

Temp gradient & Pulse - CVI 공정에 관한 연구

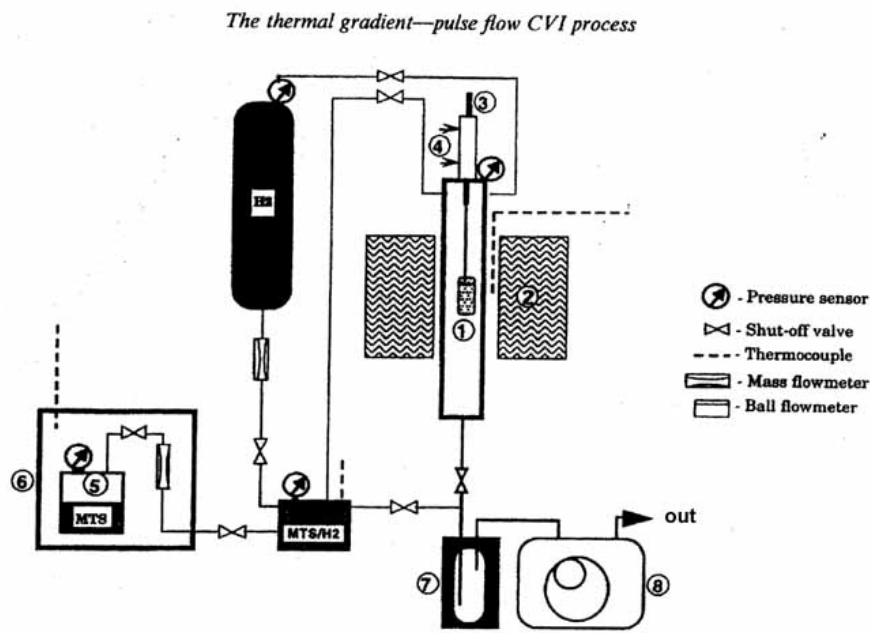
S. Bertrand,* J.F. Lavaud, R.E. Hadi, G. Vignoles and R. Pailler

J. of the European Ceramic Society, 18, 857-870 (1998).

3-D carbon fiber preform에 Thermal Gradient와 Pulse Flow CVI (TP-CVI)를 결합시켜 SiC를 증착시켰다. 시료내 온도가 반응기내에서 시료의 위치이동에 따라 변화하도록 장치하였다.

P-CVI (Thermal gradient 없이) 만을 사용하여 실험한 것과 TP-CVI를 사용하여 실험한 값을 비교한 결과 preform의 깊은 내부까지 증착이 많이 되었고 밀도 또한 높았다. 증착 두께는 ΔT 에 의해 결정되었다. 실험결과 시료의 중심부분에 더 나은 증착이 얻어졌고, 시료 전체적으로 비교적 균일한 증착이 얻어졌다.

실험장치



	실험 장치 명칭
1	fibrous preform
2	furnace
3	piston
4	compressed air inlet valve
5	sources gas
6	drying oven
7	liquid nitrogen trap
8	rotary vacuum pump

○ Experimental apparatus : reactor-silica glass tube (internal diameter: 25mm), species-MTS(CH_3SiCl_3), H_2 (carrier gas)

○ P : the deposition pressure T : the deposition temperature ΔT : the temperature quenching interval
 α : the H_2/MTS ratio N : the total number of pressure pulses
 N_p : which represents the number of pressure cycles during the quenching period

○ relative mass uptake : $\Delta m/m_i\% = (m_f - m_i)/m_i$, < m_i : initial mass, m_f : final mass>

