

가스반응/볼밀링에 의한 Ti/TiC(N) 복합재료 합성 (Synthesis of Ti/TiC Composite by Gas Reaction/Ball Milling)

*박희삼¹, 김용진², 정형식², 안중호¹

¹안동대학교 재료공학과, ²한국기계연구원 재료공정연구부

1. 서론

최근 연구된 가스반응에 의한 Ti/TiC 복합분말제조법은[1] Ti분말과 메탄, 암모니아가스를 고온에서 반응시켜 in-situ복합상 분말을 제조하는 새로운 공정이다. 이 공정으로 제조된 소결재의 특성향상을 위하여는 TiC의 입자를 보다 미세화 시킬 것이 요구된다. 따라서 본 연구에서는 가스반응으로 제조된 Ti/TiC 복합분말을 C, N을 함유하는 액체 혹은 고체 유기물과 혼합하여 볼밀링을 통해 미세화가 가능한지를 알아 보았다. 또한 Ti/TiC 복합분말이 아닌 Ti원소분말을 직접 상기 유기물과 함께 밀링하였을시의 거동과 이들 분말을 이용한 소결재의 미세조직변화에 대하여도 알아보았다.

2. 실험방법

원료분말은 Ti를 700℃와 800℃에서 CH₄와 NH₃ 개스로 반응시킨 Ti/TiC 복합분말과 순도 99.9% 이상의 Ti 분말의 2종을 사용하였다. 이들 분말은 고체인 C₆H₅N₃[1H-Benzotriazole]과 액체인 (C₂H₅)₃N[Triethylamine]의 2종의 유기물과 각기 부피비 1:0.5, 1:1.5로 혼합한 후 볼과 분말의 중량비 45:1로 스테인레스 용기 및 볼(φ6.4mm)을 사용하여 Ar분위기에서 10~200 시간 동안 수평식 볼밀링 하였다. 시간별로 채취된 분말은 DSC, XRD, SEM 분석을 통해 특성을 조사하였으며, 일부 분말은 금형성형 후 1000~1400℃에서 각각 2시간 진공소결하여 소결재의 특성을 조사하였다.

3. 실험결과 및 고찰

먼저 가스반응한 Ti/TiC 분말의 경우 순금속 상태에 비하여 연성이 제한된 관계로 고체 유기물을 이용한 밀링은 용기내 분말흡착으로 인해 공정효율이 매우 낮았다. 반면 액체 유기물을 사용한 경우나 순금속 상태의 Ti를 고체, 혹은 액체 유기물과 함께 밀링한 경우는 비교적 용이하게 밀링이 진행되었다. 전자의 경우 200시간 밀링 후에도 XRD상으로 특징이 없었다. 그러나 순금속 Ti를 밀링한 후자의 경우 XRD상으로는 회절선의 넓어짐으로 인해 새로운 상의 확인이 어려웠으나 DSC 분석결과 880℃ 부근에서의 Ti의 HCP→BCC 변태가 사라진 점으로 미루어 밀링에 의해 새로운 결정구조가 형성되었음을 알 수 있었다.

한편 진공소결한 후에는 가스반응한 Ti/TiC복합분말이나 Ti분말 사용의 경우 공히 TiC_{0.7}N_{0.3}의 화합물이 Ti기지 속에 형성되었다. 가스반응한 분말 사용의 경우 밀링에 의해 분산입자의 미세화가 다소 이루어졌다. Ti와 액체 유기물을 밀링한 경우는 1200~1400℃에서 60~70 vol%의 구형 TiC_{0.7}N_{0.3} 입자가 Ti기지 사이에 형성되었으며 소결온도가 증가할수록 경도는 증가한 반면 기공의 증가로 밀도는 감소하는 것으로 나타났다. Ti와 고체 유기물을 밀링한 경우 고체유기물 사용의 경우 보다 TiC_{0.7}N_{0.3} 입자의 부피분율이 작아 30% 내외였으며 형상도 작진 모양이었다. 또한 조직도 비교적 균일 미세하였다.

4. 결론

가스반응 시킨 Ti계 복합분말이나 Ti분말에 유기물을 혼합, 장시간 밀링함으로써 Ti/TiC(N) 복합분말을 얻을 수 있었으며, 1200~1400℃에서의 소결을 통해 미세, 균일한 입자상 복합조직을 얻을 수 있었다. 유기물 첨가량 변화에 의한 강화상의 생성비율 조정이나 잔류기공제거를 위한 고온압축 등 공정의 보완을 기한다면 기계적합금화는 Ti/TiC(N) 입자상 복합재료의 유용한 제조방법이 될 수 있을 것으로 생각된다.

5. 참고문헌

[1] Y. J. KIM and H. Chung; US Patent No. 5722037