



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2014-0130062
(43) 공개일자 2014년11월07일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
B01J 3/00 (2006.01) C01B 31/36 (2006.01)
B01J 19/24 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2014-0051896
(22) 출원일자 2014년04월29일
심사청구일자 2014년04월29일
(30) 우선권주장
1020130047641 2013년04월29일 대한민국(KR)

(71) 출원인
경희대학교 산학협력단
경기도 용인시 기흥구 덕영대로 1732, 국제캠퍼스
내 (서천동, 경희대학교)
(72) 발명자
박광현
경기 수원시 영통구 청명북로 33, 432동 1502호
(영통동, 청명마을4단지아파트)
정원영
경기 고양시 일산동구 하늘마을로 94, 208동 303
호 (중산동, 하늘마을2단지아파트)
노선호
경기도 남양주시 와부읍 도곡 5리 449-5
(74) 대리인
특허법인 대아

전체 청구항 수 : 총 13 항

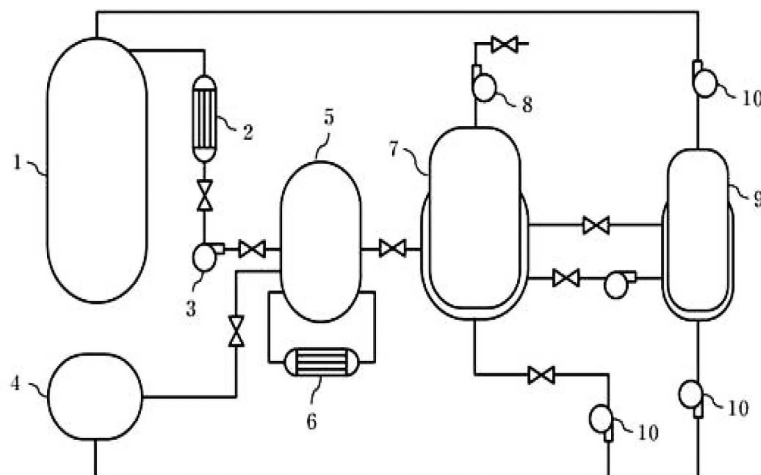
(54) 발명의 명칭 초임계 유체를 이용한 SiC 복합재 제조용 SiC 전구체 충전 장치 및 방법

(57) 요약

초임계 유체를 이용한 SiC 전구체 충전 장치 및 방법에 대하여 개시한다.

본 발명에 따른 SiC 전구체 충전 방법은 (a) SiC 전구체를 초임계 상태의 유체에 용해시키는 단계; (b) SiC와 복합재를 형성하는 물질이 배치된 반응부 내부에, 상기 SiC 전구체가 용해된 초임계 상태의 유체를 공급하여, 상기 SiC와 복합재를 형성하는 물질 내부에 상기 SiC 전구체가 용해된 초임계 상태의 유체를 침투시키는 단계; (c) 상기 반응부 내부를 감압하여 상기 초임계 상태의 유체를 기체 상태로 상변화시킴으로써 상기 SiC 전구체의 용해도 감소를 통하여 상기 SiC와 복합재를 형성하는 물질 내부에 SiC 전구체를 석출하는 단계; 및 (d) 상기 SiC와 복합재를 형성하는 물질 내부에 석출된 SiC 전구체를 제외한 나머지 SiC 전구체와 유체를 배출하는 단계;를 포함하는 것을 특징으로 한다.

대표도 - 도1



이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 2012M2B2A9A02029292

부처명 교육과학부

연구관리전문기관 연구재단

연구사업명 원자력 연구 기반 확충사업

연구과제명 SiC 복합체 보호막 금속 피복관 개발 기초연구

기 여 율 1/1

주관기관 경희대학교

연구기간 2012.06.12 ~ 2013.05.31

특허청구의 범위

청구항 1

유체를 저장하는 유체 저장부;

SiC 전구체를 저장하는 전구체 저장부;

상기 유체 저장부로부터 공급되는 유체가 가열 및 가압되어 초임계 상태로 변화되고, 초임계 상태의 유체에 상기 전구체 저장부로부터 공급되는 SiC 전구체가 용해되는 혼합부;

SiC와 복합재를 형성하는 물질이 배치되어 있으며, 상기 SiC 전구체가 용해된 초임계 상태의 유체가 공급되는 반응부;

상기 반응부 내부를 감압하여 초임계 상태의 유체를 기체 상태로 상변화시킴으로써 상기 SiC 전구체의 용해도 감소를 통하여 상기 SiC와 복합재를 형성하는 물질 내부에 SiC 전구체를 석출하는 압력조절부; 및

상기 SiC와 복합재를 형성하는 물질 내부에 석출된 SiC 전구체를 제외한 나머지 SiC 전구체와 유체를 상기 반응부로부터 공급받는 회수부;를 포함하는 것을 특징으로 하는 SiC 전구체 충전 장치.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 유체 저장부에는 기체 상태의 유체가 저장되고,

상기 유체 저장부와 상기 혼합부 사이에 형성되어, 상기 유체를 액체 상태로 미리 변화시키는 유체 냉각부를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 SiC 전구체 충전 장치.

