

기계적합금화 및 고온자전합성법으로 제조된 TiB_2 -Cu 나노복합재료에 관한 연구

A Study on the TiB_2 -Cu Nanocomposite Prepared by Mechanical Alloying and SHS

울산대학교 첨단소재공학부 김현식* · 김지순 · 권영순
덕산하이메탈(주) 김경원

Institute of Solid State Chemistry and Mechanochemistry, Siberian Branch of Russian
Academy of Science, Russia D.V. Dudina · O.I. Lomovsky

1. 서 론

고강도 구리기지상 복합재료(Cu Matrix Composite)는 높은 기계적 강도 및 경도, 향상된 내마모성과 더불어 전기/열 전도도가 우수하여 그 활용이 기대되는 재료이다. TiB_2 -Cu 복합재료는 금속인 Cu의 기지내 세라믹 강화물인 TiB_2 의 균일한 분포, 두 성분 계면간의 적절한 적합성 및 반응성의 억제, 고온에서의 열적 안정성등의 성질이 요구된다. TiB_2 -Cu 복합재료의 제조에는 Spray forming, In situ rapid carbothermal reduction, MA 방법이 사용되고 있다.

본 연구에서는 TiB_2 의 제조에 고온자전합성반응을 활용할 수 있다는 점에 착안하여 고상반응인 MA와 SHS 방법을 동시에 적용하였다. 즉, Cu 기지와 TiB_2 입자의 균일한 분산과 입자미세화를 위해 MA 공정을 사용하게 되는데, TiB_2 대신 Ti와 B 분말을 사용하여 MA 후 SHS 공정을 도입함으로써 MA 공정 시간을 단축하고, 오염을 낮출 뿐 아니라 나노 크기의 TiB_2 가 균일하게 분산된 TiB_2 -Cu 복합재료를 제조하고자 하였다.

2. 실험방법

Ti, B, Cu 원료분말을 각각 $Ti+2B+n$ wt.% Cu($n=0\sim 70$)의 조성으로 고에너지 수평식 유성밀(ISSCM model: AGO-2)을 사용하여 혼합하였다. 이때 Stainless Steel 용기와 볼을 사용하였으며, 가속도 $600m/s^2$, 5mm 직경의 볼, 볼과 분말의 장입비는 20:1, 1, 2, 3, 5min, 30min의 조건으로 건식 밀링하였다. 밀링중 표면의 산화를 막기 위하여 용기를 진공상태로 만들어준 후 0.3MPa의 Ar gas를 주입하였다. 이렇게 제조된 분말을 Ar 분위기 하에서 NiCr-발열체를 사용하여 소정의 점화온도에서 점화하여 고온자전합성반응 시켰다. 이때 $100\mu m$ 의 W-Re 열전대를 사용, 연소 속도와 연소온도를 측정하였다. 반응된 분말은 수평식 유성밀에서 동일한 조건으로 다시 1, 3, 5, 30min간 분쇄하였다.

제조된 분말은 SEM/FE-SEM, TEM, XRD, 입도분석기로 분말 입자의 형상과 상, 입도등을 관찰, 분석하였다.

3. 실험결과 및 고찰

- (1) 조사된 밀링시간 범위에서 TiB_2 상은 확인되지 않았으며, Ti와 Cu상만 확인되었다. 따라서, 용기와 볼에 의한 오염을 피하기 위하여 모든 조성에 대하여 5min 이하로 밀링하였다.
- (2) 70wt.% Cu 이상의 조성에서는 밀링 후 고온자전합성반응이 일어나지 않았다.
- (3) 밀링시간 증가에 따라 고온자전합성 연소온도와 속도는 감소하였다.
- (4) Cu 기지내 TiB_2 입자는 SHS 후 분쇄과정을 거치 미세화되어 TEM, FE-SEM 관찰결과 30nm 이하의 크기로 균일하게 분산되었음을 확인하였다.