

FACS법에 의한 Fe-Al계 금속간화합물의 제조시 통전방식의 영향

윤기석 · 정중채 · 원창환
충남대학교 금속공고 신소재연구소

The Effects of Current Adjustment on the Preparation of Fe-Al Intermetallic Compounds by Field-Activated Combustion Synthesis

Ki-Seok Yun, Joong-Chae Jung and Chang-Wan Won

Engineering Research Center for Rapidly Solidified Materials Chungnam National University, Daejeon 305-764

(1998년 10월 10일 받음, 1999년 5월 12일 최종수정본 받음)

초 록 Fe-Al계 금속간화합물이 FACS (Field-Activated Combustion Synthesis) 법에 의해 제조되었다. 이 계의 반응에 있어서 조성 (Fe : Al=3 : 1, 2 : 1, 1 : 1, 1 : 2, 1 : 3), 성형압력 (150, 250, 350MPa), 저항 등이 조사되었는데, Al의 몰비, 성형압력, 전기장의 세기가 증가함에 따라서 연소온도와 연소속도는 증가하였다. 또한 이 계에 있어서 전류적용방식에 따른 반응에 대한 영향이 조사되었다. 전기장이 적용되지 않는 경우, 반응이 일어나기 위해서는 예열이 필요하였고, 예열을 하였을 경우라도 그 반응은 불안정연소과를 나타내어 완전한 반응이 이루어지지 않았다. 생성물은 X-ray, SEM, EDXS를 사용하여 그 구조와 조성을 관찰하였다.

Abstract Fe-Al intermetallic compounds were manufactured by using the field-activated combustion synthesis process. Effects of chemical composition (Fe:Al=3:1, 2:1, 1:1, 1:2, 1:3), compaction pressure (150, 250, 350MPa) and electrical resistance on the reaction were investigated in this system. As the molar ratio of Al, compaction pressure and electric field increased, the combustion temperature and velocity were increased. The influences for reaction with current adjust way were investigated in this system. But in the absence of a electric field, the reaction could sustain a non-steady combustion wave and was not completed. The reaction products were characterized with X-ray, SEM and EDXS to determine the structure and composition.

keywords : the field-activated combustion synthesis, electric field, current adjust way, combustion wave, intermetallic compounds.

1. 서 론

최근 산업이 고도로 발달함에 따라 특수한 목적에 부합되는 신소재의 개발이 필요하다. 수송기 및 전자재료 부품에 있어서는 재료의 경량화 및 우수한 기계적 성질, 내환경성 등이 제품의 최종특성을 결정하는 중요한 인자가 된다. 특히 오늘날에 있어 현대인에게 없어서는 안될 자동차의 경우, 현재 자동차에서 나오는 배기가스로 인하여 지구환경에 미치는 영향이 매우 큰 관심사로 대두되게 되었다. 이에 대한 대응책으로 자동차의 경량화 및 고기능 소재개발, 연료 절감 및 환경, 공해대책 등에 대한 연구개발이 활발히 진행되고 있다.

이러한 조건을 만족시켜줄 재료로 Al, Mg 등 경금속과 복합재료 plastic 및 기타 신소재를 주로 이용하고 있는데, 이의 성형기술로 가압주조 기술인 용탕단조, 분말야금기술, 복합주조법, 용침법, 정밀주조기술¹⁻⁴⁾ 등이 있다. 현재 가장 많이 연구 및 응용되는 Al합금기지 복합재료는 강화재로 주로 Al_2O_3 , SiC, $Al_2O_3 - TiC$ 의 보강섬유를 주로 이용하고 있고, Al기지에 의한 경량화, 분산입자에 의해 내마모성 및 내열성이 향상되므로 현재 속업소바의 실린더나 브레

이크 부품류에도 적용될 수 있다고 여겨진다.⁵⁾ 그러나 이와 같은 세라믹강화재는 균일한 분산이 어렵고, Al합금 용탕과의 젖음성을 향상시키기 위하여 고온에서 장시간 유지할 때 강화입자와 기지합금사이에 불연속생성물이 생성되어 복합재료의 성질을 저하시킨다. 이를 개선하기 위하여 Al-Cu, Al-Mg, Al-Li, Al-Si, Al-Cu-Mg, Al-Cu-Si, Al-Si-Mg, Al-Cu-Si-Mg, Al-Si-Cu-Mg-Ni 등 기지용 합금에 Mg, Si, Li, Ca, Ce, La 등의 원소를 첨가하고 있으나 그 결과가 만족스럽지 못하다. 또한 강화재 입자에 Cu, Ni 등의 금속 Coating은 젖음성 향상 및 분말과 금속 기지 사이의 과도한 반응을 억제할 수 있으나 공정이 보다 복잡하고 비용이 많이 들뿐만 아니라 기계적 물리적 특성면에서 많은 문제가 있다.⁶⁻¹⁰⁾ 그러나 금속간화합물/Al기지 복합재료의 경우 금속간화합물과 Al합금 용탕과의 젖음성이 우수하여 기계적, 물리적 및 화학적 특성면에서 세라믹 강화재에 뒤지지 않는 특성을 나타낸다. 특히 규칙적인 금속간화합물은 이들의 매력적이고 때론 매우 이례적인 기계적 특성에 의하여 많은 흥미를 유발해왔고,¹¹⁾ 많은 금속간화합물들은 저밀도와 뛰어난 내부식성, 내산화성을 나타낸다.^{12,13)} 그러나 이런 많은 매력적인 잠재성에도 불구하고

Table 1. Composition of Raw Materials.

	Chemical Composition(wt%)										
	Mn	Mg	Ni	Cr	Zn	Cu	As	N	Si	Al	Fe
Fe	0.0517	0.0001	0.0232	0.0133	0.0008	bal
Al	0.17	0.001	0.027	0.01	bal	0.3

많은 금속간화합물들이 상온에서의 취성과 불충분한 연성이 문제점이었으나^{14,15)} 최근의 기술적인 발전은 이러한 단점들을 극복할 수 있는 가능성을 보여주었고, 상당히 개선된 연성을 얻는데 이르렀다.

