

기계적 합금화에 의한 Ni Silicide 분말의 합성에 관한 연구 (On Study of Synthesis of Ni Silicide Powders by Mechanical Alloying)

대전산업대학교 재료공학과: 변창섭* · 임승만 · 이상호 · 박상보 · 김동관.

쌍용중앙연구소: 김삼중.

국민대학교 공과대학 금속재료공학부: 이진형.

1. 서론

Ni 실리사이드 화합물들은 화학적·열적으로 매우 안정하고 전기저항율이 작기 때문에 집적회로 기술분야에서 고온전자소자로서 목적물질판(target material), gate재료, ohmic contacts, 소자연결(interconnector), 및 발열체 재료로서 최근 많은 연구와 제조가 이루어지고 있다. 최근에는 저 비용과 짧은 시간에 고품질의 화합물을 제조하기 위한 제조법으로 종래의 분말제조법과는 달리 외부로부터 에너지의 공급이 없이 자체의 화학적 반응열을 이용하여 간단하게 분말을 제조할 수 있는 자전고온 합성법(self-propagating high-temperature, SHS)에 의한 분말제조법이 제기되고 있다. 따라서 본 연구에서는 Ni-Si계 평형상태에서 보여주는 6종의 화합물(Ni_3Si , Ni_5Si_2 , Ni_2Si , Ni_3Si_2 , NiSi , NiSi_2) 중 비교적 화합물의 생성열이 음의 값이 큰 3종의 화합물($\text{Ni}_5\text{Si}_2 \rightarrow -43.1\text{kJ/mol.at}$, $\text{Ni}_2\text{Si} \rightarrow -47.6\text{kJ/mol.at}$, $\text{NiSi} \rightarrow -42.4\text{kJ/mol.at}$)에 대하여 기계적 합금화(mechanical alloying, MA)에 의한 자전고온 합성반응의 가능성을 검토하고 화합물이 합성되는 과정에 대하여 조사하고자 하였다.

2. 실험방법

기계적 합금화 과정에서 Si분말 입도와 Ni분말입자 형태가 각 화합물의 합성과정에 미치는 영향을 조사하기 위하여 예비분쇄 전의 Si분말($19.0\mu\text{m}$)과 구형의 Ni분말을 혼합한 후 또는 예비분쇄 후의 Si분말($10.1\mu\text{m}$)과 판상의 Ni분말을 혼합한 후 각 혼합분말의 기계적 합금화를 행하였다. 이때 볼과 분말의 중량 비는 5 : 1로 하였다. 기계적 합금화하기 위해 SPEX 8000D mixer/mill에 *in situ* 열분석 장치를 부착시킨 MA system을 제작하여 실험을 하였다. 이 *in situ* 열분석 장치로 합금화 과정에서 합성속도와 기구를 결정지을 수 있는 용기 내부의 온도 변화를 조사하기 위해 비접촉식 적외선 온도 측정기로 합금화시간에 따른 온도상승과정을 조사하였다. 기계적 합금화에 의해 제조된 분말을 X-선 회절분석을 통하여 상변화 과정을 분석하였으며, 제조된 분말의 기계적 성질을 알아보기 위하여 micro-Vickers 경도시험을 분말입자의 단면에 10회 이상 측정 후 정도 값을 평균 산출하였고, SEM을 통하여 제조된 분말을 관찰하였다.

3. 결과 및 결론

기계적 합금화과정에서 SHS 반응과 고상상태 확산반응에 의한 Ni silicide 화합물들의 합성 과정에서 Ni분말의 형태와 Si분말의 미세화가 합성에 미치는 영향을 기계적 합금화시 합성과정을 통하여 조사·검토한 바 다음과 같은 결론을 얻었다.

1) Ni-27.9at%Si, Ni-33.3at%Si 및 Ni-50.0at%Si 조성으로 예비분쇄전의 Si분말과 구형의 Ni분말을 혼합하여 기계적 합금화하였을 때, 초기에는 SHS 반응에 의해 그리고 그 후에는 고상상태 확산반응에 의해 각각 Ni_5Si_2 , Ni_2Si 및 NiSi 화합물이 합성되는 것을 알 수 있었다.

2) 각 화합물에 대하여 초기의 SHS반응이 점화되기 위한 임계밀링시간을 비교하여 보면 Ni-27.9at%Si조성에서는 41.8min, Ni-33.3at%Si조성에서는 35.0min, 그리고 Ni-50.0at%Si조성에서는 58.0min이었으며, 각 화합물의 합성이 완료되는 밀링 시간은 각각 360min, 150min, 720min임을 알 수 있었다.

3) 예비분쇄한 Si분말과 판상의 Ni분말을 혼합하여 기계적 합금화를 행한 결과, 예비분쇄전의 Si분말과 구형의 Ni분말을 혼합하여 기계적 합금화한 결과와는 달리 각 화합물은 단지 SHS반

응에 의해서 합성되었으며, 이때 SHS반응이 점화되기 위한 임계밀링시간은 각각 18.5min, 21.3min, 27.0min이었으며, 예비분쇄전의 조건보다 각 23.0min, 13.7min, 31.0min 밀링시간이 단축되었다.

5) 기계적 합금화에 의해 제조된 분말의 미소경도 측정결과, SHS 반응직후 경도 값이 급격하게 증가하는 것을 보여 주었고, 이때 micro-Vickers 경도가 1000kg/mm^2 이상의 값을 얻을 수 있었다.

4. 참고문헌

1. H. C. Yi and J. J. Moore: J. Mat. Sci., **25**, (1990) 1159.
2. J. Subrahmanyam and M. Vijayakumar: J. Mat. Sci., **27**, (1992) 6249.
3. H. S. Park and K. S. Shin: J. Kor. Inst. Met. & Mater., **33** (1995) 750.
4. L. Takacs: Mater. Res. Soc. Symp. Proc., **286** (1993) 413.
5. S. C. Deevi: J. Mater. Sci., **26** (1991) 3343.
6. K. J. Park and S. K. Hwang: J. Kor. Inst. Met. & Mater., **34** (1996) 296.