청구항 3

제2항에 있어서,

상기 유체 냉각부와 상기 혼합부 사이에 형성되어, 상기 냉각된 유체를 가압하는 유체 가압부를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 SiC 전구체 충전 장치.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 회수부는 유체와 SiC 전구체를 분리하는 분리부를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 SiC 전구체 충전 장치.

청구항 5

유체를 저장하는 유체 저장부;

SiC 전구체를 저장하는 전구체 저장부;

SiC와 복합재를 형성하는 물질이 배치되어 있으며, 상기 유체 저장부로부터 공급되는 유체가 가열 및 가압되어 초임계 상태로 변화되고, 초임계 상태의 유체에 상기 전구체 저장부로부터 공급되는 SiC 전구체가 용해되어 상기 SiC 전구체가 용해된 초임계 상태의 유체가 상기 SiC와 복합재를 형성하는 물질 내부에 침투되는 초임계 상태의 유체가 공급되는 혼합/반응부;

상기 혼합/반응부 내부를 감압하여 초임계 상태의 유체를 기체 상태로 상변화시킴으로써 상기 SiC 전구체의 용

해도 감소를 통하여 상기 SiC와 복합재를 형성하는 물질 내부에 SiC 전구체를 석출하는 압력조절부; 및
상기 SiC와 복합재를 형성하는 물질 내부에 석출된 SiC 전구체를 제외한 나머지 SiC 전구체와 유체를 상기 혼합/반응부로부터 공급받는 회수부;를 포함하는 것을 특징으로 하는 SiC 전구체 충전 장치.

청구항 6

- (a) SiC 전구체를 초임계 상태의 유체에 용해시키는 단계;
- (b) SiC와 복합재를 형성하는 물질이 배치된 반응부 내부에, 상기 SiC 전구체가 용해된 초임계 상태의 유체를 공급하여, 상기 SiC와 복합재를 형성하는 물질 내부에 상기 SiC 전구체가 용해된 초임계 상태의 유체를 침투시키는 단계;
- (c) 상기 반응부 내부를 감압하여 상기 초임계 상태의 유체를 기체 상태로 상변화시킴으로써 상기 SiC 전구체의 용해도 감소를 통하여 상기 SiC와 복합재를 형성하는 물질 내부에 SiC 전구체를 석출하는 단계; 및
- (d) 상기 SiC와 복합재를 형성하는 물질 내부에 석출된 SiC 전구체를 제외한 나머지 SiC 전구체와 유체를 배출하는 단계;를 포함하는 것을 특징으로 하는 SiC 전구체 충전 방법.

청구항 7

제6항에 있어서,
상기 유체는 이산화탄소, 메탄, 에탄, 프로판, 부탄 및 클로로디플루오르메탄 중에서 1종 이상을 포함하는 것을 특징으로 하는 SiC 전구체 충전 방법.

청구항 8

제6항에 있어서,
상기 SiC 전구체는 폴리카보실란(polycarbosilane) 또는 폴리카보실록산(polycarbosiloxane)인 것을 특징으로 하는 SiC 전구체 충전 방법.

청구항 9

제6항에 있어서,
상기 SiC와 복합재를 형성하는 물질은 SiC 섬유(SiC_f) 또는 탄소 섬유(C_f)인 것을 특징으로 하는 SiC 전구체 충전 방법.

청구항 10

제6항에 있어서,
상기 (b) 단계 이전에, 상기 반응부 내부의 공기를 제거하는 것을 특징으로 하는 SiC 전구체 충전 방법.

청구항 11

제6항에 있어서,
상기 (b) 단계에서 상기 유체의 초임계 상태가 유지되도록, 상기 반응부 내부의 온도 및 압력을 조절하는 것을 특징으로 하는 SiC 전구체 충전 방법.

청구항 12

- (a) SiC와 복합재를 형성하는 물질이 배치된 혼합/반응부 내부에, SiC 전구체와 유체를 공급하는 단계;
- (b) 상기 혼합/반응부 내부를 상기 유체의 초임계 온도 및 초임계 압력 이상으로 가열 및 가압하여, SiC 전구체가 초임계 상태의 유체에 용해되고, 상기 SiC와 복합재를 형성하는 물질 내부에 상기 SiC 전구체가 용해된 초임계 상태의 유체를 침투시키는 단계;
- (c) 상기 혼합/반응부 내부를 감압하여 상기 초임계 상태의 유체를 기체 상태로 상변화시킴으로써 상기 SiC 전구체의 용해도 감소를 통하여 상기 SiC와 복합재를 형성하는 물질 내부에 SiC 전구체를 석출하는 단계; 및
- (d) 상기 SiC와 복합재를 형성하는 물질 내부에 석출된 SiC 전구체를 제외한 나머지 SiC 전구체와 유체를 배출하는 단계;를 포함하는 것을 특징으로 하는 SiC 전구체 충전 방법.

청구항 13

금속관에 SiC 섬유(SiC_f) 또는 탄소 섬유(C_f)를 와인딩(winding)하는 단계;

제6항 내지 제12항 중 어느 하나의 방법에 기재된 방법으로 SiC 전구체를 상기 와인딩된 SiC 섬유(SiC_f) 또는 탄소 섬유(C_f) 내부에 틸새 및 기공에 충전하는 단계; 및

충진된 SiC 전구체를 경화 및 열분해하여 SiC를 형성하는 단계;를 포함하는 것을 특징으로 하는 SiC 복합재 보호막이 형성된 금속 피복관 제조 방법.

