

고온자전 합성법과 방전 플라즈마 소결에 의한 TiNi 다공체 제조 (Production of TiNi porous body by Self-propagation High-temperature Synthesis and Spark Plasma Sintering Method)

울산대학교 첨단소재공학부 최성일* 김현식 박종재 김환태 김지순 권영순
(주) 바이오스마트 강지훈

1. 서론

고온자전합성반응(Self-propagating High-temperature Synthesis; SHS)법은 재료의 합성시 자체 반응열을 이용하여 반응과 동시에 다공체를 제조 할 수 있을 뿐만 아니라 합성과정에서 불순물이 제거되어 순도가 높아지는 등 다양한 장점을 지니고 있으나 반응속도의 조절이 난이하고 불균일한 기공형상 및 크기의 제어가 어렵다는 단점을 지니고있다. 그리고 방전플라즈마 소결(Spark Plasma Sintering; SPS)법은 ON-OFF 직류 펄스의 통전에 의한 가압소결로 기존의 소결공정과 비교할 때 비교적 낮은 공정온도와 20~30분 정도의 짧은 시간에 치밀한 소결체 제조가 가능한 공정이다.

다공성재료로 유해물질의 여과 및 정화 또는 반응촉매로 사용되는 필터는 환경 및 위생분야와 석유화학공업등의 여러분야에 적용되고있다. 이중에서도 금속계 필터는 고온 고압에서 사용이 가능하며 재사용이 가능하여 환경친화적일 뿐 아니라 강도가 높고 진동과 급격한 온도변화가 있는 부분 등에도 사용 할 수 있다는 장점을 가지고있다. 특히 TiNi금속간화합물은 부식에 대한 저항성이 우수하고 결합력이 강할 뿐아니라 형상기억효과와 초탄성효과를 나타내고 있어 최근 생체재료로서 각광을 받고있다. 본 연구에서는 SHS 공정을 통해 제조된 기공도 약 60%의 TiNi 다공체 시편에 대해 고기공도를 나타낸 시편의 기공도의 제어를 목적으로 SPS공정을 적용시켜 제어된 기공도와 함께 고강도를 갖는 TiNi 다공체를 제조하고자 하였다.

2. 실험방법

실험에 사용된 원료분말은 Hunter공정으로 제조한 Ti분말(99.97%, 38 μ m)과 Carbonyl 공정으로 제조한 Ni분말(99.99%, 15 μ m)이며 TiNi 조성의 단순 혼합분말에 대해 SHS법을 이용하여 기공도가 약 60%정도의 TiNi 다공체를 제조하였다. 이 다공체 시편을 직경 20 ϕ , 높이 15mm 크기로 방전가공하여 SPS 공정용 시편으로 사용하였다. 이렇게 제조된 시편은 승온속도 100 $^{\circ}$ C/min, SPS 공정온도 800 $^{\circ}$ C, 900 $^{\circ}$ C, 1000 $^{\circ}$ C, 가압력 10MPa, 25MPa, 50MPa의 SPS 공정조건을 적용시켜 다공체시편의 기공도를 20~40%사이로 제어하였다. SPS 공정에 의해 기공도가 제어된 시편은 주사전자현미경과 마이크로 비커스, 로크웰 경도기를 이용하여 기공구조, 치밀화 정도 및 경도를 측정하였고, 미소인장시험기로 다공체의 인장강도를 측정하였다.

3. 실험결과 및 고찰

SHS법에 의해 제조된 다공체의 기공도 약 60%로 비교적 높은 기공도를 나타내었다. 이 SHS 시편에 대해 SPS 공정을 적용했을 경우 800 $^{\circ}$ C, 900 $^{\circ}$ C, 1000 $^{\circ}$ C의 공정온도에서 50MPa의 압력이 가해졌을 때 각 시편은 최대밀도를 나타내었다. 각 온도에서의 최대밀도는 각각 84.57%, 92.79%, 99.22%를 나타내었고, 이들 시편 중 최대 경도값은 1000 $^{\circ}$ C, 50MPa에서 427Hv로 나타났다. 900 $^{\circ}$ C에서 가압력이 10MPa에서 25MPa로 증가되었을 때 시편의 기공도는 각각 40.5%에서 23%로 감소되어 압력의 제어로 기공율의 적절한 제어가 가능함을 알 수 있었다. 또한 시편의 경도는 900 $^{\circ}$ C에서는 27.4~54.6H_R로 1000 $^{\circ}$ C에서는 30.5~55H_R로 나타났고 기공도의 증가에 따라 경도값은 감소함을 관측할 수 있었다.