

## B12

### 자전연소반응에 의한 TiNi 다공체 합금 제조에 관한 연구 (Fabrication of Porous TiNi Alloys by Self-propagating High-temperature Synthesis)

경상대학교 이상진\*, 배승열, 권대환, 안인섭  
진주산업대학교 김유영

#### 1. 서론

형상기억 효과를 가진 합금은 지금까지 약 30종류 이상이 개발되어 왔지만 서로 다른 특성을 가지고 있는 것으로 알려져 있는데, TiNi는 기계적 성질 및 내식성이 우수하여 많은 관심을 받고 있다. 이런 합금들의 복잡한 제조 공정과 후처리 등 통상주조법의 단점을 해결하고자 최근에는 분말야금법을 이용한 고온자전 합성법(SHS method)으로 TiNi를 제조하려는 시도가 이루어지고 있으며, 상당부분에서 실용화되어 생산되어지고 있다. 대부분의 SHS 공정은 미세한 분말상의 반응물을 혼합한 후 압력을 가하여 실린더 형태의 성형체를 만든다. 성형체의 한 끝에 전열 필라멘트나 아크 같은 열원을 사용하여 매우 짧은 시간동안 전화시키면 반응에 의하여 형성된 연소파(Combustion wave)가 높은 반응열에 의하여 자발적으로 반응이 진행되면서 다른 끝으로 전파되어 금속간 화합물을 합성할 수 있으므로, 산업화시에 생산비의 절감효과를 기대할 수 있다. 본 연구에서는 자전연소반응을 이용하여 TiNi 다공체 합금을 제조하고, 기공의 분포가 크고 비교적 균일한 단상의 TiNi 화합물을 제조하는데 그 목적이 있다.

#### 2. 실험방법

본 실험에 사용한 Ti(-45 $\mu\text{m}$ , purity 99.5%)와 Ni(average 5 $\mu\text{m}$ , purity 99.9%) 분말은 미국 Cerac사의 제품을 사용하였으며, Ti-Ni 분말을 50 : 50at%로 청량하여 자전 연소 합성시켜 TiNi 금속간 화합물을 제조하였다. 분말의 혼합은 볼밀링법을 이용하였으며, 분:분말의 비는 10:1, 볼밀의 회전 속도는 150rpm으로 고정하였으며, 아로곤 분위기 하에서 실험을 행하였다. 혼합한 분말은 석영관에 채워 tapping한 후 시편을 예열하거나, 또는 예열하지 않은 상태로 전화시켜 화합물을 제조하였다. 이렇게 제조된 화합물은 얼음물에 텐칭하였다. 제조된 분말과 화합물들의 상분석과 상변태 거동을 조사하기 위하여 X-선 회절시험을 하였으며, 원료 분말입자의 형태와 크기를 관찰하기 위하여 주사전자 현미경과 광학 현미경 관찰을 행하였다.

#### 3. 실험결과 및 고찰

볼밀링 시간이 경과함에 따라 분말은 서로 응집되어 졌으며, 50시간 이후에는 대부분 구형화 되어졌다. XRD결과 시간이 경과함에 따라 피크의 강도는 낮아져 완만해지는 것을 관찰할 수 있는데 이런 피크의 강도 변화는 Ti와 Ni 분말의 결정립 미세화와 스트레인 축적에 의한 것으로 사료되어진다. 볼밀 시간에 따라 제조된 분말을 예열 온도를 300°C로 유지하고 SHS 반응을 시켰으며, XRD 결과 오스테나이트상인 B2 상과 마르텐사이트상인 B19'의 단일 TiNi상이 관찰되었으나, 2상인 Ti<sub>3</sub>Ni<sub>4</sub>상도 관찰되었다. SHS 방법을 이용하여 TiNi 금속간 화합물을 제조하였을 때 전반적으로 시편 전체에 기공이 많이 발생됨을 관찰할 수 있는데, 이는 전화에 의한 자체 반응 시 시편 내부에 존재하거나 또는 반응에 의해 발생된 가스가 빠른 반응속도로 인해 시료가 급랭되므로 시편 내부를 빠져나가지 못하여 존재하는 것과, 또한 반응시 Ni 입자와 Ti 입자의 치환형 화산이 일어나 Ni 입자가 존재했던 구역이 기공으로 전환되기 때문에 시편 전체에 기공이 존재한다고 생각된다. 그리고 예열온도를 증가시키게 되면 위 반응들이 보다 급속하게 진행되므로 기공의 크기도 증가한다고 사료된다. 볼밀링 시간이 경과함에 따라 경도 및 압축강도는 증가하는 현상을 보였으며, 30분 볼밀링을 행한 것이 약 50%의 기공율을 보였다.

#### 4. 결론

- 볼밀링 시간이 경과함에 따라 분말은 서로 응집되어 50시간 이후에는 거의 구형화 되어졌다.

2. 30분 볼밀링을 행하였을 때 가장 높은 기공율을 보였다.
3. 볼밀링 시간이 경과함에 따라 다공체의 경도와 압축강도는 증가하였다.

#### 참고문헌

1. C.J.B, K.D.H, J. of the Korean Inst. of Met. & Mater. Vol. 35, No. 2, (1997)
2. S.L.H, C.C.H, H.L.D, Journal of the Korean Ceramic Society. Vol. 35, No. 7 (1998)
3. Kwan-Hyu KIM and Doh-Jae LEE, 대한금속학회지 제24권 제2호 1986. 2