

신 분말공정에 의한 기능성 다공재 개발 연구

이승해 · 김성기 · 김지순

울산대학교 재료금속공학부

<요약>

고온자전합성법 중 연소파 진행모드를 이용하여 다공질 TiNi 금속간화합물을 제조하였다. 원료분말의 특성, 성형체 밀도 및 점화온도 등을 변수로 하여 고온자전합성반응에 영향을 미치는 인자를 조사하였으며, 반응생성물의 미세조직 관찰과 상분석, 기공도 및 기공구조 분석을 행하였다.

다양한 종류의 Ti, Ni 원료분말을 준비하고, 이를 조합을 달리하여 혼합한 분말에 대한 반응 결과, 합성반응을 일으키는 최소점화온도는 280 ~ 500°C의 넓은 온도 범위로 확인되었으며, 최소점화온도가 높은 혼합분말 조합의 경우 시편 내부에 큰 기공이 다수 존재하였다. 제조된 반응생성물의 상분석 결과 단상의 TiNi와 제2상으로 Ti_2Ni , $TiNi_3$ 등이 관찰되었으며, 제2상은 점화온도를 증가시킴에 따라 감소하였다.

한편, ($Ti-h + Ni-c$) 혼합분말을 사용한 경우 가장 안정된 반응거동과 양호한 기공구조를 나타내었으며, 점화온도 증가에 따라 시편내부 기공 크기는 감소하였으나, 기공율은 점화온도에 상관없이 60% 정도로 일정하였다.

Development of Functional Porous Materials by New Powder Metallurgy Processing

Seung-Hae Lee · Sung-Ki Kim · Ji-Soon Kim

School of Materials and Metallurgical Engineering, University of Ulsan

<Abstract>

Porous TiNi intermetallic compound was produced by SHS(Self-Propagating High-Temperature Synthesis). Effects of starting powder characteristics, green density and ignition temperature on synthesis reaction were investigated through microstructural observation, phase analysis, a measurement of porosity and the

observation of pore structure for reacted specimens.

Minimum ignition temperature for the propagation of thermal wave front ranged from 280 to 500°C which varied for the starting powder characteristics. (Ti-h + Ni-c) powder mixtures showed a stable reaction behavior and a good pore structure. From the results of XRD phase analysis TiNi was confirmed as a major phase. Additionally, Ti₂Ni and TiNi₃ phases were also detected as second phases. The amount of the second phases decreased with increasing ignition temperature which resulted also in a decrease of pore size and uniform distribution of pores.

1. 서론

TiNi 금속간화합물은 형상기억이라는 특이한 물성을 지닌 소재로서, 결합의 특성상 그 결합력이 매우 강하고, 소재 면에 형성된 산화물층이 부식에 대한 저항성을 크게 높여줄 뿐 아니라, 기계적 특성에서 뼈 등의 인체기관과 아주 유사한 초탄성 거동을 보이고 있어 생체공학용 소재로서의 활용이 기대되고 있다. 특히, 손상 또는 파괴된 인체골, 또는 혈관 등의 대체, 복원을 위하여 다공체 형태로 이식되어 사용될 경우, 그 회복기간의 단축과 성공률의 제고에 크게 기여할 수 있을 것으로 기대되고 있다¹⁾.

기존의 다공체 제조는 분말야금법을 이용하는 것이 보통이며, 발포재와 원료분말을 혼합하여 성형한 후 발포재에 의해 성형체 내부에 기공을 만들어 주거나²⁾, 원료분말에 용점이 낮고 액상에서의 유동성이 좋은 소재분말을 혼합하여 성형한 후 후속되는 소성과정 중에 제거하는 방법 등이 사용되고 있다. 그러나, 다공체 재료를 제조하기 위한 기존의 방법들은 공정이 복잡하고 소재의 산화와 불순물의 혼입을 제어하기 어려운 이유로 광범위한 활용이 제한을 받고 있다. 이에 비해 1970년대 초 러시아에서 연구되기 시작하여 최근 신분말야금 공정기술의 하나로 각광받고 있는 고온자전합성반응(Self-Propagating High-Temperature Synthesis : SHS)은 재료의 합성시 자체반응열을 이용하고 합성과정에서 순도가 높아지는 등 다양한 장점을 지니고 있어 금속간화합물 등의 합성에 적용되고 있는 방법이다.³⁾

따라서 본 논문에서는 최근 생체재료로서의 활용이 크게 기대되고 있는 TiNi계에 고온 자전합성법을 적용하여 TiNi 다공체를 제조하고 합성 기구 해석을 위한 기초자료를 얻기 위하여, 원료분말 입자의 크기 및 입도분포, 형상, 성형체 밀도, 점화온도 등의 조건을 변화시켜 고온자전합성 반응 후의 상분석, 미세조직 관찰, 기공도 및 기공구조 등을 조사하였다.

