

초고압소결과정에 립방질화붕소의 소성변형에 미치는 결합제의 영향

김수건, 신윤섭

경애하는 김정은동지께서는 다음과 같이 말씀하시였다.

《정보기술, 나노기술, 생물공학을 비롯한 핵심기초기술과 새 재료기술, 새 에너지기술, 우주기술, 핵기술과 같은 중심적이고 견인력이 강한 과학기술분야를 주타격방향으로 정하고 힘을 집중하여야 합니다.》

립방질화붕소(cBN)소결체는 높은 내산화성과 좋은 열안정성, 철과 철족합금들에 대한 화학적불활성과 같은 우월한 성질을 가지고있는것으로 하여 기계가공에 광범히 리용되고있다.[2, 3]

선행연구들[4, 5]에서는 초고압고온(8GPa, 1 850°C)에서 금강석과 립방질화붕소(cBN)를 각각 소결할 때의 소성변형을 고찰하였으며 선행연구[1]에서는 5.5GPa, 1 450°C에서 금강석을 소결하는 경우 결합제가 소성변형에 미치는 영향을 고찰하였다.

우리는 초고압고온에서 립방질화붕소의 소결과정에 일어나는 cBN결정립자의 소성변형에 미치는 결합제의 영향을 고찰하였다.

실험 방법

1) 출발물질과 전처리

출발물질로서 순도는 99.5%이상이며 립도가 각각 1 μ m이하인 cBN, Ti(C_{0.7}N_{0.3}), TiN, Al 분말을 선택하였다.

표 1. 립방질화붕소소결체절삭층의 출발물질조성

No.	cBN	TiN	Ti(C _{0.7} N _{0.3})	Al
1	70	—	18	12
2	70	18	—	12

립방질화붕소분말과 결합제들을 표 1과 같이 평량하고 마노절구에서 1h동안 균일하게 혼합하였다. 혼합은 마노절구로부터 오염을 방지하기 위하여 주의깊게 하였다.

혼합물을 금형형타에서 100MPa의 압력하에 직경 10mm, 두께 2mm의 알약모양으로 성형하였다. 경질합금유지층으로는 경 8(WC 92%, Co 8%)을 리용하였다. 경질합금유지층은 직경 10mm, 두께 1.5mm의 알약모양의 소결체이다. 다음으로 두께가 0.15mm인 니켈판으로 만든 내경이 10mm인 니켈주머니에 경질합금유지층과 cBN성형체를 장입하고 뚜껑을 닫았다. 이것을 10⁻³ Torr의 진공분위기, 600°C의 온도에서 1h동안 가열처리하는 방법으로 탈기시켰다.

2) 초고압소결

시료를 고압실의 직경이 31mm이고 깊이가 6.5mm인 구면형태의 홈을 가진 홈모루형 초고압발생장치[6]에서 고압소결하였다.

립방질화붕소소결체제작을 위한 고압실의 시료부에 cBN소결체합성을 위한 시료를 장입하였다. 이때 시료와 흑연가열체사이에는 립방질화붕소 또는 NaCl로 절연시켰다.

이 고압실을 홈모루형초고압발생장치의 공이우에 놓고 먼저 시료에 5GPa의 압력을 가한 후에 흑연가열체로 전류를 통과시키는 방법으로 온도 1 700K까지 가열하고 3min동안 유지하였다. 그후 온도를 방온온도까지 서서히 떨어뜨리고 압력은 대기압까지 서서히 낮추었다. 이때 얻어진 소결체의 두께는 약 3mm이고 직경은 약 9mm였다.

3) 특성측정

cBN소결체절삭층의 결면을 연마하지 않고 그대로 X선회절분석을 하였다. X선회절분석은 고분해능회전양극X선회절분석기(《Rigaku SmartLab》)로 동작전압 40kV, 동작전류 80mA, 측정속도 20°/min, 측정걸음 0.2°의 측정조건에서 진행하였다.

실험결과와 고찰

cBN-Ti(C_{0.7}N_{0.3})-Al복합소결체와 cBN-TiN-Al복합소결체의 XRD도형을 그림 1, 2에 보여주었다.

