

플라즈마 활성화 소결에 있어서 다이스의 온도분포에 미치는 몰드 크기의 영향

이길근 · 박익민*

부경대학교 공과대학 신소재공학부

*부산대학교 공과대학 재료공학부

Effect of Mold Dimensions on Temperature Distribution of Die during Plasma Activated Sintering

Gil-Geun Lee and IK-Min Park*

Division of Materials Science and Engineering, College of Engineering, Pukyong National University, San 100, Yongdang-dong, Nam-gu, Busan 608-739, Korea

**Division of Materials Science and Engineering, College of Engineering, Pusan National University, San 30, Changjung-dong, Kumjeung-gu, Busan 609-735, Korea*

(Received 22 July 2004 ; Accepted form 8 September 2004)

Abstract In the present study, the focus is on the analysis of the effect of the mold dimensions on the temperature distribution of a die during plasma activated sintering. The temperature distribution of a cylindrical mold with various dimensions was measured using K-type thermocouples. The temperature homogeneity of the die was studied based on the direction and dimensions of the die. A temperature gradient existed in the radial direction of the die during the plasma activated sintering. Also, the magnitude of the temperature gradient was increased with increasing sintering temperature. In the longitudinal direction, however, there was no temperature gradient. The temperature gradient of the die in the radial direction strongly depended on a ratio of die volume to punch area.

Key words : Plasma activated sintering, Mold dimensions, Temperature homogeneity

1. 서 론

플라즈마 활성화 소결법은 분말 성형체에 고압/고전류의 직류 펄스전류를 통전시켜, 국부적으로 분말입자 사이에 고 에너지(방전 플라즈마, 방전 충돌압력 등)를 발생시켜 분말입자 표면을 활성화시켜 소결을 촉진시키는 방법이다. 이 방법은 종래의 가압소결법, 열간 정수압 소결법, 상압 소결법 등에 비하여 저온, 저가압력으로 단시간에 치밀화를 이룰 수 있어, 복합 재료, 자성재료, 나노 구조재료 등의 다양한 기능성 재료 분말의 소결기술로서 새롭게 시도되고 있다¹⁾.

플라즈마 활성화 소결에 있어서 소결에 필요한 열에너지는 외부로부터 가해지는 전기에너지(전류)로부터 공급을 받으며, 이 전기에너지는 일반적으로 몰드의

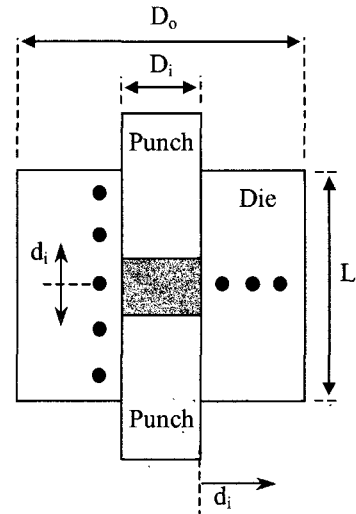
펀치부에 가해져서 성형체와 다이스(die)부를 통과하게 된다. 성형체와 다이스부를 통과하게 되는 전류는 주울효과(Joule effect)²⁾에 의해 성형체와 다이스부를 저항 가열하게 되고 저항 가열에 의해 발생한 열이 성형체의 치밀화에 사용되게 된다. 따라서 분말의 온도도, 입자크기, 입자형상 등의 분말특성이 성형체의 저항 가열에 영향을 미치게 된다³⁻⁵⁾. 또한 주울 효과는 분말의 특성뿐만 아니라 소결에 사용되어지는 몰드(펀치, 다이스)의 재질, 형상 등에도 의존하게 된다^{4,6)}. 이러한 성형체와 몰드부의 주울효과는 성형체의 온도 및 온도분포를 결정하게 되고, 성형체와 몰드부의 주울효과를 제어하여 소결중의 성형체의 온도분포를 균일하게 유지하는 것은 플라즈마 활성화 소결 공정을 이용한 기능성 소재의 실용화에 매우 중요하다.