2. 실험방법

원료분말은 제조방법이 각각 다른 두 종류의 Ti 분말과 세 종류의 Ni 분말을 사용하였다. Ti 분말 중 Kroll process로 제조된 분말은 Ti-k, Hunter Process로 제조된 분말은 Ti-h로 명명하였으며, Ni 분말의 경우, 습식법(Hydrometallurgical Process)으로 제조된 분

말을 각각 Ni-h1, h2로, 카르보닐법(Carbonyl Process)으로 제조된 분말을 Ni-c로 명명하였다. 각 분말들의 업체로부터 제공된 분말특성 자료는 표 1에 정리하였다.

원료분말들의 입도는 Laser Diffraction Particle Size Analyzer를 이용하여 측정하였으며, 형상은 주사전자현미경으로 관찰하였다.

Ti, Ni 원료분말은 원자량비 50 : 50 비율로 청량한 후, 글로브 박스 안에서 Ar 분위기를 유지하면서 Packing하고, 볼밀을 이용하여 90 rpm으로 12시간 동안 건식 혼합하였다. 혼합분말은 수분 제거를 위해 10^{-3} torr 이상의 진공도가 유지된 Vacuum Furnace에서 70 ~ 80°C 온도로 12시간 동안 건조하였으며, 석영관에 장입 후 Tapping하여 성형하였다.

수평관상로 내에 반응기와 시편을 장입하여 점화온도를 변화시키면서 고온자전합성반응을 행하였다. 이때 TiNi의 단열반응온도는 2000K 이하로 낮은 편이므로, 반응 초기에 안정된 연소파를 유지하기 어려울 것으로 판단되어, 이론적으로 단열반응온도가 3190K로 높은 것으로 알려져 있는 TiB₂를 TiNi 점화부 표면에 도포하여 점화가 확실하게 이루어지도록 하였다⁴⁻⁵⁾.

고온자전합성반응을 위한 점화온도까지의 승온속도는 20°C/min으로 하였으며, 불활성분위기를 유지하기 위하여 반응기 한쪽 끝에서 반응기 내부로 Ar 가스를 분당 5l(압력 : 5Kg/cm²)씩 주입하였다. 반응로와 시편의 온도는 K-type 열전대를 이용하여 X-Y Recorder로 기록하였으며, 설정한 온도에 도달하였을 때 W-발열체를 이용하여 점화하였다. 점화와 동시에 시편의 냉각효과를 높이기 위하여 분당 25l의 Ar 가스를 흘려주었다. 반응이 완료되면, 뚫려있는 반응기의 한쪽 끝을 봉입한 채로 시편을 수냉하였다. 수냉하는 동안 Ar 가스는 계속 흘려주었다.

고온자전합성반응에 의해 제조된 시편은 직경 22mm, 길이 70~80mm 크기의 원통형 모양으로, 그림 1과 같이 점화에 의해 반응이 시작된 부분("S" position), 시편의 중앙부분 ("M" position), 반응이 끝나는 부분("F" position)에 대하여 밀도(기공도) 측정, X선 회절분석, 미세조직 관찰을 행하였다.

생성물의 확인과 미반응물의 존재여부를 확인하기 위하여 Cu K α 선을 이용하여 X선 회절분석을 하였다. 이때 2θ 값은 20° ~ 80° 까지 변화시켰으며, Scan speed는 3 %/min로 하였다. 생성물의 확인은 Bragg's law를 이용하여 면간 거리를 구하고 JCPDS Card와 비교하여 분석하였다.

미세조직 관찰을 위해서는, 시료를 미소절단기로 단면을 잘라 사포로 조연마한 후 0.05 μm 알루미나 분말을 사용하여 최종연마를 하고, 불산:질산:증류수=(1:1:10)로 에칭하였으며, 미세조직과 파단면을 주사전자현미경으로 관찰하였다.

3. 실험결과 및 고찰

그림 2는 원료분말들에 대한 입도분석 결과로, 평균입도는 Ti-k 27.84 μm , Ti-h 37.80 μm , Ni-h1 40.79 μm , Ni-h2 37.35 μm , Ni-c 14.66 μm 등으로 측정되었다.

