

고압 연소소결(HPCS)법을 이용한 Ti-C-Mo계 탄화물 복합체의 제조

최장민 · 이근행 · 류종화 · 조원승 · 최상욱

인하대학교 무기재료공학과
(1999년 2월 24일 접수)

Preparation of Carbide Composites for Ti-C-Mo system by HPCS(High-Pressure self-Combustion Sintering) Process

Jang-Min Choi, Keun-Hang Lee, Jong-Hwa Ryu
Won-Seung Cho and Sang-Wook Choi

Department of Ceramic Engineering, Inha University, Inha 402-751, Korea
(Received February 24, 1999)

초 록

합성과 소결이 동시에 이루어지는 고압연소소결(高壓燃焼燒結, HPCS)법을 이용하여 금속 티타늄과 탄소의 원료조합에 금속 몰리브덴을 첨가하여 소결성이 우수한 탄화몰리브덴 입자를 자체합성 및 분산시켜줌으로써 탄화티타늄-탄화몰리브덴 복합체의 소결체를 제조하였다. 본 연구에서는 TiC_x-Mo_2C 의 소결체를 제조시 Mo의 첨가량과 소결조제로 사용한 니켈과 코발트의 첨가에 따른 미세구조와 물성의 변화를 조사하였다. 이 결과 Ti-C-Mo 계의 원료조합에 Co를 5 wt% 첨가한 것보다 Ni를 5 wt% 첨가한 소결체가 더 좋은 물성을 나타내었으며 이들 중에서 가장 좋은 물성을 나타낸 것은 5 wt% Ni와 20 wt% Mo이 첨가된 것으로서 기공율 1.0%, 상대밀도 97.6%, 비커스 경도 19.1 GPa, 파괴인성 $5.3 MPa \cdot m^{1/2}$ 인 것으로 나타났다.

ABSTRACT

TiC-Mo₂C composites were prepared from Ti-C-Mo system by HPCS, which has a great advantage of simultaneous synthesis and sintering. In this study, physical properties and microstructures of the composites were measured and observed to compare the sintering effects of Ni and Co each other. The results showed that the role of 5 wt% Ni in the sintering of the carbide composites was superior to that of 5 wt% Co and the optimum content of Mo in the Ti-C-Mo system was 20 wt%. The carbide composites prepared under these two conditions had the best properties with 1.0% in apparent porosity, 97.6% in relative density, 19.1 GPa in Vickers hardness and $5.3 MPa \cdot m^{1/2}$ in fracture toughness.

Key words : HPCS, TiC-Mo₂C, Composites, Sintering, Synthesis

1. 서 론

탄화티타늄(TiC)은 경도(28~35 GPa), 강도(240~390 MPa)가 높고 내마모성, 내침식성 및 산화저항성 등이 우수하여 초경도(超硬度) 절삭공구(切削工具), 절삭공구의 코팅재료 및 고온용 노즐 등에 사용되고 있으며, 또한 원자로의 원전반응로(原電反應爐) 등의 에너지 관련분야에서도 연구·개발되고 있으나 파괴인성 및 소결성이 좋지 않아 그 실용성에 제한을 받고 있는 실정이다.¹⁾

지금까지 고압연소소결(HPCS)법을 이용하여 탄화티타늄(TiC) 소결체 제조에 관한 연구는 이미 많은 결과

들^{2,3)}이 보고되고 있으나, 몰리브덴(Mo)을 첨가하여 줌으로써 치밀화된 탄화티타늄-탄화몰리브덴(TiC_x-Mo_2C) 복합체의 제조에 관한 연구는 아직 초기단계이다. 따라서 본 연구에서는 고압연소소결(HPCS)법^{4,5)}을 이용하여 TiC 소결체의 제조시 치밀화를 위하여 금속 티타늄(Ti)과 카본블랙(carbon black)을 출발원료로 사용하고, 이 원료조합에 금속 몰리브덴(Mo)을 첨가하여 소결성이 우수한 Mo₂C 입자를 TiC 기지(matrix)내에 자체합성 및 분산시켜줌으로써 소결성이 향상되고 물성이 개선된 탄화티타늄-탄화몰리브덴 복합체를 제조하는 연구를 수행하였다. 이러한 탄화티타늄-탄화물

리브데늄 복합체 제조시 본 연구실에서 이미 조사한대로 탄소와 티타늄의 혼합비율을 1로 고정하고⁶⁾ 그 조건으로 우수한 물성을 지닌 탄화티타늄-탄화몰리브데늄 복합체를 제조하여 이의 결정상, 기공율, 상대밀도 및 미세구조 등을 조사하고자 하였다. 또한 기존의 소결법을 이용한 TiC-Mo₂C계 탄화물 제조시 기계적 물성의 향상을 위하여 첨가하는 니켈(Ni)과 코발트(Co)를 이용하여 고압연소소결(HPCS)법으로 제조한 복합체에서도 기계적 물성이 향상된 복합체를 제조하여 이러한 복합체의 미세구조변화와 물성변화를 조사하였다.

