(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2022-0161565
(43) 공개일자 2022년12월07일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
B01D 39/20 (2006.01) *C04B 35/185* (2006.01)
C04B 35/565 (2006.01) *C04B 35/58* (2006.01)
C04B 35/626 (2006.01) *C04B 38/00* (2006.01)
(52) CPC특허분류
B01D 39/2072 (2013.01)
B01D 39/2031 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2021-0067339
(22) 출원일자 2021년05월26일
심사청구일자 2021년05월26일

(71) 출원인
한국재료연구원
경상남도 창원시 성산구 창원대로 797 (상남동)
(72) 발명자
송인혁
경남 창원시 성주동 한림 푸르지오 아파트 102-1402
이종만
경상남도 창원시
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
한상수

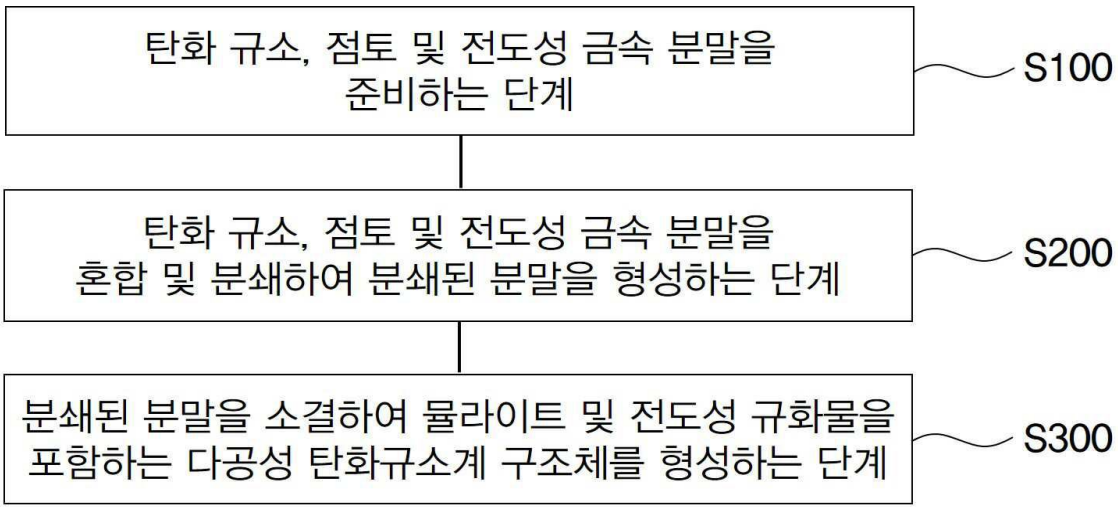
전체 청구항 수 : 총 16 항

(54) 발명의 명칭 **저온 소결에 의한 탄화규소계 다공성 발열 필터 및 그 제조 방법**

(57) 요 약

본 발명은 탄화규소계 다공성 발열 필터 및 그 제조 방법에 관한 것이다. 본 발명에 따른 탄화규소계 다공성 발열 필터의 제조방법은 기존의 일반적인 소결 온도보다 저온에서 소결이 가능하고 전도성 금속의 함량을 조절하여 전기 저항 조절이 가능하고 고온에서 안정한 탄화규소계 다공성 발열 필터를 제조할 수 있다. 또한, 상기 탄화규소계 다공성 발열 필터는 실리사이드 상의 전도성 규화물을 포함하고 전도성 산화물을 더 포함하여 전기저항이 감소된 효과가 있다.

대 표 도 - 도1



(52) CPC특허분류
C04B 35/185 (2013.01)
C04B 35/565 (2013.01)
C04B 35/58085 (2013.01)
C04B 35/6261 (2013.01)
C04B 38/0054 (2013.01)
C04B 38/0058 (2013.01)
B01D 2239/10 (2013.01)
C04B 2235/349 (2013.01)
C04B 2235/40 (2013.01)

(72) 발명자
하장훈
경남 창원시 성산구 상남동 61~80
무하마드 안와르
경상남도 창원시 성산구 외동반림로40번길 6
자이검
경상남도 창원시 성산구 상남동 66

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	7420
과제번호	PNK7420
부처명	과학기술정보통신부
과제관리(전문)기관명	국가과학기술연구회
연구사업명	한국재료연구원 운영비지원사업
연구과제명	(방역 소재) 분리·포집 기능 다공성 세라믹 소재 개발(3/5)
기 여 율	20/100
과제수행기관명	국가과학기술연구회
연구기간	2021.01.01 ~ 2021.12.31

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	2020343106
과제번호	PNCB070
부처명	과학기술정보통신부
과제관리(전문)기관명	한국연구재단
연구사업명	나노·미래소재원천기술개발사업-소재혁신선도 프로젝트
연구과제명	고위험 폐수의 처리를 위한 세라믹 필터 소재 기술 개발(1단계)(1/3)
기 여 율	80/100
과제수행기관명	한국과학기술연구원
연구기간	2020.08.24 ~ 2021.01.24

명 세 서

청구범위

청구항 1

탄화 규소 분말, 점토 분말 및 전도성 금속 분말을 준비하는 단계;

상기 탄화 규소 분말, 점토 분말 및 전도성 금속 분말을 혼합 및 분쇄하여 분쇄된 분말을 형성하는 단계; 및

상기 분쇄된 분말을 소결하여 뮬라이트 및 전도성 규화물을 포함하는 다공성 탄화규소계 구조체를 형성하는 단계;를 포함하는 것을 특징으로 하는 다공성 탄화규소계 발열 필터 제조방법.

청구항 2

제 1항에 있어서,

상기 다공성 탄화규소계 구조체를 형성하는 단계에서, 1100° C 내지 1400° C 온도로 소결하는 것을 특징으로 하는 다공성 탄화규소계 발열 필터 제조방법.

청구항 3

제 1항에 있어서,

상기 분쇄된 분말을 형성하는 단계에서, 물 또는 알코올을 용매로 사용하여 볼 밀링 기법에 의해 혼합 및 분쇄하는 것을 특징으로 하는 다공성 탄화규소계 발열 필터 제조방법.

청구항 4

제 1항에 있어서,

상기 분쇄된 분말을 형성하는 단계에서, 전도성 산화물, 전도성 질화물, 정도성 붕화물을 더 포함하여 혼합 및 분쇄하는 것을 특징으로 하는 다공성 탄화규소계 발열 필터 제조방법.

청구항 5

제 4항에 있어서,

상기 전도성 산화물, 전도성 질화물 또는 전도성 붕화물은 Mn_3O_4, MnO_2, MnO_4, TiO_2, CrO_2, Ti_2O_3, Fe_3O_4, VO, VO_2, CoO, MoO_2, TiN, TiB_2 에서 선택된 1종을 포함하는 것을 특징으로 하는 다공성 탄화규소계 발열 필터 제조방법.

청구항 6

제 1항에 있어서,

상기 전도성 금속 분말의 함량은 5wt % 내지 25 wt % 인 것을 특징으로 하는 다공성 탄화규소계 발열 필터 제조방법.

청구항 7

제 1항에 있어서,

상기 전도성 금속 분말 입자의 크기는 0.3㎛ 내지 3.5 ㎛인 것을 특징으로 하는 다공성 탄화규소계 발열 필터 제조방법.

청구항 8

제 1항에 있어서,

상기 뮬라이트는 상기 점토가 상기 탄화규소와 반응하여 형성된 것을 특징으로 하는 다공성 탄화규소계 발열 필

터 제조방법.

청구항 9

제 1항에 있어서,

상기 전도성 규화물은 상기 탄화규소와 전도성 금속이 반응하여 전도성 금속을 포함하는 실리사이드 상인 것을 특징으로 하는 다공성 탄화규소계 발열 필터 제조방법.

청구항 10

탄화 규소;

뮬라이트; 및

전도성 규화물;을 포함하는 것을 특징으로 하는 다공성 탄화규소계 발열 필터.

청구항 11

제 10항에 있어서,

상기 뮬라이트는 점토가 상기 탄화규소와 반응하여 형성된 것을 특징으로 하는 다공성 탄화규소계 발열 필터.

청구항 12

제 10항에 있어서,

상기 전도성 규화물은 상기 탄화규소와 전도성 금속이 반응하여 형성된 것을 특징으로 하는 다공성 탄화규소계 발열 필터.

청구항 13

제 10항에 있어서,

상기 전도성 규화물은 전도성 금속을 포함하는 실리사이드 상인 것을 특징으로 하는 다공성 탄화규소계 발열 필터.

청구항 14

제 10항에 있어서,

전도성 산화물, 전도성 질화물 또는 전도성 붕화물을 더 포함하는 것을 특징으로 하는 다공성 탄화규소계 발열 필터.

청구항 15

제 14항에 있어서,

상기 전도성 산화물, 전도성 질화물 또는 전도성 붕화물은 Mn_3O_4, MnO_2, MnO_4, TiO_2, CrO_2, Ti_2O_3, Fe_3O_4, VO, VO_2, CoO, MoO_2, TiN, TiB_2 에서 선택된 1종을 포함하는 것을 특징으로 하는 다공성 탄화규소계 발열 필터.

청구항 16

제 10항에 있어서,

상기 다공성 탄화규소계 발열 필터는 미세 기공의 크기가 0.45 ㎛ 이하이고 굴곡 강도가 25MPa 이상이고 전기저항이 $3.4x10^{-1}$ Ω.cm 이상이고 기공률이 30% 내지 35 % 인 것을 특징으로 하는 다공성 탄화규소계 발열 필터.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 탄화규소계 다공성 발열 필터 및 그 제조 방법에 관한 것이다. 더욱 상세하게는, 탄화규소에 점토 결합제를 사용하고 전도성 금속 분말을 추가하여 저온 소결시켜 전도성 규화물을 포함하는 탄화규소계 다공성 발열 필터 및 그 제조방법에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 다공성 탄화규소(SiC)계 세라믹은 낮은 벌크 밀도, 높은 강도, 높은 열충격 저항, 우수한 화학적 안정성 및 제어 가능한 전기 저항성과 같은 우수한 성질을 나타낸다.

[0003] 이러한 특성 때문에 다공성 탄화규소 세라믹은 촉매 지지대, 입자 제거용 필터, 경량 구조 부품 및 가열 소자를 포함한 다양한 산업에 응용된다.

[0004] 기존에는 발열 가능한 전도성 탄화규소계 필터 개발을 위하여 탄소를 이용하여 전도성을 향상 시키기 위한 방법이 있었지만, 고온에서 발열 시 탄소가 산화되어 안정성이 없는 문제가 있었다.

[0005] 또한, 기존에는 표면부에 전도성 금속을 저온 유리질 프릿트와 같이 활용하여 전도성을 부여 하는 방식이 있었지만, 고온에서 활용 시 금속 성분이 산화되어 고온 안정성이 없는 문제가 있었다.

[0006] 또한, 탄화규소의 일반적인 소결온도는 2200℃ 로 매우 높아서 소결 온도가 감소되고 전도성이 우수한 탄화규소계 다공성 발열 필터의 개발이 필요하다.

선행기술문헌

특허문헌

[0007] (특허문헌 0001) 한국공개특허 제 2009-0036911호

발명의 내용

해결하려는 과제

[0008] 본 발명이 이루고자 하는 일 기술적 과제는 탄화규소에 점토와 전도성 금속 분말을 혼합하여 전도성 규화물을 포함하는 탄화규소계 다공성 발열 필터 및 기존의 일반적인 소결 온도보다 저온에서 소결되는 탄화 규소계 다공성 발열 필터의 제조방법을 제공하는 것이다.

[0009] 본 발명이 이루고자 하는 다른 기술적 과제는 탄화규소, 점토, 전도성 금속에 전도성 산화물, 전도성 질화물 또는 전도성 붕화물을 더 포함하여 전도성 규화물과 전도성 산화물, 전도성 질화물 또는 전도성 붕화물을 포함하는 탄화 규소계 다공성 발열 필터 및 기존의 일반적인 소결온도 보다 저온에서 소결되는 탄화 규소계 다공성 발열 필터의 제조방법을 제공하는 것이다.

[0010] 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

[0011] 상기 기술적 과제를 달성하기 위하여, 본 발명의 일 실시예는 다공성 탄화규소계 발열 필터 제조방법을 제공한다.

[0012] 다공성 탄화규소계 발열 필터 제조방법은,

[0013] 탄화 규소 분말, 점토 분말 및 전도성 금속 분말을 준비하는 단계; 상기 탄화 규소 분말, 점토 분말 및 전도성 금속 분말을 혼합 및 분쇄하여 분쇄된 분말을 형성하는 단계; 및 상기 혼합 및 분쇄된 분말을 소결하여 뮬라이트 및 전도성 규화물을 포함하는 다공성 탄화규소계 구조체를 형성하는 단계;를 포함할 수 있다.

