

기계적합금화법으로 제조된 TiNi 분말의 방전플라즈마 소결에 관한 연구 Spark-Plasma Sintering of TiNi Powder Produced by Mechanical Alloying

울산대학교 김윤호*, 김지순, 권영순

경상대학교 배승열, 안인섭

1. 서론

TiNi 형상기억합금을 제조하기 위해 사용되는 방법은 통상적으로 진공아크용해 또는 진공유도용해에 의한 방법이다. 그러나, 이와 같은 용해방법은 전자의 경우 조성의 균일성을 위해 재용해를 반복해야 하며, 후자의 경우 도가니로부터의 오염을 피하기 어려운 단점이 있다.¹⁾ 특히, 용해 과정에서 입자성장이 빠르게 일어나고 입계 편석으로 인한 피로특성 저하가 불가피하다는 문제점도 있다. 이에 반하여 분말야금 공정은 입도 미세화는 물론 기존의 제조공정에 비해 상대적으로 복잡한 형상의 가공과 공정조건에 따라서는 near-net shape 형태의 가공도 가능하다는 장점을 가지고 있으나, 통상적인 소결 방법으로는 고 밀도화가 어려운 것으로 알려져 있다.²⁻⁴⁾ 본 연구에서는 기계적합금화법으로 제조된 TiNi 형상기억합금 분말을 최근 새로이 시도되고 있는 방전플라즈마소결방법(Spark-Plasma Sintering)으로 소결하여 조밀화 거동과 미세조직, 형상기억특성 등을 조사하였다.

2. 실험방법

● **TiNi 합금분말의 제조** : 평균 입도 50 μ m, 순도 99.9%인 Ti와 Ni 분말을 사용하여 Ball mill 내에서 100시간동안 기계적합금화하여 TiNi 합금분말을 제조하였다. 이때 볼/분말 비는 50:1, impeller의 회전속도는 350rpm으로 고정하였다. 분말의 산화방지를 위하여 용기의 내부는 Ar gas로 채워주었다. 얻어진 분말은 진공분위기에서 850 $^{\circ}$ C, 1시간 동안 열처리하여 TiNi 형성여부를 확인하였다.

● **방전플라즈마소결** : 기계적합금화법으로 제조된 TiNi 분말을 일본 스미모토사의 펄스통전 소결 장비인 SPS-515S를 사용하여 10⁻³torr, 800, 850, 900 $^{\circ}$ C에서 1~5분간 유지, 40, 65 MPa의 압력으로 소결하였다. 이때, 가해진 ON/OFF DC Pulse rate는 12/2이었으며, 온도제어와 소결 die는 각각 CA열전대와 Graphite를 사용하였다. 소결과정에서의 가압 방향의 변위를 기록하여 온도에 따른 상대밀도 변화와 조밀화속도 변화를 구하였으며, 미세조직과 상분석, 상변태 온도를 각각 SEM/EDS, XRD, DSC등을 사용하여 측정하였다.

3. 실험결과

소결 온도의 영향을 알아보기 위해 800, 850, 900 $^{\circ}$ C에서 소결체를 제조하여 Electronic Densimeter를 이용하여 소결체 밀도를 조사한 결과 800 $^{\circ}$ C에서는 80%의 이론밀도를 보였으며, 850 $^{\circ}$ C에서는 90%, 900 $^{\circ}$ C에서는 100%에 가까운 소결체의 밀도를 얻을 수 있었고, 소결 압력을 40, 65 MPa를 가하여 각각의 온도에서 소결체를 제조하여 밀도를 측정된 결과 소결 압력이 높을수록 소결체 밀도는 증가하였으나 온도의 영향보다는 큰 차이를 보이지 않았으며, 소결체를 제조하는 과정에서 승온속도의 영향을 알아보기 위해 50, 100, 200K/min으로 승온속도를 달리하여 소결을 하였으나 소결체 밀도에는 거의 영향이 없음을 알 수 있었다. 소결 분위기의 영향을 관찰하기 위해 진공분위기와 불활성 분위기인 Ar분위기로 850 $^{\circ}$ C에서 소결한 결과 진공분위기에서보다 Ar분위기에서 더 높은 소결체 밀도를 얻을 수 있었다.

참고문헌

1. S. M. Green, D. M. Grant, and N. R. Kelly: The Institute of Materials, 1997.
2. H. C. Yi and J. J. MOORE: Scr. Metall., 1988, 22. 1889.
3. H. C. Yi and J. J. MOORE: J. Mater. Sci. Lett., 1989, 8. 1183.
4. N. ZHANG, P. N. KHOSROVABADI, J. H. LINDENHCVIUS, and B. H. KOLSTER: Mater. Sci. Eng. A, 1992, A150. 263.