2. 실험방법

2.1. 출발원료

탄화티타늄-탄화몰리브데늄 복합체(이하 TiC_x-Mo₂C 복합체)를 제조하기 위하여 금속 티타늄(Ti), 카본 블랙(carbon black) 그리고 금속 몰리브데늄(Mo) 분말을 이용하였으며 소결조제로 금속 니켈(Ni)과 코발트(Co)를 이용하였다. 이 원료들의 몇 가지 특성을 Table 1에 나타내었다. 이들 혼합물을 n-hexan의 분산매체 속에서 24시간 지르코니아 볼을 이용하여 milling에 의한 혼합과정 후 진공건조기에서 12시간동안 건조하였다. 연소합성시 성형체의 상대밀도가 약 60%일 때 연소온도가 가장 높고 연소속도가 가장 빠르며 반응성이 우수하다는 연구보고⁷⁾에 근거하여 본 실험에서도 혼합물을 일축가압(uniaxial press) 성형방법으로 성형체의 밀도가 약 60%가 되도록 지름이 8 mm, 높이가 4 mm가 되도록 실린더형 압분체를 만들었다.

2.2. 실험장치

TiC_x-Mo₂C 복합체의 제조에 사용한 고압 연소소결장치는 Fig. 1에 나타내었다. 그림에 나타낸 바와 같이 장치는 크게 반응부(reaction cell)와 제어부(control part)로 구분되어진다. 반응부 내부는 10⁻³ torr까지 진공상태로 유지한 후 전류를 흘려주었고 최고 160 MPa까지 압력을 올린 상태에서 1,600 A의 전류를 흘려주어 점화 및 반응시켰다.

Table 1. Characteristics of Raw Materials

Raw material	Purity (%)	Particel size(μm)	Manufacturer
Ti	99.5	≤20	Se-Jong Co.
Carbon black	99.0	0.024	Columbia Co.
Mo	99.95	2~4	CERAC Co.
Ni	99.9	5	CERAC Co.
Co	99.8	5	CERAC Co.

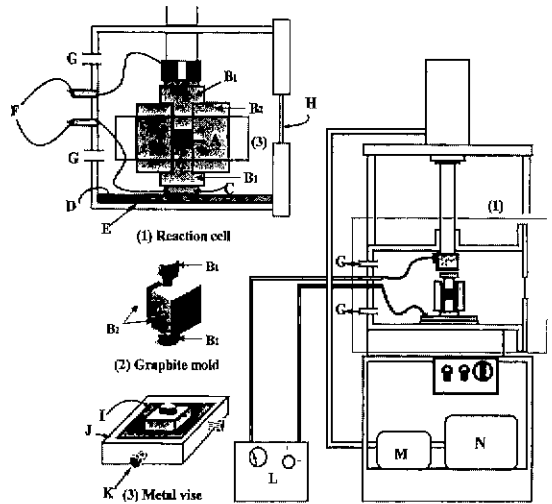


Fig. 1. Schematic diagram of apparatus for the HPCS process.
 A : Sample
 B₁, B₂ : Graphite mold
 C : Nickel plate
 D : Copper plate
 E : Insulation plate
 F : Electrode
 G : Gas in-let, Gas out-let
 H : Quartz window
 I : Refractory (ceramic)
 J : Metal vise
 K : Bolt
 L : Controller
 M : Oil pressure pump
 N : Motor

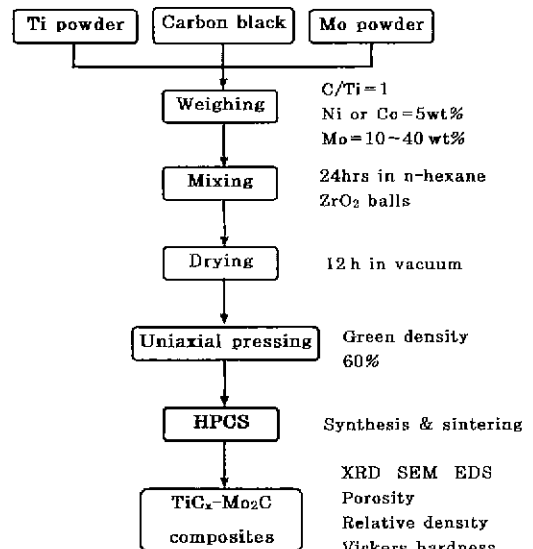


Fig. 2. Experimental procedure of HPCS process for preparing TiC_x-Mo₂C composites.

2.3. 복합체의 제조

TiC_x-Mo₂C 복합체를 제조하는 공정도를 Fig. 2에 나타

내었다. 본 연구실에서 이미 조사한 TiC의 생성조건⁹⁾을 기본으로 하여 Ti/C=1로 하고, 기계적 물성의 향상을 위하여 첨가제로 Ni과 Co를 각각 5 wt% 첨가한 후 Mo을 TiC에 대해 10~40 wt%까지 첨가하여 TiC_x-Mo₂C 복합체를 제조하였다.

2.4. 물성측정 및 미세구조관찰

2.4.1. 결정상 분석 및 미세구조 관찰

HPCS 공정으로 합성과 동시에 소결이 된 TiC_x-Mo₂C 복합체내에 생성된 결정상을 조사하기 위하여 X선 회절 분석(PW-1710, Cu target, 주사속도 5°/min, Philips社)으로 분석하였다. 또한 제조한 TiC_x-Mo₂C 복합체의 입자모양, 입자크기와 미세구조를 관찰하기 위하여 시편의 파단면을 주사전자현미경(X-650, Hitachi社)으로 관찰하였다.