그림 3은 원료분말의 형상관찰 결과로, Ti-k 분말은 Mg을 사용한 화학적 환원법인 Kroll Process로 만들어진 분말로서 그 표면이 거칠고, 각진 형상을 보이고 있으나, Na 환원법으로 제조된 Hunter Process 분말인 Ti-h 분말의 표면은 굴곡이 많은 매끈한 면을 갖

고 있으며, 길쭉길쭉한 형상을 나타내고 있다. Ni-h1 분말은 습식법으로 제조된 분말로, 그 표면은 둥글고 구형의 분말이 서로 응집된 형상을 보이고 있으며, Ni-h2 분말 역시 습식법으로 제조된 분말로써, 그 형상은 Ni-h1분말과 유사하다. Ni-c 분말은 카르보닐법으로 제조된 분말로써, 밤송이 같은 형상을 하고 있으며, 전체적으로 구형을 이루고 있다. 이상에서 살펴본 원료분말의 크기와 입도분포, 형상 등은 고온자전합성반응에 영향을 미치는 중요한 변수로 그 차이에 따라 반응거동에 차이가 있을 것으로 예상되었다.

표 2는 다양한 조합의 (Ti + Ni) 혼합분말을 Tapping으로 성형한 후 각각의 성형체 밀도를 측정한 결과와 고온자전합성 반응 후의 반응생성물 밀도를 측정한 결과를 나타낸 것으로써 혼합분말조합에 따라 약간의 차이를 보임을 알 수 있다. 상대적으로 작은 입도의 분말을 많이 포함하고 있는 Ti-k 계열 분말이 Ti-h 계열 분말보다 성형체 밀도가 조금 높았으며, 입도가 큰 분말이 상대적으로 많은 Ti-h 분말과 넓은 입도분포를 가진 Ni-c 분말을 혼합하여 Tapping한 분말이 가장 낮은 성형체 밀도를 나타내었다.

한편 반응생성물 밀도는 성형체의 밀도보다 낮게 측정되었으며, 전체적으로 60% 정도의 기공도를 가짐을 알 수 있다. 또한 성형체와 반응생성물의 밀도비, 즉 D_p/D_g 값은 성형체 밀도 값에 반비례하는 경향을 보였다.

분말 조합을 달리 하여 제조된 혼합분말들에 대해 예비실험을 행한 결과, 표2에 나타낸 바와 같이 고온자전합성 반응을 일으키는 최소점화온도가 혼합분말의 종류에 따라 다르게 나타남을 확인하였다. 즉, (Ti-k + Ni계열)분말을 혼합한 것보다, (Ti-h + Ni계열)분말을 혼합한 경우, 보다 낮은 온도에서 점화하여도 반응이 진행되었으며, (Ti-k + Ni-h2) 혼합분말의 경우, 최소점화온도가 500°C로 가장 높은 점화온도를 나타내어 고온자전합성이 상대적으로 어려운 분말조합임을 알 수 있다. 이에 비해 (Ti-h + Ni-c) 혼합분말의 경우 280°C의 낮은 온도에서도 고온자전합성 반응의 연소파가 진행되어, 안정한 연소반응을 얻을 수 있을 것으로 판단되었다.

그림 4는 각각의 혼합분말에 대해 고온자전합성반응이 발생하는 최소점화온도에서 시편의 단면사진을 나타낸 것이다. 그림에서 볼 수 있듯이 (Ti-k + Ni계열)분말을 혼합한 것보다, (Ti-h + Ni계열)분말을 혼합한 경우, 고온자전반응을 일으키는 최소점화온도가 낮으므로 상대적으로 균일한 기공구조를 가짐을 알 수 있다. 또한 앞에서 설명하였듯이 반응생성물의 기공도는 전체적으로 비슷한 값을 나타내지만, 점화온도가 가장 높았던 (Ti-k + Ni-h2) 혼합분말로 고온자전합성반응을 일으킨 경우, 큰 기공이 형성된 것을 볼 수 있으며, (Ti-h + Ni-h1) 혼합분말과 (Ti-h + Ni-c) 혼합분말의 경우 미세한 기공이 시편 전체에 고루 분포함을 볼 수 있다.

그림 5는 앞의 각 분말조합에 대해 최소점화온도 보다 10°C 높은 예열온도에서 고온자전반응을 일으킨 시편을 반응이 진행되는 방향을 따라 절단한 단면 사진이다. 반응의 진행방향으로 보면, (Ti-k + Ni계열)분말을 혼합하여 고온자전합성반응을 일으킨 경우, 전체적으로 큰 기공이 시편 전체에 분포함을 볼 수 있으며, (Ti-h + Ni계열)분말을 혼합한 경우, 대체적으로 큰 기공과 작은 기공이 섞여 있는 것을 알 수 있다. 또한 (Ti-h + Ni-c) 혼합분말의 경우, 미세한 기공이 시편 전체에 고루 분포하는 것을 볼 수 있다. 그림 6은 (Ti-h + Ti-h1) 혼합분말과 (Ti-h + Ni-c) 혼합분말 반응생성물의 연소파 진행 방향 단면을 SEM으로 관찰한 결과이다. 사진에서 볼 수 있듯이 (Ti-h + Ni-h1) 혼합분말의 경우는 연소파가 진동형태의 비정상상태(non-steady state)로 불안정하게 진행되었음을 알 수 있다. (Ti-h + Ni-c) 혼합분말의 경우는 290°C와 400°C에서 점화한 경우 동일한

미세조직을 보여 안정된 반응이 이루어짐을 확인할 수 있다. ($Ti-h + Ni-h1$) 혼합분말의 경우, 연소파의 불안정한 진행은 일반적으로 그 계의 점화한계점(고온자전합성 반응이 일어나는 최소점화온도) 근처에서 일어나며, 단열 연소반응이 일어나는 한계조건으로 소화의 원인이 된다고 보고되고 있다⁶⁾.