[0014] 또한, 상기 다공성 탄화규소계 구조체를 형성하는 단계에서, 1100° C 내지 1400° C 온도로 소결할 수 있다.

[0015] 또한, 상기 분쇄된 분말을 형성하는 단계에서, 물 또는 알코올을 용매로 사용하여 볼 밀링 기법에 의해 혼합 및

분쇄할 수 있다.

[0016] 또한, 상기 분쇄된 분말을 형성하는 단계에서, 전도성 산화물, 전도성 질화물 또는 전도성 붕화물을 더 포함하여 혼합할 수 있다.

[0017] 또한, 상기 전도성 산화물, 전도성 질화물 또는 전도성 붕화물은 Mn_3O_4, MnO_2, MnO_4, TiO_2, CrO_2, Ti_2O_3, Fe_3O_4, VO, VO_2, CoO, MoO_2, TiN, TiB_2 에서 선택된 1종을 포함할 수 있다.

[0018] 또한, 상기 전도성 금속 분말의 함량은 5wt % 내지 25 wt % 일 수 있다.

[0019] 또한, 상기 전도성 금속 분말 입자의 크기는 0.3㎛ 내지 3.5 ㎛일 수 있다.

[0020] 또한, 상기 뮬라이트는 상기 점토가 상기 탄화규소와 반응하여 형성될 수 있다.

[0021] 또한, 상기 전도성 규화물은 상기 탄화규소와 전도성 금속이 반응하여 전도성 금속을 포함하는 실리사이드 상일 수 있다.

[0022] 상기 기술적 과제를 달성하기 위하여, 본 발명의 일 실시예는 다공성 탄화규소계 발열 필터를 제공한다.

[0023] 상기 다공성 탄화규소계 발열 필터는,

[0024] 탄화 규소; 뮬라이트; 및 전도성 규화물;을 포함할 수 있다.

[0025] 또한, 상기 뮬라이트는 점토가 상기 탄화규소와 반응하여 형성될 수 있다.

[0026] 또한, 상기 전도성 규화물은 상기 탄화규소와 전도성 금속이 반응하여 형성될 수 있다.

[0027] 또한, 상기 전도성 규화물은 전도성 금속을 포함하는 실리사이드 상일 수 있다.

[0028] 또한, 상기 다공성 탄화규소계 발열 필터는,

[0029] 전도성 산화물, 전도성 질화물 또는 전도성 붕화물을 더 포함할 수 있다.

[0030] 또한, 상기 전도성 산화물, 전도성 질화물 또는 전도성 붕화물은 Mn_3O_4, MnO_2, MnO_4, TiO_2, CrO_2, Ti_2O_3, Fe_3O_4, VO, VO_2, CoO, MoO_2, TiN, TiB_2 에서 선택된 1종을 포함할 수 있다.

[0031] 또한, 상기 다공성 탄화규소계 발열 필터는 미세 기공의 크기가 0.45 ㎛ 이하이고 굴곡 강도가 25㎫ 이상이고 전기저항이 $3.4x10^{-1}$ Ω.cm 이상이고 기공률이 30% 내지 35% 일 수 있다.

발명의 효과

[0032] 본 발명에 따른 탄화규소계 다공성 발열 필터의 제조방법은 기존의 일반적인 소결 온도보다 저온에서 소결이 가능하고 전도성 금속의 함량을 조절하여 전기 저항 조절이 가능하고 고온에서 안정한 탄화규소계 다공성 발열 필터를 제조할 수 있다.

[0033] 또한, 상기 탄화규소계 다공성 발열 필터는 실리사이드 상의 전도성 규화물을 포함하고 전도성 산화물을 더 포함하여 전기저항이 감소된 효과가 있다.

도면의 간단한 설명

[0034] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 다공성 탄화규소계 발열 필터 제조방법을 나타내는 순서도이다.

도 2는 본 발명의 일 실시예에 따른 전도성 규화물 형성 반응 조건 및 전기전도도를 나타내는 표이다.

도 3은 본 발명의 일 실시예에 따른 탄화규소, 카올린 및 니켈 금속을 포함하는 다공성 탄화규소계 구조체(SKN)의 조성 비율을 나타내는 표이다.

도 4는 본 발명의 일 실시예에 따른 니켈 입자 크기가 (a) 0.3 ㎛ 또는 (b) 3.5 ㎛ 인 다공성 탄화규소계 구조체(SKN) 의 Ni의 함량과 소결온도에 따른 전기저항성을 나타내는 그래프이다.

도 5는 본 발명의 일 실시예에 따른 소결온도에 따른 다공성 탄화규소계 구조체(SKN)의 XRD 그래프이다.

도 6은 본 발명의 일 실시예에 따른 다공성 탄화규소계 구조체(SKN)의 SEM이미지이다.

도 7은 본 발명의 일 실시예에 따른 다공성 탄화규소계 구조체(SKN)의 니켈 함량과 입자 크기에 따른 소결밀도를 나타내는 그래프이다.

도 8은 본 발명의 일 실시예에 따른 다공성 탄화규소계 구조체(SKN)의 (a)공극 크기 분포 및 (b)공기 투과성을 나타내는 그래프이다.

도 9은 본 발명의 일 실시예에 따른 다공성 탄화규소계 구조체(SKN)의 (a) 소결온도에 따른 굴곡 강도 및 (b)니켈 함량에 따른 굴곡 강도를 나타내는 그래프이다.

도 10은 본 발명의 일 실시예에 따른 다공성 탄화규소계 구조체(SKN)의 Ni 입자 크기를 3.5 μm에서 0.3 μm로 줄이는 (a) 미세구조 형성 과정 및 (b) 내부반응을 보여주는 모식도이다.

도 11은 본 발명의 일 실시예에 따른 탄화규소, 카올린, 망간산화물 및 니켈 금속을 포함하는 다공성 탄화규소계 구조체(SKMN)의 조성 비율을 나타내는 표이다.

도 12는 본 발명의 일 실시예에 따른 니켈 함량과 소결 온도에 따른 다공성 탄화규소계 구조체(SKMN)의 전기저항성을 나타내는 그래프이다.

도 13은 본 발명의 일 실시예에 따른 니켈함량과 소결온도에 따른 다공성 탄화규소계 구조체(SKMN)의 XRD 그래프이다.

도 14는 본 발명의 일 실시예에 따른 니켈 함량에 따른 다공성 탄화규소계 구조체(SKMN)의 SEM 이미지이다.

도 15은 본 발명의 일 실시예에 따른 소결온도에 따른 다공성 탄화규소계 구조체(SKMN)의 SEM 이미지이다.

도 16은 본 발명의 일 실시예에 따른 니켈 함량과 소결 온도에 따른 다공성 탄화규소계 구조체(SKMN)의 소결 밀도를 나타내는 그래프이다.

도 17은 본 발명의 일 실시예에 따른 소결 온도에 따른 다공성 탄화규소계 구조체(SKMN)의 공극 크기 분포를 나타내는 그래프이다.

도 18은 본 발명의 일 실시예에 따른 다공성 탄화규소계 구조체(SKMN) (a) 니켈 함량에 따른 굴곡 강도를 나타내는 그래프 및 (b) 소결 온도에 따른 굴곡 강도를 나타내는 그래프이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0035] 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.

[0036] 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.

[0037] 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.

[0039] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 다공성 탄화규소계 발열 필터 제조방법을 나타내는 순서도이다.

[0040] 다공성 탄화규소계 발열 필터 제조방법은,

[0041] 탄화 규소 분말, 점토 분말 및 전도성 금속 분말을 준비하는 단계(S100);

[0042] 상기 탄화 규소 분말, 점토 분말 및 전도성 금속 분말을 혼합 및 분쇄하여 분쇄된 분말을 형성하는 단계(S200); 및

[0043] 상기 분쇄된 분말을 소결하여 뮬라이트 및 전도성 규화물을 포함하는 다공성 탄화규소계 구조체를 형성하는 단

계(S300);를 포함할 수 있다.

[0044] 첫째 단계로, 탄화 규소 분말, 점토 분말 및 전도성 금속 분말을 준비하는 단계를 포함할 수 있다. (S100)

[0045] 상기 탄화규소(SIC)는 일반적인 소결온도가 2200 ° C 로 고온에서 소성하는 것이 특징이고 소결에 의해 다공성 물질이 될 수 있다.

[0046] 또한 상기 탄화규소는 저항 조절이 가능하고 이러한 고온 소결은 가격경쟁력이 떨어지는 단점이 있다.

[0047] 따라서 상기 탄화규소계 구조체의 소결온도를 낮추기 위해서 점토를 첨가 할 수 있다.

[0048] 본 발명의 일 실시예에 따른 탄화규소계 구조체는 카올린(kaolin)을 포함하는 점토를 포함하는 것을 특징으로 한다.

[0049] 상기 카올린이 포함된 점토는 탄화규소계 구조체에서 상기 탄화규소계 구조체의 소결 온도를 낮추는 기능을 할 수 있다.

[0050] 하지만, 상기 점토가 포함된 탄화규소계 구조체는 전기전도성이 낮아 지는 문제가 있다.

[0051] 이때, 전도성 금속을 포함하는 경우 전기 저항이 감소하는 효과가 있을 수 있다.

[0052] 이때, 본 발명에 적용될 수 있는 전도성 금속은 전기가 전도될 수 있고 탄화규소와 반응하여 실리사이드 상을 형성할 수 있는 모든 금속을 포함할 수 있다.

[0053] 둘째 단계로, 상기 탄화 규소 분말, 점토 분말 및 전도성 금속 분말을 혼합및 분쇄하여 분쇄된 분말을 형성하는 단계를 포함할 수 있다. (S200)

[0054] 이때, 물 또는 알코올을 용매로 사용하고 상기 탄화 규소 분말, 점토 분말 및 전도성 금속 분말을 상기 알코올 용매 내에서 볼 밀링 기법에 의해 혼합하고 분쇄할 수 있다.

[0055] 예를 들어, 상기 볼 밀링 기법을 진행하기 위하여 폴리에틸렌 글리콜을 결합제로 사용하고 폴리 프로플렌 용기에 알루미나 볼(직경 10㎜)을 이용 할 수 있다.

[0056] 상기 볼 밀링 기법으로 혼합한 경우, 분쇄된 분말을 형성 할 수 있다.

[0057] 또한, 상기 탄화 규소 분말, 점토 분말 및 전도성 금속 분말을 혼합하는 단계에서 전도성 산화물, 전도성 질화물, 전도성 붕화물을 더 포함할 수 있다.

[0058] 이때, 상기 전도성 산화물, 전도성 질화물 또는 전도성 붕화물은 Mn_3O_4, MnO_2, MnO_4, TiO_2, CrO_2, Ti_2O_3, Fe_3O_4, VO, VO_2, CoO, MoO_2, TiN, TiB_2 에서 선택된 1종을 포함할 수 있다.

[0059] 이때, 상기 전도성 산화물, 전도성 질화물, 전도성 붕화물을 더 포함하는 경우 전기저항이 더욱 감소하는 효과가 있을 수 있다.

[0060] 또한, 상기 전도성 금속 분말의 함량은 10wt % 내지 25 wt % 일 수 있다.

[0061] 전도성 금속 분말의 함량이 10wt% 이상인 이유는 전도성 금속 분말이 10wt%인 경우 소결온도에 관계없이 전기저항이 급격하게 감소할 수 있기 때문이다.

[0062] 또한, 전도성 금속 분말의 함량이 25wt% 이하인 이유는 25 wt% 이상인 경우 충분한 실리사이드 형성 후 미반응 금속 분말이 형성될 수 있으며, 상기 미반응 금속분말은 금속의 산화에 의해 전기저항 개선의 효과를 반감시킬 수 있기 때문이다.

[0063] 상기 전도성 금속의 함량을 조절함으로써 상기 탄화규소계 구조체는 전기 저항성을 제어할 수 있다.

[0064] 또한, 상기 전도성 금속 분말 입자의 크기는 0.3㎛ 내지 3.5 ㎛일 수 이다.

[0065] 상기 전도성 금속 분말 입자의 크기가 0.3㎛ 내지 3.5 ㎛인 이유는 마이크로 크기의 입자를 사용하면 동일한 재료의 더 큰 입자에 비해 표면적이 증가하여 반응 속도가 향상될 수 있기 때문이다.

[0066] 이때, 반응속도가 향상되어 반응이 조기 완료 된 경우 탄화규소계 구조체의 미세 구조가 치밀화(densification) 되는데 더 많은 추가 시간과 에너지를 제공할 수 있다.

[0067] 상기 치밀화 현상으로 인해 탄화규소 입자의 결합이 증가할 수 있으며 이는 전기 저항률이 감소될 수 있는 원인

이다.

[0068] 셋째 단계로, 상기 분쇄된 분말을 소결하여 뮬라이트 및 전도성 규화물을 포함하는 다공성 탄화규소계 구조체를 형성하는 단계를 포함할 수 있다. (S300)

[0069] 상기 분쇄된 분말을 소결하기 전에 분쇄된 분말을 건조하고, 체질한 후 펠릿으로 압축 할 수 있다.

