

기계적 합금화로 제조된 FeSi_2 의 용사소결 및 상변화 Phase Transformations in Thermal Sprayed FeSi_2 Prepared by Mechanical Alloying

최문관, 조경원, 김일호, 어순철
충주대학교 신소재공학과/나노기술연구소
(scur@chungju.ac.kr)

1. 서론

Iron silicide계 금속간 화합물 반도체상인 $\beta\text{-FeSi}_2$ 는 고온에서의 열전특성이 우수할 뿐 아니라 열적·화학적 안정성이 우수하고, 자원의 풍부성과 저렴한 가격으로 인해, 고온용 열전발전 소자로서의 잠재력이 풍부한 재료이다. 본 연구에서는 FeSi_2 화학양론비 조성의 iron silicide를 기계적 합금화로 제조하고 단시간 소결 방안의 하나로서 대기 플라즈마 용사(atmospheric thermal spray)법을 사용하여 소결하였으며, 반도체 성질을 갖는 $\beta\text{-FeSi}_2$ 로의 상변화를 유도하기 위해 항온 열처리를 실시하여 상변화를 분석하였다.

2. 실험 방법

$\text{Fe}_{0.92}\text{Mn}_{0.08}\text{Si}_2$ 의 조성이 되도록 Fe 분말, Si 분말, Mn 분말(순도 99.9%, 200~325 mesh)을 혼합한 후, Szegvari type의 고에너지 어트리터를 이용하여 Ar 분위기 하에서 기계적 합금화 공정을 100시간 동안 실시하였다. 용사 효율을 높이기 위한 방안으로 기계적 합금화 분말을 분무건조(spray drying)법으로 조립화시켰으며, 플라즈마 용사법으로 소결하여 후막을 제조하였다. 용사소결 iron silicide는 β 상의 저온 상변태 온도 직하(845 °C)에서 24, 48, 72, 96, 150, 200시간 동안 항온 열처리를 실시하여 $\beta\text{-FeSi}_2$ 의 상변태를 유도하였다. 각각의 시간에 따른 상변화 거동은 X-선 회절분석(XRD)과 주사전자현미경(SEM), 에너지분산 X-선 분광기(EDS)를 이용하여 분석하였다.

3. 실험 결과

기계적 합금화 공정에 의해 FeSi_2 합금분말을 제조하였으며, 100시간 밀링 후 분말은 준안정상태로 확인되었고, 분말의 항온 열처리 결과 β 상 변태를 유도할 수 있었다. 단시간 소결 방안의 하나로 대기 플라즈마 용사법을 이용하여 소결하였다. 용사 전 용사 효율을 높이기 위해 기계적 합금화 분말을 분무건조(spray drying)법으로 평균 입도 60~70 μm 의 구형으로 조립화 시켰으며, 플라즈마 용사소결에 의해 두께 300~500 μm 정도의 건전한 조직의 후막층을 얻을 수 있었다. β 상 저온 상변태 온도인 845°C에서 항온 열처리를 통해 반도체상의 $\beta\text{-FeSi}_2$ 상변화를 유도하였다. 항온 열처리 시간의 증가에 따라 점진적인 $\beta\text{-FeSi}_2$ 상변태가 진행되었으나, 용사조직의 내재적인 특성인 조대 미세조직에 의해 상변태가 매우 느린 것으로 조사되었다. 향후 적정 β 상변태를 위해 장시간(~500시간)의 항온 열처리를 실시할 예정이며, 각 β 상 분을 별로 열전 특성을 분석하여 상변화 거동에 따르는 열전물성 변화를 조사할 예정이다.

감사의 글 : 본 연구는 한국과학재단 목적기초(R05-2001-000-00783-0)지원으로 수행되었으며 이에 감사드립니다.

4. 참고문헌

1. R. M. Ware and D. J. Mc Neill, Proc. IEEE. 111, 178(1964).