Fe-Al계 금속간화합물의 경우 용점 및 비중의 차이로 인하여 기존의 방법으로는 제조하기에 상당히 어려운 점이 많았다. 따라서 본 연구에서는 화합물상의 조절이 용이하며, 강화재의 예비성형체의 밀도의 조절이 용이하고, 특히 분말의 제조시 설비가 간단하므로 경제적으로 가장 유리하다고 생각되어지는 SHS (Self-propagation High-temperature Synthesis) 공법^{16~20)}으로 Fe-Al계 금속간화합물 분말을 제조하고자 하였다. 그러나 SHS공법에 의한 Fe-Al계 금속간화합물의 제조는 불가능하였으며, 가능하다 할지라도 SHS공법에 의한 직접적인 제조에는 어느 정도의 예열이 필요하였다. $T_{ad} \leq 2000K$ 를 가진 물질들이 SHS공법에 의해 제조되어질 수 없음이 경험적으로 알려져 있고 이러한 물질들중 금속간화합물의 경우 최근 SHS공정의 활성화를 위해 전기장을 적용한 방법이 발전되어 왔다. 이 방법은 보통 연소파를 유지할 수 없는 반응계에서 시료를 가로지르는 외부적인 전기장을 적용하여 점화와 동시에 연소파를 유지하여 반응을 진행하는 것이다.

FACS (Field-Activated Combustion Synthesis)라 불리는 이 방법²¹⁾은 SHS공법에 의한 Fe-Al계 금속간화합물의 직접적인 제조에 필요한 예열의 효과를 전기장으로 하여금 대신하게 하여 연소파의 전파를 용이하게 함은 물론 직접점화의 기능까지 수행하게 하고 반응 후 시료의 냉각속도를 어느 정도 임의로 조절할 수 있어 SHS공법에 의한 여러 금속간화합물의 제조에 있어 극복해야할 많은 난제들을 크게 개선하리라 기대된다.

2. 실험방법

본 연구에서 사용된 원료는 Fe(99.9+%, <325mesh, 알드리치화학) 및 Al(99.5+%, <325mesh, 창성(주))을 사용하였다. Fe와 Al의 화학조성을 Table 1에 나타내었다.

우선 Fe와 Al을 각각 소정의 몰비(3:1, 2:1, 1:1, 1:2, 1:3)로 평량한 다음 불밀에서 2시간동안 200rpm의 속도로 혼합하였다. 이 혼합분말들은 압축프레스를 이용하여 각각의 압력(150, 250, 350MPa)으로 질량 10g, 지름 20mm, 높이 7~15mm의 원통형의 성형체를 만들었다. 이 성형체는 약 60℃의 건조기 안에서 1시간동안 건조되었다. 이 건조된 성형체는 FACS(Field-Activated Combustion Synthesis)공법을 이용하여 연소합성되어졌으며 Fig. 1에 공정의 개략도를 나타내었고 FACS 반응기의 개략도를 Fig. 2에 나타내었다. 반응기에는 불활성분위기(Ar)하에

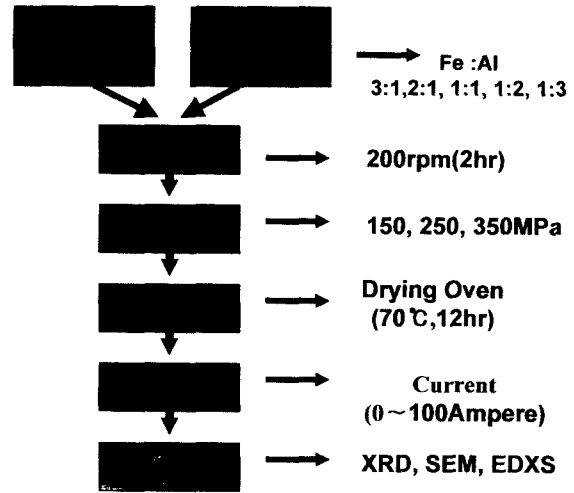


Fig. 1. Schematic diagram of experimental procedure.

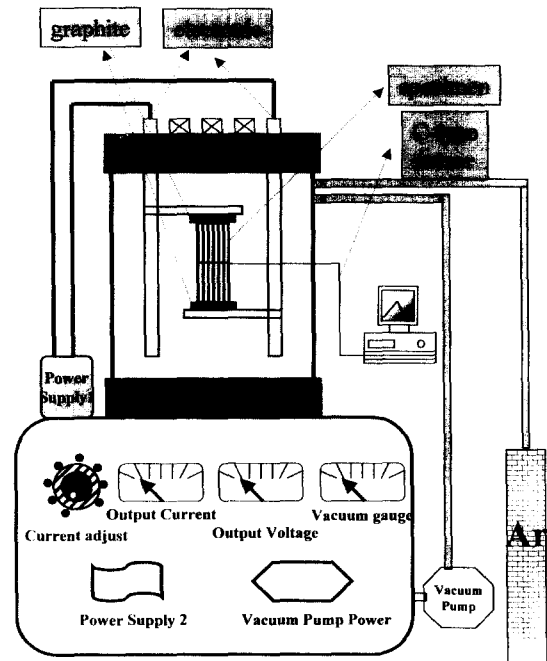


Fig. 2. Experimental apparatus of FACS system.

서 실험을 행하고자 진공펌프와 가스 주입구를 설치하였다. 합성반응장치의 측면 양쪽에는 반응기내의 반응을 관찰하고자 내열유리를 설치하였고, 반응중의 연소온도를 측정하고자 C-type(W-5%Re VS W-26%Re) Thermocouple를 부착하여 컴퓨터와 연결하여 자동으로 연소온도를 측정하였다. 연소온도의 측정은 두 개의 압분성형체 사이에 열전대를 끼워넣어 측정하였으며 열전대는 B·N(Boronitride)으로 도포하여 전류가 통하는 것을 방지하였

Table 2. Reactivity of SHS method with varying Preheating Temperature.

Preheating(°C)	200	300	400	500	600	700
Reactivity	×	×	×	△	○	○

다. 연소속도는 반응개시온도와 반응최고온도 사이의 시간으로 계산하였다. Fig. 2에서 보는 바와 같이 구리판의 위와 아래 양단에 전도체인 graphite 판을 설치하여 반응시 구리판의 손상을 방지하였으며 그 사이에 압분성형체를 설치하여 전류를 흘려주어 반응을 수행하였다. 그리고 전류의 세기를 조절하기 위한 반응기 외부의 전류세기조절밸브가 설치되어 있다. 반응후의 생성물은 -325mesh로 분쇄하여 이 생성물을 평가하기 위해 XRD(X-Ray Diffraction)를 이용하였으며 주사전자현미경(SEM:Scanning Electron Microscopy; JSM 5410)으로 생성된 분말의 입형을 관찰하였다. 그리고 EDXS를 이용하여 성분분석을 행하였다.