그러나 플라즈마 활성화 소결은 종래의 다른 소결 방법에 비하여 소결시간이 상대적으로 짧아서, 짧은 소결시간에 크기가 큰 성형체의 온도분포를 균일하게 유지하는 것은 매우 어렵다^{1,7)}. 따라서 현재의 플라즈마 활성화 소결은 대부분 경험적으로 선정된 적당한 크기와 형상을 가지는 흑연(graphite) 몰드를 이용하여 외부에서 가해주는 전류의 세기를 조정하여 소결온도를 제어하고 있고, 소결온도의 제어 또한 성형체의 온도를 직접 제어하는 것이 아니라 다이스부의 온도를 측정하여 간접적으로 제어하고 있는 실정이다. 따라서 성형체의 온도 및 온도분포를 엄밀히 제어하기 위해서는 분말특성, 몰드재질 및 몰드 형상이 성형체의 온도분포에 미치는 영향뿐만 아니라 몰드부를 구성하는 펀치와 다이스의 상대적 크기가 성형체의 온도분포에 미치는 영향도 명확히 할 필요가 있다.

따라서 본 연구에서는 플라즈마 활성화 소결에 사용되어지는 몰드의 크기를 변화시켜 몰드의 상대적 크기에 따른 다이스부의 온도분포변화를 계측하여 성형체의 온도분포의 변화유무를 간접적으로 확인하고자 하였으며, 이러한 온도분포변화를 몰드의 상대적 크기 함수로서 현상학적으로 해석하여 플라즈마 활성화 소결에 필요한 몰드의 제작 방안을 도출하고자 하였다.

2. 실험방법

Table 1에 본 실험의 플라즈마 활성화 소결에 사용된 원주형 형상의 몰드의 펀치와 다이스의 치수를 나타내었다. 몰드는 직경 10~30 mm의 원판 형태의 성형체의 소결이 가능한 원주형으로 하였으며, 몰드의 재질은 일반적으로 많이 사용되고 있는 흑연



● : Temperature measuring hole
 d_i : Temperature measuring distance

Fig. 1. Schematic diagram of the mold for measuring temperature distribution in the die.

(graphite)을 사용하였다. 플라즈마 활성화 소결시의 다이스 내부의 온도분포를 측정하기 위하여, Fig. 1과 같이 직경 2 mm의 온도계측을 위한 열전대 삽입 구멍을 가공하였다. 다이스 반경방향으로는 다이스의 내부 표면으로부터 3 mm 간격으로 가공하였으며, 다이스 길이방향으로는 다이스 높이의 중심으로부터 10 mm 간격으로 가공하였다. 이때 다이스 반경방향의 온도계측 위치는 다이스 높이의 중심부분으로 일정하게 하였으며, 다이스 길이방향의 온도 계측 위치는 다이스 내부 표면으로부터 3 mm 떨어진 부분으로 일정하게 하였다. 또한 성형체의 재질로는 플라즈

Table 1. Dimensions of the cylindrical molds.

Mold	Die dimensions (10 ⁻³ m)			Punch dimensions (10 ⁻³ m)	
	Outer diameter (D _o)	Inner diameter (D _i)	Length (L)	Diameter (D)	Length (l)
I	50	12.5	50	12.5	30
II	50	22.5	50	22.5	30
III	50	30.5	50	30.5	30
IV	50	22.5	40	22.5	25
V	50	22.5	30	22.5	20
VI	35	12.5	40	12.5	25
VII	35	12.5	30	12.5	20

