

Ni/Fe를 첨가한 MoSi₂ 분말의 소결에 대한 연구 (Sintering of MoSi₂ Powder Doped with Ni/Fe)

한양대학교 재료공학과 이 승익*, 문 인형
한국과학기술연구원 금속연구부 유 명기, 김 영도

서 론

이규화물리브데늄은 고용점, 저밀도, 고내산화성 때문에 고온구조용재료로 주목을 받고있는 재료이다¹⁻³⁾. P/M법에 의한 고밀도의 이규화물리브데늄을 얻기 위하여 고온정수압성형법이나 고온압축성형법이 주로 이용되어 왔다⁴⁻⁷⁾. 그러나 상압하에서의 소결에 대한 연구는 1600℃ 이상의 높은 소결온도를 요구하기 때문에 그 연구가 미비한 실정이다. 이규화물리브데늄의 전체적인 소결 속도는 Mo의 확산에 의해서 지배된다고 알려져 있다⁸⁾.

본 연구에서는 MoSi₂ 분말의 상압소결성을 향상시키기 위하여 고용점금속(W, Mo)의 저온소결에 응용되고 있는 미량의 Ni, Fe등 천이금속 첨가에 의한 활성소결법을 시도하였고, 그 소결거동을 미세조직 변화의 관점에서 조사하였다.

실험방법

평균입도가 10 μ m인 MoSi₂분말에 대하여 염용액환원법으로 0.5~1.0wt.% 범위에서 Ni 또는 Fe를 첨가하였다. 분말을 원통형 강재다이에 넣고 약 173MPa의 성형압으로 이론밀도의 약 62%가 되게 직경 12mm, 높이 약 5mm의 디스크모양의 성형체를 제조하였다. 소결은 수평관상로서 알곤가스를 불어넣으며 행하였다. 알루미늄 튜브의 중앙부를 소결온도 1550℃로 유지한 후 성형시편을 알루미늄 봉과 연결한 보트위에 놓고 장입장치를 이용하여 3.6cm/min의 속도로 튜브의 중앙부까지 밀어 넣었다. 시편이 중앙부에 도달할 때까지의 소요시간은 약 10분이었다. 보트가 중앙부에 이르렀을 때 또는 일정 소결시간(1, 3시간)을 유지한 후 시편을 반대방향으로 꺼내었다. 승온 중에 성형체의 소결거동을 조사하기 위하여 1250, 1350, 1450, 1550℃에 도달하자마자 꺼내어 미세조직의 변화를 관찰하였다.

소결체의 미세조직은 기하학적 측정과 아르키메데스의 원리를 이용하였고, 미세조직은 연마면이나 파단면을 광학현미경과 주사전자현미경으로 관찰하였다. 관찰된 상은 energy dispersive X-ray spectrometry(EDS)를 사용하여 분석하였다.

결 과

Ni 또는 Fe의 첨가량에 관계없이 1550℃ 1시간 소결 후 모두 약 91%이상의 소결밀도가 얻어졌다. 이는 같은 소결밀도를 얻기위한 순수 MoSi₂의 1시간-소결온도 보다 200~300℃ 낮은 온도이다. 1550℃까지의 승온시 Ni를 첨가한 경우가 Fe를 첨가한 경우보다 더 빠른 소결거동을 나타내었다. Ni를 첨가한 경우는 1250~1350℃사이에서, Fe를 첨가한 경우는 1450~1550℃ 사이에서 급격한 치밀화가 일어났다.

고 찰

MoSi₂의 산화 실험결과와 크립실험데이터로부터 구한 MoSi₂ 내에서 Mo와 Si의 확산에 필요한 활성화에너지는 각각 350~540kJ/mole⁹⁾, 250kJ/mole¹⁰⁻¹¹⁾이고, Mo-Si확산쌍(diffusion

couple) 실험에서 1250~1350°C의 온도범위에서 Si의 확산이 Mo보다 더 지배적으로 진행되어 MoSi₂상을 형성하고 이때 MoSi₂ 층내에서 Si의 확산에 필요한 활성화에너지는 239kJ/mole이라고 보고되어 있다¹²⁾. 따라서 MoSi₂의 소결에서 Mo의 확산이 전체 소결속도를 결정한다고 제안되어 왔다.

소결온도 또는 소결시간의 증가에 따른 Ni 또는 Fe 층내의 Mo, Si 농도변화와 미세조직의 발달과정으로 Ni층 속으로 Mo와 Si의 빠른 확산이 일어났음을 알 수 있었다. 이는 Ni 층이 Mo¹³⁾와 Si¹⁴⁾의 확산을 촉진시킨다는 보고와 일치한다. 그러나 Fe층은 Ni층보다 승온 중에 둔화된 소결거동을 나타내었다. 이는 Mo와 Si의 확산속도가 Fe보다는 Ni내에서 더 빠르다는 것을 의미한다. 결론적으로 MoSi₂의 Ni 또는 Fe첨가에 의한 활성소결효과는 W, Mo에서의 활성효과와 같은 경향을 갖는 것으로 생각되었다.

참고문헌

1. A.K. Vasudevan and J.J. Petrovic : *Mat. Sci. and Eng.*, A155 (1992) 1
2. Y.L. Jeng and E.J. Lavernia : *J. Mat. Sci.*, 29 (1994) 2557
3. C.E. Ramberg, P. Beatrice, K. Kurokawa and W.L. Worrell : *Mat. Res. Symp. Proc.*, 322 (1994) 243
4. S.E. Riddle, S. Jayashankar and M.J. Kaufman : *Mat. Res. Soc. Proc.*, 322 (1994) 291
5. K. Zeitsch and E. Fitzner : *High Temp.-High Press.*, 2 (1970) 471
6. S. Bose : *Mat. Sci. and Eng.*, A155 (1992) 217
7. J.J. Petrovic, A.K. Bhattacharya, R.E. Honnell, T.E. Mitchell, R.K. Wade and K.J. McClellan : *Mat. Sci. and Eng.*, A155 (1992) 259
8. J.J. Petrovic and J.S. Idasetima : *Mat. Res. Symp. Proc.*, 322 (1994) 107
9. K. Sadananda, C.R. Feng, H. Jones and J.J. Petrovic : *Mat. Sci. and Eng.*, A155 (1992) 227
10. R.W. Bartlett, P.R. Gage and P.A. Larssen : *Trans. AIME*, 230 (1964) 1528
11. P. Kofstad : *High-Temperature Oxidation of Metals*, John Wiley & Sons, NY (1966) 300.
12. K.J. Bowman : MIAC Report 2, Refractory Metal Disilicides Research, School of Mater. Engr., Purdue Univ., MIAC/CINDAS, (Dec. 1992)
13. 유 명기, 박 종구, 최 주 : *대한금속학회지*, 31 (1993) 1106
14. R.S. Rastogi, V.D. Vankar and K.L. Chopra : *Thin Solid Films*, 199 (1991) 107