2.4.2. 겉보기 기공률 및 상대밀도 측정

겉보기 기공률과 비중은 KS L 3114에 따라 측정하였으며 상대밀도는 참비중에 대한 부피비중의 백분율로 계산하였다. 일반적으로 시편은 내부에 틈 또는 기공을 포함하기 때문에 덩어리 상태로는 실제의 비중을 측정하기 어렵다. 따라서 시편의 참비중은 시편을 분쇄하여 비중병을 이용하여 측정하였으며, 상대밀도는 각 조성의 시편의 참비중을 측정된 후 식(2)에 대입하여 계산하였다.

$$\text{겉보기 기공률}(P_v) = \frac{W_3 - W_1}{W_3 - W_2} \times 100(\%) \quad (1)$$

$$\text{상대밀도}(\%) = \frac{W_1 \times S_c}{W_3 - W_2} \div \text{참비중} \times 100 \quad (2)$$

여기서,

- W₁: 건조 무게
- W₃: 등유에 포화된 무게
- W₂: 등유중 무게
- S_c: 등유 비중

2.4.3. 경도 및 인성측정

경도 측정은 Micro Hardness Tester(TUKON model 300, Wilson Instruments)를 사용하여 KS L 1603에 따라 압입법으로 행하였다. 이때 하중은 10kg으로 하였고 한 시편당 5회 측정하여 최대치와 최소치를 제외한 나머지 값을 취하여 평균을 구하였다.

또한 TiC_x-Mo₂C 복합체에 대하여 파괴 인성을 측정하였다. 파괴 인성은 압자 압입법(indentation fracture method)으로 측정하였으며 시편의 압입면을 경면연마한 후 Micro Hardness Tester(TUKON model 300, Wilson Instruments)를 사용하여 10kg의 하중으로 비커스

압흔을 도입한 후, 한 시편당 5회 측정된 후 평균값을 구하여 파괴인성치를 측정하였다. 이 때 사용한 식¹⁰⁾은 다음과 같다.

$$K_{IC} = 0.203 \left(\frac{c}{a} \right)^{-3/2} \cdot HV \cdot a^{3/2} \text{ (median crack)}$$

여기서,

- K_{IC}: 파괴인성 (MPa · m^{1/2})
- a: 압입흔적 대각선 길이 평균의 반(m)
- c: 균열 길이 평균의 반(m)
- HV: 비커스 경도 (Pa)

3. 결과 및 고찰

3.1. Ni을 첨가한 TiC_x-Mo₂C 복합체의 미세구조와 물성에 미치는 Mo 첨가량의 영향

진공소결방법으로 TiC-Mo₂C 탄화물 제조시 TiC-Mo₂C의 원료조합에 Ni이나 Co를 첨가하면 소결속진 효과 및 기계적 물성이 증진된다는 보고⁹⁾에 근거하여 고압 연소소결법을 이용한 본 실험에서도 이들 첨가제를 첨가함으로써 어떠한 역할을 하는지 규명하고자 하였다.

Ni을 첨가한 TiC_x-Mo₂C 복합체 제조하기 위하여 Ti과 C의 몰비를 1로 고정시킨 뒤 5 wt% Ni을 Ti-C 혼합

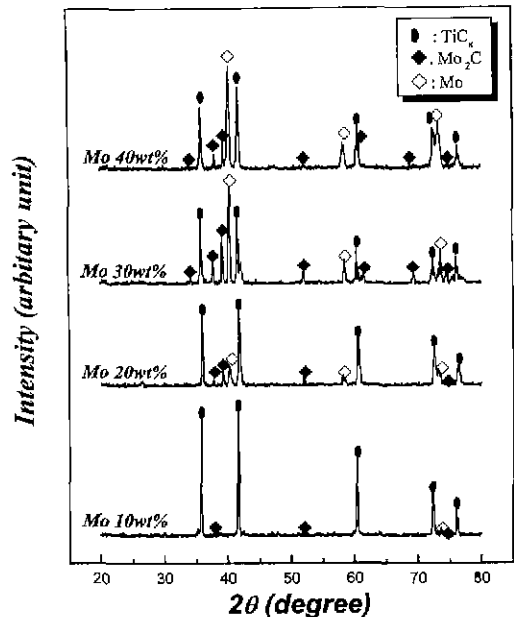


Fig. 3. X-ray diffraction patterns of TiC-Mo₂C composites prepared by HPCS process from the mixtures of C/Ti=1.0 (by molar ratio). 5 wt% Ni and various Mo contents.