[0070] 이때, 예를 들어 20MPa 압력을 가하고 직경 36.5㎜ 및 두께 4.5㎜ 크기의 펠릿으로 압축할 수 있다.

[0071] 상기 펠릿으로 압축된 시료를 질소 분위기 하에서 분해한 다음, 아르곤 가스를 포함하는 흑연로에서 소결할 수 있다.

[0072] 예를 들어, 상기 탄화 규소 분말, 점토 분말 및 전도성 금속 분말을 포함하는 탄화규소계 구조체를 제조하기 위하여 상기 펠릿으로 압축된 시료를 600° C 온도에서 질소 분위기 하에서 분해하고, 아르곤 가스를 포함하는 흑연로에서 1200 ° C, 1300 ° C 및 1400 ° C 의 세 가지 다른 온도에서 소결될 수 있다.

[0073] 이때, 상기 가열 및 냉각 속도는 5 ° C/분 이고 탈지 및 소결을 2 시간동안 진행 할 수 있다.

[0074] 또한, 본 발명의 일 실시예에 따른 다른 실시 예인 상기 탄화 규소 분말, 점토 분말, 전도성 금속 분말 및 전도성 산화물을 포함하는 탄화규소계 구조체를 제조하기 위하여 아르곤 가스를 포함하는 흑연로에서 1100 ° C, 1200° C 및 1300 ° C의 세가지 다른 온도에서 소결 될 수 있다.

[0075] 상기 제조방법에 의해 제조된 탄화규소계 구조체는 분말 형태일 수 있다.

[0076] 또한, 상기 소결되고 난 후의 탄화규소계 구조체는 뮬라이트와 전도성 규화물이 형성 될 수 있다.

[0077] 이때, 상기 뮬라이트는 상기 점토와 상기 탄화규소가 반응하여 형성된 것일 수 있다.

[0078] 즉, 상기 뮬라이트는 점토가 상기 탄화규소와 반응하고 고온에서 소결되어 형성된 물질일 수 있다.

[0079] 상기 점토에서 뮬라이트로의 변형이 1000 ° C 이상에서 시작되기 때문에 최소 소결 온도는 최소 1000 ° C 이상이 되어야 한다.

[0080] 본 발명은 1100 ° C 내지 1400 ° C 온도로 소결할 수 있다.

[0081] 이때, 상기 뮬라이트의 형성으로 인해 탄화규소계 구조체의 전기저항이 증가할 수 있다.

[0082] 상기 뮬라이트의 형성으로 인해 증가된 전기 저항은 전도성 금속의 첨가로 감소될 수 있다.

[0083] 또한, 전도성 금속은 탄화규소와 반응하여 전도성 규화물을 형성 할 수 있다.

[0084] 이때, 상기 전도성 규화물은 전도성 금속을 포함하는 실리사이드 상 일 수 있다.

[0085] 예를 들어, 전도성 금속이 니켈(Ni)인 경우에 실리사이드를 형성하는 반응은 하기 화학식1 과 같다.

[0086] [화학식 1]

[0087] $2Ni(s) + SiC(s) \rightarrow Ni_2Si(s) + C$

[0089] 상기 화학식 1을 참조하면, 니켈(Ni)과 탄화규소가 반응하여 니켈 실리사이드와 탄소를 형성 할 수 있는 것을 확인 할 수 있다.

[0090] 상기 니켈 실리사이드 상은 전기 저항이 매우 낮은 물질 이므로 매우 높은 전도성을 나타내는 물질이다.

[0091] 따라서 본 발명의 일 실시예인 니켈 실리사이드 상이 포함된 탄화규소계 구조체는 뮬라이트가 포함되었음에도 불구하고 전기저항이 매우 낮아 질 수 있다.

[0092] 상기 제조방법으로 형성된 탄화규소계 구조체는 일반적인 소결온도 보다 낮은 온도에서 제조할 수 있고, 다공성이며 우수한 전기전도성을 나타내는 특징이 있다.

[0093] 또한, 상기 탄화규소계 구조체는 낮은 소결 밀도, 높은 강도, 높은 열충격 저항 및 우수한 화학적 안정성과 같은 성질을 나타낼 수 있다.

[0094] 상기와 같은 특징을 나타내는 다공성 탄화규소계 구조체를 발열 필터에 적용할 수 있다.

[0095] 상기 발열 필터는 필터를 담체서포트로 이용하고 다공성 탄화규소계 구조체를 압출 공정을 이용하여 허니컴 형태 또는 다중 관 형태의 압출체로 필터를 제작하여 적용하는 것이 특징이다.

[0096] 상기 다공성 탄화규소계 발열 필터는 대기중의 오염된 실내 공기 정화에 사용될 수 있을 뿐만 아니라 바이러스를 제거 할 수 있다. 또한 추가적으로 병원균 및 바이러스 제거용 수처리 필터로도 적용이 가능하다.

[0097] 도 2는 본 발명의 일 실시예에 따른 전도성 규화물 형성 반응 조건 및 전기전도도를 나타내는 표이다.

[0098] 도 2를 참조하면, 다공성 탄화 규소계 발열 필터에 전도성 금속은 철(Fe), 니켈(Ni), 몰리브덴(Mo), 코발트(Co), 크롬(Cr) 및 티타늄(Ti)에서 선택된 1종이 포함될 수 있다.

[0099] 상기 전도성 금속의 종류에 따라서 규화물 형성 온도와 규화물의 안정 온도 및 규화물의 전기전도도가 변화하는 것을 확인 할 수 있다.

[0100] 상기 규화물의 형성 온도는 전도성 금속과 실리사이드가 반응하여 실리사이드 상을 형성하기 시작하는 온도를 나타낼 수 있다.

[0101] 또한, 상기 규화물의 안정 온도는 상기 실리사이드 상이 안정적으로 형성되는 온도범위를 나타낼 수 있다.

[0102] 또한, 도 2를 참조하면 규화물의 전기전도도는 전도성 금속에 따라서 달라지고 3.5 $x10^{-7}$ Ω.cm 이상인 것을 확인 할 수 있다.

[0103] 본 발명의 일 실시예에 따른 다공성 탄화규소계 구조체를 포함하는 발열 필터를 설명한다.

[0104] 상기 다공성 탄화규소계 발열필터는 탄화 규소; 뮬라이트; 및 전도성 규화물;을 포함할 수 있다.

[0105] 도 3 내지 도 10을 참조하여, 다공성 탄화규소계 구조체의 물리적 또는 화학적 특성에 대해서 설명한다.

[0106] 도 3은 본 발명의 일 실시예에 따른 탄화규소, 카올린 및 니켈 금속을 포함하는 다공성 탄화규소계 구조체(SKN)의 조성 비율을 나타내는 표이다.

[0107] 도 3을 참조하면, 상기 다공성 탄화규소계 구조체(SKN)는 전도성 금속으로 니켈(Ni)을 선택하였고 상기 니켈 함량을 0wt% 내지 25wt%로 조절 하였다.

[0108] 또한, 카올린(점토)의 함량은 20wt%로 고정하고 전체 함량을 100wt%로 했을 때, 탄화규소(SiC)는 카올린과 니켈의 함량을 제외한 함량을 포함하는 것을 확인 할 수 있다.

[0109] 또한, 상기 탄화규소(SiC), 카올린(kaolin) 및 니켈(Ni)은 모두 분말이고 각각의 분말의 직경을 확인 할 수 있다.

[0110] 상기 도 3을 참조하면, 탄화규소(SiC) 분말은 직경이 4.5와 45 μm 일 수 있고, 카올린의 분말은 직경이 2.1 μm 일 수 있고, 니켈(Ni) 분말의 직경은 0.3 및 3.5 일 수 있다.

[0111] 도 4는 본 발명의 일 실시예에 따른 니켈 입자 크기가 (a) 0.3 μm 또는 (b) 3.5 μm 인 다공성 탄화규소계 구조체(SKN) 의 Ni의 함량과 소결온도에 따른 전기저항성을 나타내는 그래프이다.

[0112] 도 4를 참조하면, Ni의 양이 증가하고 소결 온도가 상승함에 따라 각각의 다공성 탄화규소계 구조체(SKN) 샘플의 전기 저항이 감소한 것을 확인 할 수 있다.

[0113] 또한, 상기 Ni 양이 0wt%에서 25wt%로 증가하고 소결 온도가 1200 ° C에서 1400 ° C로 상승함에 따라, 소결 된 샘플의 전기 저항은 Ni (0.3μm)이 포함된 탄화규소계 구조체의 경우 $2.54x10^{10}$Ω.cm에서 2Ω.cm로 감소하고 Ni (3.5μm)이 포함된 탄화규소계 구조체의 경우 $2.54x10^{10}$Ω.cm에서 15Ω.cm로 감소한 것을 확인 할 수 있다.

[0114] 즉, Ni 입자 크기를 3.5μm에서 0.3μm로 줄이면서 탄화규소(SiC) 입자 크기 (4.5μm)와 카올린 입자 크기 (2.1μm)를 일정하게 유지하면 각 Ni 함량 및 소결 온도에서 각각의 샘플의 전기 저항이 할 수 있다.

[0115] 또한, Ni이 25wt %인 구성의 전기 저항성은 Ni의 입자 크기를 3.5 μm 에서 0.3 μm 로 줄임으로써 전기 저항성이 1200° C에서 35 Ω.cm에서 3 Ω.cm로, 1300° C에서 25 Ω.cm에서 2.5 Ω.cm로, 1400° C에서 15 Ω.cm에서 2 Ω.cm로 감소하였다.

[0116] 이는 각 소결 온도에서 전기 저항이 10 배 감소한 것을 나타낸다.

[0117] 이때, 1400 ° C에서 Ni 함량이 0wt % 에서 10wt %로 증가하면 전기 저항은 3.5 μm Ni의 경우 $7.23x10^{8}$ Ω.cm에서 $1.4x10^{5}$ Ω.cm이고 0.3 μmNi의 경우 $7.23x10^{8}$ Ω.cm에서 30 Ω.cm로 각각 감소하였다.

[0118] 또한, 전기 저항 결과가 일관성이 있고, 신뢰할 수 있는 전기 저항 데이터를 획득하기 위해 최소 10 wt% Ni을 사용하는 것이 바람직하다.

[0119] 이때, Ni은 SiC에 대해 강한 친화성을 나타내는 전이 금속이다.

[0120] 상기 Ni와 SiC 가 반응을 하여 니켈 실리사이드 (예: Ni_2Si)를 형성할 수 있다.

[0121] 이때, 상기 Ni_2Si의 전기 저항은 약 $24x10^{-6}$ Ω.cm 로 Ni보다 전도성이 높고, Ni의 양이 증가하면 상기 Ni이 SiC로 확산되어 Ni_2Si가 더 많이 생성되기 때문에 전기 저항이 감소할 수 있다.

[0122] 상기 Ni(0.35 μm)은 SiC 입자 사이의 틈새 공간을 쉽게 채우고 네트워크 구조를 형성할 수 있다.

[0123] 상기 네트워크 구조의 형성은 전도의 평균 경로를 감소시켜 전기 저항을 감소 시킬 수 있다.

[0124] 도 5는 본 발명의 일 실시예에 따른 소결온도에 따른 다공성 탄화규소계 구조체(SKN)의 XRD 그래프이다.

[0125] 상기 도 5(a)는 Ni 입자 크기와 함께 1200 ° C 내지 1400 ° C온도로 소결 된 25 wt% Ni 을 포함하는 탄화규소계 구조체 샘플의 XRD분석 그래프이다.

[0126] 상기 도 5(a)를 참조하면, 1200 ° C 내지 1400 ° C 온도 중 모든 소결 온도에서, 니켈 실리사이드는 (Ni_2Si, JCPDS No. 01-073-2092)가 형성되고 상기 니켈(Ni)의 입자 크기와 관계없이 니켈 실리사이드가 형성될 수 있음을 확인 할 수 있다.

[0127] 또한, 모든 탄화규소계 구조체의 샘플에서 뮬라이트가 형성 된 것을 확인 할 수 있다.

[0128] 상기 뮬라이트(JCPDS No. 00-006-0259)는 점토가 탄화규소(SiC) 입자에 결합하여 형성된 것으로서 다공성 탄화규소 구조체에 기계적 강도를 제공할 수 있다.

[0129] 상기 XRD 결과는 모든 소결 온도인 1200 ° C 내지 1400 ° C에서 뮬라이트상이 형성된 것을 확인 할 수 있다.

[0130] 도 5(b)는 동일한 공정 조건에서 중량비 1:1의 Ni-kaolin 복합재의 XRD 결과를 나타낸 그래프이다.

[0131] 도 5(b)를 참조하면, 상기 니켈(Ni)은 1400 ° C에서도 카올린과 상호 작용하지 않으며 Ni 과 카올린 최종 합성물은 멀 라이트, 크리스토발라이트 및 미 반응 Ni인 것을 확인 할 수 있다.

