기계화학적 방법에 의한 $TiSi_2$ Fine Powder의 합성
(Synthesis of $TiSi_2$ Fine Powder by Mechnochemical Process)

울산대학교 첨단소재공학부 김현식* 권영순
울산대학교 기계부품 및 소재특성평가 연구 센터 김환태
Institute of Solid State Chemistry and Mechanochemistry, SB of RAS, Russia
Dr. Belyaev E. Yu., G. Suchkova

1.서론

실리사이드 합성물은 고온재료로써 적용가능 하다는 여타의 다른 금속 재료에서 볼 수 없는 매력을 가지고 있다. 낮은 파괴인성, 낮은 크립저항성은 단점으로 적용되어질 수 있으나 다른 강화물(particles, fibbers, whiskers, ductile elements of compounds)로 부분적으로 어느정도 해결되어 왔으나 구조용 재료에서는 높은 크립 저항성 및 적절한 파괴인성이 상온에서 요구되어 지는 현실적인 문제로 여기어 지고 있다. 따라서 초고온 구조용 재료로 요구되고 있는 경량화, 고강도 및 내열성을 지닌 재료 개발의 필요성에 동반하여 높은 비강도와 고융점 특성을 갖는 금속간화합물에 대한 연구가 활발히 진행되고 있는 실정이다. 이러한 요구에 적용할 수 있는 재료중 티타늄 실리사이드계 화합물이 차세대 고온 구조용 재료로서 요구되어지는 특성을 만족시킬 수 있는 재료로 주목을 받고 있다. 반면 다른 금속간 화합물과는 달리 저온에서의 낮은 파괴 인성과 가공성의 어려움이 있어서 기존의 제조방법으로는 생산성이 낮고 기계적 성질이 낮은 경향을 보여 실용화의 난점으로 제기 되어 왔으며 이러한 문제점의 극복의 한가지 방법으로 적용할 수 있는 방법인 기계적 합금화 방법 및 기계화학적 방법에 의한 제조 방법이 기대를 모으고 있다.

2.실험방법

실험에 사용된 원료분말은 Ti 분말은 Na 환원법인 Hunter Process로 만들어진 표면은 매끈한 굴곡면과 더불어 길쭉한 형상이며 Si 분말은 고순도의 Si wafer를 Mechanochemical Process인 APF-4로 10min간 Milling한 분말로 그 형상은 각형이다. glow box 내에서 분말의 산화를 막기 위하여 Ar gas 사용하여 Jar를 밀봉하였으며, Planetary ball mill 방식인 APF(Activator Planetary Friction)-4의 Mechanochemical Process로 볼과 분말의 장입량은 각각 800g, 100g으로 조절하여 4개의 Jar가 동시에 돌아가는 한 batch당 400g의 분말을 제조하였다. 볼은 $600m/sec^2$의 가속으로 고에너지 볼 밀링을 실시하였으며 시간에 따라 샘플의 양을 채취하였다. 이렇게 제조된 분말을 discharge시에 에탄올(C_2H_5OH) 1ml를 첨가하여 1min 동안 다시 Milling 시켜서 반응중 벽면에 달라붙은 분말을 깨끗이 수거하였고, Jar 내부의 수분제거에도 효과적이었다. SEM으로 분말의 모양 및 크기를 XRD로 상동정을 PSA(Particle Size Analyzer)로 입도 크기 및 분포를 살펴보았다. 내부의 화학적 조성의 관찰로는 ICP(Inductively Coupled Plasma Emission Spectrometer)로 정성분석 및 정량 분석을 실시하였다.

3.실험결과 및 고찰

시간에 따라 형성된 분말을 SEM으로 관찰시 미세조직의 변화는 Benjamin의 전형적인 MA/MC 과정을 거쳐서 정상상태에 이르는 것을 알 수 있었으며, 최적의 시간은 50min으로 얻어졌으며 이것은 XRD 결과와 일치함을 알 수 있다. 입도분석(Malvern社 Mastersizer2000)의 결과로 초기의 넓은 구간의 원료 분말은 MC처리후에는 그 평균 입도 크기는 120nm 정도로 미세한 영역쪽으로 치우친 Gaussian distribution을 확인할 수 있었다.