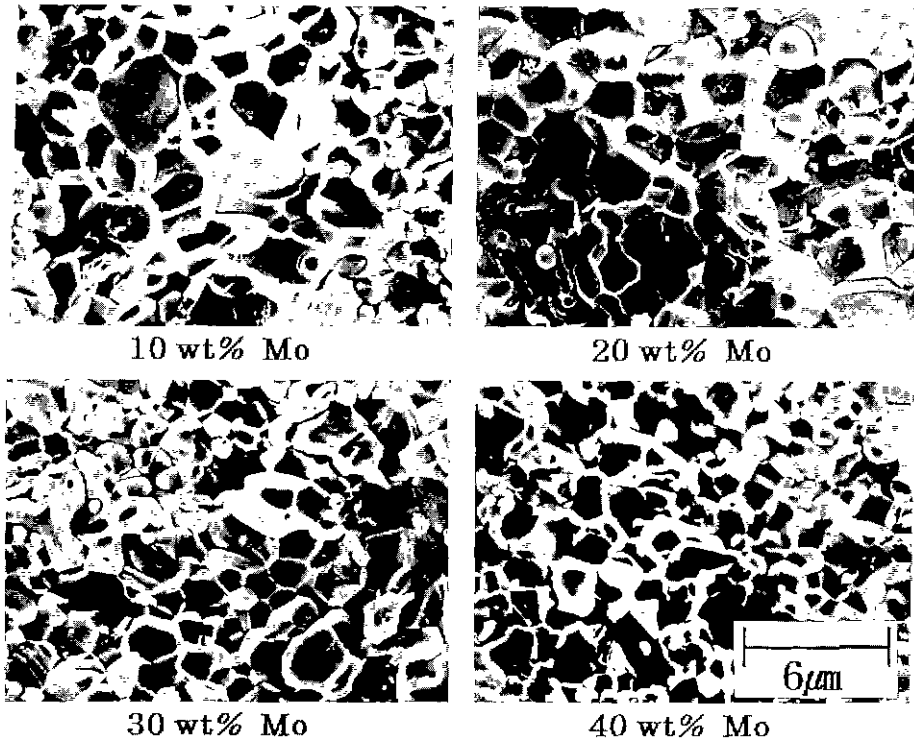


Fig. 4. SEM microstructures of fracture surface of TiC_x-Mo_2C composites produced by HPCS process from the mixtures of C/Ti=1.0 (by molar ratio), 5 wt% Ni and various Mo contents.

물에 첨가한 후 Mo의 첨가량을 10, 20, 30, 40 wt%으로 변화해 가면서 복합체를 제조하였다. Mo의 첨가량 변화에 따라 제조한 시편의 결정상을 XRD로 분석하여 그 결과를 Fig. 3에 나타내었다. 이 그림에서 보는 바와 같이 Mo의 첨가량이 증가할수록 점차로 미반응의 Mo과 생성되는 Mo_2C 의 피크도 함께 증가하였으나 TiC_x 의 피크는 점차 감소하는 것을 관찰할 수 있었다. 그러나 40 wt%의 Mo를 첨가한 것은 Mo_2C 의 생성이 적은 것으로 나타났다. 이와 같은 결과는 Mo의 첨가량이 증가함에 따라 많은 반응열을 낼 수 있는 Ti과 C의 분율이 상대적으로 감소되어 TiC_x 합성시 발열량이 감소되는 결과를 가져오므로 연쇄반응에 의한 TiC_x 와 Mo_2C 의 합성 및 소결이 완전히 이루어지지 못했기 때문으로 생각된다.

또한 이들 시편의 미세구조를 관찰하기 위하여 시편의 파단면을 SEM으로 관찰하여 Fig. 4에 나타내었다. 이 그림에서 Mo의 첨가량이 증가할수록 결정립의 크기가 감소하는 것을 관찰할 수 있었다. 이와 같은 결과는 $TiC-Mo_2C$ 탄화물에 Ni를 첨가하게 되면 TiC의 결정립 성장이 억제된다는 보고¹⁰⁾와 같이 본 실험에서도 TiC_x-Mo_2C 복합체 제조시 진공상태에서 합성반응 및 소결과정이 이루어지므로 Mo의 첨가량이 증가에 따라 결정립

성장억제에 의한 결정립의 미세화에 영향을 준 것으로 생각된다. 이들 시편에 대하여 치밀화 정도를 관찰하기 위하여 겉보기 기공율과 상대밀도를 측정하여 Fig. 5에

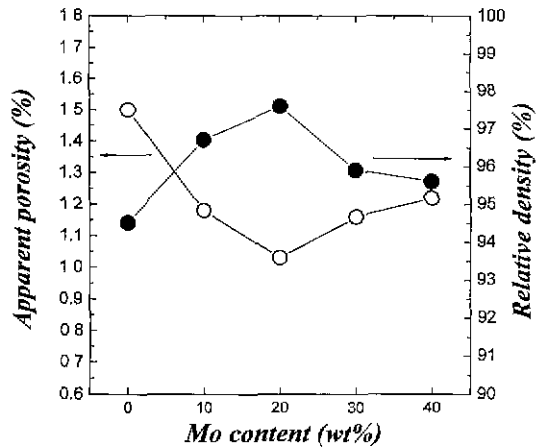


Fig. 5. Apparent porosity and relative density of $TiC-Mo_2C$ composites produced by HPCS process from the mixtures of C/Ti=1.0 (by molar ratio), 5 wt% Ni and various Mo contents.

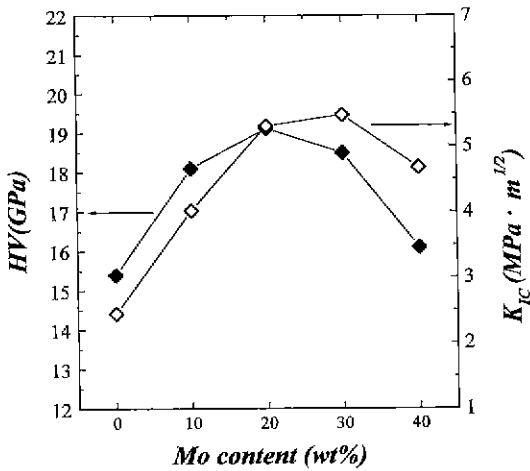


Fig. 6. Vickers hardness and fracture toughness of TiC-Mo₂C composites produced by HPCS process from the mixtures of C/Ti=1.0 (by molar ratio), 5 wt% Ni and various Mo contents.

나타내었다. Mo이 20 wt% 첨가되었을 때 기공율이 가장 낮은 1.0%와 상대밀도가 가장 높은 97.6%를 각각 나타내었다. 그러나 30 wt%이상의 Mo이 첨가된 시편의 경우에는 기공율은 증가하고 상대밀도는 감소하는 것을 관찰할 수 있었는데 이것은 XRD 분석결과에서와 같이 Mo의 첨가량이 증가할수록 미반응의 Mo이 존재하게 되어 합성 및 소결과정이 완전하게 이루어지지 못한 것이기 때문이라고 생각된다.