○ normalized mass uptake : $\mu = (\Delta m/m_i)2000/N$

○ the pulse efficiency : $R_p = \tau_r / \tau_i$

TP-CVI의 원리

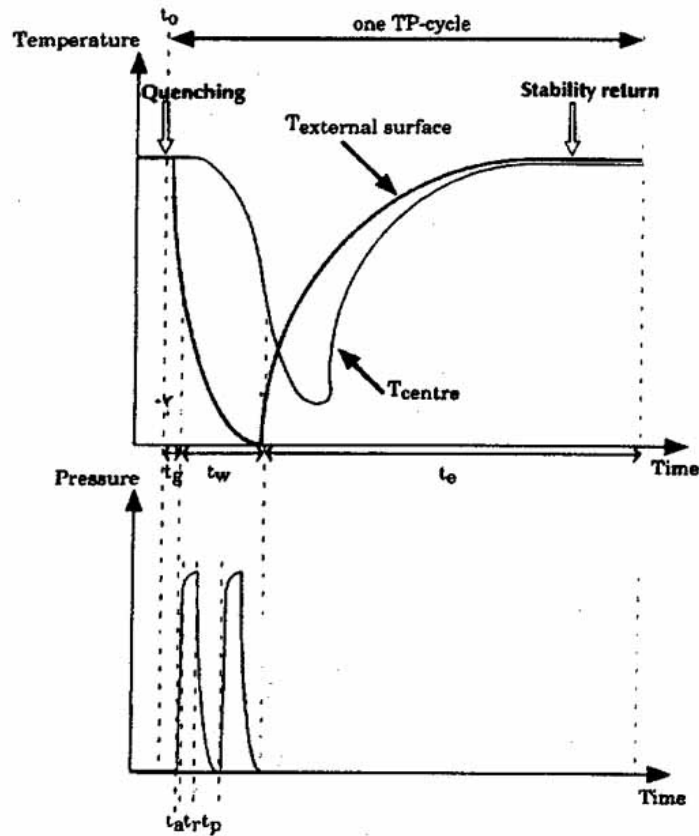


Fig. Temperature and pressure variations with time in a TP-CVI process (example for a two-pulsed-mode). (t_g : reactants admission; t_r : residence time; t_p : evacuation step; t_w : total time of P-CVI cycles, during a temperature quenching interval; t_e : stability time; t_g : temperature gradient establishment).

실험방법 : 반응기 안의 공기를 제거하고 고온으로 하여 시료를 그 위치에 놓는다. 그리고 시료를 피스톤을 이용하여 전기로의 고온 부분에서 저온 부분으로 이동시킨다. gradient setup time(t_g) 이 지난 후 t_a 동안 반응 가스를 삽입시킨다. 반응기로 들어온 가스에 의해 t_r 동안 증착반응이 일어난다.

반응된 가스는 t_p 동안 배출되어 제거된다. 이 부분이 P-CVI cycle ($t_w = t_a + t_r + t_p$)이 사용된 부분이다. P-CVI를 반복한다. 일정시간 후 시료는 다시 피스톤에 의해 저온 부분에서 고온 부분으로 위치시킨다. 실험 결과는 다음과 같다.

S. Bertrand et al.

Table - Experimental conditions and results for PyC and SiC TP-CVI deposition

Deposit	T (°C)	ΔT (°C)	P (kPa)	t_g (s)	t_r (s)	t_p (s)	t_w (s)	N	$N_p \alpha$	R_p (%)	$\Delta m/m_i$ (%)	μ (%)	Thickness gradient	Relative deposit thickness			Surface thickness (μm)
														Core	Middle	Surface	
SiC	1030	50	10	1.5	3	20	24	2000	5.6	15.8	17	17	Normal	0.58	0.89	1	0.65
SiC	1030	100	10	1.5	3	20	24	2000	5.6	15.8	8	8	No gradient	1	1	1	0.35
SiC	1030	200	10	1.5	5	20	34	2000	5.1	13	93	93	Normal	0.34	0.67	1	1.2
SiC	1030	200	10	1.5	5	20	34	2000	5.2	13	43.2	43.2	Inverse	5.8	4	1	0.1
SiC	1030	200	10	1.5	5	20	34	2000	5.6	13	2.1	2.1	Inverse	4	3	1	0.1
SiC	1030	200	16	1.5	5	20	34	2000	5.1	13	90	90	Normal	0.2	0.34	1	2.14
SiC	1030	400	10	1.5	1	15	9.6	1980	2.6	10.7	1.6	1.6	Inverse	3.25	1.2	1	0.6
SiC	1030	400	10	1.5	3	20	24	2000	5.6	15.8	2	2	Inverse	2.5	1.5	1	0.08
SiC	1100	200	10	1.5	3	20	24	2075	5.6	15.8	3	2.9	Inverse	3.9	1	1	0.1