3. 결과 및 고찰

Table 2는 200~700°C까지 예열했을 때 전기장의 적용 없이 기존의 SHS공법에 의한 반응성을 조사한 것이다. 200~400°C까지 예열을 하였을 때는 반응이 일어나지 않았고 500°C로 예열을 하였을 때는 반응이 일어나기 시작했으나 완전연소는 일어나지 않았다. 그리고 그 이상의 온도에서는 완전한 반응이 일어났다. 이 결과는 뒤의 FACS공법에 의한 모든 조건의 연소온도 Profile 대부분의 반응개시온도가 약 500°C 근처인 사실과 어느 정도 일치함을 알 수 있다.

Fig. 3은 압력에 따른 압분체의 초기저항값을 개략적으로 나타낸 것이다. 그림에서 볼 수 있듯이 각각의 모든 조성에서 성형압력이 작아질수록 저항값은 점점 커지는 것을 알 수 있으며 특히 성형압력이 350MPa에서 250MPa로 낮아질 때의 저항값 증가량보다 성형압력이 250MPa에서 150MPa로 낮아질 때의 저항값의 증가량이 더욱 증가하는 것을 알 수 있다. 이 현상으로 보아 성형압력 350MPa 이상의 성형압력에서도 압분체의 초기저항값은 거의 변화가 없을 것으로 사료된다. 이는 성형압력이 클수록 입자상호간의 거리가 좁아져 입자간 접촉면적이 커져 전류는 그만큼 더 잘 통하여 저항값은 작아지고 반대로 성형압력이 작을수록 입자상호간의 거리가 멀어져 입자간 접촉면적이 작아지므로 전류가 통하기 힘들어져 저항값은 증가하는 것으로 사료된다. 조성별로 보면 전기전도도가 좋은 Al의 함량이 많을수록 오히려 저항은 증가하고 전기전도도가 좋지 않은 Fe의 함량이 많을수록 저항은 감소함을 알 수 있다. 보통 분말로 이루어진 성형압분체는 어떤 일정한 경향성을 가진 전기적 성질을 나타낸다고 볼 수는 없고 여기서도 서로 다른 각각의 분말이 성형압분체를 이루고 있으므로 개개의 전기전도도와는 어떤 상관관계를 가지고 있지 않음을 알 수 있다. 오히려 이 경우 개개의 전기전도도와는 서로 반비례하는 성향을 나타냄을 알 수 있다. 이 초기저항값을 측정하는 이유는 일정전류를 통해 주었을 때 저항값에 따라 승온속도나 연소속도에 영향을 주리라 생각되기 때문이다. 또한 이

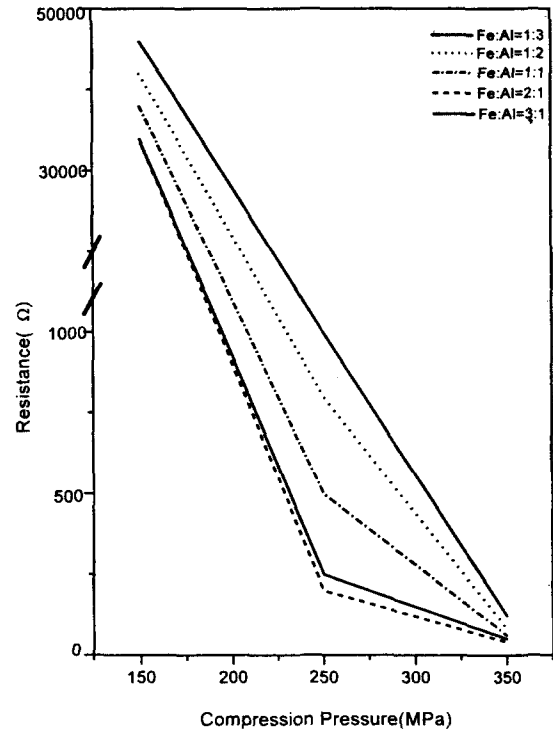


Fig. 3. Initial current resistance of sample with varying compression pressure and composition.

런 영향이 규명되어졌을 때 같은 시료, 같은 전류·전압일 지라도 전기적 저항값을 이용하여 반응성을 향상시킬 수 있으리라 생각되기 때문이다.

Fig. 4-1은 처음부터 일정전류 100A를 통전시켜 최고 연소온도에 이를 때까지 지속시키다가 최고연소온도가 지나면 단전시켰을 때의 조성별 연소온도 Profile이다. 이 그림에서 보면 Al의 함량이 많을수록 최고연소온도가 높고 Fe의 함량이 많을수록 최고연소온도는 매우 낮다는 것을 알 수 있다. 또한 연소속도도 Al의 함량이 많을수록 매우 빠르고 Fe의 함량이 많을수록 매우 느리다는 것을 알 수 있다. 이는 Al(660°C)과 Fe(1536°C)의 융점의 차이에 기인한 것으로 융점이 낮은 Al의 함량이 많을수록 반응은 수월하게 진행되며 이에 따라 많은 반응열을 방출하고 반대로 융점이 높은 Fe의 함량이 많을수록 반응은 일어나기 힘들어지며 반응에 참여하는 Al의 양이 적어 생성되는 반응열 또한 매우 적어지므로 반응의 연소온도는 그만큼 낮아지는 것으로 사료된다.

