

Ti-TiH₂ 혼합 분말의 레이저 직접 용융 공정을 이용한 다공성 티타늄 부품 제조 연구

윤혜정¹ · 서동명¹ · 우영윤¹ · 문영훈²

Fabrication of Porous Titanium Parts by Direct Laser Melting of Ti-TiH₂ Mixing Powder

H. J. Yun, D. M. Seo, Y. Y. Woo, Y. H. Moon

(Received December 12, 2018 / Revised December 20, 2018 / Accepted December 28, 2018)

Abstract

Direct Laser Melting (DLM) of Ti- χ TiH₂ (mixing ratio $\chi = 2, 5, 10$ wt.%) blended powder is characterized by producing porous titanium parts. When a high energy laser is irradiated on a Ti-TiH₂ blended powder, hydrogen gas (H₂) is produced by the accompanying decomposition of the TiH₂ powder, and acts as a pore-forming and activator. The hydrogen gas trapped in a rapidly solidified molten pool, which generates porosity in the deposited layer. In this study, the effects of a TiH₂ mixing ratio and the associated processing parameters on the development of a porous titanium were investigated. It was determined that as the content of TiH₂ increases, the resulting porosity density also increases, due to the increase of H₂ produced by TiH₂. Also, porosity increases as the scan speed increases. As fast solidified melting pools do not provide enough time for H₂ to escape, the faster the scan speed, the more the resulting H₂ is captured by the process. The results of this study show that the mixing ratio (χ) and laser machining parameters can be adjusted to actively generate and control the porosity of the DLM parts.

Key Words : Direct Laser Melting, Porosity, Processing Parameters, Titanium Hydride

1. 서론

직접 레이저 용융 (DLM)은 컴퓨터 기반 설계 (CAD) 모델을 기반으로 레이어 별로 파우더를 선택적으로 용해 및 통합함으로써 복잡한 3차원 부품을 제작할 수 있는 신속한 시제품 제작 기법의 하나이다 [1-3]. DLM을 사용한 대부분의 이전 연구는 거의 완전한 밀도 부품의 신속한 제조에 초점을 맞추었다. 하지만, 최근 DLM의 진보는 원하는 크기의 3차원 다공성 금속 부품을 제조할 수 있는 가능성을 보여주었다.

경량의 다공성 재료가 많은 응용 분야에서 점차 요구되고 있다. 이는 다공성 금속 부품의 높은 가스 투과성, 열전달 용량, 경량성 등의 뛰어난 기능 때문에 필터, 유체 소량 성분, 전자 제품 및 생체 재료에 적용되었다.

다공성 금속 중에서, 티타늄 및 그 합금은 기계적 성질, 내구성, 생체 적합성 및 화학적 안정성의 탁월한 조합으로 인해 생의학 분야에서 선호된다 [4, 5]. 비록 다공성 티타늄에 대한 연구가 주로 생물의학 사용에 초점을 맞추고 있지만, 다른 용도로도 사용될 수 있다.

현재, 금속 제조(Rapid Manufacturing, RM), 소결 캐스팅, 공간 홀더 및 스폰지 복제를 포함한 다공성

1. 부산대학교 대학원생
2. 부산대학교 기계공학부 정밀가공시스템전공 교수
Corresponding Author : School of Mechanical Engineering, Pusan National University, Professor, Email : yhmoon@pusan.ac.kr
ORCID ID : 0000-0001-9766-9891

티타늄 부품의 제조에 관한 많은 접근법이 있다. 이 중 일반적인 RM 기술인 DLM 공정을 이용한 다공성 형성은 부품을 생산하는 데 사용되는 가공 조건에 따라 크게 달라지는 공정 유도 현상이다. 일반적으로 불규칙한 모양의 다공성은 부적절한 용해 또는 용융으로 인해 발생한다고 알려져 있다. 이렇듯 다공성 형성은 매개변수에 큰 영향을 받으므로 레이저 전원, 스캔 속도 및 분말 도포 두께와 같은 공정 매개변수를 최적화하는 것이 중요하다.