그림 7은 혼합분말에 대한 DTA 결과이다. 혼합분말의 종류에 따라 서로 다른 발열피크가 나타난 것을 볼 수 있으며, 이는 분말 제조방법에 따라 분말입자의 크기, 형태, 표면적이 다르고, 고온자전합성반응시 상대적으로 다른 양상의 발열반응을 일으키기 때문으로 사료된다. $Ti-k$ 분말과 Ni 계열 분말을 혼합한 경우 ($Ti-k + Ni-h2$) 분말을 혼합한 경우의 발열피크가 다른 분말을 혼합한 경우보다 상대적으로 높은 발열량을 나타냄을 볼 수 있는데, 이는 ($Ti-k + Ni-h2$) 혼합분말에서 상대적으로 반응생성물이 과다하게 용융되었던 결과와 일치하고 있다. 또한 $Ti-h$ 분말과 Ni 계열 분말을 혼합한 경우, ($Ti-h + Ni-h2$) 혼합분말의 발열피크가 다른 혼합분말보다 상대적으로 높은 발열량을 나타냄을 볼 수 있다.

그림 8.(a),(b)는 ($Ti-k + Ni-h1$) 혼합분말을 400°C, 420°C에서 점화하여 얻어진 반응시편에 대한 XRD 결과이다. 400°C에서의 XRD 결과에서는, 점화에 의해 반응이 개시되는 영역에서는 주피크로 $TiNi$ 가, 제2상으로 Ti_2Ni , $TiNi_3$ 가 관찰됨을 알 수 있으며, 반응의 진행방향을 따라 $TiNi$ 의 피크는 감소하고 제2상의 피크가 증가하는 것을 관찰할 수 있다. 동일한 혼합분말을 420°C에서 반응시켰을 때의 XRD 결과에서는 제2상의 피크가 현저하게 감소했음을 알 수 있으며, 이는 고온자전합성반응의 예열온도의 영향으로, 예열온도가 높아질수록 제2상의 분율이 감소한다는 기존의 보고와 일치하는 결과이다⁷⁻⁸⁾. 그림 8.(c)는 가장 양호한 반응 거동을 보였던 ($Ti-h + Ni-c$) 혼합분말의 최소점화온도인 280°C에서 얻어진 반응물의 XRD 결과로, ($Ti-k + Ni-h1$) 혼합분말의 최소점화온도인 400°C에서의 결과와 비교할 때, 제2상의 분율이 상대적으로 매우 적게 나타남을 알 수 있다.

그림 9는 각 혼합분말 조합에서 반응생성물의 최소점화온도와 이보다 20°C, 30°C 높은 온도에서 합성된 시편들의 XRD 결과로부터 $TiNi$ 와 Ti_2Ni 의 주피크 intensity 비를 계산한 결과로, 연소파의 진행방향(S→M→F)에 따라 안정상인 $TiNi$ 의 양이 감소하고, 준안정 제2상인 Ti_2Ni 의 양이 상대적으로 증가하는 것을 알 수 있다. 또한 점화온도가 증가할수록 $TiNi$ 의 피크강도가 높아짐을 알 수 있다. 특히, ($Ti-k + Ni-h1$) 혼합분말의 경우 최소점화온도보다 20°C 높은 온도에서 $TiNi$ 량이 현저히 증가하였으며, 제2상인 Ti_2Ni 는 급격히 감소하였다. 다른 조합의 혼합분말에서도 최소점화온도보다 점화온도가 높아짐에 따라 $TiNi$ 의 피크는 증가하고, Ti_2Ni 의 피크는 감소하였다. Ti 분말의 종류에 관계없이 $Carbonyl\ Ni$ 분말을 사용한 경우에는 최소점화온도와 이보다 20°C 증가한 점화온도에서의 $TiNi$, Ti_2Ni 피크 변화가 거의 없어 안정된 반응거동을 보이는 것을 알 수 있다.