명세서

기술분야

- [0001] 본 발명은 SiC 복합재 제조 과정 중 SiC 전구체 충전 기술에 관한 것으로, 보다 상세하게는 초임계 유체를 이용한 SiC 전구체 충전 장치 및 방법에 관한 것이다.
- [0002] 또한, 본 발명은 상기 방법을 이용하여 SiC 복합재 보호막이 형성된 금속 피복관 제조 방법에 관한 것이다.

배경기술

- [0003] SiC와 SiC 섬유(SiC_f)가 복합된 SiC_f/SiC 복합재나 SiC와 탄소 섬유(C_f)가 복합된 C_f/SiC 복합재는 고온에서 강도와 인성이 우수하고 화학적으로 안정한 특징이 있다.
- [0004] 이러한 특징을 토대로, SiC_f/SiC 복합재나 C_f/SiC 복합재는 가스터빈 부품, 로켓 노즐, 고온 라이너, 고온용 셸, 베어링, 열교환기, 반도체 공정장비 등 고온이 요구되는 분야에 적용되고 있다. 나아가, SiC_f/SiC 복합재는 핵융합로의 초고온 고방사선 환경의 고온 구조재료로 지속적으로 개발되고 있다.
- [0005] SiC_f/SiC 복합재, C_f/SiC 복합재는 일반적으로 화학적 증기 침투법 (Chemical Vapor Infiltration, 이하 CVI), 고분자 침투후 열분해법(Polymer Infiltration and Pyrolysis, 이하 PIP), 그리고 반응 소결법(Reaction Sintering, 이하 RS) 등의 방법으로 제조된다.
- [0006] 이들 방법들 중 CVI 방법은 세라믹 기질물질을 화학적 증기형태로 만들어 복합재 구성물질(fiber) 틸새로 침투시켜 기질을 만드는 방법이다. 그러나, CVI방법은 고가의 고진공 장치가 필요하고 대규모 생산에 어려움이 있다.
- [0007] PIP 방법은 세라믹 기질 물질의 전구체를 복합재 구성물질 틸새로 침투시킨 후 열분해로 세라믹 기질물질을 만드는 방법이다. PIP 방법의 경우, 공정이 비교적 단순하고 다양한 전구체가 개발되고 있어 공업적으로 많이 이용되고 있다. 그러나, PIP 방법의 경우, 열분해시 기질물질의 부피가 감소하여 기공도가 높아지는 문제가 있다.

- [0008] RS 방법은 화학반응으로 세라믹 기질을 만드는 방법이다. 그러나, RS 방법은 여러 물질을 혼합하여 화학 반응을 만들어야 하는 문제점이 있다.
- [0009] 상기 방법들 중 PIP 방법이 SiC_f/SiC 복합재 혹은 C_f/SiC 복합재를 제조하는데 가장 간단하고 생산성이 높아 현재 많은 연구가 진행되고 있다. 그러나 열분해 과정에서 전구체가 세라믹 기질로 변화할 때 부피가 감소하여 많은 기공을 만들어 고밀도 제품을 만드는데 어려움이 있다. 이를 해결하기 위해 현재 PIP 공정을 반복적으로 수행하여 밀도를 높이는 방법이 개발되고 있다.
- [0010] 이때, 가장 중요한 점은 복합재 구성물질 틸새와 미세한 기공에 전구체가 잘 침투해 지속적으로 밀도를 높일 수 있어야 한다. 현재 침투력을 높이기 위해 진공 상태에서 전구체를 침투시키고 있지만 그 침투력에 한계가 있는 상황이다.
- [0011] 본 발명에 관련된 배경기술로는 일본 특허공개공보 제2006-206391호(2006.08.10. 공개)에 개시된 탄화규소의 제조 방법이 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0012] 본 발명의 목적은 SiC_f/SiC 복합재나 C_f/SiC 복합재와 같은 고온특성이 우수한 SiC 복합재를 제조함에 있어서, 초임계 유체를 이용한 SiC 전구체 충전 장치 및 방법을 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

