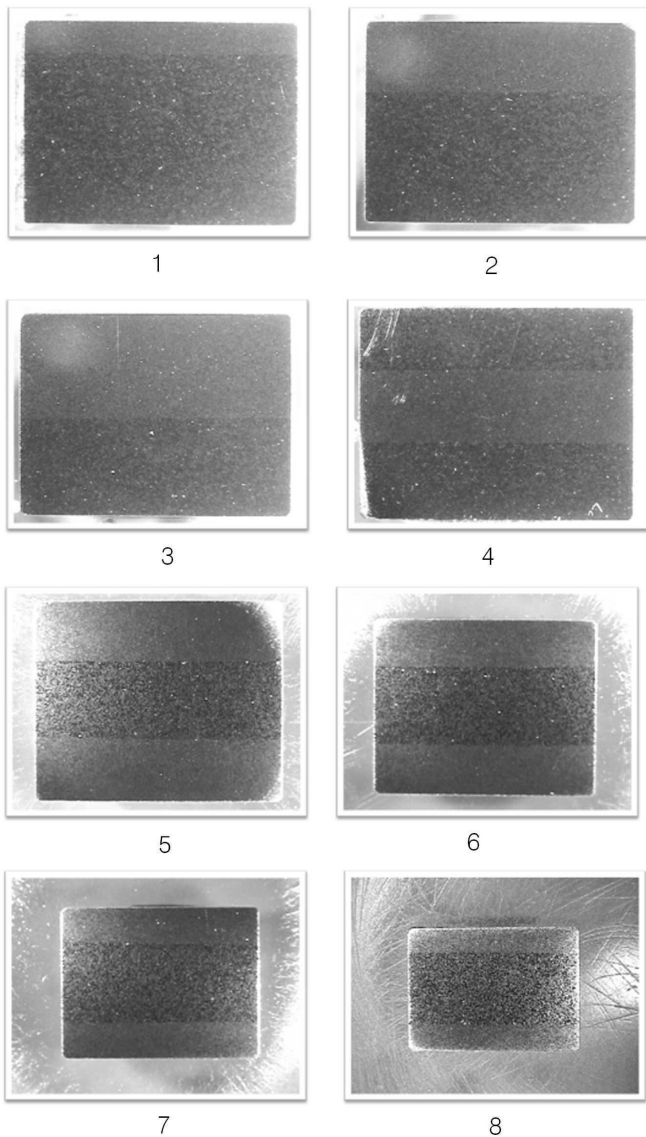
도면5



도면6



도면7



도면8