Fig. 4-2는 상기조건에서 시료의 조성별 X-ray분석이다. 이 그림에서 보면 Fe와 Al의 조성이 3:1일 때 미반응 Fe가 상당히 많았으며, 반응생성물은 약간의 Fe_2Al_5 , Fe_4Al_3 뿐이었다. 마찬가지로 Fe와 Al의 조성이 2:1일 경우도 다량의 미반응 Fe가 존재하였고 Fe와 Al의 조성이 3:1일 때보다 약간 증가된 반응생성물 Fe_2Al_5 와 Fe_4Al_3 이 존

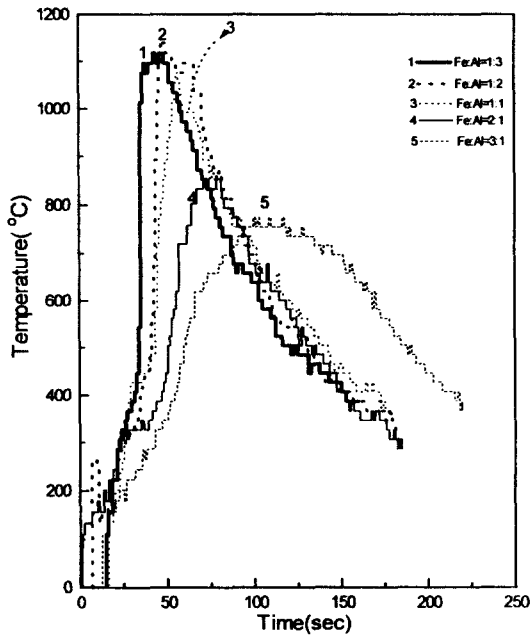


Fig. 4-1. Combustion temperature profile of sample with varying composition(250MPa, 100A⇒100A).

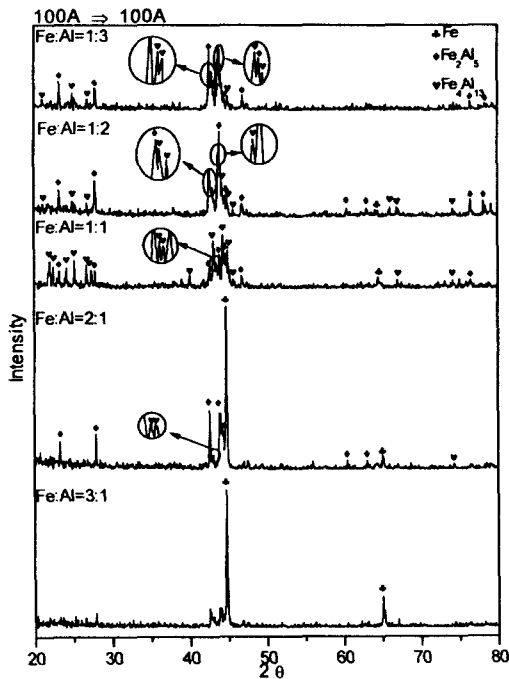


Fig. 4-2. X-ray diffraction of product with varying composition (250MPa, 100A⇒100A).

재하였다. 이 때 연소반응온도가 Al의 용점보다는 높고 Fe의 용점보다는 낮아 반응 동안에 Al만이 용융상태로 반응에 참여하게 되고 Fe는 고체상태로 있게 되기 때문에 Al이 고체상태의 Fe에 확산되어 들어가게 된다. 이 때문에 Fe의 첨가량이 많은데다 생성물의 조성이 Al-rich이므로 미반응 Fe는 더욱더 많이 남아있게 된다. 그러나 Fe와 Al의 조성이 1:1일 경우 미반응 Fe는 상당히 줄어들었으며 다량의 반응생성물 Fe_2Al_5 와 $FeAl_3$ 이 존재함을 알 수 있다. 그리

고 Al의 함량이 점점 많아질수록, 즉 Fe와 Al의 조성이 1:2, 1:3일 때 미반응 Fe는 거의 없어졌으며 반응생성물 Fe_2Al_5 와 $FeAl_3$ 만이 존재하였다. 하지만 Al peak가 전혀 나타나지 않음으로 보아 Al은 모두 반응하여 화합물로 되었음을 알 수 있는데 그림에도 불구하고 Fe와 Al의 조성이 3:1, 2:1일 때 반응생성된 화합물이 극소량인 이유는 원래 함량이 적는데다가 반응생성된 화합물이 Fe_2Al_5 나 $FeAl_3$ 같이 Fe:Al의 비가 1:2.5~3이기 때문이다. 그러므로 혼합된 Al이 모두 반응하였음에도 불구하고 반응 생성된 화합물은 극히 양이 적은 것이다.

Fig. 4-3과 Fig. 4-4는 상기조건에서 Fe:Al의 조성비가 2:1 및 1:2일 때의 SEM 사진 및 EDXS 분석을 나타낸 것이다. Fig. 4-3 즉 조성비가 2:1일 때 여기서 보면 A는 연소합성된 곳이며 B는 미반응 Fe를 나타낸 것이다. EDXS 분석을 보면 A는 Fe와 Al의 peak가 같이 나타나고 있으며 B는 Fe를 나타내는 peak만이 나타나 있음을 알 수 있다. 또한 Fig. 4-4의 Fe와 Al의 조성비가 1:2일 경우 사진에서 볼 수 있듯이 거의 모든 부분에서 연소 합성되었음을 알 수 있으며 화살표부분의 EDSX 분석한 결과에서도 같은 결과를 나타내고 있다.

Fig. 5-1은 일정성형압력 250MPa일 때 전류적용방식을 0A에서 10초당 5A씩 증가시켜 최고연소온도에 이르렀을 때 단전시킨 경우 각각의 조성에 따른 연소온도 Profile이다. 이 그림에서 보면 앞의 Fig. 4-1에서와 마찬가지로 Al의 함량이 많을수록 최고연소온도가 높고 Fe의 함량이 많을수록 최고연소온도는 낮았다. 또한 연소속도 또한 Al의 함량이 많을수록 빨라지고 Fe의 함량이 많을수록 연소속도는 느려짐을 알 수 있다. Fe와 Al의 조성이 1:3, 1:2, 1:1일 경우는 최고연소온도는 약 1100°C로 비교적 높았지만 Fe와 Al의 조성이 2:1, 3:1로 Fe의 함량이 많을 때는 최고연소온도가 약 800°C로 매우 낮았다. 이렇게 연소온도가 낮다는 것은 그만큼 반응이 활발하지 못하여 생성된 반응열이 적다는 것을 의미하고 이 현상의 이유는 앞에서와 마찬가지로 반응에 참여할 수 있는 Al의 양이 적기 때문이다.