[0132] 따라서, 상기 도 5를 참조하면 니켈(Ni)이 탄화규소(SiC)와 상호 작용하여 Ni_2Si 및 유리 탄소를 생성한다는 것을 확인할 수 있다.

[0133] 도 6은 본 발명의 일 실시예에 따른 다공성 탄화규소계 구조체(SKN)의 SEM이미지이다.

[0134] 상기 도 6은 1400 ° C에서 소결 된 다공성 탄화규소계 구조체(SKN)의 SEM이미지이다.

[0135] 도 6 (a) 및 (b)는 SKN-0 (SiC: 4.5μm)의 SEM 이미지이고, 도 6 (c) 및 (d)는 SKN-25 (Ni:0.3μm, SiC: 4.5μm)의 SEM 이미지이고, 도 6 (e) 및 (f)는 SKN-25 (Ni: 3.5μm, SiC: 4.5μm)의 SEM이미지이다.

[0136] 상기 도 6 (b)을 참조하면, 화살표로 표시된 것처럼 SiC 입자가 뮬 라이트와 함께 결합하고 상기 뮬라이트에 덮여 있음을 확인 할 수 있다.

[0137] 상기 0.3 μm Ni이 포함된 탄화규소계 구조체의 경우(도 6 (c) 및 (d)) 3.5 μm Ni 이 포함된 탄화규소계 구조체(도 6 (e) 및 (f))에 비해 분포가 균일하며, 상기 균일한 분포는 전도를 위한 경로의 길이가 균일하고 전기 저항 특성이 균일할 수 있다.

[0138] 도 7은 본 발명의 일 실시예에 따른 다공성 탄화규소계 구조체(SKN)의 니켈 함량과 입자 크기에 따른 소결밀도를 나타내는 그래프이다.

[0139] 도 7(a)는 1200 ° C 일 때 니켈 함량에 따른 소결밀도를 나타내는 그래프이고, 도 7(b)는 1400 ° C 일 때 니켈 함량에 따른 소결밀도를 나타내는 그래프이다.

[0140] 상기 도 7을 참조하면, 소결 된 밀도는 Ni (0.3 μm)를 포함하는 조성물의 경우 1.63 g/cm^3에서 2.25 g/cm^3으로, Ni (3.5 μm)를 포함하는 조성물의 경우 1.63 g/cm^3에서 2.08 g/cm^3로 증가함을 확인 할 수 있다.

[0141] 상기 소결 밀도가 증가 하는 이유는 소결 과정에서 Ni가 Ni_2Si로 변환되기 때문이다.

[0142] 상기 Ni의 밀도는 약 8.9g / cm^3이고 Ni_2Si의 밀도는 7.4g / cm^3에 가까워 SiC (3.2g / cm^3)보다 훨씬 높다.

[0143] 또한, 상기 소결 밀도는 니켈 입자 크기에 의해 영향을 받을 수 있다.

[0144] 상기 3.5 μm 입자 크기의 니켈과 0.3 μm 입자 크기의 니켈의 혼합은 틈새 공간을 채우기 때문에 크기가 작은 니켈 입자를 포함하는 경우(0.3 μm) 압축 밀도를 증가시킬 수 있다.

[0145] 따라서, 니켈 함량이 증가할수록 소결 밀도가 증가하고, 니켈 입자크기가 감소할수록 소결 밀도가 증가함을 확인 할 수 있다.

[0146] 도 8은 본 발명의 일 실시예에 따른 다공성 탄화규소계 구조체(SKN)의 (a)공극 크기 분포 및 (b)공기 투과성을 나타내는 그래프이다.

[0147] 상기 도8 (a)를 참조하면, 1400 ° C일때 Ni (3.5 μm)을 추가하면 공극 크기가 0.50 μm에서 0.45μm으로 감소하는 반면, Ni (0.3μm)을 추가한 경우 공극 크기는 평균 0.41μm로 감소한 것을 확인 할 수 있다.

[0148] 따라서, 소결 된 다공성 세라믹의 기공 크기는 원료 입자 크기에 따라 달라지며 이들 간의 관계는 원료 입자 크기가 커질수록 다공성 세라믹의 기공 크기가 증가하는 비례 관계인 것을 확인 할 수 있다.

[0149] 도 8 (b)는 1400 ° C일때 1atm (14.7psi)에서 측정 된 샘플들의 공기 투과성을 나타내는 그래프이다.

[0150] 도 8 (b)을 참조하면, 상기 평균 기공 크기가 0.41 μm에서 0.50 μm으로 증가함에 따라 공기 투과성은 0.25 L/min/cm^2 에서 0.48 L/min/cm^2로 증가함을 나타낼 수 있다.

[0151] 이를 통해, 공기 투과도가 소결 된 샘플의 기공 크기에 의해 제어되고 기공 크기가 증가함에 따라 투과도 증가하는 것을 확인 할 수 있다.

[0152] 도 9은 본 발명의 일 실시예에 따른 다공성 탄화규소계 구조체(SKN)의 (a) 소결온도에 따른 굴곡 강도 및 (b)니켈 함량에 따른 굴곡 강도를 나타내는 그래프이다.

[0153] 도 9(a)는 소결 온도(1200 ° C 내지 1400 ° C)와 Ni 입자 크기(0.3 μm 및 3.5 μm)에 따른 굴곡 강도를 나타내는 그래프이고, 도 9 (b)는 Ni 함량 (0wt% 내지 25wt%)과 Ni 입자 크기(0.3 μm 및 3.5 μm)에 따른 굴곡 강도를 나타내는 그래프이다.

[0154] 도 9 (a)를 참조하면, 소결 온도가 1200 ° C에서 1400 ° C로 증가하면 굴곡 강도가 Ni (3.5 vm)의 경우 12 ± 1MPa에서 27 ± 2MPa로 증가하고, Ni (0.3 vm)의 경우 22 ± 3MPa에서 54 ± 3MPa로 증가 하는 것을 확인 할 수 있다.

[0155] 이때, 상기 소결 온도가 상승하는 경우 카올린이 뮬라이트로 변형되고 상기 변형된 뮬라이트는 미세구조의 다공성을 감소시킬 수 있으므로 기계적 강도가 높아져서 굴곡강도가 증가할 수 있다.

[0156] 또한, 상기 도 9(b)를 참조하면 Ni 함량이 0wt%에서 25wt%로 증가함에 따라 굴곡 강도는 Ni (3.5 μm)의 경우 8 ± 1MPa에서 27 ± 2MPa로 증가하고, Ni(0.3 μm)의 경우 8 ± 1MPa에서 54 ± 3MPa로 증가하는 것을 확인 할 수 있다.

[0157] 즉, 상기 Ni의 함량이 증가하고 입자 크기가 감소함에 따라 전체 소결 밀도가 증가할 수 있다.

[0158] 이때, 소결 밀도의 증가는 입자 간의 강한 결합 또는 미세 구조의 다공성이 감소할 수 있다.

[0159] 상기 강화된 결합과 더 조밀 한 미세 구조는 미세 구조의 응력 집중 지점을 줄여 다공성 탄화규소 구조체의 굴곡 강도를 증가시킬 수 있다.

[0160] 도10은 본 발명의 일 실시예에 따른 다공성 탄화규소계 구조체(SKN)의 Ni 입자 크기를 3.5μm에서 0.3μm로 줄이는 (a) 미세구조 형성 과정 및 (b) 내부 반응을 보여주는 모식도이다.

[0161] 도10 (a)는 압착 된 샘플 (GREEM BODY)에서 미세 구조의 형성과 계면 반응으로 인한 중간 소결 단계

(Intermediate sintering stage) 동안 입자의 이동 방향 및 변화를 보여주고 마지막으로 소결 된 샘플(sintered sample)의 미세 구조를 나타낼 수 있다.

[0162] 도 10 (b)은 두 가지 다른 크기의 Ni(3.5 μm 및 0.3 μm)와 SiC 사이의 계면 반응을 나타낼 수 있다.

[0163] 상기 0.3μm Ni의 경우처럼 상대적으로 더 균질화 된 미세 구조는 낮은 첨가물 함량 (예: 10 wt %)에서도 전기 저항을 급격히 감소 시킬 수 있다.

[0164] 이러한 결과는 도 10 (a)에 나타낸 바와 같이 네트워크 구조의 형성이 Ni (0.3μm)의 경우 평균 전도 경로를 감소 시켰음을 나타낼 수 있다.

[0165] 또한, 네트워크 구조의 형성은 첨가제의 훨씬 낮은 농도에서 전기 저항률을 감소시킬 수 있다.

[0166] 이로써, 상기 본 발명의 일 실시예에 따른 다공성 탄화규소계 발열 필터는 저온 소결 (1400° C 이하)을 기반으로 제어 된 전기 저항과 향상된 기계적 특성을 가진 구성을 성공적으로 제조할 수 있다.

[0167] 또한, 상기 점토가 결합된 탄화규소에 니켈(Ni)을 첨가하면 전기 저항이 감소할 뿐만 아니라 소결 된 샘플의 굴곡 강도도 증가 할 수 있다.

[0168] 본 발명의 다른 실시예인 다공성 탄화규소계 구조체를 포함하는 발열 필터를 설명한다.

[0169] 상기 다공성 탄화규소계 발열 필터는 탄화 규소, 뮬라이트, 전도성 규화물 및 전도성 산화물을 포함할 수 있다.

[0170] 상기 전도성 산화물, 전도성 질화물 또는 전도성 붕화물은 Mn_3O_4, MnO_2, MnO_4, TiO_2, CrO_2, Ti_2O_3, Fe_3O_4, VO, VO_2, CoO, MoO_2, TiN, TiB_2 에서 선택된 1종 이상을 포함할 수 있다.

[0171] 도 11내지 도 18을 참조하여, 다공성 탄화규소계 구조체(SKMN)의 물리적, 화학적 특성에 대해서 설명한다.

[0172] 도11은 본 발명의 일 실시예에 따른 탄화규소, 카올린, 망간산화물 및 니켈 금속을 포함하는 다공성 탄화규소계 구조체(SKMN)의 조성 비율을 나타내는 표이다.

[0173] 도 11을 참조하면, 상기 다공성 탄화규소계 구조체(SKMN)는 전도성 금속으로 니켈(Ni)을 선택하였고 전도성 산화물로 산화망간(Mn_3O_4)을 선택하였다.

[0174] 또한, 상기 니켈 함량을 0wt% 내지 20wt%로 조절 하였다.

[0175] 또한, 카올린(점토)의 함량은 30wt%로 고정하고 산화망간(Mn_3O_4)의 함량은 10wt%로 고정하여 전체 함량을 100wt%로 했을 때, 탄화규소(SiC)는 카올린, 니켈 및 산화망간의 함량을 제외한 함량을 포함하는 것을 확인 할 수 있다.

[0176] 또한, 상기 탄화규소(SiC), 카올린(kaolin) 및 니켈(Ni)은 모두 분말이고 각각의 분말의 직경을 확인 할 수 있다.

[0177] 이때, 상기 산화망간(Mn_3O_4)은 분말형태의 물질 일 수 있다.

[0178] 상기 도 11을 참조하면, 탄화규소(SiC) 분말은 직경이 4.5 μm 일 수 있고, 카올린의 분말은 직경이 2.1 μm 일 수 있고, 니켈(Ni) 분말의 직경은 3 이하 일 수 있다.

[0179] 도 12는 본 발명의 일 실시예에 따른 니켈 함량과 소결 온도에 따른 다공성 탄화규소계 구조체(SKMN)의 전기저항성을 나타내는 그래프이다.

[0180] 도 12를 참조하면, Ni 함량이 0에서 20 wt %로 증가함에 따라 전기 저항은 1100 ° C온도에서 $1.92x10^{2}$에서 1.72 Ω.cm로, 1200 ° C온도에서 $3.07x10^{2}$에서 $3.9x10^{-1}$ Ω.cm로, 그리고 1300 ° C온도에서 $5.55x10^{7}$에서 $3.4x10^{-1}$ Ω.cm.로 감소하는 것을 확인 할 수 있다.

[0181] 또한, Ni이 없는 (SKMN-0) 탄화규소 구조체의 경우 소결 온도의 상승에 따른 전기 저항을 증가 시켰고 20 wt% Ni (SKMN-20)을 포함하는 탄화규소 구조체의 경우 소결 온도가 상승함에 따라 전기 저항이 감소 된 것을 확인 할 수 다.

[0182] 또한, 이와 대조적으로 Ni 함량이 5 wt % 내지 15wt % 인 샘플의 전기 저항은 소결 온도가 1100 ° C에서 1200 ° C로 상승함에 따라 먼저 감소한 다음 소결 온도가 1300 ° C로 상승하면 전기 저항이 증가함을 확인 할 수 있

다.

