

고온 자전 반응 합성법에 의한 분말 제조 (Powder Processing by Self-propagating High-temperature Synthesis)

홍익 대학교 이기욱, 신재선, 김용석*

최근 알루미늄이드계 또는 실리사이드계 금속간 화합물과 산화물계 또는 질화물계 세라믹 분말들의 사용이 증가함에 따라서 이들을 경제적이고 고순도, 고품질로 제조할 수 있는 방법에 대한 연구가 많이 진행되고 있다. 그러나 이들 재료들은 고온에서 합성을 하여야 하기 때문에 소요되는 에너지의 양이 많고, 합성 분위기와 crucible로부터의 오염이 많아 재질의 순도가 떨어지는 문제가 발생하는 단점이 있다. 이러한 전통적인 화합물 제조시의 문제점들을 극복할 수 있는 새로운 제조 방법이 소련을 중심으로 1970년대 중반부터 연구되었다.

이 방법은 연소 합성법(Combustion Synthesis) 또는 자전 고온 반응 합성법(Self-propagating High-temperature Synthesis)이라고 불리우는 것으로 재질의 반응 합성시 발생하는 합성에너지를 재료 합성의 열원으로 이용하는 것이다. 즉 반응이 빠른 속도로 발생한다면(반응열의 손실이 적다면), 합성 반응열이 인접한 반응물들을 반응 온도까지 가열시켜, 반응이 외부의 가열 없이 진행되는 것이다. 이 방법으로 제조가 가능한 금속간 화합물 및 세라믹들은 그들의 생성 에너지가 매우 커서, 반응 온도가 대부분 2000~3500℃ 정도인 것으로 알려져 있다. 따라서 반응로를 이용하는 전통적인 제조 방법에 비하여 반응물들을 반응 온도까지 가열하고 유지하는데 필요한 에너지를 절약할 수 있게 된다. 또한 증기압이 높은 원소들은 휘발되어 그의 순도가 증가하게 되는 장점이 있다. 특히 본 방법은 반응기와 접촉하지 않는 비접촉식이고 그의 반응시간이 매우 짧아 반응기 또는 반응 분위기로 부터 오염의 가능성을 줄일 수 있는 장점이 있다 하겠다.

본 제조 방법은 초기에 화합물 분말을 제조하는데 연구 노력이 치중되었으나, 최근에는 반응과정중에 치밀화까지 동시에 이룩하려는 연구가 진행되고 있다. Holt는 질화 알루미늄을 1000 기압 정도의 고압에서 반응 시키어 95% 이상의 상대 밀도를 갖는 질화 알루미늄을 소결과정없이 제조하였다. Munir는 연소 반응을 이용하여 Ni-Ti계 형상기억합금의 제조에 관한 연구를 시행하였는데, 이 연구에서 그는 연소 반응→분말 제조→Hot Press→2차 가공(압출, 압연등)등으로 이어지는 4단계 가공 공정을 연소 반응→2차 가공으로 이어지는 2단계로 단축할 수 있는 과정을 개발하였다. Miyamoto는 Hot isostatic press내에서 chemical oven법에 의하여 경사 재료(Functional Gradient Materials) 및 질화물계 세라믹 분말의 제조에 관한 연구를 실시하고 있다.

본 고온 자전 반응 합성법이 좀더 광범위하게 사용되기 위해서는 본 제조법에 의한 시료 품질을 증가시켜야 할 필요성이 있다. 즉 본 방법에 의한 재료의 합성과정에 대한 이해를 증진시키어, 시료의 품질을 정밀하게 조절하는 것이 필요하다. 따라서 본 연구에서는 자전 고온 반응 합성법을 이용하여 금속간화합물을 제조시 화합물의 합성 기구에 대한 연구결과를 소개할 예정이다. 본 연구에서 소개하게 될 금속간 화합물은 Mo-Si, Mo-Si-X(Al, Ti, and V), Nb-Al, Ti-Al, Ni-Ti 등이다. 이들 화합물을 고온 자전 반응 합성법에 의하여 제조할 때, 생성물의 형상 분석, 급냉실험, 성분 분석, XRD 분석등의 방법을 이용하여 제조 과정을 분석하였다. 이러한 합성기구에 대한 이해를 토대로하여 분말의 형상 및 입도 조절, 생성물의 치밀화등을 시도하였는데, 이들 결과에 대하여 소개하게 될 것이다.