- [0013] 상기한 목적을 달성하기 위한 본 발명의 실시예에 따른 SiC 전구체 충전 장치는 유체를 저장하는 유체 저장부; SiC 전구체를 저장하는 전구체 저장부; 상기 유체 저장부로부터 공급되는 유체가 가열 및 가압되어 초임계 상태로 변화되고, 초임계 상태의 유체에 상기 전구체 저장부로부터 공급되는 SiC 전구체가 용해되는 혼합부; SiC와 복합재를 형성하는 물질이 배치되어 있으며, 상기 SiC 전구체가 용해된 초임계 상태의 유체가 공급되는 반응부; 상기 반응부 내부를 감압하여 초임계 상태의 유체를 기체 상태로 상변화시킴으로써 상기 SiC 전구체의 용해도 감소를 통하여 상기 SiC와 복합재를 형성하는 물질 내부에 SiC 전구체를 석출하는 압력조절부; 및 상기 SiC와 복합재를 형성하는 물질 내부에 석출된 SiC 전구체를 제외한 나머지 SiC 전구체와 유체를 상기 반응부로부터 공급받는 회수부;를 포함하는 것을 특징으로 한다.
- [0014] 이때, 상기 유체 저장부에는 기체 상태의 유체가 저장되고, 상기 유체 저장부와 상기 혼합부 사이에 형성되어, 상기 유체를 액체 상태로 미리 변화시키는 유체 냉각부를 더 포함할 수 있다. 또한, 이 경우, 상기 유체 냉각부와 상기 혼합부 사이에 형성되어, 상기 냉각된 유체를 가압하는 유체 가압부를 더 포함할 수 있다.
- [0015] 또한, 상기 회수부는 유체와 SiC 전구체를 분리하는 분리부를 더 포함할 수 있다.
- [0016] 상기 목적을 달성하기 위한 본 발명의 다른 실시예에 따른 SiC 전구체 충전 장치는 유체를 저장하는 유체 저장부; SiC 전구체를 저장하는 전구체 저장부; SiC와 복합재를 형성하는 물질이 배치되어 있으며, 상기 유체 저장부로부터 공급되는 유체가 가열 및 가압되어 초임계 상태로 변화되고, 초임계 상태의 유체에 상기 전구체 저장부로부터 공급되는 SiC 전구체가 용해되어 상기 SiC 전구체가 용해된 초임계 상태의 유체가 상기 SiC와 복합재를 형성하는 물질 내부에 침투되는 초임계 상태의 유체가 공급되는 혼합/반응부; 상기 혼합/반응부 내부를 감압하여 초임계 상태의 유체를 기체 상태로 상변화시킴으로써 상기 SiC 전구체의 용해도 감소를 통하여 상기 SiC와 복합재를 형성하는 물질 내부에 SiC 전구체를 석출하는 압력조절부; 및 상기 SiC와 복합재를 형성하는 물질 내부에 석출된 SiC 전구체를 제외한 나머지 SiC 전구체와 유체를 상기 혼합/반응부로부터 공급받는 회수부;를 포함하는 것을 특징으로 한다.

- [0017] 상기 목적을 달성하기 위한 본 발명의 실시예에 따른 SiC 전구체 충전 방법은 (a) SiC 전구체를 초임계 상태의 유체에 용해시키는 단계; (b) SiC와 복합재를 형성하는 물질이 배치된 반응부 내부에, 상기 SiC 전구체가 용해된 초임계 상태의 유체를 공급하여, 상기 SiC와 복합재를 형성하는 물질 내부에 상기 SiC 전구체가 용해된 초임계 상태의 유체를 침투시키는 단계; (c) 상기 반응부 내부를 감압하여 상기 초임계 상태의 유체를 기체 상태로 상변화시킴으로써 상기 SiC 전구체의 용해도 감소를 통하여 상기 SiC와 복합재를 형성하는 물질 내부에 SiC 전구체를 석출하는 단계; 및 (d) 상기 SiC와 복합재를 형성하는 물질 내부에 석출된 SiC 전구체를 제외한 나머지 SiC 전구체와 유체를 배출하는 단계;를 포함하는 것을 특징으로 한다.
- [0018] 이때, 상기 유체는 이산화탄소, 메탄, 에탄, 프로판, 부탄 및 클로로디플루오르메탄 중에서 1종 이상을 포함할 수 있다.
- [0019] 또한, 상기 SiC 전구체는 폴리카보실란(polycarbosilane) 또는 폴리카보실록산(polycarbosiloxane)일 수 있다.
- [0020] 또한, 상기 SiC와 복합재를 형성하는 물질은 SiC 섬유(SiC_f) 또는 탄소 섬유(C_f)일 수 있다.
- [0021] 또한, 상기 (b) 단계 이전에, 상기 반응부 내부의 공기를 제거하는 것이 바람직하다.
- [0022] 또한, 상기 (b) 단계에서 상기 유체의 초임계 상태가 유지되도록, 상기 반응부 내부의 온도 및 압력을 조절하는 것이 바람직하다.
- [0023] 상기 목적을 달성하기 위한 본 발명의 다른 실시예에 따른 SiC 전구체 충전 방법은 (a) SiC와 복합재를 형성하는 물질이 배치된 혼합/반응부 내부에, SiC 전구체와 유체를 공급하는 단계; (b) 상기 혼합/반응부 내부를 상기 유체의 초임계 온도 및 초임계 압력 이상으로 가열 및 가압하여, SiC 전구체가 초임계 상태의 유체에 용해되고, 상기 SiC와 복합재를 형성하는 물질 내부에 상기 SiC 전구체가 용해된 초임계 상태의 유체를 침투시키는 단계; (c) 상기 혼합/반응부 내부를 감압하여 상기 초임계 상태의 유체를 기체 상태로 상변화시킴으로써 상기 SiC 전구체의 용해도 감소를 통하여 상기 SiC와 복합재를 형성하는 물질 내부에 SiC 전구체를 석출하는 단계; 및 (d) 상기 SiC와 복합재를 형성하는 물질 내부에 석출된 SiC 전구체를 제외한 나머지 SiC 전구체와 유체를 배출하는 단계;를 포함하는 것을 특징으로 한다.
- [0024] 상기 다른 목적을 달성하기 위한 본 발명의 실시예에 따른 SiC 복합재 보호막이 형성된 금속 피복관 제조 방법은 금속관에 SiC 섬유(SiC_f) 또는 탄소 섬유(C_f)를 와인딩(winding)하는 단계; 전술한 방법으로 SiC 전구체를 상기 와인딩된 SiC 섬유(SiC_f) 또는 탄소 섬유(C_f) 내부에 틈새 및 기공에 충전하는 단계; 및 충전된 SiC 전구체를 경화 및 열분해하여 SiC를 형성하는 단계;를 포함하는 것을 특징으로 한다.

