방전플라즈마소결에 의한 TiNi 형상기억합금 제조에 관한 연구
(A Study on the Production of TiNi Shape Memory Alloy by Spark-Plasma Sinteriing)

울산대학교 ReMM, 첨단소재공학부
최용희*, 정순호, 양석균, 김지순, 권영순
(주) Biosmart 강지훈

1. 서론

TiNi 금속간화합물은 형상기억효과와 초탄성 효과를 가지고 있는 소재로 최근 마이크로액튜에이터 등 지능형 재료로서의 산업적 활용뿐 아니라 생체용 소재로서의 활용이 크게 기대되고 있다 [1-2].

본 연구에서는 Ti와 Ni 분말을 출발원료로 하여 시도된 TiNi 제조를 위한 기존의 분말야금법에 의한 시도의 문제점으로 지적되고 있는 소결체의 저밀도와 단상의 TiNi 형성의 어려움을 방전플라즈마소결(Spark-Plasma Sintering)법을 이용하여 해결하고자 시도하였다. 특히, 방전플라즈마소결법의 장점 중 하나인 급속승온에 의해 소결 과정에서 Ti와 Ni 원료분말간 고온자전합성반응이 일어날 것으로 기대되어, 방전플라즈마소결에 의한 효과와 함께 치밀화 촉진과 균일 상형성 효과가 나타나는 지 조사하였다.

2. 실험 방법

본 연구에서는 두 종류의 Ti 분말과 세 종류의 Ni 분말을 원료분말로 사용하였으며, Ti와 Ni를 원자량비 50:50 비율로 칭량한 후 볼밀을 이용하여 90 rpm의 회전수로 12시간동안 건식 혼합하였다. 보유한 분말에 의한 실험이 가능한 조건은 모두 6가지이지만, 본 연구실에서 이미 수행한 Ti와 Ni의 고온자전합성 연구 결과로부터 합성거동이 불량한 분말조합과 양호한 조합, 중간 정도의 조합 3가지 혼합분말을 사용하였다. 소결은 방전플라즈마소결 장치에서 graphite die를 이용하여 약 10Pa의 진공분위기에서 50MPa의 압력을 가하여 400℃, 660℃, 850℃, 900℃ 까지 200℃/min.의 승온속도의 조건을 적용하였으며, 소결 온도에서 바로 shut down하거나, 850℃와 900℃에서 30분간 유지하였다. 소결과정에서의 가압방향 길이변화, 진공도, 인가전류값 등이 data acquisition system을 통하여 기록, 저장되었으며, 소결 과정에서의 상대밀도 변화, 치밀화 속도 변화 계산 등 치밀화 거동 변화 조사에 사용되었다. 미세조직과 상형성 거동, 소결체의 변태온도 등의 관찰과 측정을 위하여 전자현미경과 X선 회절기, 시차주사열분석기를 사용하였다.

3. 결과

조사된 모든 (Ti+Ni) 혼합분말의 소결체들이 850℃이상에서 95%이상의 소결밀도를 나타내었으며, 30분 유지한 경우 98%이상의 밀도를 얻을 수 있었다. 그러나, 상분석 결과에서 900℃까지 승온하여도 미량의 Ni 원료분말이 잔류함을 확인하였으며, 주상으로는 TiNi가 제2상들로 Ti_2Ni와 $TiNi_3$ 등이 확인되었다. 소결온도에서 유지시간을 30분으로 증가시킬 경우, Ni 상의 피크는 사라지며, Ti_2Ni와 $TiNi_3$ 등 제2상들의 피크가 감소하고 주상인 TiNi(B2)의 피크는 증가하여 확산을 통한 균질화가 이루어짐을 확인하였다.

참고문헌

[1] Hornbogen, E., Metall, Vol. 41, No.5, (1987), 488 493
[2] Kubla, G., M. Mertmann, D. Treppmann, Metall, Vol. 49, No. 3, (1995), 180 186