마 활성화 소결 과정에 있어서의 성형체의 영향(소결의 진행에 따른 주물 효과의 변화)을 제외시키기 위하여, 본 실험의 온도측정의 온도범위에서는 소결현상을 무시할 수 있는 탄소분말(carbon black, 평균 입경 약 $0.5 \mu\text{m}$)을 사용하였다. 일정 양의 탄소분말이 장입된 몰드를 플라즈마 활성화 소결기(DC8V, 4000A, 40kHz)의 상하 전극 사이에 장착한 후 $1 \times 10^{-3} \text{Torr}$ 의 진공 분위기에서 1000°C 까지 가열하면서 K-type의 열전대를 이용하여 다이스 내부의 각 부분의 온도를 측정하였다. 이때 몰드의 온도는 일반적으로 사용되고 있는 방법인 광온도계(pyrometer)를 이용하여 다이스 외부 표면의 온도를 측정하여 제어하였으며, 탄소분말 성형체의 가압력은 60MPa로 일정하게 하였다. 몰드의 가열 패턴은 상온에서 900°C 까지 $2^\circ\text{C}/\text{sec}$ 의 승온속도로 가열하여 900°C 에서 2분간 유지 후 냉각하는 것으로 하였으며, 승온과정에 있어서의 몰드의 온도 균일성을 위해 250°C , 500°C , 750°C 에서 각각 2분간 유지하였다. 다이스의 각 부분에서 측정된 온도로부터 몰드의 방향 및 편차와 다이스의 상대적 크기가 다이스 내부의 온도분포에 미치는 영향을 검토하였다.

3. 결과 및 고찰

Fig. 2에 몰드 I의 경우에 다이스 표면부의 온도가 500°C , 750°C , 900°C 일때 각각 측정된 다이스 내부의 온도를 다이스 내부표면으로부터의 거리의 함수(d)로 나타내었다. Fig. 1의 가로축의 원점은 다이스의 내부표면을 의미하고, 최우측 점들은 광온도계로 측정된 다이스 최외측 표면부의 온도를 의미한다. 다이스 내부 표면으로부터 다이스 반경방향으로 온도 측정 거리가 증가함에 따라 온도가 감소하는 경향을 나타내고 있다. 이것은 플라즈마 활성화 소결 중에 다이스 내부에 반경방향으로 온도구배가 존재하며, 그 온도구배는 다이스 외부 표면으로부터 다이스의 중심 방향으로 향함에 따라 다이스 내부의 온도가 증가하는 형태를 가짐을 의미한다. 이러한 다이스 반경방향의 온도구배는 다이스 중심부, 즉 성형체 부분이 플라즈마 활성화 소결 중에 온도가 가장 높음을 나타낸다. 가압 소결 혹은 열간 정수압 소결과 같은 간접가열방식은 일반적으로 발열체와 거리가 가까운 몰드의 외측 부분이 가장 빨리 가열되고 성형체 부

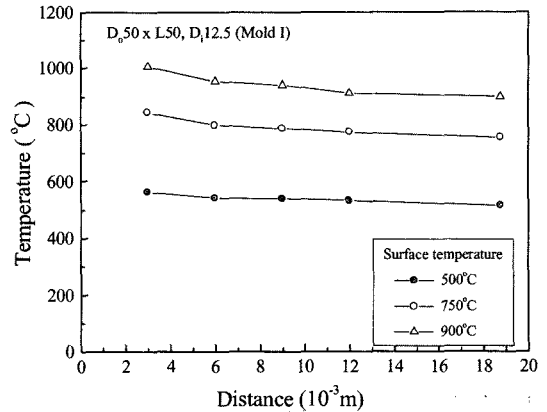


Fig. 2. Changes in the temperature of the die with distance in the radial direction of the die for various surface temperatures for mold I.

분이 가장 늦게 가열되는 경향을 나타낸다. 그러나 플라즈마 활성화 소결의 경우에는 외부 전류에 의한 직접 가열방식을 채택하므로 상부 편차와 하부 편차를 통한 동전(通電)에 의한 성형체 부분의 저항가열이 우선적으로 일어나서 다이스의 중심부에 가까울수록 온도가 높은 온도구배를 나타낸 것으로 판단된다. 또한 이러한 다이스 내부의 온도구배는 Fig. 2에서 알 수 있는 바와 같이 제어된 다이스 표면부의 온도(몰드의 온도제어 온도)가 증가할수록 증가하는 경향을 나타내고 있다. 다이스 표면부의 온도가 증가하는 것은 몰드의 온도 즉 소결온도가 증가함을 의미한다. 따라서 플라즈마 활성화 소결에 있어서 소결온도가 증가할수록 다이스 반경방향의 온도구배는 증가할 것으로 판단된다.

