

## 산화처리된 구형 Fe 분말 성형체의 방전플라즈마 소결거동에 관한 연구

### Densification Behavior of the Oxidation-treated Spherical Fe-powder Compact during Spark-Plasma Sintering Process.

김윤희, 김지순, 권영순  
울산대학교 재료금속공학부

#### 1. 서론

방전플라즈마소결(Spark-Plasma Sintering)은 직류펄스전류에 의한 통전가압소결법의 일종이다. 이 방법은 분말입자 및 die mold의 자체저항 발열 뿐 아니라 분말간 접촉부에서 발생하는 방전에 의해 표면 산화피막 등 오염층이 제거되고, 인가 전장에 의해 원자 또는 이온의 이동이 촉진되며, 가압에 의한 고온소성변형 효과 등이 복합적으로 작용하여 기존의 Hot Press나 HIP과 같은 고온가압소결법에 비해 저온에서의 단시간 소결이 가능한 것으로 알려져 있다.

본 연구에서는 구형의 Fe 분말을 이용하여 표면 산화처리한 분말, 환원처리한 분말, 무처리 분말 등에 대해 SPS를 실행하여 조밀화 거동을 조사하여 위의 효과를 확인하고자 하였다.

#### 2. 실험방법

Fe 분말은 입도 100~140 $\mu\text{m}$ 의 구형분말이었으며, 표면 산화막 형성을 위하여 200 $^{\circ}\text{C}$ 와 400 $^{\circ}\text{C}$ 에서 각각 12시간 동안 대기 중에서 열처리하였다. 환원 열처리는 600 $^{\circ}\text{C}$ 에서 1시간 동안  $\text{H}_2$  분위기에서 하였다. 각각의 분말은 EPMA를 이용해 Fe와 Oxygen에 대해 정량분석을 행하였다. 소결은 승온속도 100 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ , 소결온도 1000 $^{\circ}\text{C}$ , 유지시간 5min, 소결압력 30MPa의 조건으로 진공분위기( $3 \times 10^{-2}$  torr)에서 (주)스미토모석탄공업사 제조 방전플라즈마소결장치(SPS-515S)를 이용하여 행하였다. 비교를 위해 Hot Press법을 이용하여 같은 조건으로 소결체를 제조하였다. 소결과정에서의 가압방향 변위를 실시간으로 측정하고 소결체 밀도를 측정하여 소결과정에서의 밀도 변화와 조밀화 속도 변화를 구하였다. 소결체는 SEM과 EPMA, XRD 등을 이용하여 미세조직과 상 변화를 관찰, 분석하였다.

#### 3. 결과

(1) 200 $^{\circ}\text{C}$ 와 400 $^{\circ}\text{C}$ 에서 산화처리된 분말 표면의 산소함량은 EPMA에 의한 정량분석 결과, 각각 3wt%와 21wt%이었다.

(2) 승온과정에서 모든 분말은 조밀화 속도 곡선상에서 각각 600 $^{\circ}\text{C}$ 와 900 $^{\circ}\text{C}$ 에서 최대값을 나타내었다. 이는 소결 초기에는 방전 효과에 의해 목(neck) 형성이 촉진되고, 소결 후기에는 고온변형에 의한 조밀화가 일어나기 때문으로 판단된다.

\* 본 연구는 한국과학재단 지정 울산대학교 지역협력연구센터 “기계부품 및 소재 특성 평가연구센터”의 지원으로 수행되었으며, 이에 감사드립니다.