그림 10은 ($Ti-k + Ni-h1$) 혼합분말과 ($Ti-k + Ni-c$) 혼합분말 성형체의 고온자전합성반응 진행 방향에 따른 SEM Compo image를 나타낸 결과로서, 반응의 진행방향에 따라 미세기공의 크기가 증가하는 것을 알 수 있으며, 특히 전자의 경우에 후자보다 다량의 액상이 형성되었음을 확인할 수 있다. 이에 비해 그림 11에서 보듯이 ($Ti-h + Ni-c$) 혼합분말의 경우 앞의 경우보다 기공이 매우 미세하며, 균일하게 분포되어 있으나 기공 크기는 앞에서와 마찬가지로 반응의 진행방향에 따라 증가함을 알 수 있으며, 3000배 확대 결과에서는 침상조직도 일부 관찰되고 있다.

4. 결론

고온자전합성반응에서 연소반응은 단열온도(Tad)가 1800K 이상 되지 않으면 자체 유지 또는 자체 전파가 불가능하다는 것이 경험적으로 알려져 있으며, 본 연구에서는 성형체의 점화온도를 달리하여 TiB₂ 점화제를 사용하는 방법으로 고온자전합성 반응을 유도하였다. 연구 결과, 사용되는 원료분말의 특성이 달라짐에 따라 최소점화온도 및 미세조직, 기공구 조가 변화하는 것을 확인하였으며, 점화온도에 따라 major phase인 TiNi와 제2상인 Ti₂Ni, TiNi₃의 분율이 변화하여, 점화온도가 높아질수록 TiNi의 상분율이 증가하고, 제2상의 분율이 감소함을 확인하였다.

안정된 반응거동과 양호한 기공구조를 갖는 다공성 TiNi 금속간화합물의 고온자전합성을 위한 원료분말로는 Hunter Process에 의해 제조된 Ti 분말과 Carbonyl Process로 제조된 Ni 분말의 조합으로 이루어진 혼합분말이 가장 적합하였으며, 280 ~ 480°C의 점화온도에서 합성이 가능하고, 점화온도 증가에 따라 시편내부 기공 크기는 감소하였으나, 기공률은 점화온도에 상관없이 60% 정도로 일정하였다.

감사의 글

본 연구는 “과학기술부-한국과학재단 지정 울산대학교 기계부품 및 소재 특성평가 연구센터”의 지원에 의해 수행되었으며 이에 감사드립니다.

참고문헌

1. J. Subrahmanyam and M. Vijayakurmar, J. of Mat. Sci., 27, (1992), 6249.
2. Joon B. Park, Roderic S. Lakes, Biomaterials, 2nd Ed., 98-115.
3. 이정무, 강석봉, 기계와 재료, Vol. 7, No. 2, (1995), 68-80.
4. N. P. Novikov, I.P. Borovinskaya, and A.G. Merzhanov, "Thermodynamic Analysis of Self-Propagating High-Temperature Synthesis Reaction," Combustion Process Chemical Technology and Metallurgy, Edited by A.G. Merzhanov, Chernogolovka (1975).
5. A.G. Merzhanov et al, Nauchnye Osnovy Materialovedeniia Moscow, (1981), 193.
6. 여철현, 비기체 연소합성, 대우학술총서, 민음사, 서울, (1991), 34-38.
7. J.C. Jung, S.K. Park, S.K. Ko and C.W. Won, J. of the Korean Inst. of Met. & Mater. Vol. 35, No. 1, (1997) 121-127.
8. J.P. Yoon, S.Y. Kim and Y.S. Kim, Journal of Korean Powder Metallurgy Institute, Vol. 2, No. 2, (1995), 158-164.

Table. 1. Characteristics of Ti and Ni Starting Powders Used in This Study.

Powder Property \	Ti-k	Ti-h	Ni-h1	Ni-h2	Ni-c
Size	-325mesh	-100mesh	-325mesh	-300mesh	-100mesh
Purity	99.5%	99.7%	99.9%	99.9%	99.99%
Production Method	Kroll Process	Hunter Process	Hydromet. Process	Hydromet. Process	Carbonyl Process

Table. 2. Minimum Ignition Temperature, Green Density, Product Density after SHS Reaction, and their Ratio for Various Powder Mixtures of Ti and Ni.

Powder Mixture	Min. Ignition Temp.	Dg(%)	Dp(%)	Dp/Dg(%)
(Ti-k + Ni-h1)	400°C	44.02	41.73	94.8
(Ti-k + Ni-h2)	500°C	46.51	41.73	89.7
(Ti-k + Ni-c)	320°C	42.96	41.64	96.9
(Ti-h + Ni-h1)	360°C	43.98	39.79	90.3
(Ti-h + Ni-h2)	400°C	44.57	39.72	89.1
(Ti-h + Ni-c)	280°C	42.00	39.08	93.0

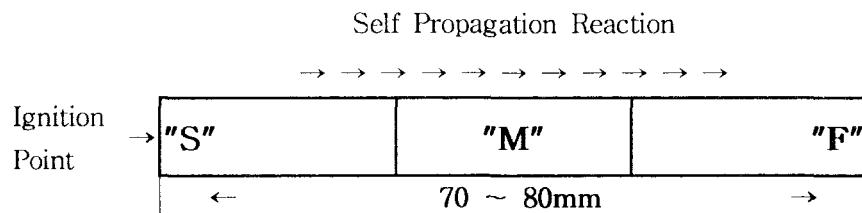


Fig. 1. Schematic diagram of analysis position in specimen produced by SHS reaction.