또한 이들 시편에 대하여 기계적 물성을 관찰하고자 비커스 경도와 파괴인성을 측정하여 Fig. 6에 나타내었다. 경도 값은 Mo의 첨가량이 증가할수록 직선적으로 증가하다가 Mo이 20 wt% 첨가되었을 때 가장 높은 19.1 GPa를 나타내었으며 파괴인성은 Mo이 20 wt% 첨가된 경우 5.3 MPa·m^{1/2}이었으나 Mo의 첨가량이 30 wt% 일 때 더욱 증가한 5.5 MPa·m^{1/2}를 나타내었다. 이러한 결과는 일반적으로 탄화물보다는 금속의 경우가 더 높은 파괴인성치를 나타낸다¹¹⁾는 것으로 미루어 보면 Mo이 30 wt% 첨가된 시편에서의 파괴인성치가 더욱 높은 값을 나타내었다고 생각된다. 그러나 Mo의 첨가량이 40 wt%일 때는 오히려 파괴인성치가 감소하는데 이러한 이유는 Ti과 C 사이에 발생하는 발열량이 적어져 TiC_x와 Mo₂C의 소결이 충분히 일어나지 못하여 Fig. 5에서의 기공률 측정 결과에서와 같이 기공률 증가로 인한 결과라고 생각된다.

3.2. Co를 첨가한 TiC_x-Mo₂C 복합체의 미세구조와 물성에 미치는 Mo 첨가량의 영향

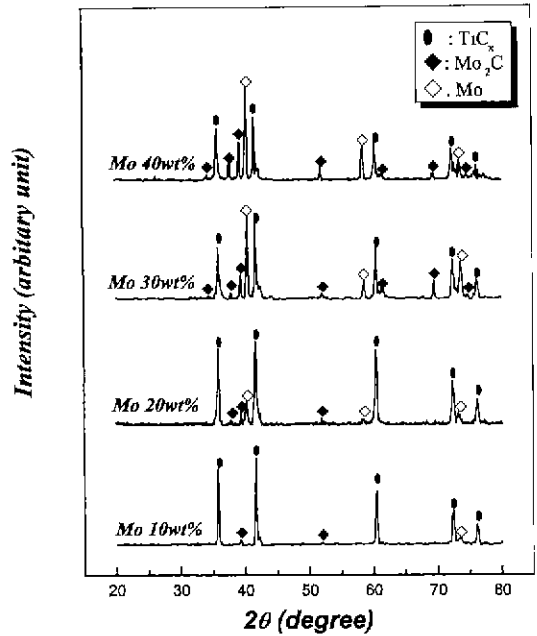


Fig. 7. X-ray diffraction patterns of TiC-Mo₂C composites prepared by HPCS process from the mixtures of C/Ti=1.0 (by molar ratio), 5 wt% Co and various Mo contents.

Co를 첨가한 TiC_x-Mo₂C 복합체 제조하기 위하여 Ti과 C의 최적 몰비 1로 고정시킨 뒤 5 wt% Co를 각각 첨가한 후 Mo의 첨가량을 10, 20, 30, 40 wt%으로 변화해 가면서 복합체를 제조하였다.

Mo의 첨가량 변화에 따라 제조한 시편의 결정상을 XRD로 분석하여 그 결과를 Fig. 7에 나타내었다. 이 그림에서 보는 바와 같이 Mo의 첨가량이 증가할수록 점차로 TiC_x의 피크는 점차 감소하며, 생성되는 Mo₂C의 피크는 증가하는 것을 관찰할 수 있었으나 Co의 피크는 첨가량이 적어서 관찰할 수 없었다. 이와 같은 결과는 Ni을 첨가하여 제조한 TiC_x-Mo₂C 복합체의 경우와 마찬가지로 Mo의 첨가량이 증가함에 따라 높은 반응열을 낼 수 있는 Ti과 C의 분율이 상대적으로 감소되어 즉, Ti과 C의 반응시 생성되는 반응열이 Mo₂C 생성에 소모되므로 TiC_x 합성시 발열량이 감소되는 결과를 가져오게 되어 연쇄반응에 의한 TiC_x와 Mo₂C의 합성 및 소결이 완전히 이루어지지 못했기 때문으로 생각된다.

이렇게 제조한 시편들의 미세구조를 관찰하기 위하여 시편의 파단면을 SEM으로 관찰하여 Fig. 8에 나타내었다. 이 그림에서도 Ni을 첨가한 경우와 마찬가지로 Mo의 첨가량이 증가할수록 결정립의 크기가 감소하는 경향을 관찰할 수 있었다. Co의 역할도 Ni과 마찬가지로