직접 레이저 가공법을 이용한 다공성 부품의 제조에 관한 많은 연구가 수행되었다[6-8]. 이전의 많은 연구는 다공성 형성 메커니즘과 특성 합금 시스템을 기반으로 한 다공성의 특성에 초점을 두었다. 그러나 다공성 생성과 다공성에 대한 보다 적극적이고 정량적인 연구는 충분히 제시되지 않았고 일반적으로 부족하다.

금속은 특정 온도에서 금속 용융물에 발포 금속을 첨가함으로써 발포될 수 있는데, 그 이유는 활발하게 분해되고 용융된 발포 금속이 거품을 일으키는 기체 분해 산물을 방출하기 때문이다.

발포 금속은 특히 높은 에너지 흡수 능력의 이점을 제공하는 엔지니어링 소재이다. 자동차 및 항공 우주 산업에서 무게를 줄이고 단열 특성을 향상시키며 소음 및 진동을 억제하는 소재로 간주한다. 금속 발포제 중 TiH_2 는 알루미늄 발포 및 구조물과 같은 폼을 생산하는 주조 산업에서 발포제로 많이 사용되어 왔다. 또한, 다른 발포제와 비교하여 가장 높은 특정 가스 함량을 갖는 가용성이 높고 저렴한 재료로서 기공 형성제로서 가장 빈번하게 사용된다.

TiH_2 는 500 °C 이상에서 Ti와 수소 가스로 분해가 되며 수소 가스로 인한 기공 형성 메커니즘의 개략도는 Fig. 1에 나타냈다 [9, 10].

기존의 문헌을 검토한 결과 DLM 공정에서 다공성 형성에 대한 TiH_2 효과에 대한 이전의 연구는 없다는 사실이 밝혀졌다 [11]. Karthuria [12] 는 폐쇄 셀 다공성 알루미늄 구조물을 제조하기 위해 레이저 알루미늄 발포 실험을 수행했다. 폼의 형태와 크기는 기본적으로 야금학적 관점에서 논의되었지만 3D 다공성 금속 부품의 제조는 그의 연구에서 논해지지 않았다.

본 연구에서는 Ti- TiH_2 분말 혼합비 및 레이저 공정 매개변수가 다공성 형성에 미치는 영향을 조사하기 위해 DLM공정을 사용하여 다공성 부품을 제

작하였다. 혼합 분말에 고 에너지 레이저를 주입하면 수소 가스가 TiH_2 분말에서 방출된다. 용해된 가루는 방출된 가스를 충분히 배출하지 않고 빠르게 응고되어 침전된 층에 다공성이 형성되었다[13, 14]. TiH_2 함량과 레이저 에너지가 다공성 밀도에 미치는 영향을 조사하였다. 그런 다음, 조작된 샘플의 기계적 특성과 미세 구조를 분석했다.

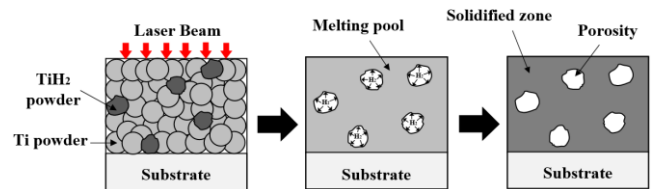


Fig. 1 Schematic of porosity formation step

2. 재료 및 실험방법

2.1 실험장치

Fig. 2는 현재 연구에 사용된 레이저 용융 시스템 장치의 도식도이다. 레이저 장치의 시스템의 근원은 IPG YLR-200 광섬유 레이저이고, 레이저 최대 출력은 200 W, 파장은 1.07 μm , 빔 직경은 초점 위치에서 80 μm 이다. 레이저 스캔을 제어하기 위해 스캐너(hurrySCAN® 20, SCANSLB, 독일)를 사용했다. 도포 분말 두께는 빌드 실린더에 의해 정밀하게 제어되었으며, 이 실린더는 레이저 빔의 스캔 방향에서 최소 10 μm 크기로 이동할 수 있다. 표면 산화 및 오염을 방지하기 위해 레이저 용해 프로세스 중에 Ar 보호 가스를 지속적으로 주입하였다.

