

기계적 합금화에 의한 MoSi₂계 복합재료의 in-situ 합성 (In-situ reaction of MoSi₂ composites by mechanical alloying)

한국기계연구원 윤중열*, 한유동, 전재호

1. 서론

현재 MoSi₂는 우수한 전기적 특성과 표면에 형성되는 안정한 SiO₂ 피막에 의한 내산화성이 우수하여 고온 발열체로 사용되고 있다. 또한 MoSi₂는 용점이 높으며(2300K), 밀도가 낮고(6.24g/cm³), 내산화성, 내부식성 등 제반 특성이 우수하여 향후 고온 구조재료로 사용될 것으로 기대되고 있다. 그러나 MoSi₂는 다른 많은 고온 금속간화합물과 마찬가지로 저온에서의 낮은 파괴인성, 고온에서의 강도저하 등과 같은 문제점을 갖고 있다.¹⁻⁴⁾ 이러한 문제점을 해결하기 위해서 MoSi₂에 제2상이 첨가된 복합재료를 제조하는 연구가 활발히 진행되고 있다. 본 연구에서는 기계적 합금화법을 이용하여 분말 조성, 불과 분말의 장입비율, 밀링시간 등을 변화시켜 TiC, TiB₂을 강화상으로 한 MoSi₂-TiC, MoSi₂-TiB₂ 복합재료의 in-situ 합성 반응 거동에 대해 조사하였다.

2. 실험방법

각 목표조성별로 혼합된 분말들을 SPEX 8000 Mill(Sytech Corporation, USA)을 사용하여 기계적 합금화 시켰다. 이때 내경 40mm, 높이 38mm 크기의 원통형 tungsten carbide vial을 사용하였으며, 7/16 inch 직경의 tungsten carbide 볼을 분쇄 매질로 사용하였다. 밀링은 조건에 따라 10~600분 동안 단계별로 실시하였으며, 밀링이 진행되는 동안 비접촉식 적외선 온도계를 사용하여 vial 표면의 온도를 측정하였다. 밀링이 완료된 분말은 X선 회절장비(RIGAKU사)를 이용하여 합금화 과정에서 생성되는 상을 분석하였다.

3. 결과 및 고찰

MoSi₂-TiC, MoSi₂-TiB₂ 복합분말을 기계적 합금화 시키면 특정한 밀링시간이 경과한 후에 분말전체에 걸쳐 갑작스런 반응에 의한 합금화가 일어났다. 또한 TiC 및 TiB₂의 함량이 증가함에 따라 갑작스런 반응이 일어나는데 소요되는 시간이 단축되었으며, 불과 분말의 무게비가 증가할수록 갑작스런 반응이 일어나는데 걸리는 시간이 단축되었다. MoSi₂-TiC 복합분말의 기계적합금화시 TiC(또는 TiB₂)가 MoSi₂보다 먼저 합성되며, 일단 TiC(또는 TiB₂)가 합성되면 이때 발생하는 높은 발열량에 의해 Mo+2Si→MoSi₂반응이 촉진되어 MoSi₂-TiC(또는 MoSi₂-TiB₂)복합분말이 동시에 합성된다고 사료된다. 본 연구에서 관찰된 바와 같은 갑작스런 반응은 기계적 합금화 과정 중 원료 분말 사이의 확산반응 보다는 자전고온합성(SHS : self-propagating high temperature synthesis)반응에 의해 갑작스런 상변화가 일어나는 것으로 보고되고 있다. 즉 기계적 합금화 과정 중에는 미세한 혼합상의 계면에너지 축적과 심한 변형에 의한 탄성에너지의 축적 및 열에너지 등으로 인해 혼합분말의 에너지 상태가 증가하게 되어 혼합분말과 화합물과의 합성에너지 차이인 반응구동력에 의해 갑작스런 반응이 일어난다고 보고되고 있다.

4. 결론

MoSi₂, TiC 및 TiB₂의 기계적 합금화에 대해서는 이미 많은 연구들이 진행되어 왔다. 하지만 본 연구에서는 상온에서 기계적 합금화를 이용하여 MoSi₂-TiC 및 MoSi₂-TiB₂ 복합분말을 in-situ로 합성하였다는데 의미를 둘 수 있다. 본 연구결과에 의하면 MoSi₂-TiC 및 MoSi₂-TiB₂ 복합분말의 제조시 Ti+C→TiC(또는 Ti+2B→TiB₂)의 반응에 의해 Mo+2Si→MoSi₂반응이 촉진되어 in-situ 합성이 이루어지며, 갑작스런 반응이 일어나는 시간은 Ti+C→TiC(또는 Ti+2B→TiB₂) 반응시간에 의존하며 Mo와 Si의 함량이 많을수록 반응시간이 길어지게 된다.