발명의 효과

- [0025] 본 발명에 따르면, SiC 전구체의 용해도가 높으며 반응부 내에서 SiC와 복합재를 형성하는 물질 내부로 침투력이 우수한 초임계 유체를 이용하여 SiC 전구체를 이용함으로써 고밀도의 SiC 복합재 제조가 가능하다.
- [0026] 또한, 본 발명에 따르면, 초임계 상태에서 반응부 내에서 감압을 통하여 SiC 전구체 용해도를 급감시키는 방법으로 SiC 전구체 석출을 수행한다. 이를 통하여, 석출된 SiC 전구체를 제외한 나머지 SiC 전구체와 유체를 쉽게 회수할 수 있다.
- [0027] 또한, 본 발명에 따르면, 회수된 SiC 전구체와 유체를 재사용할 수 있어, 폐기물 발생을 억제할 수 있으며, 환경친화적인 SiC 전구체 충전이 가능하다.

도면의 간단한 설명

- [0028] 도 1은 본 발명의 실시예에 따른 초임계 유체를 이용한 전구체 충전 장치를 개략적으로 나타낸 것이다.
- 도 2는 본 발명의 다른 실시예에 따른 초임계 유체를 이용한 전구체 충전 장치를 개략적으로 나타낸 것이다.

도 3은 유체의 압력에 따른 SiC 전구체의 용해도 변화를 나타낸 것이다.

도 4a 및 도 4b는 비교예 및 실시예에 따른 시편 단면의 SEM 사진이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0029] 본 발명의 이점 및 특징, 그리고 그것들을 달성하는 방법은 첨부되는 도면과 함께 상세하게 후술되어 있는 실시예들을 참조하면 명확해질 것이다. 그러나, 본 발명은 이하에서 개시되는 실시예들에 한정되는 것이 아니라 서로 다른 다양한 형태로 구현될 것이며, 단지 본 실시예들은 본 발명의 개시가 완전하도록 하며, 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자에게 발명의 범주를 완전하게 알려주기 위해 제공되는 것이며, 본 발명은 청구항의 범주에 의해 정의될 뿐이다. 명세서 전체에 걸쳐 동일 참조 부호는 동일 구성요소를 지칭한다.
- [0030] 이하, 도면을 참조하여, 본 발명의 실시예에 따른 초임계 유체를 이용한 SiC 복합재 제조용 SiC 전구체 충전 장치 및 방법에 대하여 설명한다.
- [0031] 도 1은 본 발명의 실시예에 따른 초임계 유체를 이용한 SiC전구체 충전 장치를 개략적으로 나타낸 것이다.
- [0032] 도 1을 참조하면, 도시된 SiC 전구체 충전 장치는 유체 저장부(1), 전구체 저장부(4), 혼합부(5), 반응부(7), 압력 조절부(8) 및 회수부(10)를 포함한다. 이들 각 부분들 사이에는 유체 등의 공급 여부와 공급량 등이 제어될 수 있도록 밸브가 포함될 수 있다.
- [0033] 유체 저장부(1)는 SiC 전구체를 용해시킬 수 있는 유체를 저장한다.
- [0034] 유체 저장부(1)에 저장된 유체는 액체 상태 혹은 기체 상태일 수 있다.
- [0035] 유체 저장부(1)에 저장된 유체가 액체 상태일 경우, 유체 가압을 위해 냉각하는 과정을 요하지는 않으나, 유체 저장부 자체의 온도를 유체의 액상 가능 온도로 유지하여야 한다.
- [0036] 반면, 유체 저장부(1)에 저장된 유체가 기체 상태일 경우, SiC 전구체와의 혼합 이전에 유체를 미리 액체 상태로 변화시키기 위하여, 유체 저장부(1)와 혼합부(5) 사이에 유체 냉각부(2)가 더 포함될 수 있다. 유체 냉각부(2)를 통하여 기체 상태의 유체가 냉각(예를 들어 이산화탄소의 경우 10℃ 이하)되어 액체 상태로 변화된다.
- [0037] 또한, 냉각된 유체를 가압, 바람직하게는 유체의 초임계 압력 이상(예를 들어 이산화탄소의 경우 350bar 이상)으로 가압하기 위하여 유체 가압부(3)가 더 포함될 수 있다.
- [0038] 유체는 이산화탄소, 메탄, 에탄, 프로판, 부탄 및 클로로디플루오르메탄 중에서 1종 이상을 포함할 수 있다.
- [0039] 전구체 저장부(4)는 SiC 전구체를 저장한다.
- [0040] SiC 전구체는 폴리카보실란(polycarbosilane) 또는 폴리카보실록산(polycarbosiloxane)일 수 있다.
- [0041] 혼합부(5)에서는 유체 저장부(1)로부터 공급되는 유체가 초임계 온도 이상으로 가열 및 초임계 압력 이상으로 가압되어 초임계 상태로 변화되고, 초임계 상태의 유체에 전구체 저장부(4)로부터 공급되는 SiC 전구체가 용해된다.
- [0042] 유체를 초임계 온도 이상으로 가열(이산화탄소의 경우, 40℃ 이상)하기 위하여 혼합부(5)에는 가열기(6)가 배치될 수 있다.
- [0043] 반응부(7)에는 SiC 섬유(SiC_f)나 탄소 섬유(C_f)와 같이 SiC와 복합재를 형성하는 물질이 배치되어 있다. 그리고, 반응부(7) 내부로, 혼합부(5)에서 형성된 SiC 전구체가 용해된 초임계 상태의 유체가 공급된다.
- [0044] 반응부(7) 내부로 공급된 SiC 전구체가 용해된 초임계 상태의 유체는, SiC와 복합재를 형성하는 물질 내부의 틈새나 기공으로 침투한다. 초임계 유체의 경우, SiC 전구체 용해력과, 특히 침투력이 우수한 바, 이러한 초임계 유체를 이용할 경우, SiC 전구체의 충전 밀도를 향상시킬 수 있다.