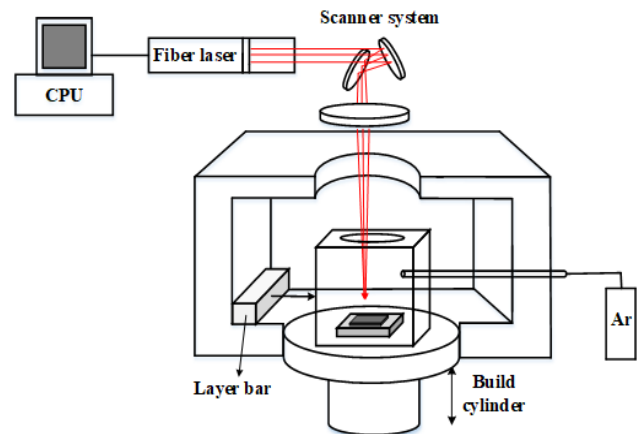


Fig. 2 Schematic of direct laser melting system

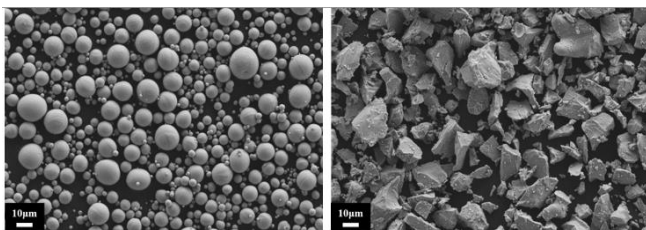
이 프로세스는 세 가지 주요 단계로 구성된다. 먼저, 일정량의 금속 분말이 모재(base plate)에 공급되고, 그 후에 일정 두께의 분말 층이 레이저링 바에 의해 생성된다. 다음으로, 레이저 조사를 통해 분말이 녹고 모재에 고체가 국부적으로 형성된다. 마지막으로, 빌드 실린더는 다음 층의 분말을 위해 한 층의 두께를 아래로 이동하며, 그 후에 이 절차를 반복하여 3D 부품을 제작한다.

2.2 재료

상업적으로 이용 가능한 25 μm 미만의 입자 크기의 순수 Ti과 TiH₂ 분말을 현재 실험에 사용했다. TiH₂ 분말의 화학적 구성을 Table 1에 나타내었고, 분말의 형태는 Fig. 3에 나타나 있다. 도시된 바와 같이, Ti 분말은 구형 형태를 나타내지만, TiH₂ 분말은 비구형 형태를 나타낸다. Ti-6Al-4V을 모재로 사용하였다. Ti 및 TiH₂ 분말을 Rotap Sieve Shaker (HJ-2152)를 사용하여 30분 동안 혼합하였다. Ti-TiH₂ 혼합 분말의 분말 혼합비(χ)는 2, 5, 10 wt.% 이다.

Table 1 Chemical composition of TiH₂ powder (wt.%)

Element	TiH ₂	C	Fe	N	O	Mg	Others
(wt.%)	Bal.	0.03	0.08	0.03	0.35	0.04	0.2



(a)

(b)

Fig. 3 SEM images showing morphologies of powders:

(a) Ti, (b) TiH₂

2.3 멀티 비드 용융 실험

멀티 비드(multi-bead)에서 Ti-TiH₂ 분말 혼합비(χ)와 레이저 가공 변수가 다공성 티타늄 개발에 미치는 영향을 조사하기 위해 레이저 출력 200 W, 분말 두께 0.04 mm, 선간 간격 0.06 mm에서 사각형태의 DLM 공정을 수행하였다. Fig. 4은 멀티 비드 DLM 실험의 개략도를 보여준다.