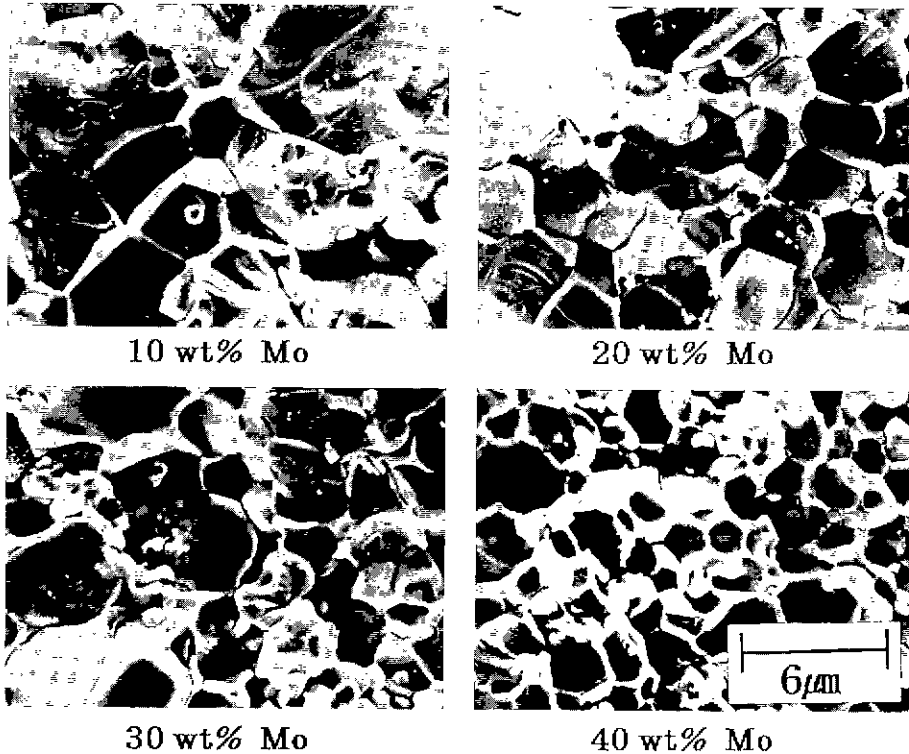


Fig. 8. SEM microstructures of fracture surface of TiC_x-Mo_2C composites produced by HPCS process from the mixtures of $C/Ti=1.0$ (by molar ratio), 5 wt% Co and various Mo contents.

$TiC-Mo_2C$ 탄화물에 Co를 첨가하면 TiC 의 결정립 성장이 억제된다는 보고와 같이 본 실험에서도 TiC_x-Mo_2C 복합체 제조시 진공상태에서 합성반응 및 소결과정이 이루어지므로 첨가제로 사용한 Co의 영향으로 인하여 결정립의 성장이 억제되어 결정립이 미세화 되었다고 생각된다. 그러나 Ni을 첨가제로 사용한 시편보다 Co를 사용한 시편의 미세구조를 비교하여 보면 전반적으로 Ni을 첨가한 TiC_x-Mo_2C 의 복합체의 경우가 더욱 결정립성장 억제효과가 두드러진 것을 관찰할 수 있었는데 이러한 결과는 진공상태에서 $TiC-Mo_2C$ 탄화물 계에 Ni을 첨가한 경우의 젖음각이 0 $^\circ$ 로서 퍼짐 상태(spreading)로 이르는데 비하여 Co는 약 15~30 $^\circ$ 의 젖음각을 가지므로 Co보다는 Ni의 경우에서 더욱 소결이 잘 일어난다는 보고^{12,13)}와 같이 본 실험에서도 Ni이 첨가된 TiC_x-Mo_2C 복합체가 Co가 첨가된 복합체보다 소결성이 향상되고 치밀한 미세구조를 형성하였다고 생각된다.

또한 이들 시편에 대하여 치밀화 정도를 관찰하기 위하여 겉보기 기공율과 상대밀도를 측정하여 Fig. 9에 나타내었다. 기공율은 Mo이 10 wt%와 20 wt% 첨가되었을 때 1.2%로 가장 낮은 값을 나타내었고 상대밀도는 Mo의 첨가량이 20 wt%일 때 가장 높은 97.2%를 나타

요업학회지

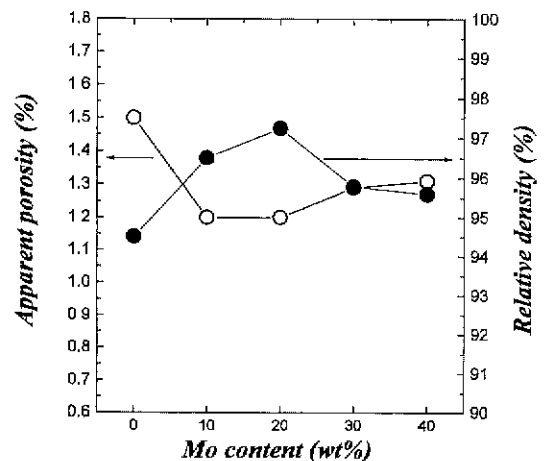


Fig. 9. Apparent porosity and relative density of $TiC-Mo_2C$ composites produced by HPCS process from the mixtures of $C/Ti=1.0$ (by molar ratio), 5 wt% Ni and various Mo contents.

내었다. 그러나 Mo이 30 wt%이상 첨가된 시편의 경우에는 기공율이 증가하고 상대밀도는 낮아지는 것을 관찰할 수 있는데 이러한 이유는 Ni이 첨가된 시편의 경

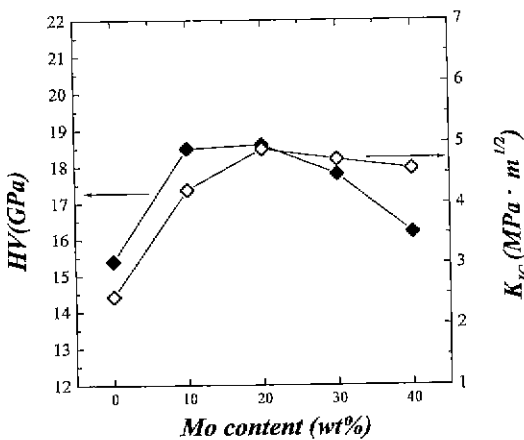


Fig. 10. Vickers hardness and fracture toughness of TiC-Mo₂C composites produced by HPCS process from the mixtures of C/Ti=1.0 (by molar ratio), 5 wt% Co and various Mo contents.

