

## Silicon Carbide 복합재료의 제조

이명천, 권덕근\*, 김홍범\*  
동국대학교 화학공학과, 화학과\*

## Synthesis of Silicon Carbide Composites

Myung Cheon Lee, Duk Geun Kweon\*, Hong Bum Kim\*  
Dept. of Chem. Eng., Dept. of Chem.\*, Dongguk Univ.

### 서 론

Silicon Carbide(SiC) 세라믹은 고내열성, 고내마모성, 고내산화성, 그리고 고온에서의 장시간의 고강도유지 특성등으로 응용이 널리 기대되는 재료이다. 그러나, 약한 충격에도 쉽게 균열이 생기는 단점이 있기 때문에 그 응용에 한계가 있어왔다. 이러한 단점을 해결하는 방법으로 단섬유나 장섬유를 함침시켜 SiC 수지 복합재료를 만들게 된다.

SiC 수지 복합재료의 섬유재료로는 SiC whisker, SiC fiber, Carbon whisker, Carbon fiber 등이 쓰이고 있다. 탄소섬유는 SiC 섬유에 비해 가볍고 값이 싼 반면, 600°C 이상의 고온에서 쉽게 산화되는 단점이 있다. 이러한 단점을 보강하기 위해 최근 SiC 수지로서 산소출입을 막아주는 SiC/탄소섬유 복합재료 제조에 대한 연구가 진행되고 있다. 탄소섬유나 SiC 섬유의 경우 1200°C 의 고온에서 서서히 강도가 저하되기 시작하는 것으로 알려져 있다. 그러므로 섬유보강의 충분한 효과를 보기 위해서는 1200°C 이하에서 응용되어야 할 것으로 예상된다.

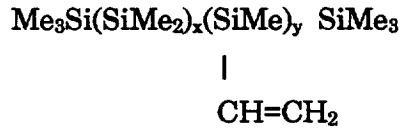
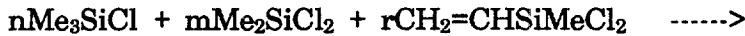
SiC 수지 복합재료를 만드는 공정으로는 장섬유 보강 복합재료인 경우 slurry infiltration, 화학적 증착법등이 있는데 slurry infiltration법은 공정이 간단하고 단시간에 만들수 있는 장점이 있다. Slurry infiltration의 경우 수지를 slurry 상태로 섬유사이로 통과시킬수 있는 binder의 역할이 매우 중요한데 지금까지는 SiC 의 유기 고분자 전구체인 polycarbosilane (PCS) 이 널리 알려져 있다. Binder 로서 좋은 전구체의 조건은 ceramic 수율이 높으면서 액체형태이거나 열이나 용매에 녹는것이다.

본 연구에서는 보강섬유로서 SiC whisker와 탄소섬유 mat 를 사용하였으며 binder로는 SiC-w의 경우 dichlorodimethylsilane를 이용한 PCS

전구체를 탄소섬유 mat의 경우 dichloromethylvinylsilane (DCMVS)을 이용한 PCS전구체를 사용하여 복합재를 제조하였다.

**실험**

SiC 수지로는 α-SiC를 사용하였고, binder로는 SiC-w 복합재의 경우 dichlorodimethylsilane (Me<sub>2</sub>SiCl<sub>2</sub>, DCDMS)을 이용한 polycarbosilane (PCS-1) 전구체와 dichloromethylvinylsilane (CH<sub>2</sub>=CHSiMeCl<sub>2</sub>), trimethylchlorosilane (Me<sub>3</sub>SiCl, TMCS) 그리고 dimethyldichlorosilane (Me<sub>2</sub>SiCl<sub>2</sub>, DMDCS) 을 이용한 전구체 (PCS-2)를 합성하여 사용하였다. 후자의 경우 반응식은 아래와 같다.



여기에서 n, m, r 값은 여러가지로 변화시켜 보았다.

후자의 경우 제조된 생성물은 고체분말형태와 끈끈한 액체형태로 분리수거 되는데 분말과 액체의 IR 흡수스펙트럼은 비슷한 모습이지만 1400 cm<sup>-1</sup> 근처와 3060 cm<sup>-1</sup> 근처의 피크로 보아 액체의 경우 분말보다 -CH=CH<sub>3</sub> 속에있는 이중결합이 더 많아 상대적으로 분말에는 이중결합이 가교결합에 더 많이 참가했음을 알수 있다. 이러한 이중결합의 양적차이는 NMR로도 확인하였는데 액체형태의 경우 6ppm 근처에서 이중결합의 피크를 보이고 있다.

두 물질의 ceramic 수율을 측정해본 결과 분말형태는 60%정도, 액체형태는 40%정도로 액체형태가 낮은 ceramic 수율을 보이고 있다. 이 액체형태는 용매에 쉽게 녹았지만 고체분말은 용매나 열에 녹지 않았다. 따라서, 액체형태의 경우 GPC (Gel Permeation Chromatography) 로 분자량을 측정할수 있었으나 고체형태의 경우 분자량을 측정할수 없었다.

SiC-w 로는 aspect ratio가 7-8정도인 것을 사용하였으며, 탄소섬유 mat로는 2-D 형태로 짜여진 것을 사용하였다. SiC-w 복합재의 경우 α

-SiC, PCS-1, SiC-w 그리고  $Al_2O_3$  를 섞은후 graphite mold에 넣고 press로 압착시킨후 소결하였다. 탄소섬유 mat 복합재의 경우 PCS-2를 THF 용매에 녹인후  $\alpha$ -SiC와  $Al_2O_3$  넣어 slurry 상태로 만든후 탄소섬유 mat에 바른 후 말렸다. 이렇게 제조한 탄소섬유 mat를 모두 8장을 포갠 후 press로 압착하였고 이후 소결시켰다. 소결은  $1200^\circ C$ 에서 한시간 동안 Ar분위기로 하였으며 소결조재로는  $Al_2O_3$  를 사용하였다.

소결후 bulk density는 ASTM의 Archimedes 방법을 사용하였으며, 굴곡강도는 Instron을 사용하여 3-점 굴곡강도시험을 하였다.

## 결과

DCMVS를 이용한 PCS 제조시, TCS의 양과 TMDCS의 양을 여러가지 조성비로 바꾸어 합성하여 보았는데 합성된 PCS를 이용하여 TGA (Thermal Gravimetric Analysis) 를 이용하여  $1200^\circ C$  에서 세라믹 수율을 측정해본 결과 TMDCS : DCMVS : TCS = 0.25 : 1.0 : 1.0 에서 고체의 경우 가장 수율이 높았다. 이 성분비에서 얻은 액체형태의 PCS를 이용하여 slurry infiltration법으로 복합재를 제조한 결과 성공적으로 제조할수 있었다.

SiC-w 강화 복합재의 경우 소결후 bulk density를 측정해본 결과 SiC-w 의 성분이 0, 10, 20, 30 wt%로 증가 함에 따라 bulk density는 아래 그림과 같이 점차로 감소하였다.

## 참고문헌

1. R.D. Miller, J. Michl, "Polysilane High Polymers", chem. rev. 89, 1359-1410 (1989)
2. Jr. Schilling, US Patent 4,414,403, Nov. 8, 1983
3. Jr. Schilling, US Patent 4,497,787, Feb. 5, 1985
4. D.W. Shin and H. Tanaka, J. of Am. Ceram. Soc., 77, 97-104 (1994)