Fig. 5-2는 상기조건에서 각각의 조성에 따른 X-ray 분석을 나타낸 것이다. 이 그림에서 보면 Fe와 Al의 조성이 3:1일 경우 약간의 반응생성물만이 생겼을 뿐 대부분 미반응 Fe만이 존재하였다. 또한 Fe와 Al의 조성이 2:1일 경우도 3:1일 경우보다 반응생성물이 약간 증가하긴 하였지만 마찬가지로 미반응 Fe가 대부분이었다. 여기서도 앞의 Fig. 4-2에서처럼 Al의 peak는 전혀 나타나지 않았는데 이것으로 보아 Al은 모두 반응하여 화합물로 되었음을 알 수 있다. 그러나 Fe와 Al의 조성이 1:1일 경우 미반응 Fe는 눈에 띄게 줄어들었으며 다량의 반응생성물 Fe_2Al_5 와 $FeAl_3$ 이 존재하였다. 그리고 Fe와 Al의 조성이 1:2일 경우 미반응 Fe는 거의 없었으며 반응생성물 Fe_2Al_5 와 $FeAl_3$ 만이 존재하였다. 그리고 Fe와 Al의 조성이 1:3일 경우도 미반응 Fe는 거의 없었고 Fe_2Al_5 , $FeAl_3$ 만이 존재하였다. 그러나 여기서 주시할 것은 Al의 함량이 적은 Fe

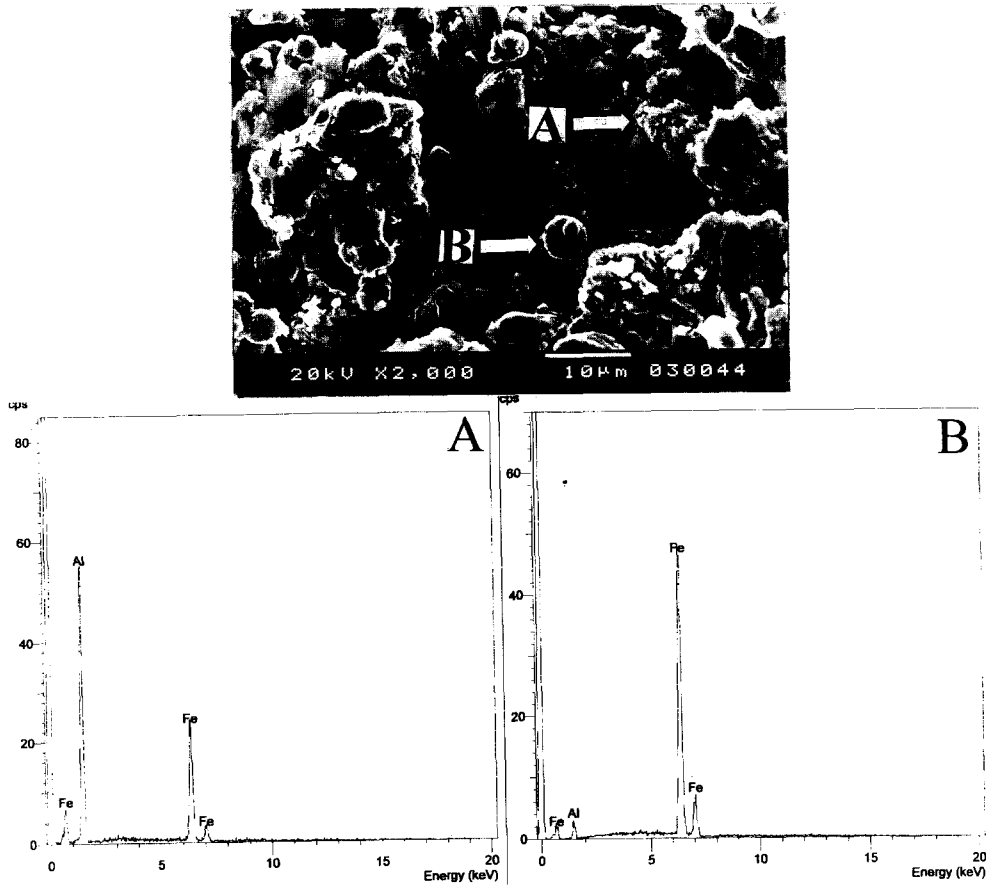


Fig. 4-3. SEM photograph and EDXS pattern of product(Fe:Al=2:1, 250MPa, 100A→100A).

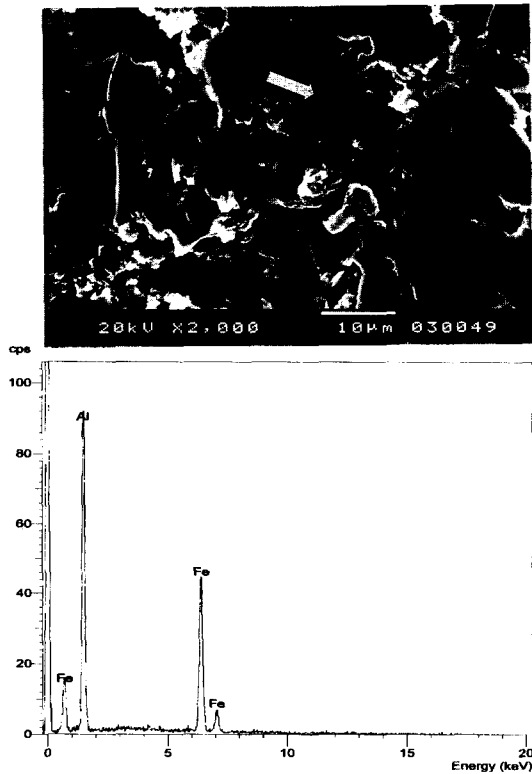


Fig. 4-4. SEM photograph and EDXS pattern of product(Fe:Al=1:2, 250MPa, 100A→100A).

와 Al의 조성이 3:1, 2:1일 때는 Fe_4Al_{13} 의 생성이 거의 이루어지지 않았고 Fe_2Al_5 의 생성이 활발하였다. 그러나 Al의 함량이 많아지는 경우, 즉 Fe와 Al의 조성이 1:1, 1:2, 1:3일 때 Fe_2Al_5 이외에 Fe_4Al_{13} 의 생성도 활발하였다. 또한 이 경우 특이한 것은 Fe와 Al의 조성이 1:3일 경우 또는 앞의 Fig. 4-2의 Fe와 Al의 조성이 1:2, 1:3일 경우와 비교하였을 때 전혀 새로운 peak가 나타났다는 것이다. 이 peak는 뒤의 Fig. 8-1에서도 나오겠지만 반응 후 곧바로 단전하지 않고 약 150초간 전류를 지속하여 반응 후 시료의 온도를 약 600°C 이상에서 150초간 유지시켰을 때 Fe와 Al의 조성이 1:2, 1:3일 경우에도 나타났다. 그러므로 차후 여기에 관한 연구가 계속 이루어져야 하겠다.

