

**고온자전합성법으로 제조된 TiNi 다공체의 미세구조와
기계적 특성에 미치는 점화온도의 영향**
(Effect of Ignition Temperature on the Microstructure and the
Mechanical Properties of Porous TiNi Body Produced by
Self-propagating High-temperature Synthesis)

신한기계(주) 부설연구소 이승해*, 감지훈
울산대학교 재료금속공학부 김지순, 권영순

서론

일반적으로 다공체 제조에는 분말야금법¹⁾, 발포법²⁾, GASAR 공정³⁾ 등이 사용되고 있다. 그러나, 다공체를 제조하기 위한 기존의 방법들은 공정이 복잡하고 소재의 산화와 불순물의 혼입을 제어하기 어렵다는 단점이 있다. 고온자전합성반응(Self-Propagating High-Temperature Synthesis : SHS)법⁴⁾은 재료의 합성시 자체반응열을 이용하여 반응과 동시에 다공체를 제조할 수 있을 뿐만 아니라, 합성과정에서 불순물이 제거되어 순도가 높아지는 등 다양한 장점을 지니고 있다.

따라서, 본 연구에서는 최근 생체재료⁵⁾로서 활용이 크게 기대되고 있는 TiNi계에 고온자전합성법을 적용하여 기공구조와 기계적 물성이 제어된 다공체를 제조하고자 하였다. 반응기구 해석을 위한 기초자료를 얻기 위하여 원료분말의 입자크기 및 입도분포, 형상, 성형체 밀도, 점화온도 변화에 따른 고온자전합성 반응 후의 상형성, 미세조직 변화, 기공도 및 기공구조, 기계적 강도 등을 조사, 분석하였다.

실험방법

Ti, Ni 원료분말을 원자량 비로 1:1 비율로 취하여 Ar 분위기에서 Packing하고, 불밀을 이용하여 회전수 90 rpm으로 12시간 동안 전식 혼합한 후, 수분 제거를 위해 진공건조하였다. 진공건조된 원료분말을 석영관에 장입하고 Tapping하여 성형하였으며, 이를 수평관상으로 내에 반응기와 함께 장입하고 승온속도 20°C/min로 소정의 점화온도까지 가열하여 W-발열체를 이용하여 점화하였다. 시편의 온도는 K-type 열전대를 이용하여 X-Y Recorder로 기록하였으며, 안정된 연소파의 진행을 위해 점화촉진제로 TiB₂를 TiNi 점화부 표면에 도포하였다. 반응 완료 후 시편은 반응기와 함께 수냉 하였다.

고온자전합성반응에 의해 제조된 시편은 밀도(기공도) 측정, X선 회절 분석(Cu K α , 2 θ = 20° ~ 80°, Scan speed=3 °/min), 미세조직 관찰 등을 행하였으며, 방전가공기를 이용하여 3×5×50mm로 가공하여 인장강도를 측정하였다.

결과 및 고찰

점화온도를 변화시켜 고온자전합성을 행한 결과, 안정된 연소거동을 보이는 최소 점화온도는 280°C로 확인되었다. 점화온도 430°C까지는 균일한 골격구조와 기계적 강도를 갖는 다공체 제조가 가능하였으나, 480°C에서는 시편내부에 국부적으로 조대한 기공이 존재하였다. 이때 다공체의 기공도는 점화온도와 무관하게 평균 60% 내외로 일정하였으며, SEM으로 관찰한 기공의 크기는 점화온도가 증가할수록 감소하였다.

제조된 다공체의 X선 회절분석 결과, 기지조직은 TiNi 상으로 구성되었으며, 제2상으로 Ti₂Ni와 미량의 TiNi₃ 등이 존재하였다. TiNi의 상분율은 점화온도의 증가에 따라 증가한 반면, Ti₂Ni의 분율은 감소하였다. 이는 점화온도가 증가함에 따라 고온자전합성 반응시 발생하는 단일반응 온도가 증가하여 준안정상인 Ti₂Ni, TiNi₃에 비해 안정상인 TiNi상의 생성분율이 높아지기 때문으로 판단된다.