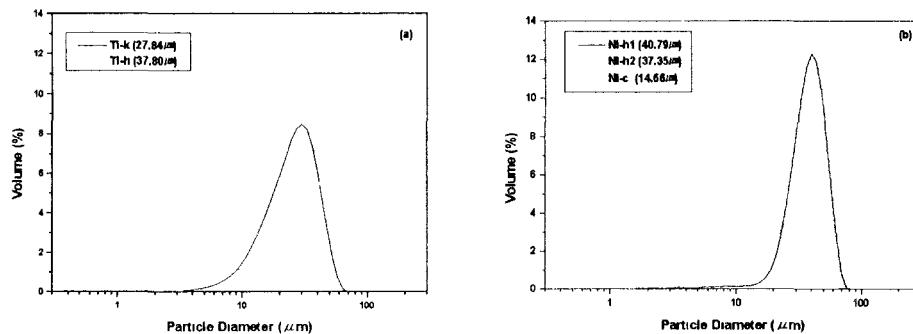


Fig. 2. Particle size and their distribution of starting powders used in this study. (a) Ti powder, (b) Ni powder

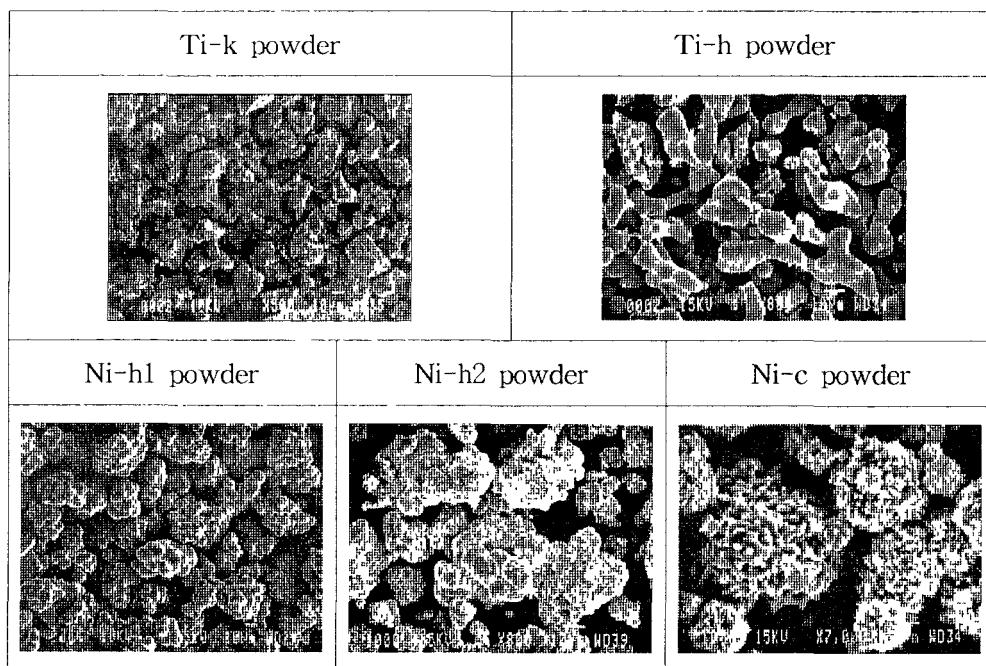


Fig. 3. SEM morphology of Ti and Ni powder used in this study.

Powder Mixture	Tig	"S" position	"M" position	"F" position
(Ti-k + Ni-h1)	400°C			
(Ti-k + Ni-h2)	500°C			
(Ti-k + Ni-c)	320°C			
(Ti-h + Ni-h1)	360°C			
(Ti-h + Ni-h2)	400°C			
(Ti-h + Ni-c)	280°C			

Fig. 4. Optical micrograph of Cross-section of specimens produced by SHS at various ignition temperature. (Specimens were cut perpendicular to the direction of reaction).