Fig. 3에 몰드 I의 경우에 다이스 표면부의 온도가 500°C , 750°C , 900°C 일때 각각 측정된 다이스 내부의 온도를 다이스 길이 방향의 함수로 나타내었다. Fig. 3에서 가로축의 0점은 다이스 높이의 중심을 의미하고, 양(+) 방향은 다이스 높이 중심으로부터 위쪽부분을 음(-) 방향은 다이스 높이 중심으로부터 아래쪽부분을 의미한다. 다이스 내부 표면으로부터의 온도 측정 거리는 3 mm로 일정하게 하였다. 동일한 다이스 표면부 온도(몰드온도 제어온도)에서 다이스 길이방향으로의 거리에 따라 측정 온도는 큰 차이가 없으며, 이러한 길이 방향의 거리에 따른 측정 온도의 변화는 다이스 표면부 온도의 변화에 크게 의

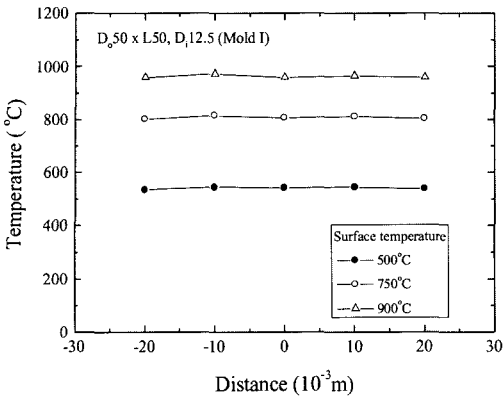


Fig. 3. Changes in the temperature of the die with distance in the longitudinal direction of the die for various surface temperature for mold I.

존하지 않는 경향을 나타내고 있다. 이것은 플라즈마 활성 소결시에 몰드의 길이 방향으로는 다이스 내부에 큰 온도구배가 존재하지 않음을 의미한다. 플라즈마 활성 소결에 있어서의 이상과 같은 몰드의 반경방향과 길이방향의 온도구배는 전술한 몰드 I에서 뿐만 아니라 본 실험에서 사용한 모든 몰드에서 같은 양상으로 관찰되었다.

한편 플라즈마 활성 소결에 사용되는 성형체와 다이스의 상대적 부피차이가 매우 크므로, 플라즈마 활성 소결시 분말 성형체의 온도구배는 분말 성형체 내부의 저항가열 현상 뿐만 아니라 성형체를 둘러싸고 있는 다이스의 온도구배에도 크게 의존할 것으로 생각된다. 즉 다이스의 온도분포가 균일한 경우가 다이스의 온도분포가 불균일한 경우보다 성형체의 온도분포가 균일할 것으로 생각된다. 따라서 플라즈마 활성 소결시 원판형 성형체 내부에 온도구배가 존재할 가능성이 크며, 그 온도구배는 성형체의 길이방향보다 반경방향이 더 클 것으로 간접적으로 유추된다. 또한 이러한 성형체 내부의 온도구배를 감소시키기 위해서는 사용되는 다이스 내부의 반경방향의 온도구배를 감소시키는 것이 우선적으로 필요할 것으로 판단된다.

