

## 방전플라즈마소결에 의한 Fe 구형분말의 조밀화 거동에 관한 연구 Densification Behavior of Spherical Fe-powder Compacts Sintered by Spark-Plasma Sintering

울산대학교 지역협력연구센터(ReMM) 김윤호\*, 강지훈, 김지순, 권영순  
삼척대학교 석명진  
국립기술품질원 기계전기부 금속과 이정근

### 1. 서론

방전플라즈마소결(Spark-Plasma Sintering, 이하 SPS)은 직류펄스전류에 의한 통전소결법의 일종으로, 분말입자의 자체 전기저항 발열과 Mold의 저항발열은 물론 분말간 접촉부에 발생하는 방전에 의한 표면 산화피막의 절연과피 및 오염층 제거와 같은 표면정정효과, neck부분인가 전장에 의한 원자 또는 이온의 이동촉진효과, 가압에 의한 고온소성변형효과 등에 의해 기존의 Hot Press나 HIP과 같은 고온가압소결법에 비해 보다 저온과 단시간 소결이 가능한 것으로 알려져 있다.<sup>1)~4)</sup> 이러한 장점은 특히 난소결성 재료와 비정질재료, 나노재료 등의 분야에 효과적으로 활용될 수 있을 것으로 크게 기대되고 있으나, 위에서 언급한 현상들의 조밀화 과정에서의 실제 검증과 기구에 대해서는 체계적인 뒷받침이 많지 않은 것이 사실이다.

본 연구에서는 구형의 Fe 분말입자를 이용하여 as-received 분말과 환원처리 분말, 표면에 산화피막을 형성시킨 분말 등에 대해 SPS를 실행하여 그 결과를 상호 비교 분석함으로써 SPS 과정에서의 조밀화 거동과 소결기구에 대한 자료를 구하고자 하였다.

### 2. 실험방법

사용된 Fe 분말은 입도 100~140 $\mu\text{m}$ 의 구형분말로서 0.8 wt%의 C를 함유하고 있었다. 표면 산화막 형성을 위한 열처리는 200 $^{\circ}\text{C}$ 와 400 $^{\circ}\text{C}$ 에서 각각 12시간 동안 대기 중에서 행하였으며, 환원 열처리는 600 $^{\circ}\text{C}$ 에서 1시간 동안  $\text{H}_2$  분위기에서 하였다. 각각의 분말에 대하여 산소분석을 행하였다. 각 분말은 승온속도 100 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ , 소결온도 1000 $^{\circ}\text{C}$ , 유지시간 5min, 소결압력 30 MPa의 조건으로 진공분위기( $3 \times 10^{-2}$  torr)에서 (주)스미토모석탄광업사 제조 방전플라즈마소결장치(SPS-515S)를 이용하여 소결하였다. 소결과정에서의 가압방향 변위의 변화와 소결체 밀도로부터 소결과정에서의 밀도 변화와 조밀화 속도 변화를 구하였다. SEM과 EPMA, XRD 등을 이용하여 미세조직과 상변화를 관찰, 분석하였다.

### 3. 결과

- (1) 출발원료분말의 산소함량은 EPMA 조사 결과, 200 $^{\circ}\text{C}$ 에서 산화처리한 분말은 3 wt% Oxygen, 400 $^{\circ}\text{C}$ 에서 12시간 동안 산화처리한 분말은 약 21wt% Oxygen 조성을 나타내었다.
- (2) 400 $^{\circ}\text{C}$ 에서 12시간 동안 산화처리한 분말은 승온 과정에서 가장 빠른 조밀화 속도를 나타내었으나, 소결온도에 도달한 후의 유지시간 동안에는 환원처리된 분말의 조밀화 속도가 가장 빨랐다.
- (3) 승온과정에서 모든 분말은 조밀화 속도 곡선상에 각각 2개씩의 maximum을 나타내었다.
- (4) 400 $^{\circ}\text{C}$ 에서 산화처리한 분말의 소결체는 약 97%의 밀도를 보였으며, 분말입자 표면의 산화물층을 뚜렷이 관찰할 수 있었다. 200 $^{\circ}\text{C}$ 에서 산화처리한 분말은 표면층의 산화피막이 분명하지 않았으며, 98%의 밀도를 보였다. 무처리 분말의 경우, 이와 유사한 소결밀도값과 미세조직을 나타내었다. 환원처리한 분말에서는 99.5%이상의 소결밀도를 얻었으며 분말입자간 계면을 관찰할 수 없을 정도로 완전히 치밀한 미세조직을 나타내었다.

### 참고문헌

- 1) 例えは、鶴田正雄 : 粉体工學誌(1993), 30, 790.
- 2) M. Ishiyama, Proc. of 1993 Powder Metallurgy World Congress, Kyoto, Japan, 931p (1993)
- 3) G. A. Weissler, Resistance Sintering with Alumina Dies, The Int'l. J. of Powder Metallurgy & Powder Technology, 17, 2 (1981) 107
- 4) R. D. Caliguri, R. T. Whalen and O. D. Sherby : Intl. J. Powder Metall. Powder Tech., 12(1976), 9.