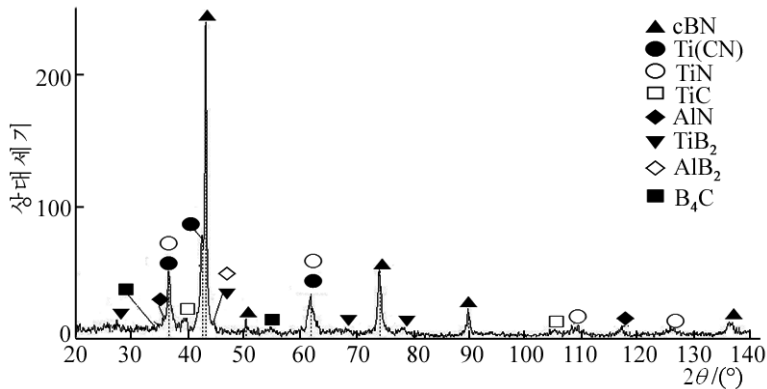


그림 1. cBN-Ti(C_{0.7}N_{0.3})-Al복합소결체의 XRD도형

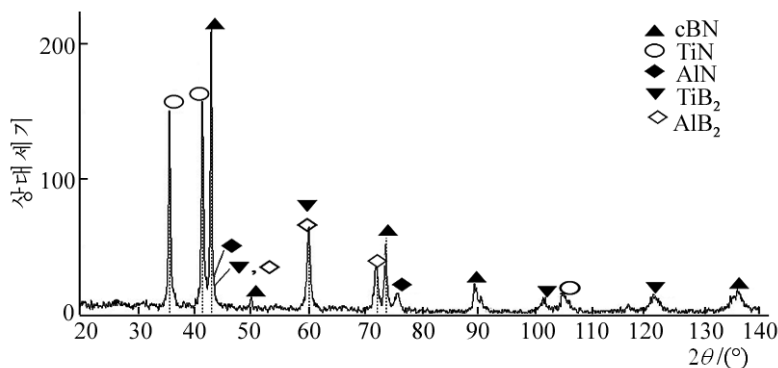


그림 2. cBN-TiN-Al복합소결체의 XRD도형

그림 1, 2에서 보는바와 같이 cBN-Ti(C_{0.7}N_{0.3})-Al복합체를 5GPa의 초고압과 1 700K의 고온에서 소결하면 Al은 전부 반응에 참가하여 없어지고 cBN과 Ti(C_{0.7}N_{0.3})외에 새로운 반응생성물들인 AlN, AlB₂, TiB₂, TiN, TiC, B₄C들이 형성된다. 그리고 cBN-TiN-Al복합체를 5GPa의 초고압과 1 700K의 고온에서 소결하면 Al은 전부 반응에 참가하여 없어지고 cBN

과 TiN외에 새로운 반응생성물들인 AlN, AlB₂, TiB₂들이 형성된다. 새롭게 생성된 물질들은 경질재료들이며 cBN립자들을 견고하게 결합시키는 골조를 이룰것이다.

립방질화붕소결정을 강하게 소성변형시키면 결정의 미세이지러짐과 전위밀도가 예리하게 증가되면서 결정의 굳기와 내마모성이 증가된다.[2] 립방질화붕소결정이 소성변형되면 XRD도형에서 (220)과 (331)회절선의 폭이 현저하게 넓어진다.[2, 5]

이와 같이 초고압고온에서 립방질화붕소소결과정에 일어나는 cBN결정립자의 소성변형은 결합제의 종류에 따라 서로 달라진다.

(220)회절선과 (331)회절선의 반치폭측정결과는 표 2와 같다.

표 2. (220)회절선과 (331)회절선의 반치폭측정결과(°)

종류	(220)회절선	(331)회절선
cBN-Ti(C _{0.7} N _{0.3})-Al복합소결체	0.799	0.933
cBN-TiN-Al복합소결체	0.363	0.620

표 2에서 보는바와 같이 cBN-TiN-Al복합소결체의 회절선에 비하여 cBN-Ti(C_{0.7}N_{0.3})-Al복합소결체의 회절선의 반치폭이 커졌다. 그것은 결합제의 종류가 차이 있기 때문이다. 사실 X선상분석에 의하면 cBN-Ti(C_{0.7}N_{0.3})-Al복합소결체에서는 Al, Ti 및 C가 고압고온에서 소결할 때 cBN의 N 및 B와 반응하여 AlN, AlB₂, TiB₂, TiN, TiC, B₄C와 같은 난용성화합물을 형성하며 cBN-TiN-Al복합소결체에서는 Al과 Ti가 cBN의 N 및 B와 반응하여 AlN, AlB₂, TiB₂과 같은 난용성화합물을 형성한다. cBN결정립자와의 화학반응은 우선 cBN립자 표면의 결합이 있는 부분 특히 전위가 있는 부분에서 일어나는데 이것은 전위의 이동성을 감소시키는 고정효과를 일으킬수 있다. 또한 두 경우에 cBN립자들의 경계에 형성된 난용성화합물이 차이 나는것으로 하여 응력의 농도가 차이 나게 된다.

첫번째 경우에 cBN립자들의 경계에서 더 많은 B나 N원자들이 반응에 참가하고 또 응력의 농도가 더 크므로 소성변형이 더 강하게 일어난다고 본다.

맺 는 말

cBN-TiN-Al복합소결체의 회절선의 반치폭에 비하여 cBN-Ti(C_{0.7}N_{0.3})-Al복합소결체의 회절선의 반치폭이 약간 넓어진다는것을 실험적으로 밝히고 해석하였다. 이로부터 cBN결정립자들의 소성변형이 크게 일어나도록 결합제를 선택하는것이 합리적이다.

참 고 문 헌

- [1] 김일성종합대학학보(자연과학), 63, 1, 68, 주체106(2017).
- [2] 김수건 등; 첨단재료, 공업출판사, 332~385, 주체94(2005).
- [3] S. N. Monteiro et al.; J. Mater. Res. Technol., 2, 1, 68, 2013.
- [4] G. A. Voronin et al.; Science China Physics, Mechanics and Astronomy, 55, 1394, 2012.
- [5] C. A. M. Casanova et al.; Diamond and Related Materials, 8, 1451, 1999.
- [6] L. G. Khvostantsev; High Temp. High Press., 16, 165, 1984.

Effect of Binder on Plastic Deformation of Cubic Boron Nitride during Superhigh Pressure Sintering

Kim Su Gon, Sin Yun Sop

We investigated the effect of binder on the plastic deformation of cBN grains occurring during sintering of cubic boron nitride at high pressure and high temperature experimentally. It was experimentally investigated and analyzed that the half-width of the diffraction line of cBN-Ti(C_{0.7}N_{0.3})-Al composite sintered body was more slightly broadened than one of cBN-TiN-Al composite sintered body.

Keywords: cubic boron nitride, plastic deformation