[0183] 따라서, 상기 다공성 탄화규소계 구조체(SKMN)는 낮은 소결 온도(1100 ° C)에서도 낮은 전기 저항을 나타내는 것을 확인 할 수 있다.

[0184] 그 이유는 상기 전도성 산화물인 산화망간(Mn_3O_4)이 탄화규소(SiC)와 결합하여 전기전도성 있는 2차 상을 형성하기 때문이다.

[0185] 도 13은 본 발명의 일 실시예에 따른 니켈 함량과 소결온도에 따른 다공성 탄화규소계 구조체(SKMN)의 XRD 그래프이다.

[0186] 도 13 (a) 는 20wt % Ni (SKMN-0) 을 포함하는 탄화규소 구조체(SKMN)의 온도에 따른 XRD 그래프이고, 도 13(b)는0wt % Ni (SKMN-20)을 포함하는 탄화규소 구조체(SKMN)의 온도에 따른 XRD 그래프이다.

[0187] 상기 XRD 그래프는 실리콘 카바이드(SiC, JCPDS No. 01-072-0018)가 모든 소결 샘플의 기본 재료임을 확인 할 수 있다.

[0188] 또한, 도 13 (a) 및 (b) 를 참조하면 상기 0 및 20 wt % Ni이 함유된 조성물은 실리카 (SiO_2, JCPDS NO. 01-081-0068.)와 함께 1100 ° C에서 전도성 망간 실리케이트 ($MnSiO_3$, JCPDS No. 01-076-0522 및 Mn_7SiO_{12}, JCPDS No 00-029-0890)의 형성을 나타낼 수 있다.

[0189] 또한, 소결 온도가 1200 ° C이상 인 경우 뮬라이트상 및 크리스토 발석 상에 해당하는 피크가 XRD 패턴에 나타남을 확인 할 수 있다.

[0190] 상기 뮬라이트와 크리스토발라이트는 카올린의 변형 산물이다.

[0191] 또한, 20 wt% Ni을 포함하는 소결 된 탄화규소 구조체(SKMN)는 모든 소결 온도에서 니켈 실리사이드 (Ni2Si, JCPDS NO. 01-073-2092)를 포함함을 확인 할 수 있다.

[0192] 또한, 망간 산화물은 실리카와 상호 작용하여 망간 규산염($MnSiO_3$)을 형성할 수 있다.

[0193] 상기 망간 규산염에 의해 구성의 치밀화(densification)를 향상시킬 수 있으므로 소결 첨가제로 산화 망간을 사용하는 것은 전기저항성을 감소시키기에 매우 효과적일 수 있다.

[0194] 도 13 (c)는 니켈-산화망간 복합체(Ni-manganese oxide)의 중량비 1:1 복합물의 XRD 그래프이다.

[0195] 도 13(c) 를 참조하면, XRD 결과에서 Ni은 1200 ° C에서도 산화 망간과 상호 작용하지 않으며 Ni-산화 망간 복합체의 최종 상은 MnO 및 미 반응 Ni일 수 있다.

[0196] 이때, 사용 된 망간 산화물은($MnO.Mn_2O_3$)의 혼합물 이었지만 XRD는 단 하나의 상 (MnO)만을 나타낸 것으로 보아, 1100 ° C보다 높은 온도에서 Mn_2O_3가 MnO로 변환된 것을 확인 할 수 있다.

[0197] 도 14내지 도 15를 참조하면 다공성 탄화규소계 구조체(SKMN)의 SEM이미지를 나타낼 수 있다.

[0198] 도 14는 본 발명의 일 실시예에 따른 니켈 함량에 따른 다공성 탄화규소계 구조체(SKMN)의 SEM 이미지이다.

[0199] 도 14를 참조하면, 상기 SEM 이미지는 0wt %의 Ni (SKMN-0) 및 15wt %의 Ni (SKMN-15)이 소결 된 탄화규소계 구조체의 1200 ° C에서 미세 구조를 관찰할 수 있다.

[0200] 상기 탄화규소계 구조체의 미세 구조는 니켈(Ni)의 첨가에 의해 미세 구조의 다공성을 감소 시켰고 강한 계면 반응이 진행 된 것을 확인 할 수 있다.

[0201] 도 15은 본 발명의 일 실시예에 따른 소결온도에 따른 다공성 탄화규소계 구조체(SKMN)의 SEM 이미지이다.

[0202] 상기 도 15를 참조하면, 소결 온도의 상승은 화살표로 표시된 입자 간 결합을 증가시킨 것을 확인 할 수 있다

[0203] 또한, 카올린에서 뮬라이트로의 전환은 1000° C온도에서부터 시작하며 탄화규소(SiC) 입자 표면에 판과 같은 형태가 생길 수 있다.

[0204] 상기 뮬라이트는 탄화규소 입자에 함께 결합하여 점토 결합 다공성 탄화규소계 구조체에 강도를 제공할 수 있다.

[0205] 도 16은 본 발명의 일 실시예에 따른 니켈 함량과 소결 온도에 따른 다공성 탄화규소계 구조체(SKMN)의 소결 밀도를 나타내는 그래프이다.

[0206] Ni 함량이 0에서 20wt %로 증가함에 따라 소결 밀도는 1100 ° C온도에서 1.92g/cm^3에서 2.11g/cm^3로 증가하고, 1300 ° C온도에서 2.07g/cm^3에서 2.34g/cm^3로 증가함을 확인 할 수 있다.

[0207] 또한, Ni의 밀도는 약 8.9g/cm^3이고 Ni_2Si의 밀도는 7.4g/cm^3에 가까워 SiC의 밀도보다 (3.2g/cm^3)보다 높다.

[0208] 따라서, Ni 함량의 증가가 조성물 전체의 밀도를 증가시킬 수 있다.

[0209] 한편, 소결 온도의 상승은 치밀화를 위한 높은 추진력으로 인해 소결 밀도의 증가를 야기할 수 있다.

[0210] 따라서, Ni 함량 증가와 소결 온도가 상승함에 따라 탄화규소 구조체 전체 소결 밀도가 증가함을 확인 할 수 있다.

[0211] 도 17은 본 발명의 일 실시예에 따른 소결 온도에 따른 다공성 탄화규소계 구조체(SKMN)의 공극 크기 분포를 나타내는 그래프이다.

[0212] 상기 도 17을 참조하면, 측정 된 공극률은 약 30 % 내지 33 % 이며, 공극 크기는 Ni 함량이 증가함에 따라 감소함을 확인 할 수 있다.

[0213] 상기 샘플의 기공 크기는 1200 ° C에서 소결 된 Ni 함량이 0 wt % 에서 15 wt %로 증가함에 따라 0.445 μm 에서 0.191 μm로 감소함을 확인 할 수 있다.

[0214] 또한, 상기 기공 크기는 소결 온도가 상승하면 0.251 μm에서 0.191 μm로 감소한 다음 소결 온도가 1300 ° C로 증가함에 따라 기공크기가 0.226 μm로 증가한다.

[0215] 소결 온도 상승에 따른 기공 크기의 변화는 다양한 계면 반응 생성물의 형성과 관련이 있는데, 그 중에 망간 실리케이트는 1200 ° C에서 액상으로 변환되어 기공을 덮고 기공 크기를 감소시킬 수 있다.

[0216] 또한, 소결 온도가 1300 ° C로 더 증가함에 따라 더욱 고밀도 화되기 때문에 기공이 합쳐져 전체 기공 크기가 증가할 수 있다.

[0217] 공극률이 30 % 내지 33 % 인 경우, 다공성 탄화규소계 발열 필터의 열충격 저항이 증가 될 수 있다.

[0218] 도 18은 본 발명의 일 실시예에 따른 다공성 탄화규소계 구조체(SKMN)의 (a) 니켈 함량에 따른 굴곡 강도를 나타내는 그래프 및 (b) 소결 온도에 따른 굴곡 강도를 나타내는 그래프이다.

[0219] 도 18(a)를 참조하면, 5wt % Ni가 첨가된 다공성 탄화규소계 구조체의 굴곡 강도가 38 ± 2MPa에서 48 ± 3MPa로 급격히 상승했지만, 이후에는 최대 Ni 함량 (20wt %)까지 곡선이 수평이 된다.

[0220] 도 18(b)를 참조하면, 소결 온도가 1100 ° C에서 1200 ° C로 상승한 경우, 굴곡 강도가 33 ± 2 MPa에서 51 ± 4 MPa로 증가 하고, 1300 ° C로 상승한 경우 소결 온도가 상승함에 따라 굴곡 강도가 59 ± 3MPa로 증가할 수 있다.

[0221] 카올린에서 뮬라이트로의 변형은 소결 온도의 상승과 함께 증가하여 점토와 SiC 입자가 서로 결합하여 밀도가 증가할 수 있다.

[0222] 또한, Ni의 양이 증가함에 따라 탄화규소계 구조체의 소결 밀도가 증가 할 수 있다.

[0223] 일반적으로 소결 밀도의 증가는 입자 간의 강한 결합을 의미하므로, 강화 된 결합과 더 조밀 한 미세 구조는 미세 구조의 응력 집중 지점을 줄여 다공성 SiC 세라믹의 굴곡 강도를 증가시킬 수 있다.

[0224] 따라서, 뮬라이트, 전도성 규화물 및 전도성 산화물을 포함하는 탄화규소계 구조체는 저온 소결이(1100° C 내지 1300 ° C) 가능하고 제어 된 전기 저항 및 향상된 굴곡 강도를 가질 수 있다.

[0226] 이하에서는, 실시예 및 실험예를 참조하면서, 본 발명의 일 실시 형태에 따른 수지 조성물에 대하여 구체적으로 설명한다. 또한, 이하에 나타내는 실시예는 본 발명의 이해를 돕기 위한 일 예시이며, 본 발명의 범위가 이에 한정되는 것은 아니다.

[0227] **실시예**

[0228] **실시예1. 저온소결에 의한 탄화규소계 다공성 발열 필터의 제조**

[0229] 먼저, α-SiC 분말(D50 = 4.5 μm), 점토(20wt % 카올린, D50 = 2.1 μm)와 Ni 분말은 미세 입자(D50 = 0.3 μm) 및 거친 입자 (D50 = 3.5 μm) 두가지 입자 크기를 준비한다.

[0230] 이때, 상기 Ni 분말 함량을 0내지 25 wt% 로 조절하고 각 배치 중량을 100g으로 고정한다.

[0231] 이때, 사용되는 SIC 분말, Kaolin 및 Ni의 함량은 도 3에 따른다.

[0232] 이때, 폴리에틸렌 글리콜(6 wt %, 평균 Mn = 4600, Sigma-Aldrich, USA) 을 결합제로 사용한다.

[0233] 다음으로, 모든 개별 조성물들을 증류수에서 6시간동안 폴리 프로필렌 용기와 알루미나 볼(질경 10mm)을 사용하여 볼 밀링 기법에 의해 혼합하고 분쇄한다.

[0234] 다음으로, 상기 혼합하고 분쇄된 슬러리를 건조하고, 체질하고, 20MPa에서 직경 36.5mm 및 두께 4.5mm의 펠릿으로 압축 한다.

[0235] 다음으로, 상기 압축된 펠릿을 600 ° C온도로 가열하며 질소 분위기 하에서 분해 한다.

[0236] 다음으로, 상기 분해된 물질을 아르곤 (Ar) 흐름 하에서 흑연로에서 1200 ° C, 1300 ° C 및 1400 ° C의 세 가지 다른 온도에서 소결한다.

[0237] 이때, 가열 및 냉각 속도는 5 ° C/분 이고 탈지 및 소결을 2 시간동안 진행 한다.

[0239] 뮬라이트, 전도성 규화물을 포함하는 다공성 탄화규소계 구조체를 제조하였다.

[0240] 또한, 상기 발열 필터를 담체 지지체로 이용하여 다공성 탄화규소계 구소체를 포함하는 다공성 탄화규소계 발열 필터를 제조하였다.

[0242] **실시예2. 전도상 산화물을 더 포함하는 저온소결에 의한 탄화규소계 다공성 발열 필터의 제조**

[0243] 먼저, α-SiC 분말 (D50 = 4.5μm), 점토 (30 wt% 카올린, D50 = 2.1μm), 산화 망간 ($MnO.Mn_2O_3$), 및 Ni 분말 (D50 = 3 μm)을 준비한다.

[0244] 이때, 상기 점토의 함량은 30 wt%이고 산화 망간의 함량은 10wt%이고 이때, 상기 Ni 분말 함량을 0내지 20 wt% 로 조절한다.

[0245] 이때, 폴리에틸렌 글리콜(PEG 6 wt %, 평균 Mn = 4600, Sigma-Aldrich, USA)을 결합제로 사용한다.

[0246] 다음으로, 모든 개별 조성물들을 증류수에서 5시간 동안 알루미나 볼(직경10mm)이 있는 폴리 프로필렌 용기에 혼합하고 분쇄한다.

