

B2

액상 Ni-TiC 기지상 내의 Round Edge를 가진 TiC 입방체의 입자성장 (Coarsening of Cubic TiC Grains with Round Edges in Liquid Ni-TiC Matrix)

한국과학기술원 김승민*, 고지연, 윤덕용

1. 서론

탄화물과 금속분말을 혼합하여 액상소결시 입자들은 계면에너지를 줄이기위하여 조대화가 일어난다. 입자 조대화에는 입자의 크기분포가 일정하게 유지되면서 전체 고상입자가 고르게 성장하는 확산지배기구에 의한 정상 입자성장과 대부분의 입자들의 조대화가 억제된 상태에서 일부의 고상입자들만 주위의 작은 입자들을 소멸시키면서 빠르게 성장하는 계면반응지배기구(2-D 핵생성)에 의한 비정상 입자성장이 있다. 지금까지의 연구결과에 의하면 원자적으로 rough한 면을 갖는 등근입자의 경우엔 정상입자성장을 하고, 원자적으로 singular한 면을 가지는 각진 입자의 경우에는 비정상입자성장을 하게 된다. 그러나 동일한 계에서도 입자들의 평형모양은 소결온도나 소결조건에 따라 모서리가 각진 형태에서 등근형태로 변할수 있다. 본 연구에서는 모서리가 등근 입방체 모양을 갖는 TiC-Ni계에서 일반적인 소결조건으로 소결시간과 액상량을 변화시켜 입자성장양상을 관찰하여, 모서리가 등근 입방체 모양의 입자들의 성장기구가 확산지배기구를 확인하고자 한다.

2. 실험방법

TiC와 Ni 분말을 중량비로 80:20으로 섞어 병에 담고 고순도 에탄올을 채워 30분동안 hand mixing하였다. 이를 80℃를 유지한 오븐에서 24시간 건조시킨후 직경 1 cm원통형틀에 넣어 디스크 형태의 압분체로 만들고, 100MPa의 압력으로 냉각 정수압 성형을 하였다. 이를 1400℃에서 탄소발열체를 사용한 진공 소결로에서 8min, 30min, 1h, 2h, 8h, 15h, 25h, 32h동안 각각 소결하여 시간에 따른 입자성장양상을 관찰하였다. 소결시 탄소도가니에 탄소분말을 깔고 시편을 놓은 후, 탄소분말로 다시 덮고 도가니 뚜껑을 닫아 소결하였다. 액상량을 변화시킨 실험은 TiC와 Ni을 중량비로 90:10, 80:20, 70:30으로 각각 섞어 같은 과정을 거쳐 8h동안 소결한 후 각각의 입자성장 양상을 비교하였다. 입자 크기는 약 1000개의 입자의 크기를 측정하여 구형입자의 equivalent radius를 구하여 입자크기분포와 평균 반지름을 구하였다.

3. 결과 및 고찰

액상 Ni-TiC 기지상의 내의 TiC입자의 모양은 앞에서 언급한 바와 같이 등근 모서리를 갖는 입방체 모양이다. 이 입자들의 조성을 살펴보면, TiC입자는 1%의 Ni과 99%의 TiC로 이루어져 있고, 소결온도에서 액상이 되는 기지상은 10%의 TiC를 포함하고 있다. 먼저 TiC-20Ni(wt%)의 시간에 따른 입자 크기 분포의 변화와 평균입자 반지름의 살펴보면, 입자 크기 분포는 시간이 지나도 크게 변하지 않았으며, 평균 입자 반지름의 세계급 값이 대략적으로 시간에 비례하게 나타났다. 이것은 확산지배기구에서의 입자성장식과 일치하는 것이다. 그리고 액상량을 각각 10%, 20%, 30%(wt%)로 8시간 동안 소결한 시편들을 살펴보면, 입자의 모양은 액상량의 변화에 관계없이 일정하며 다만 액상량이 많아지면 입계가 줄어들고 입자가 액상과 만나는 계면이 증가하였다. 또 액상량이 적어질수록 입자의 크기가 증가하였고, 액상량에 따른 입자크기의 분포는 크게 변하지 않았다. 이는 액상이 증가하면 원자의 확산거리가 길어져 입자성장이 느려지는 것으로 TiC-Ni계에서 입자성장은 확산지배기구에 의한 것임을 확인하는 결과라고 할 수 있다.

4. 결론

TiC-Ni 계에서 소결 시간을 변화시켜 성장 양상을 관찰한 결과, 입자의 평균 반지름의 세제곱이 소결시간에 비례함을 확인하였다. 이는 확산 지배 성장 기구에서 입자의 평균 크기의 세제곱이 소결시간에 비례하는 식에 일치하는 것이다. 또 액상량을 변화시켜 소결한 결과, 액상량이 증가함에 따라 입자의 성장속도가 감소함을 확인할 수 있었다. 만일 입자성장기구가 계면반응지배일 경우 입자의 성장속도는 계면반응에 의하여 결정되므로 액상량의 변화에 영향을 받지 않으나, 확산지배기구일 경우 액상량이 증가하면 확산거리증가에 따른 확산시간이 늘어나 입자 성장은 느려지게 된다. 따라서 TiC-Ni계는 1400℃에서 확산지배기구로 입자성장이 진행됨을 알 수 있다.