Powder Mixture	Tig	→→→ Reaction →→→	
		Start	Finish
(Ti-k + Ni-h1)	410°C		
(Ti-k + Ni-h2)	510°C		
(Ti-k + Ni-c)	330°C		
(Ti-h + Ni-h1)	370°C		
(Ti-h + Ni-h2)	410°C		
(Ti-h + Ni-c)	290°C		

Fig. 5. Optical micrographs of cross-section of specimens produced by SHS at various ignition temperature. (Specimens were cut parallel to the direction of reaction).

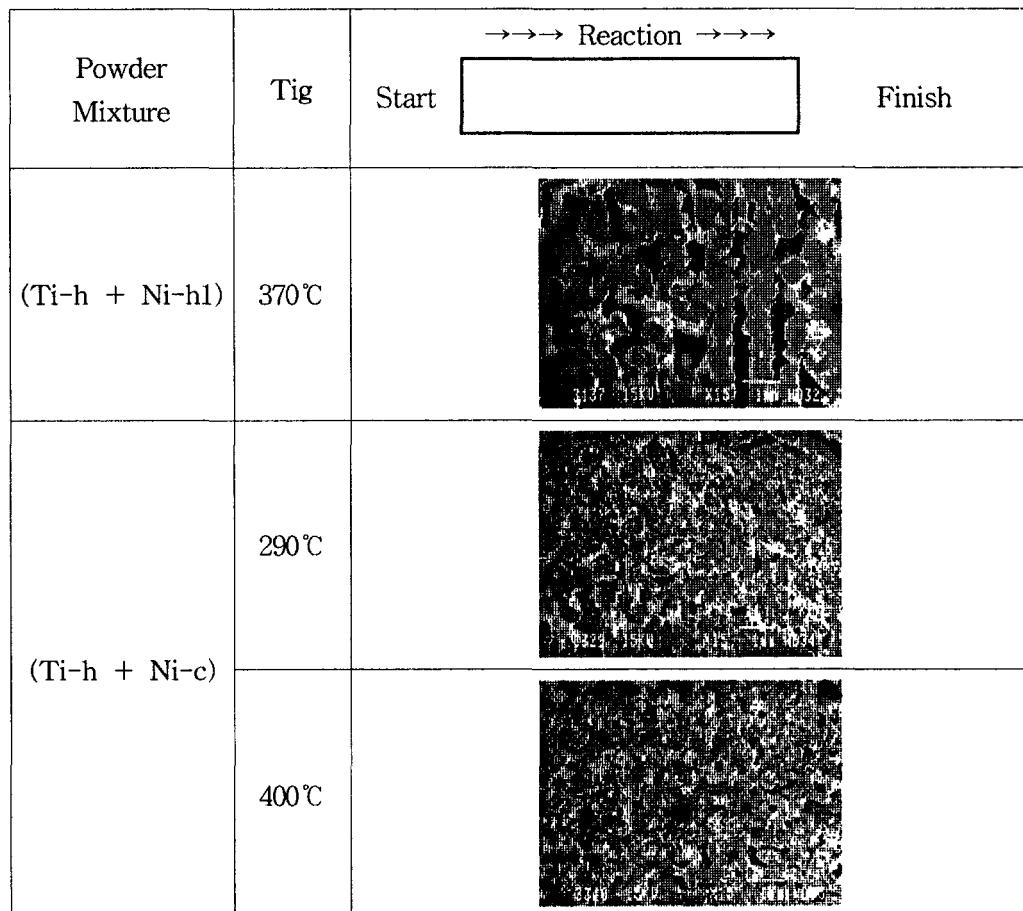


Fig. 6. SEM images of products produced from (Ti-h + Ni-h1) and (Ti-h + Ni-c) mixed powders at various ignition temperature.

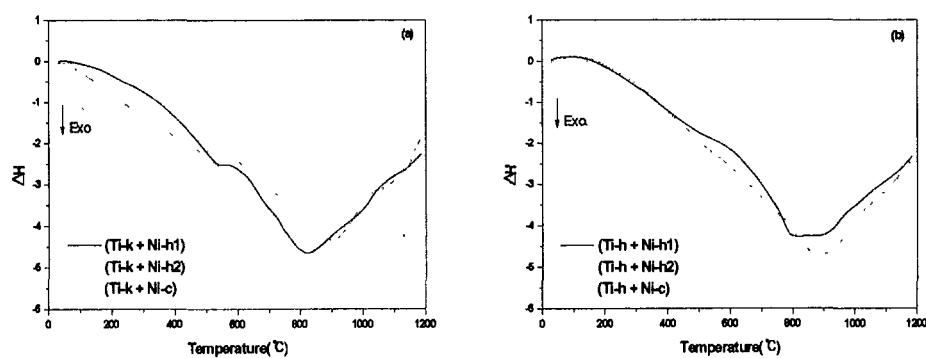


Fig. 7. DTA results for various (Ti + Ni) powder mixtures.