- [0045] 압력조절부(8)는 반응부(7) 내부를 감압하여 초임계 상태의 유체를 기체 상태로 상변화시킨다.
- [0046] 이를 통하여 SiC 전구체의 용해도가 급감하여, SiC와 복합재를 형성하는 물질 내부의 틈새나 기공에 SiC 전구체가 석출된다.
- [0047] 회수부(10)는 SiC와 복합재를 형성하는 물질 내부에 석출된 SiC 전구체를 제외한 나머지 SiC 전구체와 유체를 반응부(7)로부터 공급받는다.
- [0048] 또한, 회수부(10)는 온도 변화 등을 통하여 유체와 SiC 전구체를 분리하는 분리부(9)를 더 포함할 수 있다.
- [0049] 도 2는 본 발명의 다른 실시예에 따른 초임계 유체를 이용한 전구체 충전 장치를 개략적으로 나타낸 것이다.
- [0050] 도 1에서는 혼합부(5)와 반응부(7)가 별도로 구성된 예를 나타내었으나, 본 발명은 이에 한하지 않고, 도 2에 도시된 혼합/반응부(11)와 같이, 혼합부와 반응부가 일체화될 수 있다.
- [0051] 도 2에 도시된 예의 경우, 혼합/반응부(11)에는 SiC와 복합재를 형성하는 물질이 배치되어 있다. 그리고, 혼합/반응부(11)에서는 유체 저장부(1)로부터 공급되는 유체가 가열 및 가압되어 초임계 상태로 변화되고, 초임계 상태의 유체에 전구체 저장부(4)로부터 공급되는 SiC 전구체가 용해되어, SiC 전구체가 용해된 초임계 상태의 유체가 SiC와 복합재를 형성하는 물질 내부에 침투된다.
- [0052] 다음으로, 본 발명에 따른 SiC 전구체 충전 방법에 대하여 설명하기로 한다.
- [0053] 우선, SiC 전구체를 초임계 상태의 유체에 용해시킨다. 본 과정은 유체와 SiC 전구체를 공급받아, 유체의 초임계 온도 및 초임계 압력 이상으로 가열 및 가압하는 방식으로 수행될 수 있다. 본 단계는 도 1에 도시된 예에서는 혼합부(5)에서 수행되고, 도 2에 도시된 예에서는 혼합/반응부(11)에서 수행된다.
- [0054] 다음으로, SiC와 복합재를 형성하는 물질이 배치된 반응부(7) 또는 혼합/반응부(11) 내부에, SiC 전구체가 용해된 초임계 상태의 유체를 공급하여, SiC와 복합재를 형성하는 물질 내부에 SiC 전구체가 용해된 초임계 상태의 유체를 침투시킨다.
- [0055] 이때, 본 단계 이전에, 반응부(7) 내부의 공기를 제거하는 것이 바람직하다. 반응부(7) 내부, 특히 SiC와 복합재를 형성하는 물질 내부에 공기를 제거할 경우, SiC 전구체 충전 효율을 보다 향상시킬 수 있는 바 진공 펌프 등을 이용하여 반응부(7) 내부의 공기를 제거하는 것이 바람직하다.
- [0056] 또한, 본 단계에서, 유체의 초임계 상태가 형성 또는 유지되도록, 반응부 내부의 온도 및 압력을 초임계 온도 및 초임계 압력 이상이 되도록 조절하는 것이 바람직하다.
- [0057] 다음으로, 반응부(7) 또는 혼합/반응부(11) 내부를 감압하여 초임계 상태의 유체를 기체 상태로 상변화시킴으로써 SiC 전구체의 용해도 감소를 통하여 SiC와 복합재를 형성하는 물질 내부에 SiC 전구체를 석출 및 고착시킨다.
- [0058] 다음으로, SiC와 복합재를 형성하는 물질 내부에 석출된 SiC 전구체를 제외한 나머지 SiC 전구체와 유체를 배출한다. 배출된 유체와 SiC 전구체는 다시 유체 저장부(1)와 전구체 저장부(4)로 이송되어, 재사용될 수 있다.
- [0059] 도 3은 유체의 압력에 따른 SiC 전구체의 용해도 변화를 나타낸 것이다.
- [0060] 유체로는 이산화탄소를 이용하고, SiC 전구체로는 폴리카보실란을 이용하였다. 그리고 유체의 용해도는 유체의 온도를 40℃를 유지하면서 측정하였다.
- [0061] 도 3을 참조하면, 유체의 압력이 증가할수록 SiC 전구체가 용해도가 증가하는 것을 볼 수 있고, 이를 통하여 초임계 상태의 유체(이산화탄소의 경우, 40℃에서 350bar 이상)의 경우, 다량의 SiC 전구체를 용해시킬 수 있음을

알 수 있다.

