

기계합금화로 제조된 FeSi₂ 소결체의 특성
Properties of Sintered FeSi₂ Prepared by Mechanical-Alloy

민병규, 이동희
연세대학교 금속공학과

고온(800°C) 열발전재료로 이용되는 열전성 FeSi₂의 제조는 용해 및 주조, 분말화, 소결 및 열처리 등 일련의 복잡한 공정을 거쳐야 한다. 이중 열처리는 조성비 Fe:Si = 1:2인 이 재료가 용융-응고시 생성된 고온상(α 상)으로부터 안정한 열전반도체인 β 상을 얻기 위해 937°C 이하에서 행하는 과정으로 매우 정밀한 제어를 요구한다.¹⁾ 최근 이러한 조성의 분말을 원소(분말)의 혼합물에 기계적 에너지를 가하여 합금화(M/A)할 수 있음이 알려졌다.²⁾ 열전재료로서의 응용을 위해서는 bulk화가 필요하므로 이렇게 제조된 분말에 대해 소결중상의 변화 또는 유지를 위한 적절한 소결조건을 조사하는 것은 매우 중요하다. 따라서 본 연구에서는 기계적 합금화와 더불어 열처리 없이 β 상의 소결체를 얻기 위한 조건을 조사하였다.

Fe(순도 >99.9%, 입도 <150 μ m)와 Si(>99.9%, <10 μ m)의 원소분말을 FeSi₂의 조성에 맞추어 혼합한 후 스테인레스강 attrition mill(용량 1 l, impeller 회전속도 400rpm)을 이용, 최대 200 시간까지 기계적으로 합금화하였다. 장입 혼합한 분말의 양은 10g이었고 불과 분말의 비를 30:1로 하였으며, n-hexane을 산화방지 매체로 사용하였다. 제조된 분말의 합금화 정도를 XRD 분석으로 조사하였으며, 200 시간 기계적 합금화에서 미세한 β 상 peak가 확인되었다. 또한 합금화중 불순물혼입에 의한 조성변화를 reference sample을 이용하여 EDS로 분석하였다. 후연 die에 분말을 장입하고 β 상 안정온도영역(937°C이하)에서 40MPa의 일축 압력을 가하며 5분간 가압통전소결³⁾을 행하였다. 900°C에서 5분간 가압통전소결한 경우 치밀하고 건전한 β 상의 소결체를 얻을 수 있었다. 이와 같이 완전한 β 단일상이 아닌 기계합금화 분말로부터 완전한 β 상 소결체를 얻을 수 있는 것은 분말 제조 시 일어나는 미세화 및 내부변형(internal strain)효과가 고온 처리중 소결성 향상과 상변화에 도움을 주는 결과 때문인 것으로 분석되었다.

[참고문헌]

- 1) 은영효, 민병규, 이동희, "고온 열전재료 FeSi₂의 변태거동", 한국전자현미경학회지, 25 (1995) 90
- 2) M. Umemoto, "Preparation of Thermoelectric β -FeSi₂ Doped with Al and Mn by Mechanical Alloying (Overview)" Material Transaction, JIM, 36 (1995) 373
- 3) 최국선, 김진영, 이동희, "가압통전소결법에 의한 금속간화합물 TiAl 분말의 소결성", 대한금속학회지, 30 (1992) 840