그러나 Fig. 2에서 측정된 다이스 반경방향의 온도구배는 플라즈마 활성 소결시 몰드의 펀치부(펀치 및 상부와 하부 펀치 사이의 성형체)에서 우선적으로 저항 가열됨으로서 관찰되어지는 것으로, 이러한 우선 가열에 의한 다이스 내부의 온도구배의 기울기는 다

이스 내부표면과 다이스 외부표면의 온도가 일정하더라도 다이스 두께가 증가할수록 감소하게 된다. 따라서 Table 1과 같이 펀치의 직경과 다이스의 내경/외경 및 다이스의 길이가 각각 다른 몰드에서 다이스 반경방향의 온도구배의 기울기를 상호 비교하기 위해서는 다이스 두께의 영향을 상쇄시킬 필요가 있다. 본 연구에서는 이러한 다이스 두께의 영향을 상쇄시키기 위하여, 다이스 반경방향의 비거리(specific distance) 개념을 도입하였다. 비거리는 다이스 내부 표면으로부터 온도 측정점까지의 거리를 다이스 두께로 나눈 것으로, 비거리가 같다는 것은 다이스 두께에 대한 상대적 온도측정 거리가 같다는 것을 의미한다. 따라서 다이스 내부의 온도분포를 비거리의 함수로 나타내어 온도분포의 기울기를 산출하여 그 기울기를 비교하면, 크기가 각각 다른 몰드의 다이스 내부의 온도분포를 다이스의 두께를 무시하고 상호 비교할 수 있을 것으로 판단된다. 한편 Fig. 2에서 펀치부분이 우선적으로 가열되므로 몰드의 치수 함수가 다이스의 온도분포에 미치는 영향을 알아보기 위해서는 펀치의 치수를 기준으로 하여 몰드의 치수 함수를 상호 비교하는 것이 의미가 있을 것으로 판단된다. Fig. 4에 몰드 III의 경우에 다이스 외부 표면부의 온도가 500°C일때 측정된 다이스 내부의 온도를 비거리의 함수로 나타내고, 온도분포 기울기의 절대 값을 구한 예를 나타내었다. 온도 기울기의 절대 값은 최소자승법으로 산출하였다.

Fig. 5에 각각의 몰드에서 다이스 외부 표면의 온도가 500°C, 750°C, 900°C일때 산출된 다이스 내부의 반경방향의 온도분포 기울기를 다이스 길이와 펀

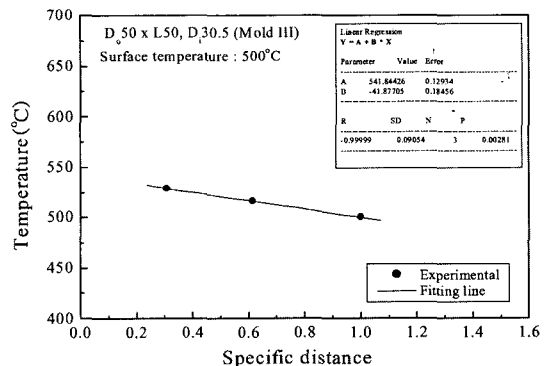


Fig. 4. Determination of temperature gradient of the die in the radial direction of the die.

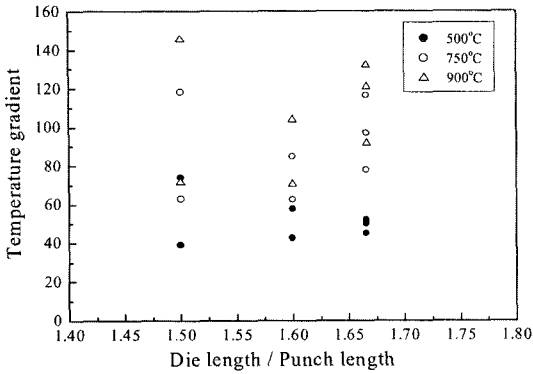


Fig. 5. Changes in the temperature gradient of the die with ratio of die length to punch length for various surface temperatures.

치 길이의 비의 함수로 나타내었다. 다이스 반경방향의 온도분포 기울기는 다이스 길이와 펀치 길이의 비에는 무관한 경향을 나타내었다.

