

방전플라즈마 소결법에 의한 구형 Ti 분말의 소결거동

Sintering Behavior of Spherical Ti Powder by Spark Plasma Sintering Technique

울산대학교 첨단소재공학부/기계부품 및 소재특성평가연구센터
양석균* · 김환태 · 정순호 · 김지순 · 권영순

1. 서 론

방전플라즈마 소결(SPS : Spark Plasma Sintering) 공정은 흑연제 몰드에 장입한 분말압분체를 가압한 상태에서 직접 펄스전류를 통전하여 소결하는 방법이다. 따라서 종래의 hot pressing과 같은 외부 열원으로부터의 가열에 의한 소결법보다도 고속승온이 가능하며, 단시간에 소결이 진행되는 것이 특징이다. 그러나 SPS 공정에 있어서 온도제어는 흑연제 몰드에서 측정된 온도로서 이루어지기 때문에 실제 시편의 온도와는 차이가 있으며, 그 소결기구 또한 아직 명확하게 밝혀져 있지 않다. 특히 소결시에 분말입자들 사이에서 방전이 일어나기 때문에 종래의 소결법보다 저온에서 치밀화가 가능하다는 견해가 있으나, 금속분말의 소결에 있어서 방전현상을 직접적으로 확인하였다고 하는 보고는 없다. 분말간에 방전을 일으키기 위해서는 전기적인 절연파괴를 일으킬 필요가 있으며, 일반적으로 금속분말은 산화피막으로 둘러싸여 있기 때문에 통전시 절연파괴를 일으킬 가능성이 있다. 본 연구에서는 구형의 Ti 분말을 대상으로 소결시 흑연제 몰드와 시편의 온도차이를 조사하고 다양한 조건에서 소결된 시편의 조직관찰을 통하여, 구형 Ti 분말의 소결거동을 조사하였다.

2. 실험방법

본실험에 사용된 Ti 분말은 가스 분무법으로 제조된 63~106 μ m 크기의 구형분말(스미토모 Ti (주), 순도 99.7%)이며, 소결에는 최대출력 1500A \times 20V, 최대가압 5Tonf인 SPS장치(스미토모석탄광업)를 이용하였다. 소결시편은 Ti 분말을 내경 20mm \times 외경 50mm 크기의 흑연제 원통형 다이에 장입하여 소결온도 550~780 $^{\circ}$ C, 유지시간 0~30min, 소결압력 15~50MPa의 조건 하에서 제조하였다. 소결공정은 다이 표면에서 5mm 깊이로 삽입한 K형 열전대를 이용하여 측정된 온도로 제어하였다. 소결과정에서 다이와 시편 사이에서 발생하는 온도차를 파악하기 위하여 K형 열전대를 압분체의 중심부에 삽입하여 시편 온도를 직접 측정하는 실험 또한 실시하였다. 소결체의 파단면과 단면조직에 대한 관찰은 광학현미경과 주사전자현미경을 이용하였다.

3. 결과 및 고찰

통전 개시전 Ti 분말 압분체는 15~50MPa의 가압력하에서 이론밀도의 63~66% 정도였으며,

780℃에서 50MPa의 소결압력으로 5분간 소결한 시편의 상대밀도는 99.3%로 단시간에 치밀화가 가능하였다. 통전완료 후 얻어진 시편의 밀도는 유지시간과 소결압력에도 의존하지만 온도에 강하게 의존하였으며, 소결체의 밀도는 압력이 클수록 또한 소결온도가 높을수록 빠르게 증가하였다. 즉 가압력 50MPa하에서 소결온도에 도달하자마자 통전을 중단하여 소결을 완료한 시편의 상대밀도는 780℃에서는 98.5%이지만 550℃에서는 약 73%에 지나지 않았다.

소결온도 550℃에서는 소결 초기단계로서, 15MPa의 가압력하에서 0분간 소결한 경우 Ti분말 입자들의 접촉부에서 접합은 이루어지지 않고 분말의 접촉부가 소성변형된 형태만을 나타내었다. 그러나 유지시간과 소결압력이 증가할수록 분말의 표면에서는 확산에 의해 목이 형성된 부분이 증가하였음을 시사하는 연성파괴 흔적이 많이 관찰되었으며 시편은 분말들의 소성변형의 증가와 함께 치밀화가 진행된 것을 알 수 있었다.

한편, 시편의 온도는 다이 표면부에서 측정된 온도보다 높았으며 소결온도가 고온일수록 시편과 다이 표면부의 온도차이는 점차 증가하는 경향을 나타내었다. 다이 표면부의 온도를 780℃로 유지하였을 경우에 시편중심부는 약 990℃로서 그 온도차이는 110℃를 나타내었다.