[0247] 이때, 볼 대 분말 중량비는 5:1이고 물 대 분말 중량비는 2 : 1이다.

[0248] 다음으로, 분쇄된 슬러리를 105 ° C온도의 오븐에서 건조하고 체질 한 다음, 20MPa에서 직경 36.5mm 및 두께 4.5mm의 둥근 펠릿으로 단축 압축 한다.

[0249] 다음으로, 상기 압축된 펠릿은 질소분위기하에서 600 ° C에서 분해 한다.

[0250] 다음으로, 상기 분해된 물질을 아르곤(Ar) 흐름 하에서 흑연로에서 1100 ° C내지 1300 ° C온도로 소결한다.

[0251] 이때, 가열 및 냉각 속도는 5 ° C/분 이고 탈지 및 소결을 2시간 동안 진행한다.

[0252] 뮬라이트, 전도성 규화물, 전도성 산화물을 포함하는 다공성 탄화규소계 구조체를 제조하였다.

[0253] 또한, 상기 발열 필터를 담체서포트(담체지지체)로 이용하여 다공성 탄화규소계 구소체를 포함하는 다공성 탄화규소계 발열 필터를 제조하였다.

[0255] **실험예1. 다공성 탄화규소계 구조체의 저항 측정.**

[0256] 실시예 1 및 실시예 2에서 수득한 소결된 샘플의 전기 저항은 Ni가 포함 된 소결 샘플 용 MODUSYS 4 점 프로브 분석기 (Modusystems, Inc. South Korea) 및 Ni이 포함되지 않은 소결 샘플 용 Hiresta-UX MCP-HT800 고 저항 측정기 (Mitsubishi Chemical Analytic, 일본)를 사용하여 평가 되었다.

[0257] 이때, Ni이 없는 샘플은 전기 저항이 매우 높아서 4 점 프로브 분석기의 범위를 벗어 났으므로 이러한 샘플을 특성화하기 위해 높은 저항률 측정기를 사용하여 평가 되었다.

[0258] **실험예2. 다공성 탄화규소계 구조체의 미세구조 분석.**

[0259] 실시예 1 및 실시예 2에서 수득한 소결된 샘플의 미세 구조 분석은 20kV의 가속 전압에서 주사 전자 현미경 (JSM-5800, Jeol, Japan)을 사용하여 수행되었다.

[0260] **실험예3. 다공성 탄화규소계 구조체의 공극 크기 분포 분석.**

[0261] 실시예 1 및 실시예 2에서 수득한 선택된 샘플의 공극 크기 분포는 수은 다공성 측정기 (Autopore IV 9510, Micromeritics, USA)를 사용하여 측정되었다.

[0262] **실험예4. 다공성 탄화규소계 구조체의 공기 투과성 성능분석.**

[0263] 실시예 1 및 실시예 2에서 수득한 선택된 소결 된 샘플의 공기 투과성 성능은 모세관 유동 다공성 측정기 (CFP-1200-AEL, Porous Materials, USA)를 사용하여 평가되었다.

[0264] **실험예5. 다공성 탄화규소계 구조체의 공기 투과성 성능분석.**

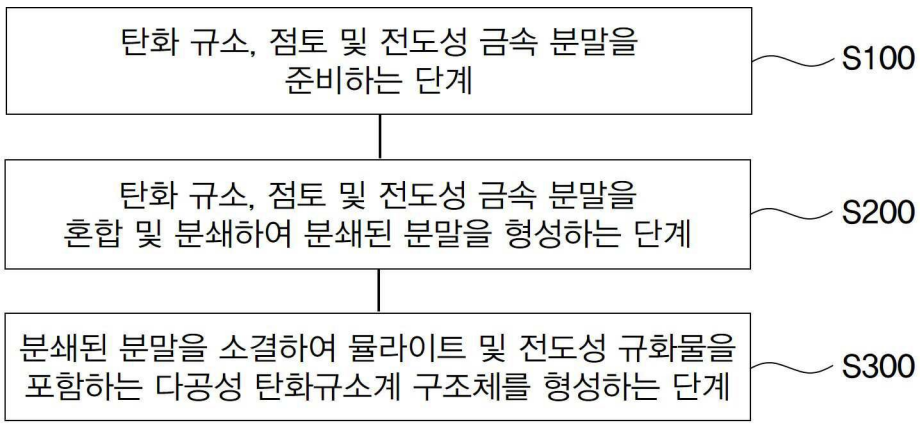
[0265] 실시예 1 및 실시예 2에서 수득한 선택된 샘플의 4 점 굽힘 강도는 범용 시험기 (Instron 100kN, 모델 5982, 미국)의 크로스 헤드 속도 0.2mm/min에서 ASTM 표준 C1161-18에 따라 측정되었다.

[0267] 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.

[0268] 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



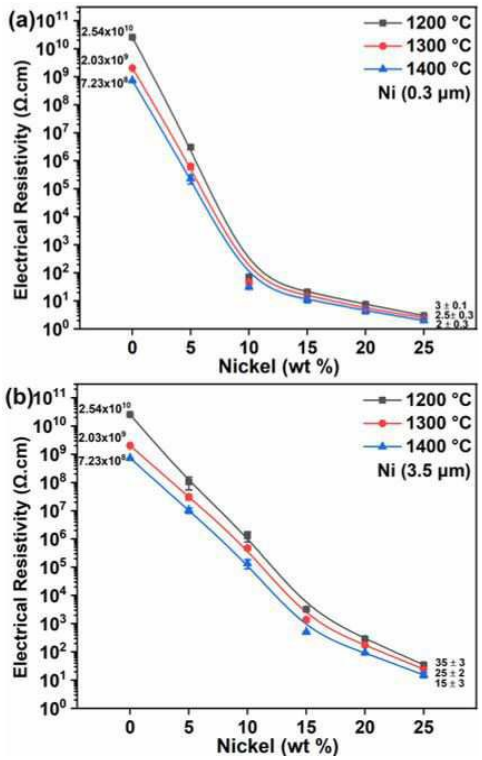
도면2

세라믹	금속	형성 물질	규화물 형성 온도 (℃)	규화물의 안정 온도 (℃)	규화물 전기전도도 (Ω.cm)
SiC	Fe	SiC+Fe →FeSi+C	900	1200-1400	~1x10^{-6}
	Ni	2SiC+Ni →NiSi2+2C	900	950-1300	~24x10^{-6}
	Mo	2SiC+Mo →MoSi2+2C	1000	1400-2180	~3.5x10^{-7}
	Co	2SiC+Co →CoSi2+2C	700	1200-1450	~18x10^{-6}
	Cr	SiC+Cr →CrSi+C	1000	1300-1770	~10x10^{-6}
	Ti	2SiC+Ti →TiSi2+2C	900	1330-2130	~15x10^{-6}

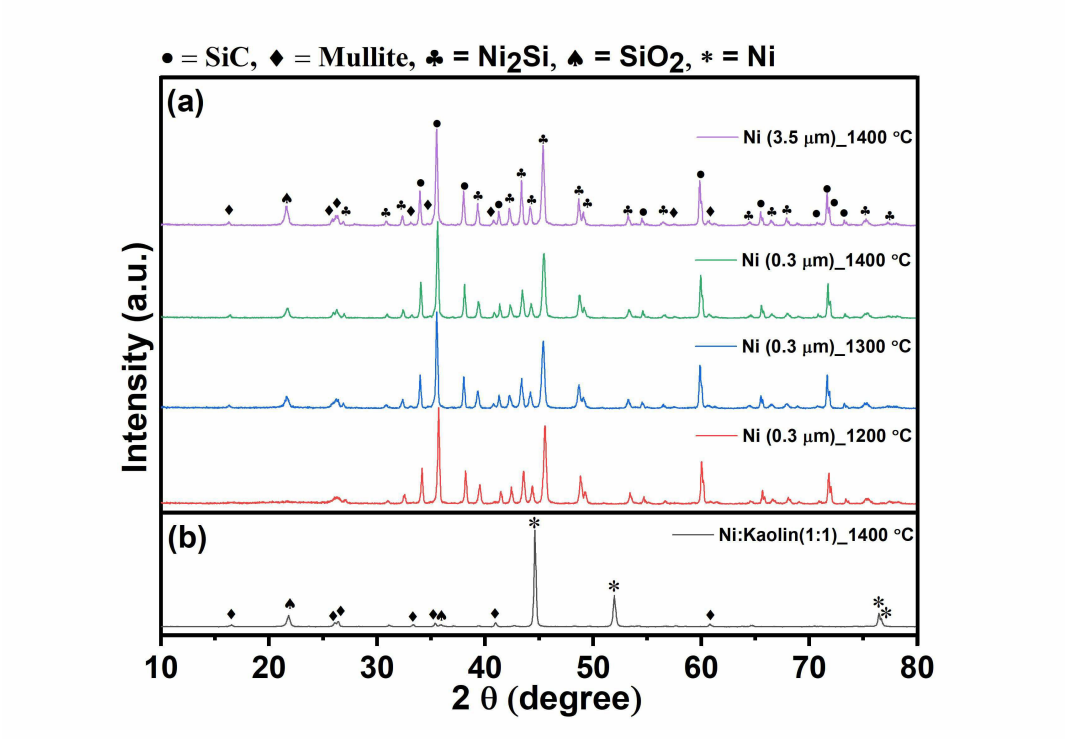
도면3

Sample designation	Chemical compositions (wt %)		
	SiC	Kaolin	Ni
SKN-0	80	20	0
SKN-5	75	20	5
SKN-10	70	20	10
SKN-15	65	20	15
SKN-20	60	20	20
SKN-25	55	20	25
Particle size (D_{50} mm)	4.5 and 45	2.1	0.3 and 3.5

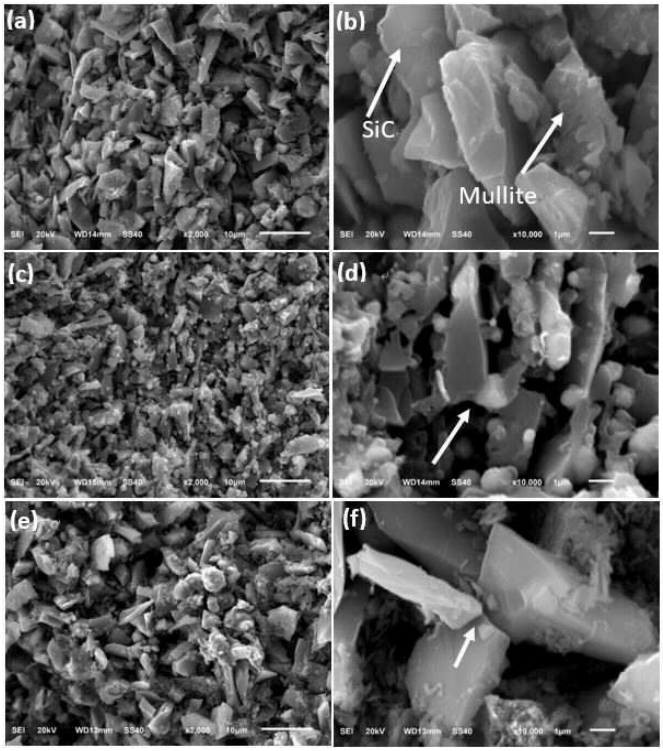
도면4


(a)
Electrical Resistivity (Ω.cm)
Nickel (wt %)
1200 °C
1300 °C
1400 °C
Ni (0.3 μm)
2.54x10^10
2.03x10^9
7.23x10^8
3 ± 0.1
2.5 ± 0.3
2 ± 0.3
(b)
Electrical Resistivity (Ω.cm)
Nickel (wt %)
1200 °C
1300 °C
1400 °C
Ni (3.5 μm)
2.54x10^10
2.03x10^9
7.23x10^8
35 ± 3
25 ± 2
15 ± 3

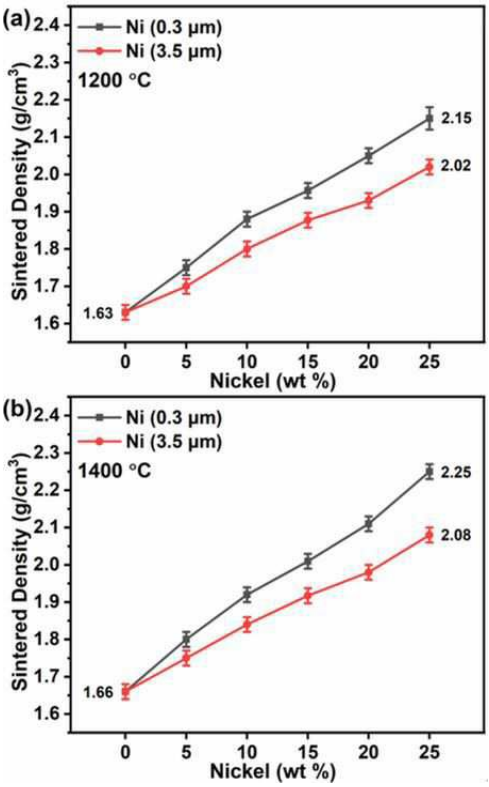
도면5


● = SiC, ♦ = Mullite, ♣ = Ni2Si, ♠ = SiO2, ∗ = Ni
(a)
Ni (3.5 μm)_1400 °C
Ni (0.3 μm)_1400 °C
Ni (0.3 μm)_1300 °C
Ni (0.3 μm)_1200 °C
(b)
Ni:Kaolin(1:1)_1400 °C
Intensity (a.u.)
2 θ (degree)

