

고온 자전 반응 합성에 의한 FeTi 수소 저장 합금의 제조와 연소 온도에 따른 미세 조직의 제어
(Processing of FeTi Hydrogen Storage Alloy by Self-propagating High-temperature
Synthesis and Control of It's Microstructure by Combustion Temperature)

홍익대학교 금속-재료공학과 이종현, 김용석, 이용호

연락처 : 이종현

(121-791) 서울특별시 마포구 상수동 72-1

홍익대학교 공과대학 금속-재료공학과

TEL : (02)320-1666, FAX : (02)322-0644

1. 서 론 :

FeTi 금속간 화합물은 여타의 다른 수소 저장 합금의 제조 방법과 마찬가지로 Argon Gas 분위기에서 Arc Melting 하여 제조하고 있으나 이 공정은 Homogeneity 개선을 위해 3-5회 뒤집어 가며 Remelting하며 응고시 발생하는 포정반응(Peritectic Reaction)으로 말미암아 약 950-1000℃의 진공에서 수일간 Annealing을 필요로 하게 된다. 이러한 전통적인 제조 공정은 장시간이 소요될 뿐만 아니라 사용 에너지면에서도 매우 비효율적이라 생각되므로 이를 개선하고자 Fe, Ti와 FeTi 금속간 화합물의 엔탈피 차이와 FeTi의 Nonstoichiometry 영역을 이용한 에너지 절약 공정인 SHS(Self-propagating High-temperature Synthesis)을 이용하여 최소한의 에너지로 FeTi 수소 저장 합금을 제조하고자 하였다.

2. 실험방법 :

Fe 분말과 Ti 분말을 mol% 1:1로 Jar에 넣고 이들 무게의 10%에 해당하는 Alumina Ball을 함께 장입하여 Spex-mixer에서 2시간 건식 혼합한 후 이 중 10g을 19mm dia.의 Mold에 넣고 성형하였다. 이 성형체를 Graphite Heater 중앙에 넣고 Argon 분위기에서 시료를 전체적으로 가열하는 Thermal Explosion Method(열폭발법)로 FeTi 금속간 화합물을 합성하였다. 성형시 성형체의 가운데에 R-Type Thermocouple을 장입시킨 후 가열하여 승온 속도와 성형압력에 따른 성형체의 온도 변화를 Data Acquisition System으로 얻었다. 각각의 반응된 화합물의 내부를 XRD(X-Ray Diffraction), Optical Microscope, SEM(Scanning Electron Microscopy), BSI(BackScattered Electron Image)로 조사한 후 이들을 다시 Arc-melting한 시료의 조직과 비교하였다. 합성 실험 후 잔류 Ti의 원인을 알아내고자 Ti분말의 크기에 따른 화합물의 조직을 관찰해 보았다.

가장 FeTi 단상에 가까운 시편을 기계적으로 분쇄한 뒤 100mesh 이하의 분말을 Sievert's Type 장치에서 Activation시킨 후 P-C-T(Pressure-Composition-isoThermal) Curve를 측정하여 수소 흡장 및 방출 특성을 조사하였다.

3. 실험결과 및 고찰 :

100Mpa의 성형압력에서 40℃/min부터 180℃/min까지 승온속도에 따른 시편 내부의 온도 이력 곡선은 90℃/min의 승온속도부터 다른 양상을 보여주었으며, 60℃/min-90℃/min의 승온속도에서는 연소온도(Tc)가 FeTi의 m.p.를 넘어서기 때문에 응고시 포정반응의 영향으로 많은 Fe₂Ti가 XRD로 검출되었다. 100℃/min-180℃/min의 승온속도에서는 연소온도가 급격히 감소했는데 100℃/min-120℃/min의 승온속도에서 FeTi의 m.p.(1317℃)보다 낮은 1310℃의 연소온도가 얻어졌으며 이 부근에서의 Fe₂Ti의 양이 가장 적게 생성되는 것으로 나타났다. 이 소량의 Fe₂Ti는 예비 연소반응(Pre-combustion Reactin)시 생성되는 상으로 관찰되었다. 승온속도를 80℃/min으로 고정시킨 후 성형압력을 50Mpa-400Mpa로 변화시켰을 경우 200Mpa부터 다른 온도 이력곡선이 나타났으며 200Mpa의 전후의 구역은 양쪽 모두 성형압력이 증가함에 따라 연소온도의 감소가 나타났다.

연소온도가 시편의 조직에 가장 많은 영향을 미쳤으며 Arc-melting한 시편과 비교해 보았을 때 FeTi의 m.p.를 넘어서지 않은 시편의 조직은 FeTi matrix에 소량의 Fe₂Ti가 불균질하게 몰려 있었으며 m.p.를 넘어서는 시편은 Arc-melting 후 응고 조직과 앞의 조직의 중간 단계로 관찰되었다.

뚜렷한 발열피크에도 불구하고 소량의 Ti가 검출된 시편도 있었으나 이는 Ti 분말 크기에 따른 생성상 분석 결과 미반응물이 아닌 응고시 상분리로 인하여 나타나는 평형상임을 알 수 있었다.

여러 가지 시편들을 다양한 방법으로 분석함으로써 간접적으로 반응의 기구를 예측할 수 있었다.

4. 참고문헌 : Z. A. Munir and U. Anselmi-Tamburini, Mater. Sci. Rep., 3(7-8), 277-365(1989)