우와 마찬가지로 미반응의 Mo이 존재하게 되어 소결이 충분하게 이루어지지 못했기 때문인 것으로 생각된다.

또한 이들 시편에 대하여 기계적 물성을 관찰하고자 비커스 경도와 파괴인성을 측정하여 Fig. 10에 나타내었다. 경도값은 Mo의 첨가량이 증가할수록 증가하다가 Mo이 20 wt% 첨가되었을 때 가장 높은 18.6 GPa를 나타내었으며 파괴인성치는 Mo이 20 wt% 첨가된 경우 4.9 MPa m^{1/2}를 나타내었다. 그러나 Mo의 첨가량이 증가할수록 파괴인성치가 감소하는 것을 관찰할 수 있었는데 이러한 결과는 Fig. 9의 기공을 측정결과와 같이 Mo의 첨가량이 증가함에 따라 TiC_x와 Mo₂C의 소결이 충분하게 이루어지지 못하여 기공율이 증가한 결과라고 생각된다.

3.3. TiC_x-Mo₂C 복합체의 파괴거동 및 미세구조 분석

일반적으로 세라믹스내 파괴거동은 입내 파괴(transgranular fracture)와 입계 파괴(intergranular fracture)로 두 가지 경로를 따라 파괴가 발생한다.¹⁰⁾ 본 실험에서는 고압연소소결법으로 제조한 TiC_x-Mo₂C 복합체 중에서 Ni을 첨가제로 사용하고 Mo이 20 wt% 첨가된 시편에서 Fig. 11에 나타난 바와 같이 입내 파괴경로와 입계 파괴경로가 혼재하고 있는 것을 관찰할 수 있었다. 이러한 파단면에 대하여 EDS 분석을 한 결과 (a) 영

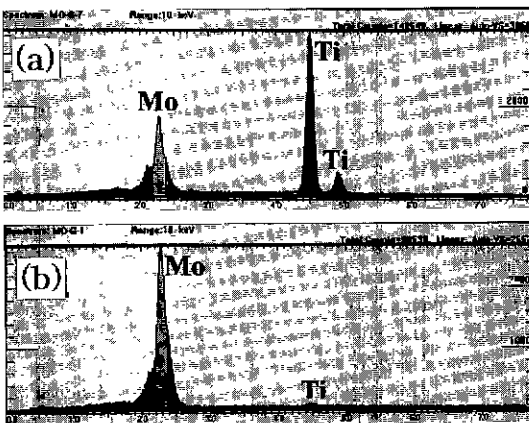
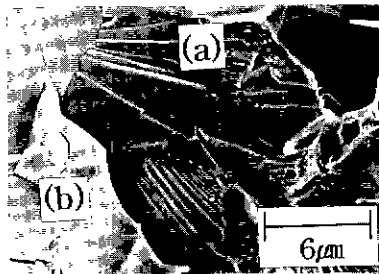


Fig. 11. Scanning electron micrograph with EDS results of fractured surface in TiC_x-Mo₂C composites prepared by HPCS process from the mixture of C/Ti=0.1 (by molar ratio) 5 wt% Ni and 20 wt% Mo.

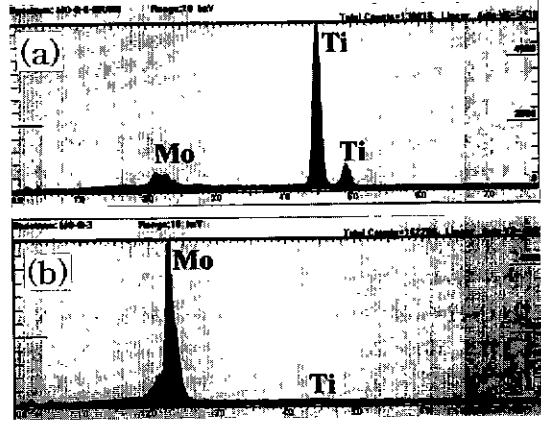
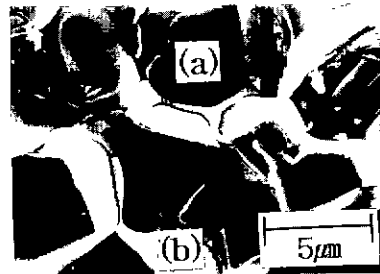


Fig. 12. Scanning electron micrograph with EDS results of fractured surface in TiC_x-Mo₂C composites prepared by HPCS process from the mixture of C/Ti=0.1 (by molar ratio) 5 wt% Ni and 30 wt% Mo.

역에서는 Ti내로 Mo 일부가 고용되어 있는 고용체임을 확인할 수 있었는데 즉, Ti, Mo 그리고 C가 반응하여 생성될 수 있는 (Ti, Mo)C의 고용체¹⁵⁾라고 추측되며, 또한 이러한 고용체 결정립은 TiC와 Mo₂C의 결정립보다는 파괴에너지가 낮기 때문에 파괴가 생성되어 전파될 때 입내를 따라 파괴가 전파되었다고 생각한다. (b)영역에서는 주성분으로 Mo상과 미량의 Ti상을 관찰할 수 있었는데 이 그림에서 (b)영역은 파괴 형상으로 보아 액상으로 존재하는 Mo이라고 하기보다는 Mo₂C의 결정립이라고 생각한다. 또한 Mo이 30 wt% 첨가된 시편에서는 Fig. 12에 나타낸 바와 같이 결정립의 입체를 따라 제2상이 연속적으로 배치된 미세구조를 관찰할 수 있었으며 이 영역에 대하여 EDS 분석을 하였다. (a)영역에서는 주성분으로 Ti상과 미량의 Mo상이 관찰된 것으로 보아 (a)영역은 TiC의 결정립이라 생각한다. 이러한 TiC 결정립과 결정립을 결합하는 것과 같은 행상을 하고 있는 (b)영역에서는 주성분으로 Mo상을 관찰할 수 있었다. 이러한 EDS 분석결과 고압연소소결법으로 제조한 TiC_x-Mo₂C 복합체의 소결기구는 Mo이 액상을 형성하는 액상 소결기구에 의하여 소결된 것으로 생각된다.