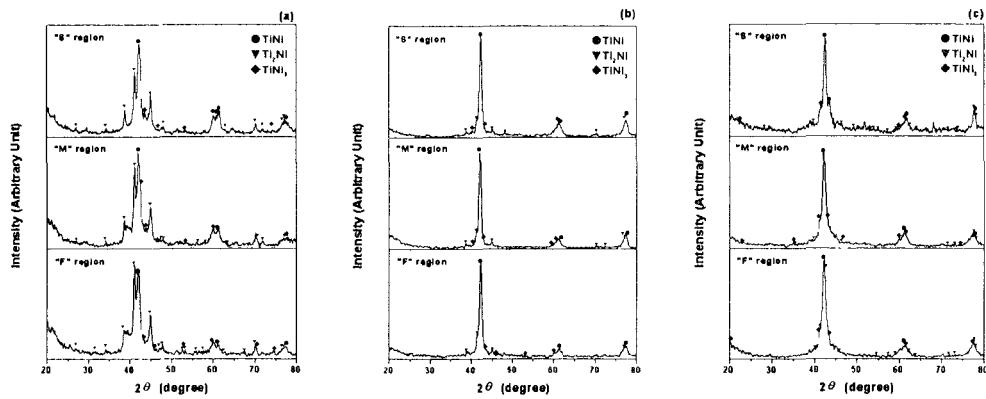


Fig. 8. XRD results for reaction products. (a) (Ti-k + Ni-h1) powder mixture ignited at 400°C, (b) (Ti-k + Ni-h1) powder mixture ignited at 420°C, (c) (Ti-h + Ni-c) powder mixture ignited at 280°C.

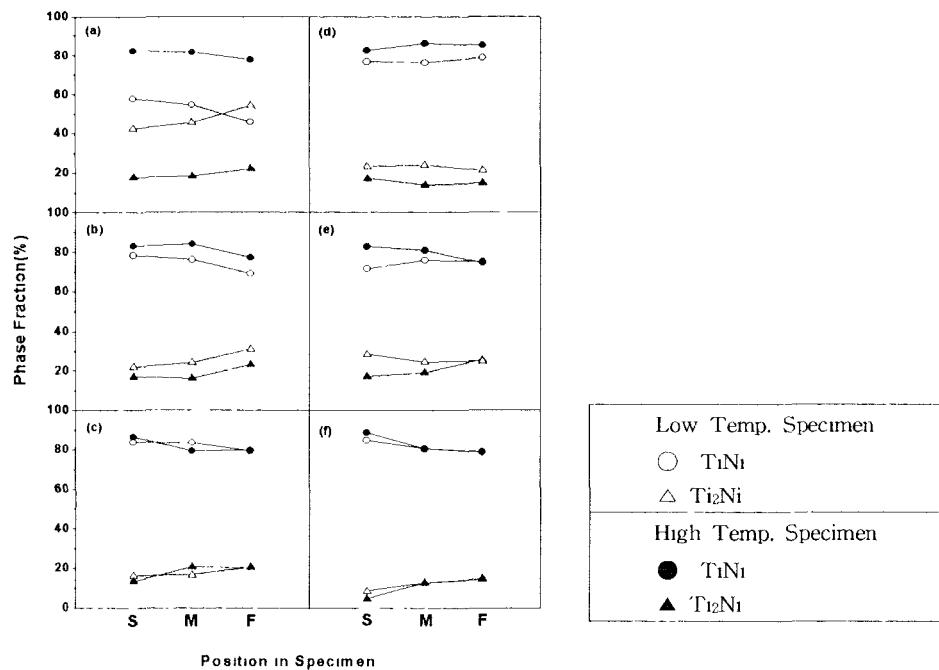


Fig. 9. Phase fraction of reaction product obtained from various powder mixtures. : (a) (Ti-k + Ni-h1), (400, 420°C), (b) (Ti-k + Ni-h2), (500, 530°C), (c) (Ti-k + Ni-c), (320, 340°C), (d) (Ti-h + Ni-h1), (360, 380°C), (e) (Ti-h + Ni-h2), (400, 430°C), (f) (Ti-h + Ni-c), (280, 300°C).

	(Ti-k + Ni-h1)	(Ti-k + Ni-c)
Tig	400°C	320°C
"S" Position		
"M" Position		
"F" Position		

Fig. 10. SEM Compo-images of specimen produced from (Ti-k + Ni-h1) and (Ti-k + Ni-c) powder mixtures ignited at 400°C and 320°C. (X1000).

	(Ti-h + Ni-c), 280°C	
Tig	×1,000	×3,000
"S" Position		
"M" Position		
"F" Position		

Fig. 11. SEM Compo-images of specimen produced from (Ti-h + Ni-c) powder mixture ignited at 280°C.