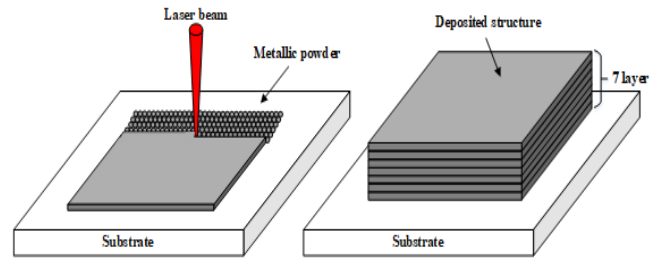


Fig. 4 Schematic of single bead experiment

2.4 분석 방법

분석용 시편은 레이저 주사 방향에 평행한 방향으로 절단되고 에폭시 수지로 장착된다. 장착된 시편을 400에서 2400그릿(grit)의 SiC 종이를 사용하여 연마하고 3 μm 다이아몬드 페이스트로 연마했다. 미세 구조 분석을 위해 표본을 에탄올로 세척하고 건조하였다.

Olympus GX-51 광학 현미경을 사용하여 표면 형태를 검사하고, 다공성 밀도를 이미지 분석 소프트웨어 TDI Plus 5.0으로 분석했다. 미세 조직과 화학적 조성은 SUPRA40VP 전계 방출 주사 전자 현미경 (EBSD (FE-SEM with EBSD))을 사용하여 측정되었다.

3. 결과 및 고찰

3.1 TiH₂ 함량과 주사속도 변화

Fig. 5는 다양한 χ 값과 레이저 주사 속도에서 얻어진 기공밀도를 보여주는 단면도이다. 그림에서 볼 수 있듯이 평면 기공밀도는 χ 와 주사 속도가 증가함에 따라 증가한다. Fig. 5 (e), (f)에서는 주사속도가 증가할수록 생성되는 기공의 양이 많아져 오히려 불안정한 단면을 얻는 것을 확인할 수 있었다.

Fig. 6은 다양한 혼합비 χ 에서 평면 기공 밀도에 대한 주사속도의 영향을 보여준다. 도시된 바와 같이, 평면 기공 밀도는 χ 가 증가함에 따라 증가한다. TiH₂ 분말이 없는 순수한 Ti 분말의 경우, 다공성은 관찰되지 않는다. 이는 TiH₂ 분말의 분해로 생성된 수소 가스(H₂)가 기공 형성의 원인임을 의미한다. 급속 응고된 용융 풀(melting pool)에서 빠져나가지 못한 수소 가스가 증착 된 층에서 다공성을 일으키기 때문에, 레이저 주사 속도는 기공 형성에서 매우 중요하다.