지금까지의 결과들을 토대로 Fe-Al계의 반응의 모식도를 Fig. 6에 나타내었다. 반응이 일어나기 시작하면 용점이 낮은 Al이 먼저 용액상태로 되어 Fe 입자 주변에 포진되고 곧 이어서 Al 용액이 Fe 입자에 확산되며 Fe 입자와 Al 용액의 계면 사이에 금속간화합물이 생성되기 시작하여 최후에 반응이 끝나므로 Fe-Al계 금속간화합물이 생성되는 것을 알 수 있다. 또한 시편전체에 기공이 많이 발생하는 것을 알 수 있는데 이와 같이 기공이 많이 발생하는 이유는 가장 큰 이유로 접화에 의한 반응 시 시료 내부에 존재하거나 반응에 의해 발생하는 가스가 시료의 빠른 반응과 이어지는 냉각 때문에 미처 밖으로 빠져나가지 못하여 존재하는

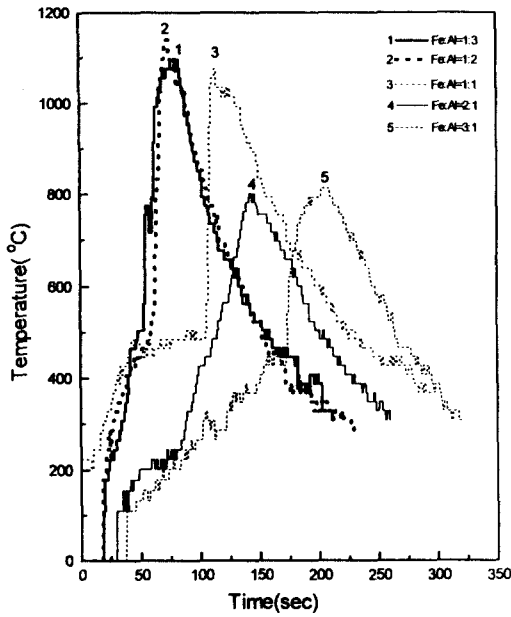


Fig. 5-1. Combustion temperature profile of sample with varying composition(250MPa, 0A ⇒ 5A/10sec).

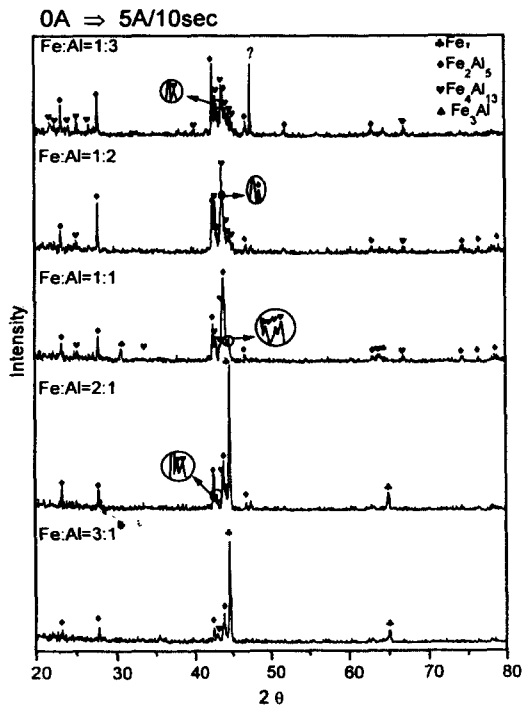


Fig. 5-2. X-ray diffraction of product with varying composition (250MPa, 0A ⇒ 5A/10sec).

것으로 사료된다.

Fig. 7은 일정압력 250MPa에서 각각의 전류적용방식에 따른 조성별 최고연소온도까지의 도달시간과 최고연소온도에서 약 500°C 까지 냉각될 때까지의 시간을 나타낸 것이다. 앞의 연소온도 Profile에서 나타나듯이 0A에서 10초당 5A씩 증가시킬 때와 처음부터 100A를 통전시켰을 때 모두 용점이 낮은 Al의 함량이 많을수록 반응이 활발하게 일어나 반응열이 많이 방출되므로 연소온도는 높게 나타나

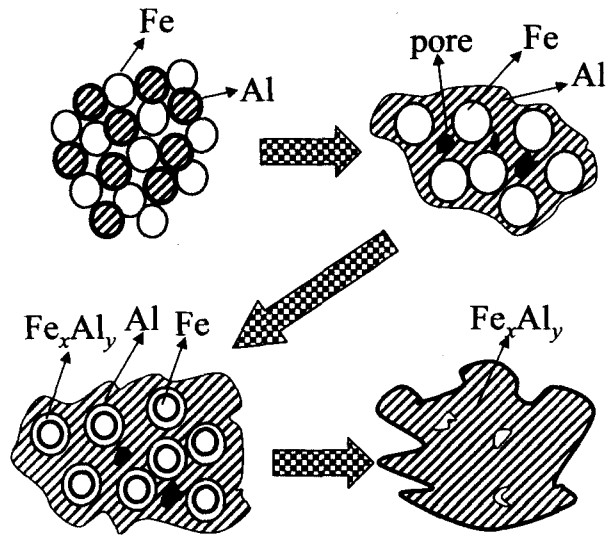


Fig. 6. Schematic diagram of Fe-Al reactive diffusion mechanism during combustion synthesis.

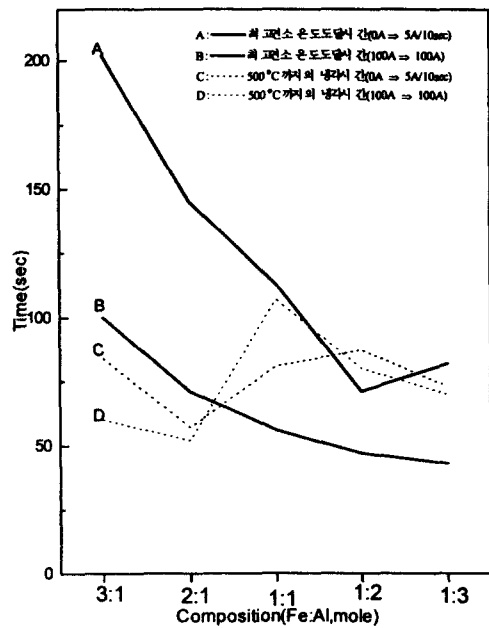


Fig. 7. Combustion velocity and cooling rate of sample with varying current adjust way and composition(250MPa).