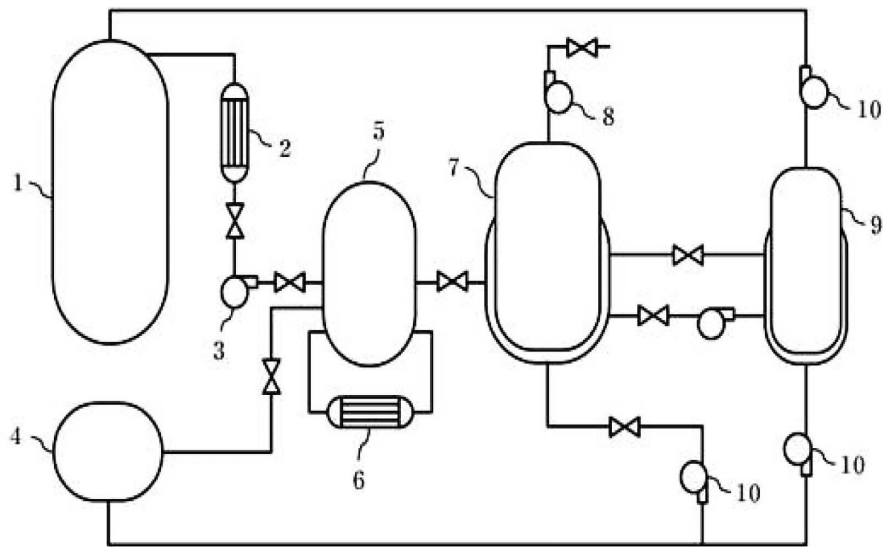
- [0062] 도 4a 및 도 4b는 비교예 및 실시예에 따른 시편 단면의 SEM 사진이다.
- [0063] 도 4a는 초임계 상태의 유체를 이용한 것이 아닌 일반적인 액상의 톨루엔을 이용하여 폴리카보실란을 충전한 시편의 전자현미경 사진이고, 도 4b는 초임계 상태의 이산화탄소를 이용하여 폴리카보실란을 충전한 시편의 전자현미경 사진이다.
- [0064] 실험을 위하여, 알루미늄 관 외부에 SiC 섬유를 감은 뒤, 폴리카보실란을 유체(비교예의 경우 부피비로 톨루엔:폴리카보실란=10:1)에 용해하여 1시간동안 충전하였다. 이후, 시편을 경화시키고 열분해하여 SiC 복합재(SiC_f/SiC)를 제조하였다. 다음, 시편의 단면을 전자현미경(Scanning Electron Microscope, SEM)으로 분석하였다.
- [0065] 도 4a를 참조하면, 액상 유체를 이용하여 폴리카보실란을 충전한 시편은 약 6 μ m 두께의 SiC 섬유 주위에 SiC가 거의 보이지 않는 것을 볼 수 있다. 이에 반하여, 도 4b를 참조하면, 초임계 유체를 이용하여 폴리카보실란을 충전한 시편은 SiC 섬유 주위에 SiC 기질이 매우 촘촘히 생성되어 있는 것을 볼 수 있다.
- [0066] 이를 통하여, 초임계유체로 SiC 전구체를 충전하는 경우, 충전 효율이 보다 우수함을 알 수 있다.
- [0067] 본 발명에 따른 SiC 전구체 충전 방법은 SiC/SiC_f, SiC/C_f 등의 SiC 복합재를 제조함에 있어서 초임계 유체를 이용함으로써 SiC 전구체의 고밀도 충전이 가능한 장점이 있다. 아울러, 압력 조절을 통하여 유체 및 석출되지 않은 SiC 전구체를 회수하여 재사용할 수 있어, 폐기물 발생을 저감할 수 있으며, 환경친화적이다.
- [0068] 본 발명에 따른 SiC 전구체 충전 방법을 이용하면, 지르코늄(Zr) 합금 등의 금속관에 SiC 섬유 혹은 탄소 섬유를 와인딩(winding)한 후, 전술한 방법으로 SiC 전구체를 충전하고, 경화 및 열분해를 통하여 SiC를 형성함으로써 SiC 복합재 보호막이 형성된 금속 피복관을 형성할 수 있다. 이러한 SiC 복합재 보호막은 고온에서 강도와 인성이 우수하고 화학적으로 안정한 특징이 있어, 원자력 분야, 부식 환경에 사용되는 공업용 부품 등에 적용될 수 있다.
- [0069] 제조된 SiC 복합재 보호막의 경우, SiC가 산소를 다량 함유한 비정질 상태를 가질 수 있다.
- [0070] 이상에서는 본 발명의 실시예를 중심으로 설명하였지만, 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 기술자의 수준에서 다양한 변경이나 변형을 가할 수 있다. 이러한 변경과 변형은 본 발명이 제공하는 기술 사상의 범위를 벗어나지 않는 한 본 발명에 속한다고 할 수 있다. 따라서, 본 발명의 권리범위는 이하에 기재되는 청구범위에 의해 판단되어야 할 것이다.