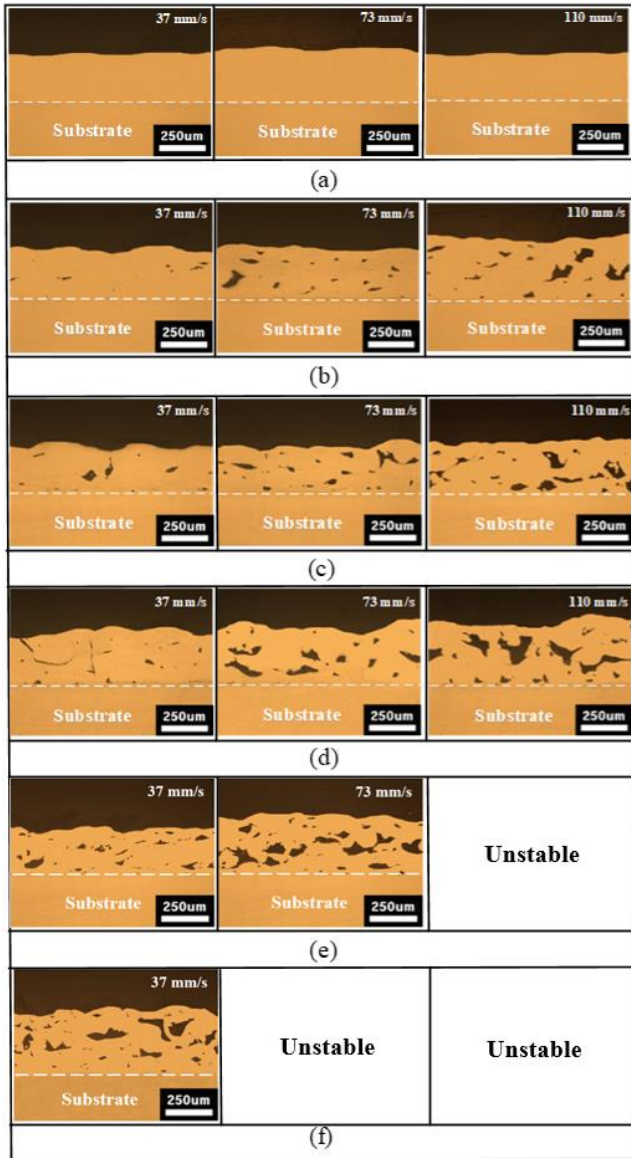


Fig. 5 Cross section of a sample from multi-bead DLM test using different scan rates: (a) Pure Ti, (b)Ti-2wt.%TiH₂, (c)Ti-5wt.%TiH₂, (d)Ti-10wt.%TiH₂, (e)Ti-15wt.%TiH₂, (f)Ti-20wt.%TiH₂

3.2 TiH₂ 함량과 레이저 출력 변화

레이저 파워가 기공 형성에 미치는 영향을 조사하기 위해 분말 두께 0.04 mm, 선간 간격 0.06 mm, 레이저 주사 속도 110 mm/s에서 다른 레이저 출력을 적용하여 DLM 공정을 수행하였다. Fig. 7는 100 W, 150 W 및 200 W의 레이저 출력으로 얻어진 단면도를 보여준다. Fig. 8에서 나타나는 더 높은 레이저 출력에서의 기공 밀도 감소는 보다 높은 레이저 출력

에서 수소 가스의 많은 생성에도 불구하고 감소된 응고 속도가 수소 가스가 빠져나가는데 더 많은 시간을 제공함을 의미한다.

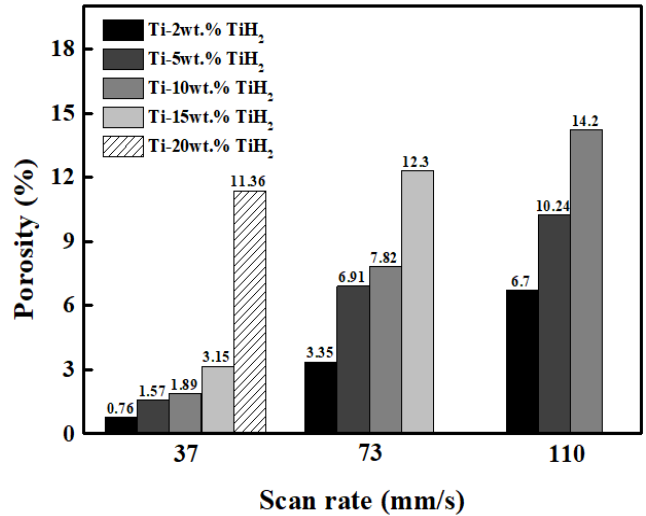


Fig. 6 Effect of scan rate on the planar porosity density at laser power of 200 W

