Ti-Silicide혼합분말의 기계적 합금화에 미치는 밀링매체 재료의 영향

(Effect of Milling Medium Materials on Mechanical Alloying of Ti-Silicide Powder Mixture)

대전산업대학교 재료공학과 변 창 섭* 이상호
동아전기 김동관
국민대학교 금속재료공학부 이진형

1. 서론

금속간 화합물들은 강한 원자결합력 특징에 기인하여, 고융점 특성 이외에 고온강도, 고탄성계수, 크리프저항성 및 저 비중, 저 밀도와 내산화성 등의 장점을 갖고 있다. 최근의 관심은 특히 고온강도가 우수한 금속간 화합물의 기계적인 거동에 관한 광범위한 연구 활동이 진행되고 있다. 티탄늄 실리사이드 화합물들은 차세대 고온 구조용 재료로서 요구되는 특성을 만족시킬 수 있는 재료로서 주목을 받고 있다. 따라서 본 실험에서는 Ti와 Si분말을 기계적 합금화법으로 Ti3Si, Ti5Si3, Ti5Si4, TiSi and TiSi2 합성시 밀링매체의 재료에 따른 Ti-Silicides계에서 각 화합물의 합성유무, 합성기구, 합성과정, 합성속도에 관하여 조사 검토하였다.

2. 실험방법

본 실험에서 사용한 원료분말 Ti 및 Si의 순도는 99.95%이상 이였으며, 각 조성비는 Ti-25.0at%Si, Ti-37.5at%Si, Ti-44.4at%Si, Ti-50.0at%Si 및 Ti-66.7at%Si로 하였다. 이때 사용된 원통용기 재료는 부분 안정화 지르코니아, PSZ(partially stabilized zirconia)용기를 선택하였고, 볼은 12.7㎜와 6.4㎜인 고크름 강구를 이용하여, 볼과 분말은 중량비 5 : 1로 하여 용기속에 장입하였다. 이와 같이 준비된 시료를 기계적 합금화하기 위하여 SPEX 8000D mixer/mill에서 실험을 하였다. 비접촉식 적외선 온도 측정 법으로 기계적 합금화시간에 따른 in-situ 열분석실험을 행하였다. 또한 제조된 분말을 X선회절분석, SEM, EDX분석 및 TG/DTA분석을 행하여 상형성 여부를 조사 검토하였다.

3. 결과 및 고찰

Ti-44.4at%Si, Ti-37.5at%Si 및 Ti-50.0at%Si 혼합분말을 PSZ의 용기와 Steel볼로 밀링한 경우MA23분, MA36.5분 및 MA54.5분에서 급격한 발열반응에 의한 온도상승을 나타내는 것으로 보아 고온자전합성(SHS)에 의해 상변화 및 상형성이 이루어지는 것을 알 수 있었다. 또한 Ti-25.0at%Si 및 Ti-66.7at%Si 혼합조성은 MA360분까지 기계적 합금화를 실행하였으나 상을 합성시키지 못하였다. 그러나 밀링재료를 Steel용기와 PSZ볼로 달리하여 기계적 합금화를 시행한 결과 상형성이 이루어진 것을 확인할 수 있었다. 이와 같은 결과는 용기내부에 발생된 열에너지가 Steel용기내부에 축적되기보다는 용기 외부로 방출되었을 것이며, 이에 따라 열전도도가 상대적으로 적은 PSZ볼에 의한 적은 양의 충격 열에너지로 인하여 분말과 분말에 상호확산반응이 일어나 Ti3Si 과 TiSi2 상이 생성되었다고 사료된다.

4. 결론

Ti5Si4, Ti5Si3 및 TiSi의 실리사이드 화합물의 기계적 합금화 과정중 급속한 발열반응을 수반하는SHS 반응에 의해 합성됨을 알 수 있었고, Ti-25.0at%Si 및 Ti-66.7at%Si조성은 Si 분말을 분쇄하여 미세한 분말을 제조한 후 Ti 분말과 혼합하여 고에너지 및 저에너지의 밀링장비를 이용하여 기계적 합금화를 행한 결과 합성이 가능함을 알 수 있었다.

5. 참고문헌

1. M. Naka, T. Matsui, M. Maeda and H. Mori: Mater. Trans., JIM, 36 (7) (1995) 797.
2. R. Rosenkranz, G. Frommeyer and W. Smarsly: Mater. Sci. and Eng. A152 (1992) 288.
3. I. S. Cho and S. K. Hwang: J. Kor. Inst. Met and Mater., 32 (4) (1994) 455.
4. K. J. Park and S. K. Hwang: J. Kor. Inst. Met and Mater., 34 (3) (1996) 296.