Fig. 6에 각각의 몰드에서 산출된 다이스 내부의 반경방향의 온도분포 기울기를 다이스 외부 표면적과 다이스 내부 표면적의 비의 함수로 나타내었다. 다이스 내부 표면적은 펀치와 다이스 간의 접촉 면적을 간접적으로 나타낸다. 다이스 반경방향의 온도분포 기울기는 다이스 외부 표면적과 다이스 외부 표면적의 비에는 무관한 경향을 나타내었다. 따라서 플라즈마 활성화 소결에 있어서 다이스와 펀치의 상대적 길이 및 다이스 외부와 내부의 상대적 표면적은 다이스 내부의 온도분포에는 크게 영향을 미치지 않음

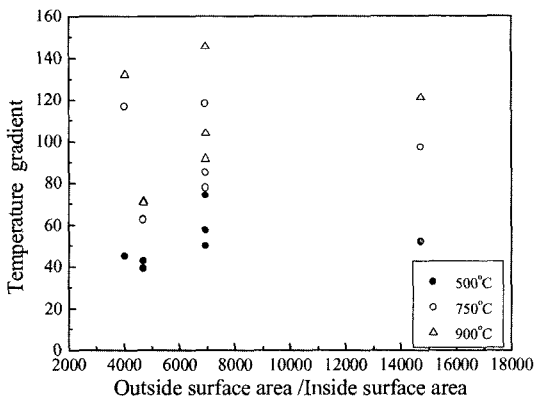


Fig. 6. Changes in the temperature gradient of the die with ratio of outside surface area to inside surface area of die for various surface temperatures.

을 알 수 있었다.

Fig. 7에 각각의 몰드에서 다이스 외부 표면의 온도가 500°C, 750°C, 900°C일 때 산출된 다이스 내부의 반경방향의 온도분포 기울기를 다이스 체적과 펀치 단면적의 비의 함수로 나타내었다. 온도분포 기울기는 다이스 체적과 펀치 단면적의 비가 증가함에 따라 감소하여 다이스 체적과 펀치 단면적의 비가 약 $250 \times 10^{-3} \text{ m}$ 부근에서 최소치를 나타낸 후 다시 증가하는 경향을 나타내고 있다. 따라서 플라즈마 활성화 소결시 다이스 내부의 온도 균일성을 유지하기 위해서는 다이스 체적과 펀치 단면적의 비가 적당한 크기를 가진 몰드를 사용하여야 함을 알 수 있다. 한편 Fig. 2에서 다이스의 내부 표면 부분이 다이스의 외부 표면 부분보다 높은 온도를 나타내었으므로, 다이스 부분의 열의 흐름은 다이스 내부 표면부에서 다이스 외부 표면부 쪽으로 발생할 것으로 예측된다. 다이스의 온도분포는 고온(고열원)을 가진 부분과 저온(저열원)을 가진 부분의 상대적 크기에 의존할 것으로 생각된다. 따라서 Fig. 7과 같이 몰드에서 고온(고열원)부로 판단되는 다이스 내부 직경부분(펀치부분)에 대한 주위 다이스의 상대적 크기가 다이스의 반경방향의 온도구배에 영향을 미친 것으로 판단된다. 다이스 체적과 펀치 단면적의 비가 $250 \times 10^{-3} \text{ m}$ 이하인 영역에서 다이스 체적과 펀치 단면적의 비가 감소함에 따라 온도 기울기가 증가하는 것은 고온(고열원)부에 비하여 고온부 주위를 둘러싸고 있는 저온(저열원)부의 체적이 너무 작아서 다이스의 외부 표면을 통한 대기 중으로의 방열량이 너무 많기 때문

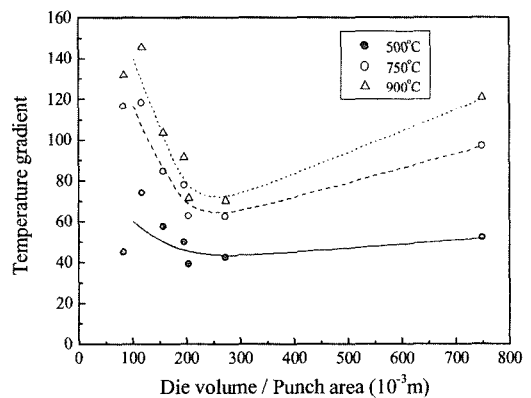


Fig. 7. Changes in the temperature gradient of the die with ratio of die volume to punch area for various surface temperatures.