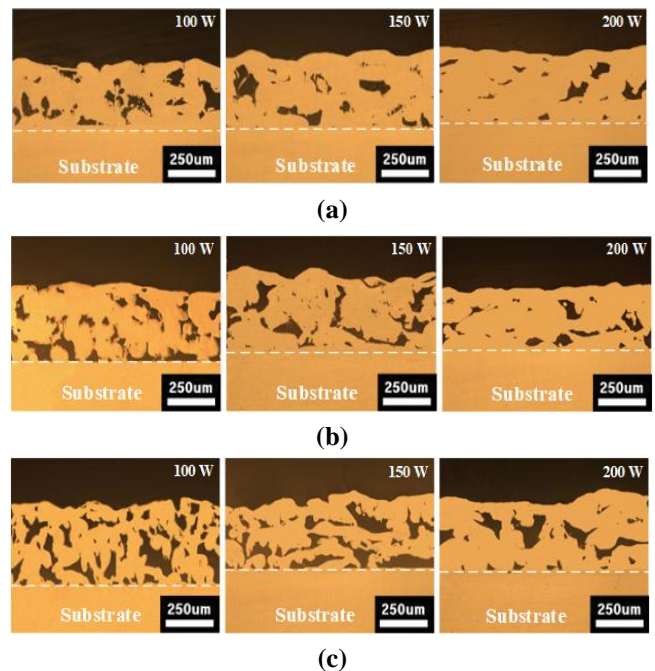


Fig. 7 Cross-sectional view of samples obtained from multi-bead DLM test using different laser powers: (a) Ti-2 wt.%TiH₂, (b) Ti-5 wt.%TiH₂, (c) Ti-10 wt.%TiH₂

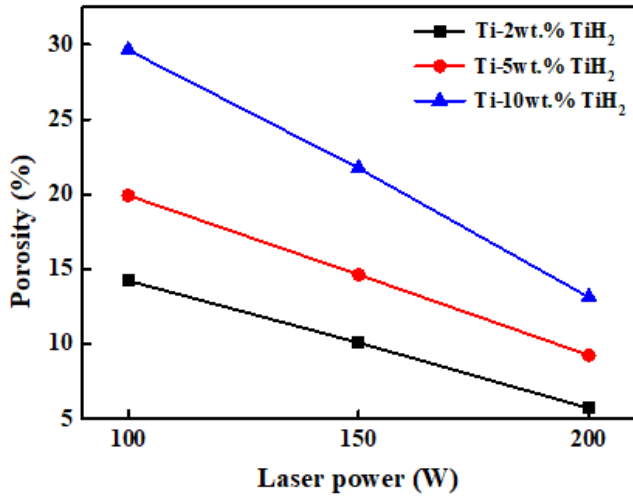


Fig. 8 Effect of laser power on the planar porosity density at scan rate of 110 mm/s