인장강도 측정 결과, 점화온도 280~380°C에서는 약 21 ~ 23 MPa의 강도값을 나타내었으며, 430°C에서 35 MPa로 크게 증가하였다. 그러나, 480°C로 점화온도를 증가시킬 경우 5 MPa로 급격한 감소를 보였다. 탄성율도 점화온도에 따라 최소 0.52 GPa에서 최대 0.62 GPa까지

변화하였다. 이와 같이 기계적 물성이 변화하는 것은 앞에 언급한 바와 같이 점화온도에 따라 다공체 내부 기공 크기와 분포가 변화하면서 다공체 골격구조가 변화하기 때문으로 판단된다.

* 본 연구는 한국과학재단 지정 울산대학교 지역협력연구센터 “기계부품 및 소재 특성평가 연구센터”의 지원으로 수행되었으며, 이에 감사드립니다.

References

1. Metals Handbook, 9th Ed., 7, ASM, (1984), 696.
2. 이정무, 강석봉 : 기계와 재료, 7 (2), (1995), 68.
3. A.E. Simone and L.J. Gibson : Acta Mater. 44 (4), (1996), 1437.
4. Z.A. Munir : Reviews in particulate materials, 1, (1993), 41.
5. R. A. Ayers, S. J. Simske, T. A. Bateman, A. Petkus, R. L. C. Sachdeva, V. E. Gyunter, J. Biomed : Mater. Res., 45 (1999) 42

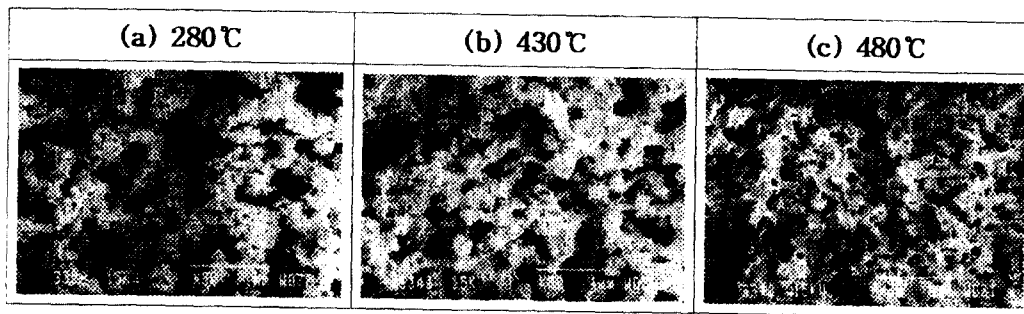


Fig. 1. SEM images of the fracture surface of porous TiNi bodies produced by ignition at (a) 280°C, (b) 430°C and (c) 480°C.

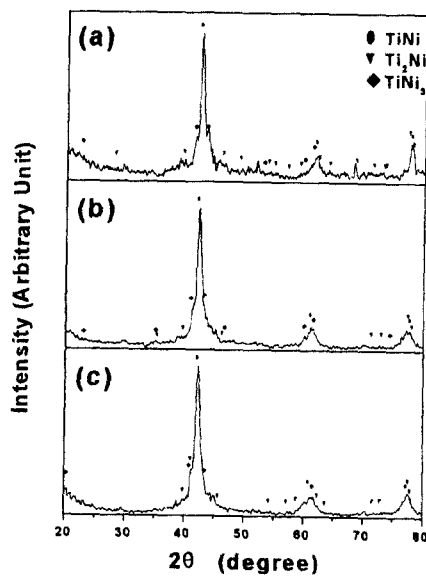


Fig. 2. XRD results for the reaction products which were obtained after ignition at 280°C : (a) The starting position, (b) the middle and (c) the end of specimen.

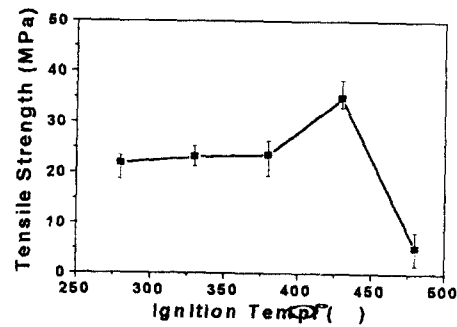


Fig. 3. Tensile test result for the specimens produced after ignition at various temperatures.