으로 판단된다. 또한 다이스 체적과 펀치 단면적의 비가 $250 \times 10^{-3} \text{m}$ 이상인 영역에서 다이스 체적과 펀치 단면적의 비가 증가함에 따라 온도 기울기가 증가하는 것은 고온(고열원)부에 비하여 저온(저열원)부가 상대적으로 너무 커서 고온부에서 방출되는 열량으로는 저온부 전체의 온도 균일성을 유지하기가 어려운 때문으로 판단된다. Fig. 7에서 온도분포 기울기의 절대값이 큰 값을 가지는 몰드의 경우에는 플라즈마 활성화 소결시 몰드가 국부적으로 우선 가열되는 현상을 관찰할 수 있었으며, 온도분포 기울기가 최소를 나타내는 몰드의 경우에는 플라즈마 활성화 소결시 몰드 전체가 균일하게 가열되는 것을 관찰할 수 있었다. 이와 같이 플라즈마 활성화 소결에 사용되는 몰드의 치수를 결정하는 경우에는 소결 중의 성형체의 온도분포를 가능한 균일하게 유지하기 위해, 통전에 의해 발생하는 열량과 다이스 주위로의 방열량 및 다이스의 축열량 등이 상호 균형을 이룰 수 있도록 펀치와 다이스의 상대적 치수를 고려하여야 함을 알았다.

4. 결 론

플라즈마 활성화 소결에 있어서 몰드의 크기가 다이스 내부의 온도분포에 미치는 영향을 검토하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

1) 플라즈마 활성화 소결시 다이스의 반경방향으로 온도구배가 존재하였으며, 다이스의 길이방향으로는 큰 온도구배가 존재하지 않고 비교적 균일한 온도분포를 나타내었다.

2) 다이스 반경방향의 온도구배는 다이스의 외부 표면에서 다이스의 중심으로 향할수록 온도가 높아

지는 형태를 가졌으며, 이 온도구배는 소결온도가 증가할수록 증가하는 경향을 나타내었다

3) 플라즈마 활성화 소결시 다이스의 반경방향의 온도구배는 몰드의 치수 함수 중에서 다이스 체적과 펀치 단면적의 비에 크게 의존하는 경향을 나타내었다.

감사의 글

본 연구는 과학기술부의 “나노핵심기반기술개발사업”의 연구비 지원으로 수행되었습니다.

참고문헌

1. ASM International Handbook Committee : *ASM Handbook Vol.7 Powder Metal Technologies and Application*, ASM International, New York (1998) 583.
2. K. Uemura and I. Nishida : *Thermoelectric Semiconductor and its Application*, Nikkankogyo Shinbunsha, Tokyo (1985) 16.
3. C. G. Shin, H. T. Kim, J. S. Kim and Y. S. Kwon : *Proceeding of 2003 International Symposium on Advanced Powder Metallurgy*, Korean Powder Metallurgy Institute, Seoul (2003) 119.
4. K. Matsugi, G. Sasaki and O. Yanagisawa : J. of the Japan Society of Powder and Powder Metallurgy, **50** (2003) 238.
5. K. Matsugi and O. Yanagisawa : J. of the Japan Institute of Metals, **59** (1995) 740.
6. K. Kobayashi, A. Matsumoto, T. Nishio, K. Ozaki and A. Sugiyama : J. of the Japan Society of Powder and Powder Metallurgy, **48** (2003) 546.
7. S. Kihara, H. Ishida and S. Morioka : J. of the Japan Society of Powder and Powder Metallurgy, **49** (2002) 503.