고 또 최고연소온도까지 도달하는 시간은 짧게 나타났다. 그러나 Al의 함량이 많을수록 차이는 작아지긴 했지만 전류적용방식의 차이로 인해 연소속도는 처음부터 100A를 통전시켰을 때가 더욱 빨랐다. 그러나 냉각시간은 조성이나 전류적용방식에 상관없이 그리 큰 차이를 나타내지는 않았고 또한 일정한 경향성도 나타내지 않았다.

Fig. 8-1은 처음부터 일정전류 100A를 통전시키고 최고연소온도에 도달한 뒤 곧바로 단전시키지 않고 계속 통전시켜 600°C 이상에서 150초 동안 유지하므로 확산시간을 증가시켰을 때 생성물의 차이를 알아보았다. 이러한 조건에서 실험을 한 이유는 앞의 두 가지의 통전방식이 연소속도

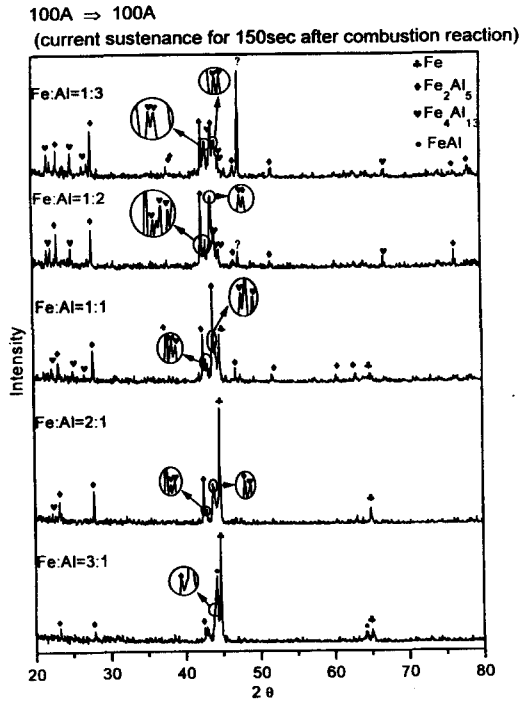


Fig. 8-1. X-ray diffraction for product with varying composition (250MPa, 100A ⇒ 100A, 150sec).

(승온속도)에서는 큰 차이를 나타내지만 냉각속도에서는 그리 큰 차이나 경향성을 나타내지 않았기 때문에 냉각속도가 생성물에 미치는 영향을 알아 볼 수 없기 때문이다. 따라서 최고연소온도에 도달한 후에도 계속 통전시켜 냉각시간을 길게 하여 냉각시간이 생성물에 미치는 영향을 알아 보았다. 확산이라는 과정은 Gibbs 자유에너지를 감소시키기 위하여 일어나기 때문에 만일 이 계의 확산속도가 매우 빨라 반응 초기에 이미 Gibbs 자유에너지가 최저에 이르는 안정한 화합물을 이루었다면 냉각시간을 길게 하여 확산시간을 증가시키는 것은 생성물에 별 영향을 미치지 않을 것이다. 하지만 확산의 속도가 느려 안정한 화합물을 이루기 전에 이미 냉각되어 반응이 끝난다면 확산시간을 증가시켜 주는 것은 생성물에 어느 정도 영향을 미칠 것이다. 이 계에서의 확산의 형태는 Fe(1.26Å)와 Al(1.43Å)의 원자 반경이 비슷하므로 치환형 확산임을 알 수 있다. 여기에서 보면 앞의 두 가지의 통전방식과 비교하여 볼 때 생성물에는 그리 큰 차이는 나타나지 않았다. 그러나 Fe와 Al의 조성이 3:1일 때 Fig. 5-2와는 달리 약간의 Fe₂Al₅ 이외에 FeAl이 생성되는 차이를 나타내었다. 그러나 이 이외의 조성에서는 앞의 Fig. 4-2나 Fig. 5-2와 거의 흡사하였다. 그러나 여기서도 앞의 Fig. 5-2에서처럼 전류를 0A에서 10

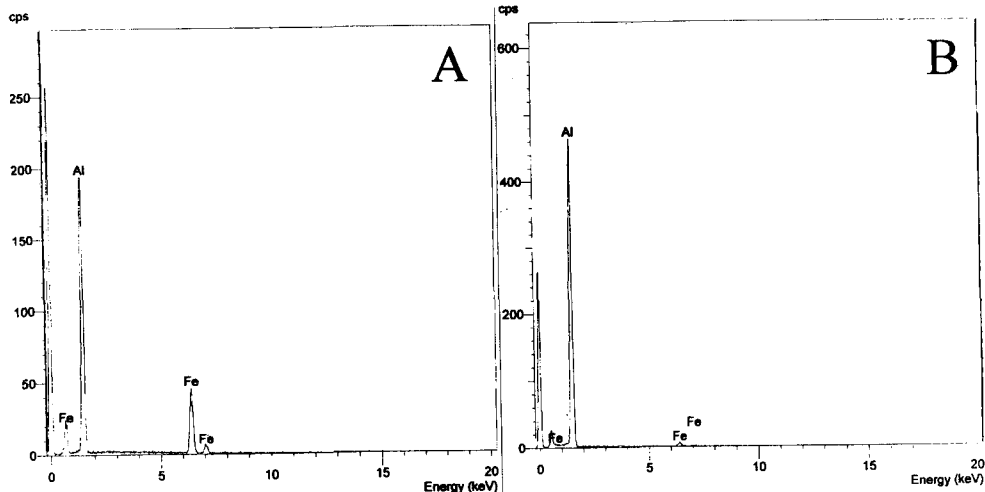
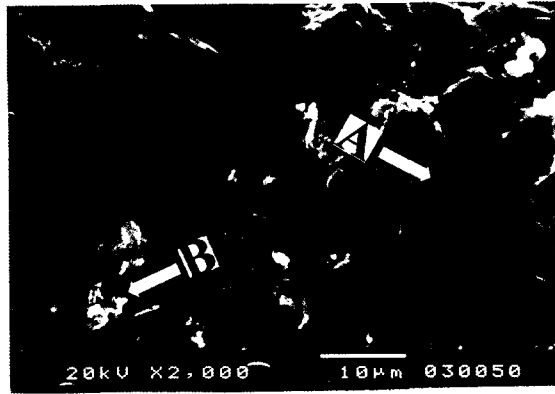


Fig. 8-2. SEM photograph and EDXS pattern of product(Fe:Al= 1:3, 250MPa, 100A ⇒ 100A, 150sec).