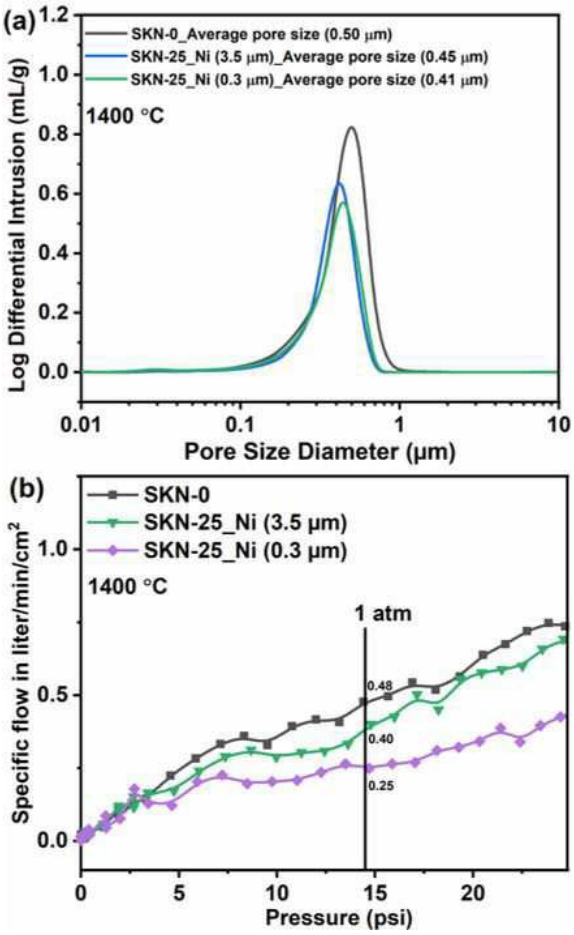
도면6


(a)
(b)
SiC
Mullite
(c)
(d)
(e)
(f)

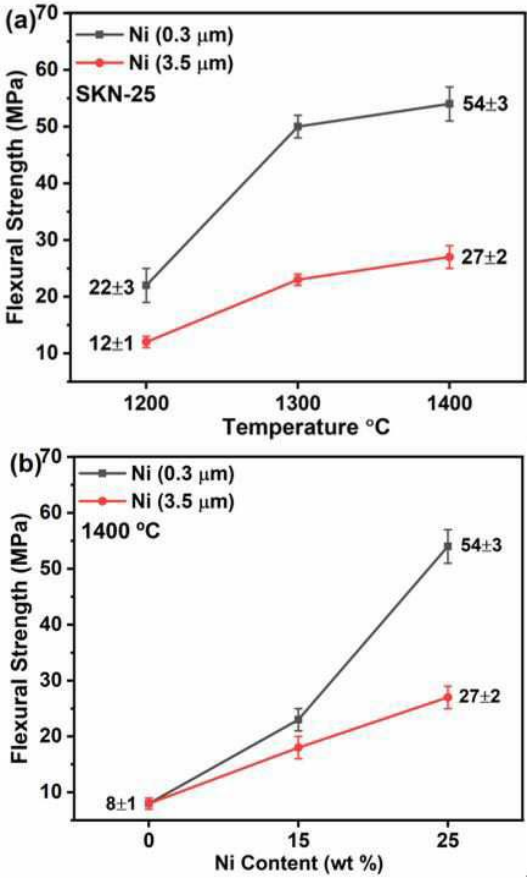
도면7


(a)
Ni (0.3 μm)
Ni (3.5 μm)
1200 °C
2.15
2.02
1.63
Sintered Density (g/cm³)
Nickel (wt %)
(b)
Ni (0.3 μm)
Ni (3.5 μm)
1400 °C
2.25
2.08
1.66
Sintered Density (g/cm³)
Nickel (wt %)

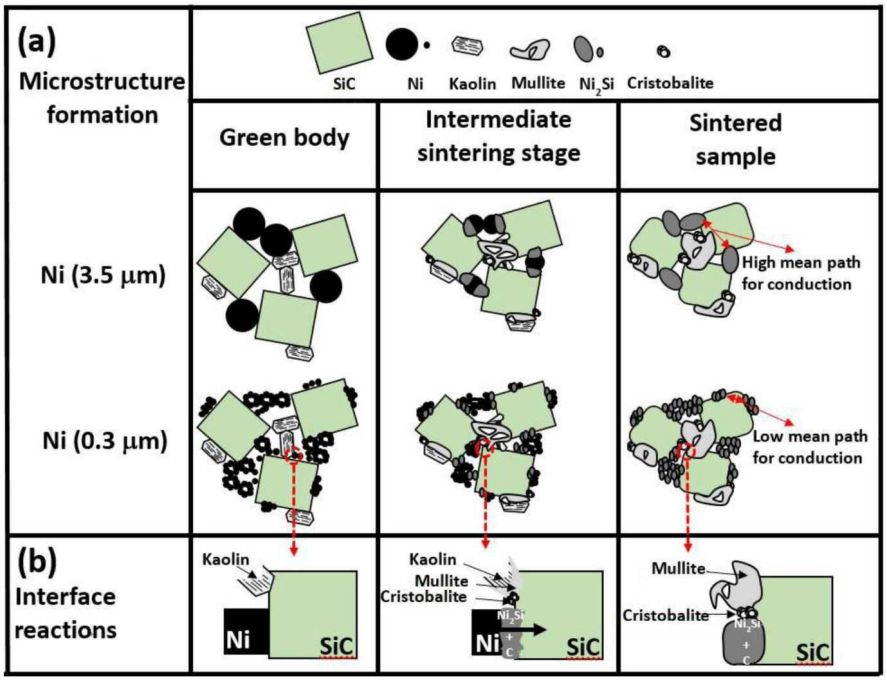
도면8


(a)
SKN-0_Average pore size (0.50 μm)
SKN-25_Ni (3.5 μm)_Average pore size (0.45 μm)
SKN-25_Ni (0.3 μm)_Average pore size (0.41 μm)
1400 °C
Log Differential Intrusion (mL/g)
Pore Size Diameter (μm)
(b)
SKN-0
SKN-25_Ni (3.5 μm)
SKN-25_Ni (0.3 μm)
1400 °C
1 atm
0.48
0.40
0.25
Specific flow in liter/min/cm²
Pressure (psi)

도면9


(a)
Ni (0.3 μm)
Ni (3.5 μm)
SKN-25
Flexural Strength (MPa)
70
60
50
40
30
20
10
54±3
27±2
22±3
12±1
1200
1300
1400
Temperature °C
(b)
Ni (0.3 μm)
Ni (3.5 μm)
1400 °C
Flexural Strength (MPa)
54±3
27±2
8±1
0
15
25
Ni Content (wt %)

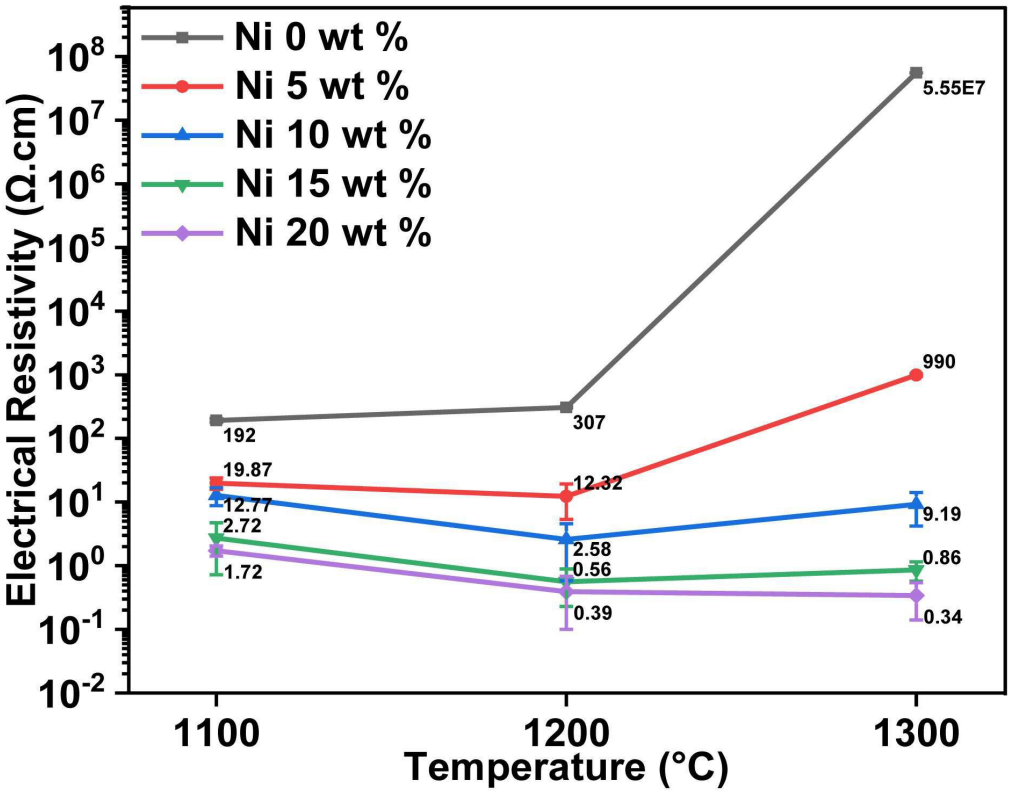
도면10


(a)
Microstructure formation
SiC
Ni
Kaolin
Mullite
Ni2Si
Cristobalite
Green body
Intermediate sintering stage
Sintered sample
Ni (3.5 μm)
Ni (0.3 μm)
High mean path for conduction
Low mean path for conduction
(b)
Interface reactions
Kaolin
Ni
SiC
Kaolin
Mullite
Cristobalite
Ni
SiC
Mullite
Cristobalite
SiC

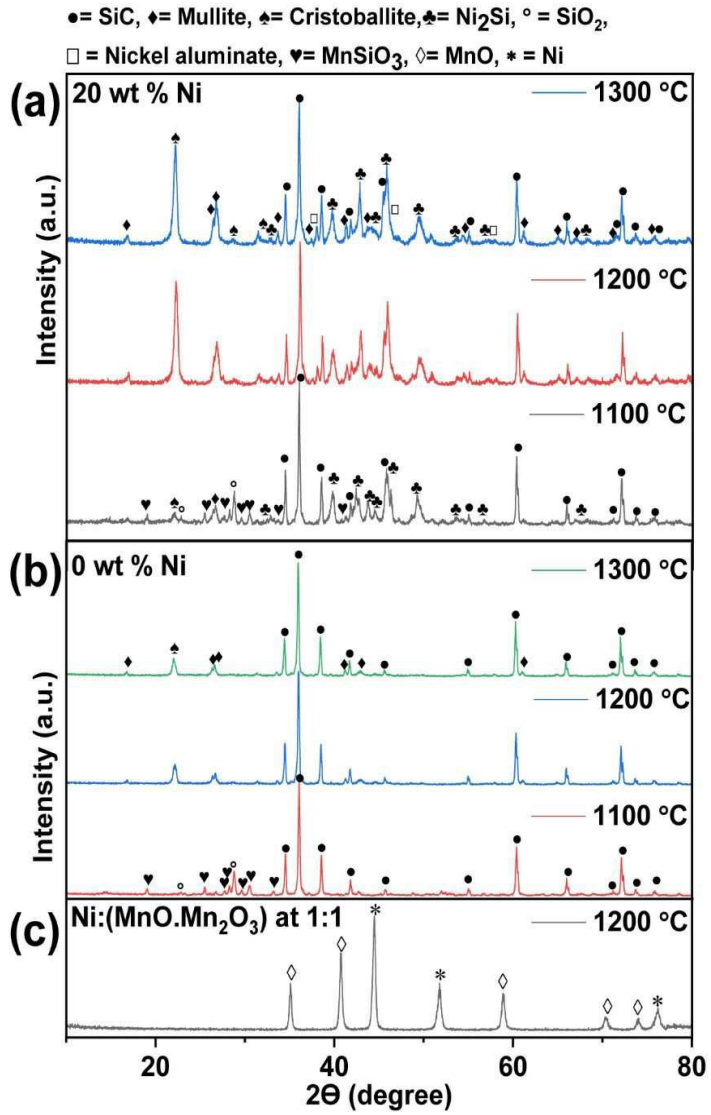
도면11

Sample designation	Chemical compositions (wt %)			
	SiC	Kaolin	Mn_3O_4	Ni
SKMN-0	60	30	10	0
SKMN-5	55	30	10	5
SKMN-10	50	30	10	10
SKMN-15	45	30	10	15
SKMN-20	40	30	10	20
Particle size (D_{50} mm)	4.5	2.1	-	~3