부호의 설명

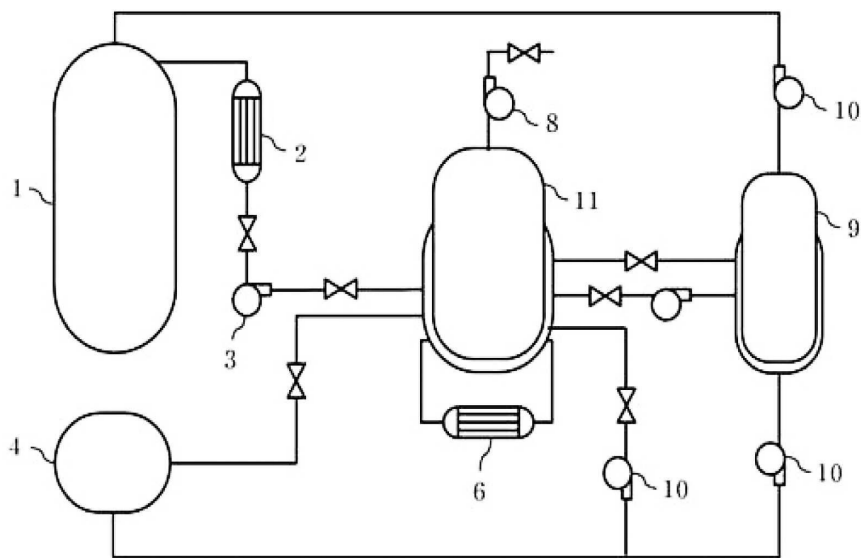
- [0071]
- | | |
|-------------|-------------|
| 1 : 유체 저장부 | 2 : 유체 냉각부 |
| 3 : 유체 가압부 | 4 : 전구체 저장부 |
| 5 : 혼합부 | 6 : 가열기 |
| 7 : 반응부 | 8 : 압력 조절부 |
| 9 : 분리부 | 10 : 회수부 |
| 11 : 혼합/반응부 | |

도면

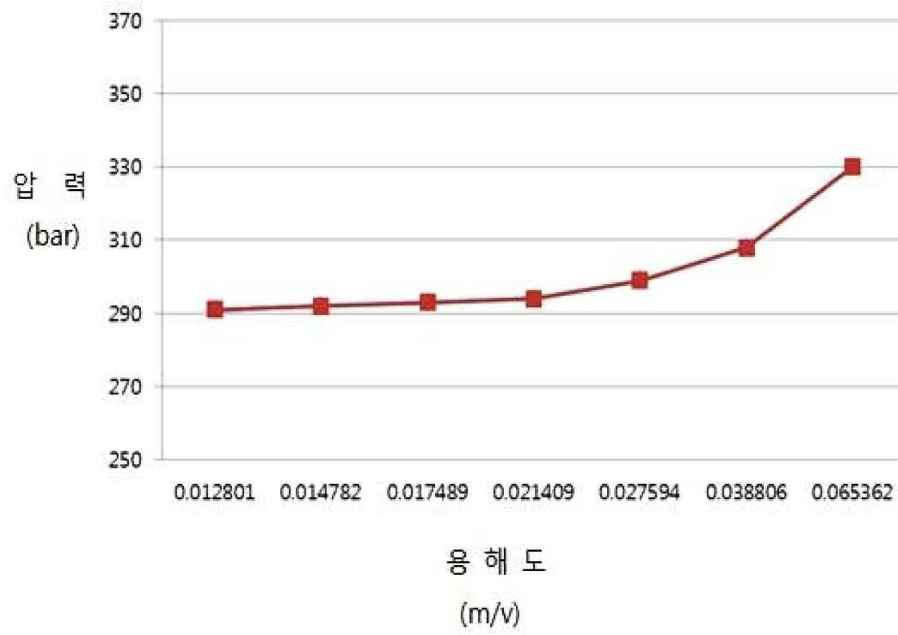
도면1



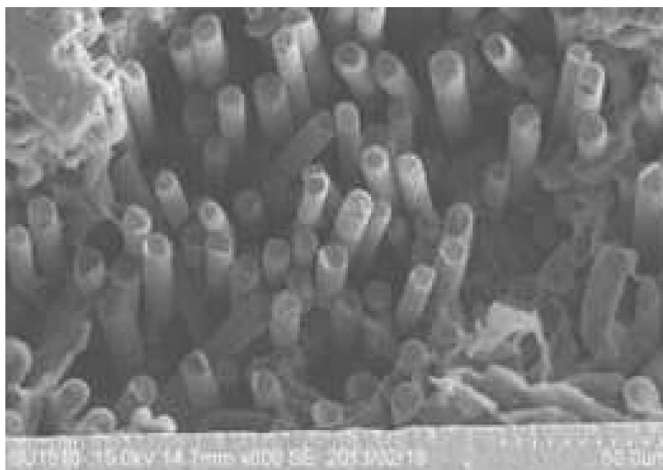
도면2



도면3



도면4a



도면4b