초당 5A 씩 증가시켜 통전시켰을 때 Fe와 Al의 조성이 1:3일 때 나타난 미지의 peak가 이 경우에도 나타났는데 Fe와 Al의 조성이 1:2일 때 약간 나타나기 시작하였고 1:3일 때는 이 peak가 가장 크게 나타났다. 이 미지의 peak가 나타난 경우의 공통점은 Al의 함량이 많고 전체 반응시간이 긴 경우에 나타났다는 것이다. 이 특이할 만한 peak가 나타내는 상 외에는 각각의 조성과 성형압력에 따른 연소속도나 최고연소온도 그리고 냉각속도에 따라 생성물에는 그리 큰 차이를 나타내지 않았다.

Fig. 8-2는 처음부터 일정전류 100A를 통전시키고 최고연소온도에 도달한 뒤 곧바로 단전시키지 않고 계속 통전시켜 600℃ 이상에서 150초 동안 유지시켰을 때 Fe와 Al의 조성비가 1:3일 경우의 SEM 사진 및 EDXS 분석을 나타내고 있다. 사진에서 A는 큰 부정유선형의 형태를 하고 있다. 또한 EDXS 분석 역시 Fe와 Al이 반응합성되었음을 나타내고 있다. 그러나 B의 경우 A와는 매우 다른 형태를 가지고 있는데 EDXS 분석을 보면 Fe의 peak는 거의 나타나 있지 않고 Al의 peak만이 나타나 있다. 즉 이것은 반응되지 않은 Al임을 알 수 있다. 그러나 X-ray 분석에서 미반응된 Al의 peak가 나타나지 않는 이유는 이러한 형태를 가진 입자가 매우 극소량이기 때문이다.

4. 결 론

전기장하에서 Fe-Al계 금속간화합물의 연소합성은 보통 500℃ 근처에서 일어나기 시작함을 알 수 있었으며, Fe와 Al의 몰비와 성형압력에 따라 초기저항값은 크게 영향을 받았다. 조성에 따라 반응생성물은 매우 큰 영향을 받아 Al의 함량이 많아질수록 반응은 급격히 그리고 고온에서 일어났으며 Fe의 함량이 많아질수록 반응은 서서히 그리고 낮은 온도에서 일어났다. 또한 일정성형압력(250MPa)에서 Fe와 Al의 몰비가 3:1, 2:1일 때는 다량의 미반응 Fe가 존재하였으나 몰비가 1:1, 1:2, 1:3으로 갈수록, 즉 Al의 함량이 많아질수록 미반응 Fe는 줄어들었고, 1:2, 1:3일 경우 반응생성물은 Fe_2Al_5 와 Fe_4Al_{13} 로 생성되었다. 그러나 최고연소온도 후 전류를 지속시켜 600℃ 이상에서 150초 동안 유지하였을 때 Fe와 Al의 조성비가 3:1에서는 미반응 Fe 이외에 $FeAl$ 이 생성되었고 다른 화합물은 거의 나타나지 않았다. 그러나 승온속도와 냉각속도는 반응생성물에는 그리 큰 영향을 주지 못하였다.

참 고 문 헌

1. D. L. McDanel : *Metall. Trans.*, **16A** (1985) 4077.
2. T. T. Long and T. Aisaka : *J. of Tap. Metals*, **51** (1987) 864.
3. A. Mizuta, T. Nakamura and K. Sakai : *Tetsu-to-Hagane*, **75** (1989) 1783.
4. M.C. Flemings, R. G. Riek and K. P. Young : *Mat. Sci. and Eng.*, **25** (1976) 103.
5. ASM International : "Metals Handbook, 10th ed.," Vol. 2. ASM International Handbook Committee., (1990) 903.
6. T. W. Chou, A. Kelly and A. Okura : *Composite*, **16**, 3(1985) 187.
7. A. Miyase and K. Oiekarski : *Mat. Sci.*, **16** (1981) 251.
8. J. A. Cornie, R. J. Suplinskas and A. W. Hauze : *Cerm. Eng. Sci. Proc.*, **1** (1980) 728.
9. N. Mori, H. Sorano, A. Kitahara, K. Ogi and K. Matsuda : *J. Japan Inst. Metals*, **47** (1983) 1132.
10. Y. Kimura : *J. of Mat. Sci.*, **19** (1984) 3107.
11. N. S. Stoloff and R. G. Davies : *Prog. Mater. Sci.*, 1966, 13, 3.
12. C. G. Mckamey, J. A. Horton and C. T. Liu : *Journ. Mater. Res.* **4** (1989), 1156.
13. G. H. Fair and J. V. Wood, : *Powder Metallurgy*, 1993 Vol. **36** No. 2 123.
14. N. S. Stoloff : *Int. Mater. Rev.*, 1989, 34, 153.
15. M. Yamaguchi and Y. Umakoshi : *Prog. Mater. Sci.*, 1990, 34, 1.
16. Z. A. Munir : *Bull. Amer. Ceram. Soc.*, **67**(2) (1988) 342.
17. Z. A. Munir : *Metall. Trans. A.*, **23A** (1992) 7.
18. Z. A. Munir : *Reviews in Particulate Materials*, **1** (1993) 41.
19. 정중채, 박상규, 고석권, 원창환 : 대한금속학회지. Vol. **35**. No. 1, (1997).
20. 정중채, 주성민, 이종현, 고석권, 원창환 : 대한금속학회지. Vol. **33**. No. 9, (1995).
21. A. G. Feng and Z. A. Munir : *Journal of the American Ceramic Society*, 80, 5.