4. 결 론

본 연구에서는 합성과 동시에 소결이 되며 빠른 반응 시간, 고순도 생성물, 에너지 절감등의 장점을 지닌 고압연소소결(HPCS)법을 이용하여 TiC_x-Mo₂C 복합체를 제조하였다.

티타늄(Ti)과 카본블랙(carbon black) 그리고 몰리브덴(Mo)을 출발물질로 사용하였으며 니켈(Ni)과 코발트(Co)를 첨가제로 사용하여 기계적 물성이 향상된 TiC_x-Mo₂C 복합체를 제조하였다. 이렇게 제조된 복합체의 미세구조를 관찰하고 여러 물성들을 조사한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 미세구조 관찰결과, TiC_x-Mo₂C 복합체 제조시 Ni을 첨가한 복합체의 경우가 Co를 첨가한 TiC_x-Mo₂C 복합체보다 치밀한 구조를 나타내었다.

2. TiC_x-Mo₂C 복합체의 파괴시 파단면에서 입내파괴 현상과 입계파괴현상이 혼재하는 것을 관찰할 수 있었다.

3. C/Ti=1.0의 원료조합에 첨가제로서 5 wt% Ni을 첨가하고 Mo을 20 wt% 첨가한 시편의 경우가 기공율 1.0%, 상대밀도 97.6%. 비커스 경도 19.1 GPa, 파괴인성 5.3 MPa m^{1/2}로서 가장 우수한 물성을 나타내었다.

감사의 글

본 연구는 제 1보(요업학회지 35(3), 231-238, 1998)

에 이어 1996년 한국과학재단 핵심전문연구(과제번호: 961-0805-036-2) 연구지원비에 의해 수행되었으며 이에 감사드립니다.

REFERENCES

1. G. Das and H. A. Lipsitt, "Mechanical Properties of Polycrystalline TiC," *J. Am. Ceram. Soc.*, **65**(2), 104-110 (1982).
2. Z. A. Munir, "Synthesis of High Temperature Materials by Self-Propagating Combustion Method," *Ceram Bull.*, **67**(2), 342-349 (1988).
3. Y. Miyamoto and M. Koizumi, "High Pressure Self-Combustion Sintering for Ceramics," *J. Am. Ceram. Soc.*, **67**(11), C-224~C-225, (1984).
4. O. Yamada, Y. Miyamoto and M. Koizumi, "High Pressure Self-Combustion Sintering of Silicon Carbide," *J. Am. Ceram. Soc. Bull.*, **64**(2), 319-321 (1985).
5. O. Yamada, Y. Miyamoto and M. Koizumi, "High Pressure Self-Combustion Sintering of Titanium Carbide," *J. Am. Ceram. Soc.*, **70**(9), C-206~C-208, (1984).
6. 김지현, 최상욱, 조원승, 조동수, 오장환, "가압연소소결(HPCS)법에 의한 탄화티타늄 (TiC) 소결체의 제조," *요업학회지*, **34**(5), 473-482 (1997).
7. S. C. Deevi, "Structure of the Combustion Wave in the Combustion Synthesis of Titanium Carbide," *J. Mater. Sci.*, **26**, 2662-2670 (1991).
8. Nihara Koichi, "Indentation Microfracture of Ceramics," *Ceramics*, **20**(1), 12-18 (1985).
9. Y. Choi, J. K. Lee, "Densification Process of TiC_x-Ni Composites formed by Self-propagating High Temperature Synthesis Reaction," *J. Mater. Sci.*, **32**, 1717-1724 (1997).
10. O. Terada and H. Suzuki, "Plate-shaped Titanium Carbides Appearing in Carbides of TiC-Mo₂C-Ni alloy," *J. Jpn. Soc. Powder & Powder Metallurgy*, **38**(5), 610-613 (1991).
11. J. L. Walter and A. H. King, "Structure & Property Relationships for Interfaces," pp. 135-155, ASM International, USA, 1991
12. M. Humenik, Jr and N. M. Parikh, "Cermets: I, Fundamental Concepts Related to Microstructure and Physical Properties of Cermets Systems," *J. Am. Ceram. Soc.*, **39**(2), 60-63 (1956).
13. M. Humenik, Jr and N. M. Parikh, "Cermets: II, Wettability and Microstructure Studies in Liquid-Phase Sintering," *J. Am. Ceram. Soc.*, **40**(9), 315-320 (1957).
14. R. W. Cahn and P. Haasen, "Materials Science and Technology-A Comprehensive Treatment," pp. 6-16, Volume 17A, Weinheim, New York, 1996.
15. Hisashi Suzuki, Kozi Hayashi and Osamu Terada, "Mechanisms of Surrounding Structure Formation in Sintered TiC-Mo₂C-Ni Alloy," *일본금속학회지*, **35**, 936-942 (1971).