A3

방전플라즈마 소결에 의한 Ti+Ni 혼합분말의 소결거동
(The Sintering Behavior of (Ti+Ni) Powder Mixture by Spark Plasma Sintering)

최용희 *, 이도현, 강지훈+, 김지순, 권영순
울산대학교 지역협력연구센터 (ReMM0
+(주) Biosmart 강지훈

1. 서론

TiNi 금속간화합물은 대표적인 형상기억소재로서 항공우주 분야는 물론 다양한 분야에 응용되고 있다. 특히, 부식에 대한 저항성이 매우 높고, 기계적 특성에서는 인체와 유사한 초탄성 거동을 나타내어 생체용 소재로서의 활용이 크게 기대되고 있다.

최근 본 연구실에서는 고온자전합성 반응을 이용하여 TiNi 다공체 제조에 관한 연구를 수행해 오고 있으며, 사용하는 Ti와 Ni 원료분말에 따라 다공체이 기공구조와 물성이 서로 다르게 나타남을 보고한 바 있다.

본 연구에서는 서로 다른 종류의 Ti과 Ni 원료분말을 혼합한 후, 방전플라즈마소결법으로 소결할 때 소결 과정에서 고온자전합성 반응이 일어날 경우, 상이한 반응 거동이 조밀화 소결 거동에도 영향을 미칠 것으로 예상하고 방전플라즈마소결 과정에서의 수축율과 밀도 변화와 소결체의 미세조직, 상형성 거동을 조사하였다.

2. 실험방법

본 실험에서 사용된 Ti 분말은 제법과 분말 특성에 따라 Ti-k(38㎛), Ti-h(15㎛) 분말이었으며, Ni 분말은 습식법으로 제조된 Ni-h1(41㎛), h2(37㎛) 분말과 카르보닐법으로 제조된 Ni-c(15㎛) 분말을 사용하였다. Ti, Ni 원료분말은 볼밀을 사용하여 원자량비 50:50으로 Ar분위기로 용기를 충진한 후 90rpm으로 12시간동안 건식혼합을 하였다. 원료분말간의 조합에 따라 A:Ti-k+Ni-h1, B:Ti-h+Ni-h2, C:Ti-h+Ni-c 3종류 혼합분말을 제조하였다. 혼합된 분말은 방전플라즈마 소결 장비를 사용하여 15mm 직경의 Graphite die 내에서 50MPa의 소결 압력하에 400℃ 660℃까지 승온 후 냉각, 그리고, 900℃까지 승온 후 5, 15, 30분 유지 후 냉각하는 방법으로 행하였다. 소결체는 SEM, XRD, DSC 등을 사용하여 미세조직과 형성된 상, 변태온도 등을 분석하였다.

3. 결과 및 고찰

세 가지 혼합분말 A, B, C 모두 97% 이상의 상대밀도를 가지는 비교적 치밀한 소결체를 제조하였으며, 혼합분말의 종류에 따라 상이한 치밀화 거동을 나타내었다. 소결체에 대한 상분석 결과, 주상으로는 고온상인 B2 오오스테나이트 TiNi가 확인되었으며, Ti2Ni 와 TiNi3 이 2차상으로 존재함을 확인하였다. 소결 온도에서의 유지시간이 길어짐에 따라 TiNi의 분율은 증가하였으며 단상의 TiNi를 얻기 위해서는 추가적인 균질화 처리가 필요함을 확인하였다. 형상기억효과를 조사하기 위해 DSC를 행한 결과, 모든 소결체에서 형상기억효과를 확인할 수 있었으며, 마르텐사이트 변태 개시온도(M_S)는 평균적으로 65℃정도였으며, 오오스테나이트 변태 종료온도(A_f)는 110℃로 측정되었다.