

**볼밀링으로 제조한 Ti-Ni 합금분말의 미세조직 및 상변태거동**  
**Microstructure and Phase Transformation Behaviors of Ti-Ni Alloy Powders**  
**Fabricated by Ball Milling Method**

경상대학교 강상호\*, 남태현

1. 서론

Ti-Ni 합금은 열안정형 마르텐사이트변태를 하며 우수한 형상기억특성을 가지고 있다. Ti-Ni 합금의 제조는 주로 아크, 플라즈마 용해 및 고주파 용해에 의하여 제조하고 있다. 그러나 이렇게 제조한 Ti-Ni 합금은 가공 및 조성의 제어가 어렵다는 문제점이 있다. 이러한 장애요인을 극복하기 위하여 분말야금법에 의해 Ti-Ni 형상기억합금을 제조하는 연구가 진행중이다. Zhang등은 등원자 조성의 Ti-Ni합금을 일반적인 소결에 의해 제작할 경우 원료분말에 존재하고 있던 공공, Ni과 Ti의 확산속도 차이에 따른 Kirkendall 공공의 형성, alloying effect 및 모세관 현상에 의한 공공의 형성등으로 인해 밀도가 감소한다고 설명하고 있으며 균일한 소결체를 얻기 위해 고상소결과 액상소결을 이용한 2단계 소결방법을 제안하였다. 한편 Kato등은 순금속 분말이 아닌 Ti-Ni 합금분말을 이용하여 소결체를 제조한 후 형상기억효과를 조사한 결과 우수한 형상기억특성을 나타냄을 보고하였다. 이는 우수한 형상기억특성을 나타낼 수 있는 Ti-Ni합금 소결체를 제조하기 위해서는 합금분말을 사용하여야 함을 의미한다. 본 연구진은 Ti-Ni 형상기억합금분말을 저에너지 볼밀링에 의해 제조하였으며 최적의 볼밀링조건을 도출하기 위하여 볼밀링 속도를 100rpm으로 고정하고 10분에서 100시간까지 볼밀링을 하였고 제조된 Ti-Ni 합금분말의 미세조직 및 상변태거동을 조사하였다.

2. 실험방법

순 Ti 및 Ni 분말을 Ar분위기 하에서 볼밀링하여 Ti-Ni 합금분말을 제조하였다. 밀링매체로서 용기 및 볼은 스테인레스강을 사용하였고 볼과 분말의 비율은 20:1로 하였다. 볼밀링 속도는 100rpm으로 하였으며 볼밀링 시간은 10분에서 100시간까지 하였다. 볼 밀링에 의하여 제조된 분말을 주사전자현미경관찰 및 EDS(energy dispersive spectrometer)분석을 하였고, 결정구조를 조사하기 위하여 X선회절시험을 하였으며 미세조직을 관찰하기 위하여 광학현미경관찰을 하였다. 제조된 분말은 석영관에 진공봉입하여 1123K에서 1분에서 1시간동안 용체화처리 하였다. 용체화처리한 분말의 결정구조를 조사하기 위하여 X선회절시험을 하였고 상변태거동을 조사하기 위하여 시차주사열분석을 하였다.

3. 실험결과 및 고찰

볼밀링 시간에 따른 분말형태의 변화를 주사전자현미경을 이용하여 관찰하였다. 밀링시간이 증가할수록 분말은 구형에 가까워 졌으며 분말의 크기 또한 증가하였다. 100rpm으로 각 시간에 따라 볼밀링한 분말의 미세조직을 관찰하기 위하여 광학현미경관찰을 하였다. 그 결과 볼밀링 시간이 20시간 이후부터는 Ti 및 Ni 분말이 서로 혼합되어 하나의 분말을 이루고 있으며 Ti 및 Ni의 층상간격이 볼밀링 시간이 증가할수록 감소함을 확인하였다. 각 시간에 따라 볼밀링한 분말을 1123K에서 1분에서 1시간동안 용체화처리 하였다. 1분에서 5분 용체화처리한 분말은 TiNi상인 모상과 B19'마르텐사이트에 대응하는 피크와 원료분말에 대응하는 피크가 관찰되었다. 용체화처리 시간이 10분 이상이 되면 원료분말에 대응하는 피크는 관찰할 수 없었으며 용체화처리 시간이 증가할수록 모상과 B19'마르텐사이트에 대응하는 피크의 강도가 증가하였다. 용체화처리한 분말의 상변태거동을 조사하기 위하여 각시간에서 볼밀링한 분말을 1123K에서 1시간 용체화처리한 후 시차주사열분석시험을 하였다. 시차주사열분석시험결과 20시간 및 30시간 볼밀링한 분말에서 뚜렷한 흡열 및 발열에 대응하는 피크를 관찰할 수 있었으며 나머지 분말들은 흡열 및 발열에 대응하는 피크를 관찰할 수 없었다.