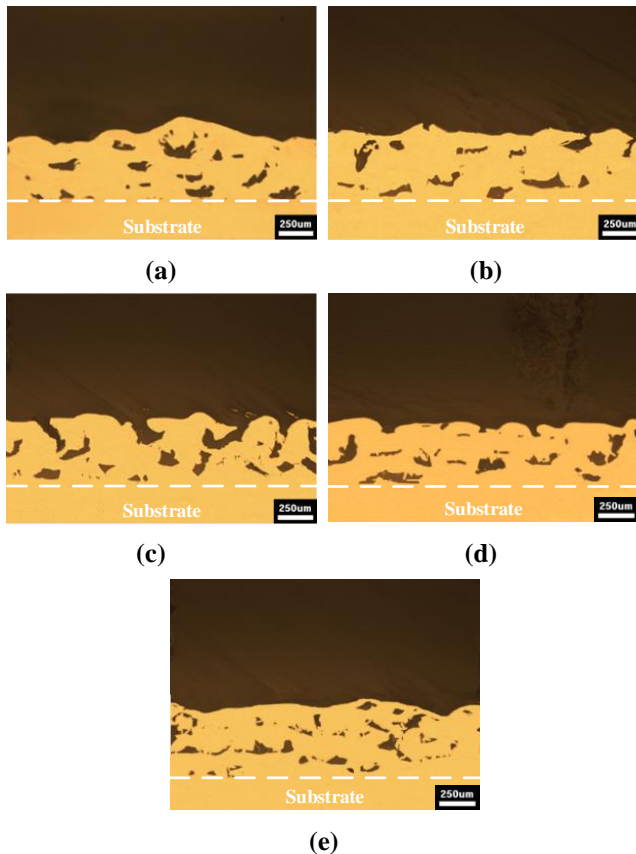


Fig. 9 Cross sectional view of the samples obtained from The re-melting test: (a) no re-melting, (b) 1 time, (c) 10 times, (d) 20 times, (e) 25 times

3.3 재 용융(Re-melting) 실험

샘플의 표면에 기공을 형성시키기 위해 재 용융 실험을 수행하여 표면에 기공을 생성하였다. 재 용융 실험은 Ti-5 wt.%TiH₂의 분말, 레이저 출력 200 W 및 주사 속도 110 mm/s를 사용하여 수행되었다. 이는 표면에 다공성 형성을 확인하기 위한 실험으로 Olympus GX-51 광학 현미경을 사용하여 표면 형태를 검사하고, 기공 밀도는 따로 측정하지 않았다. Fig. 9는 0, 1, 10, 20, 25회 재 용융된 샘플의 단면을 나타낸다. 재 용융이 없는 샘플은 Fig. 9(a)에 나타난 것처럼 기공이 없는 단면 표면을 보여준다. 재 용융 수가 증가함에 따라, 적층된 층에서 분해되지 않았던 TiH₂ 분해로 인해 생성된 수소가스에 의해 표면에 기공이 형성된다. 또한, Fig. 9(b), (c)에 나타난 바와 같이 기공의 크기가 증가한다. 그러나 표면 기공은 재 용융 횟수가 증가함에 따라 Fig. 9(d), (e)에 나타난 것처럼 재 용융 횟수가 20번부터는 점진적으로 감소하고 25번 후에 완전히 닫힌다. 이는 수소가스의 추가 생성으로 인한 기공 형성은 재 용융 횟수가 적을수록 우세하며, 기존 기공의 용해는 재 용융 횟수가 많을수록 우세함을 의미한다. 따라서 DLM 공정을 통해 얻은 다공성 부품의 단면 표면을 재 용융을 통해 열린 표면을 갖는 부품으로 변경할 수 있다.

4. 결론

본 연구에서는 TiH₂ 혼합비 (χ)와 레이저 가공 변수가 다공성 티타늄 제조에 미치는 영향을 조사하였다. 결과를 토대로 다음과 같은 결론을 얻었다.

(1) TiH₂ 혼합비(χ)와 레이저 가공 변수는 DLM에서 다공성 형성에 큰 영향을 미친다. TiH₂ 분말의 분해에 의해 생성된 수소 가스가 다공성 형성의 원인이었기 때문에, DLM공정에서 기공은 TiH₂ 혼합비(χ) 및 레이저 공정 변수에 의해 제어될 수 있다.

(2) 기공의 형성은 열 입력에 크게 의존한다. 레이저 출력이 증가할수록 수소 가스의 생성을 향상시켜 기공 밀도가 증가한다. 주사 속도의 증가는 수소 가스가 빠져나가는데 충분한 시간을 제공하기 때문에 기공 밀도를 감소시킨다.

(3) 재 용융 시, 수소 가스의 추가 생성으로 인한 기공 형성은 재 용융 횟수가 적을수록 우세하기 때

문에 DLM 공정에 의해 만들어지는 다공성 부품의 초기 닫힌 표면을 레이저 재 용융을 통해 열린 표면을 가진 부품으로 변경할 수 있다.