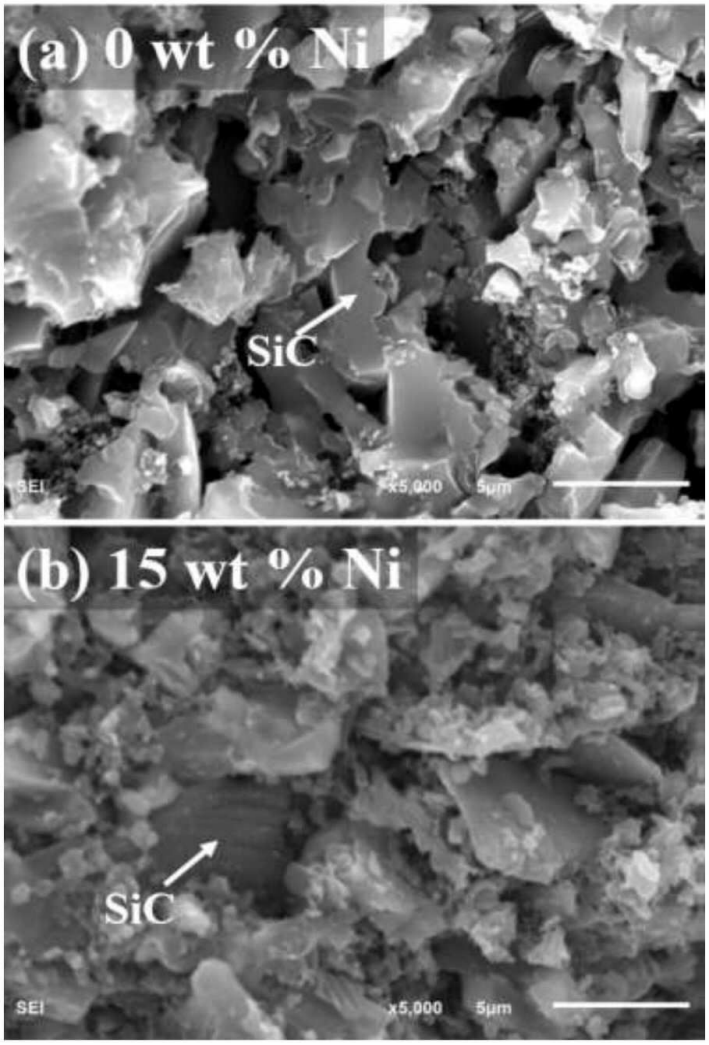
도면12



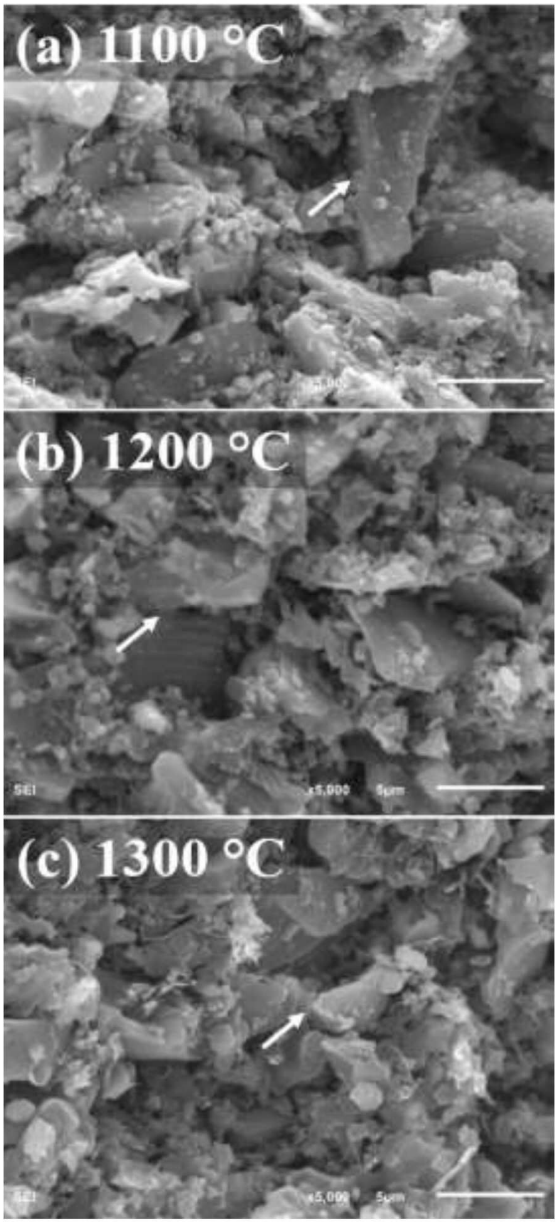
도면13


●= SiC, ♦= Mullite, ♠= Cristoballite,♣= Ni2Si, ° = SiO2,
□ = Nickel aluminate, ♥= MnSiO3, ◊= MnO, * = Ni
(a)
20 wt % Ni
1300 °C
1200 °C
1100 °C
Intensity (a.u.)
(b)
0 wt % Ni
1300 °C
1200 °C
1100 °C
Intensity (a.u.)
(c)
Ni:(MnO.Mn2O3) at 1:1
1200 °C
20
40
60
80
2Θ (degree)

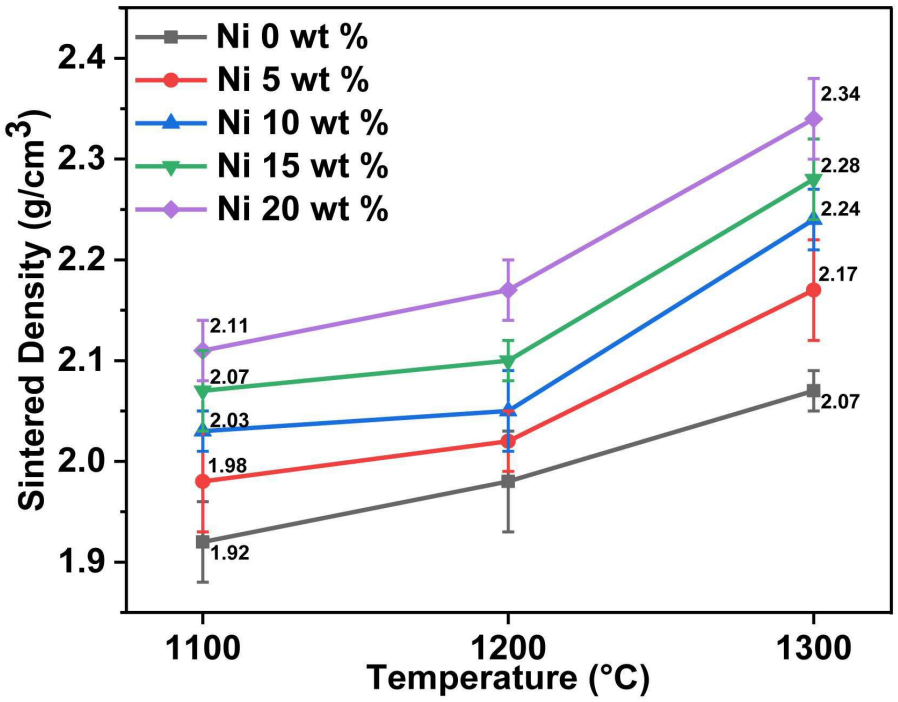
도면14



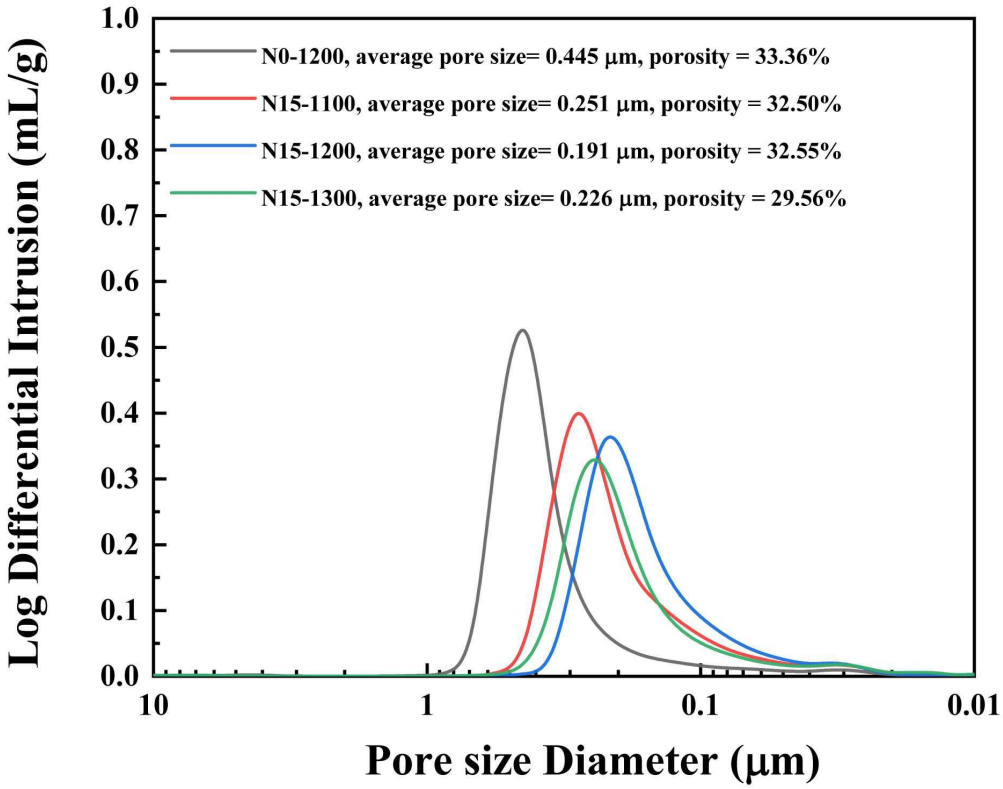
도면15



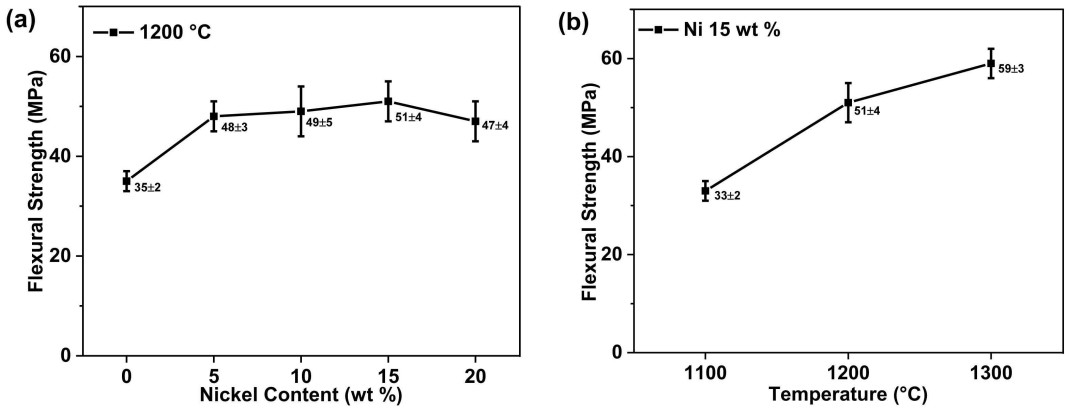
도면16


Ni 0 wt %
Ni 5 wt %
Ni 10 wt %
Ni 15 wt %
Ni 20 wt %
Sintered Density (g/cm3)
2.4
2.3
2.2
2.1
2.0
1.9
2.34
2.28
2.24
2.17
2.07
2.11
2.07
2.03
1.98
1.92
1100
1200
1300
Temperature (°C)

도면17


N0-1200, average pore size= 0.445 μm, porosity = 33.36%
N15-1100, average pore size= 0.251 μm, porosity = 32.50%
N15-1200, average pore size= 0.191 μm, porosity = 32.55%
N15-1300, average pore size= 0.226 μm, porosity = 29.56%
Log Differential Intrusion (mL/g)
1.0
0.9
0.8
0.7
0.6
0.5
0.4
0.3
0.2
0.1
0.0
10
1
0.1
0.01
Pore size Diameter (μm)

도면18


(a)
1200 °C
Flexural Strength (MPa)
0
20
40
60
35±2
48±3
49±5
51±4
47±4
0
5
10
15
20
Nickel Content (wt %)
(b)
Ni 15 wt %
Flexural Strength (MPa)
0
20
40
60
33±2
51±4
59±3
1100
1200
1300
Temperature (°C)