후 기

이 논문은 2016년도 정부(미래창조과학부)의 재원으로 정보통신기술진흥센터의 지원을 받아 수행되었습니다 (No. R7520160001003003, 다중소재 융복합 적층3D프린팅 솔루션 기술개발).

REFERENCES

- [1] J.P. Li, P. Habibovic, M. van den Doel, C.E. Wilson, J.R. de Wijin, C.A. van Blitterswijk, K.de Groot, 2007, Bone Ingrowth in Porous Titanium Implants Produced by 3D Fiber Deposition, *Biomater.*, Vol. 28, No. 18, pp. 2810~2820.
- [2] D.D. Gu, W. Meiners, K. Wissenbach, R. Poprawe, 2012, Laser Additive Manufacturing of Metallic Components: Materials, Processes and Mechanisms, *Int. Mater. Rev.*, Vol. 57, No. 3, pp. 133~164.
- [3] T.W. Hwang, Y.Y. Woo, C.J. VanTyne, Y.H. Moon, 2017, Feasibility Studies of Laser Surface Nitriding on Ti-6Al-4V Alloy Using a Nitric Acid Solution, *J. Mech. Sci. Technol.*, Vol. 31, No. 9, pp. 4175~4182.
- [4] V. Duz, M. Matviychuk, A. Klevtsov, V. Moxson, 2017, Industrial Application of Titanium Hydride Powder, *Met. Powder Rep.*, Vol. 72, No. 1, pp. 30~38.
- [5] K.H. Froosch, K.M. Sturmer, 2006, Metallic Biomaterials in Skeletal Repair, *Eur. J. Trauma*, Vol. 32, No. 2, pp. 149~159.
- [6] D. Gu, Y. Shen, 2008, Processing Conditions and Microstructural Features of Porous 316L Stainless Steel Components by DMLS, *Appl. Surf. Sci.*, Vol. 255, No. 5, pp. 1880~1887.
- [7] K. Kmepen, L. Thijs, E. Yasa, M. Badrossamay, W. Verheecke, F.P. Kruth, 2011, Microstructural Analysis and Process Optimization for Selective Laser Melting of AlSi10Mg, *Solid Freeform fabrication Symp. Proc.*
- [8] R.M. German, 2013, Progress in Titanium Metal Powder Injection Molding, *Mater.*, Vol. 6, No. 8, pp. 3641~3662.
- [9] A.R. Kennedy, 2002, The effect of TiH₂ heat treatment on gas release and foaming in Al-TiH₂ preforms, *Scr. Mater.*, Vol. 47, No. 11, pp. 763~767.
- [10] C. Weingarten, D. Buchbinder, N. Pirch, W. Meiners, K. Wissenbach, R. Poprawe, 2015, Formation and reduction of hydrogen porosity during selective laser melting of AlSi10Mg, *J. Mater. Process. Technol.*, Vol. 221, pp. 112~120.
- [11] F. Baumgarther, I. Duarte, J. Banhart, 2000, Industrialization of powder compact foaming process, *Adv. Eng. Mater.*, Vol. 2, No. 4, pp. 168~174.
- [12] Y.P. Kathuria, 2001, Laser assisted aluminum foaming, *Surf. Coat. Technol.*, Vol. 142, pp. 56~60.
- [13] A. Azarniya, A. Rassoli, 2016, High-temperature Mechanisms of Hydrogen Evolution in Ni-P Coated Titanium Hydride (TiH₂) Powder, *Adv. Powder Technol.*, Vol. 27, No. 1, pp. 281~288.
- [14] Y. Wang, Y. Shen, Z. Wang, J. Yang, N. Liu, W. Huang, 2010, Development of Highly Porous Titanium Scaffolds by Selective Laser Melting, *Mater. Lett.*, Vol. 64, No. 6, pp. 674~676.