

방전플라즈마 소결에 의한 316L 스테인레스강 다공체 재료 제조에 관한 연구

권영순 · 김성기 · 김현식 · 김환태 · 최성일 · 석명진*

울산대학교 지역협력연구센터, 첨단소재 공학부

*삼척대학교 재료금속공학과

On the Fabrication of Porous 316L Stainless Steel by Spark Plasma Sintering

Young-Soon Kwon, Sung-Gi Kim, Hyun-Sik Kim, Hwan-Tae Kim, Sung-Il Choi and Myung-Jin Suk*

Regional Research Center(RRC)/ReMM, School of Materials Eng., Univ. of Ulsan, Ulsan, Korea

*Dept. Materials and Metallurgical Engineering, Samchok National University, Samchok, Korea

(Received 1 February 2002 ; Accepted form 9 February 2002)

Abstract SPS(Spark Plasma Sintering) is known to be an excellent sintering method for porous materials. In the present work an attempt has been made of fabricating porous 316L Stainless steel with good mechanical properties by using controlled SPS process. Porosity was 21%~53% at sintering temperature of 600°C~1000°C. The limit of porosity with available mechanical strength was 30% at given experimental conditions. Porosity can be controlled by manipulating the initial height of the compact by means of the supporter and punch length. The applied pressure can be exerted entirely upon the supporter, giving no influence on the specimen. The specimen is then able to be sintered pressurelessly. In this case porosity could be controlled from 38 to 45% with good mechanical strength at sintering temperature of 900°C. As the holding time increased, neck between the particles grew progressively, but shrinkage of the specimen did not occur, implying that the porosity remained constant during the whole sintering process.

Keywords : Spark Plasma Sintering, Porous stainless steel, controlled porosity

1. 서 론

재료의 내부에 인위적으로 기공을 함유시킨 다공 재료(porous materials)는 매우 광범위한 응용분야를 가지고 있다. 필터를 위시하여 베어링, 촉매재료, 연료전지용 전극재료, 생체재료등 여러 분야에 산재해 있으며, 그 범위가 점점 확대되고 있다.^{1,2)}

다공성 금속재료중 금속필터는 고온강도, 열충격 저항성등이 우수하며, 큰 응력과 진동을 받는 부분에 이용된다. 이러한 금속계 필터는 청동분말과 스테인레스강이 많이 사용되며, 사용 분위기와 온도에 따라 재질이 선택되어진다.³⁾

다공성 재료의 제조방법 역시 매우 다양하며,^{4,5)} 필터의 제조방법 중 중력소결(무압력소결)의 경우 일

반 소결에 비해 상대적으로 낮은 기계적 강도, 복잡한 형태의 부품형상화가 힘든 단점을 지나 통기도의 등방성, 첨가물에 의한 오염이 없으며, 기공 구조의 제어가 용이하다. 또한 무기압 소결에 의한 필터 제조시 같은 크기의 분말을 사용할 경우 통기도의 제어뿐만 아니라 기공도, 기공의 구조 및 크기등 필터의 특성을 매우 용이하게 제어 할 수 있다. 더욱이 최근에 소개된 PECS(Pulsed Electric Current Sintering)는 새로이 개발된 소결법으로 SPS(Spark Plasma Sintering: 방전플라즈마 소결)라고도 불리우는데, 전통적인 소결법에 비해 가장 두드러진 특징은 가압하에서 매우 짧은 시간에 소결이 이루어진다는 것이다. 또한 시편 전체에 걸쳐 급격한 가열이 이루어지므로 균일한 소결조직을 얻을 수 있다. 따라서 방전플라즈마 소결은

소결재료를 제조하는데 매우 효율적인 방법으로 대두되고 있다. 특히 경사 기능재료(FGM: Functionally Gradient Material)의 제조에도 탁월한 방법이다.⁶⁾

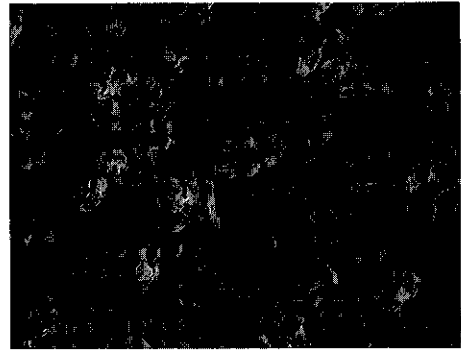
방전플라즈마 소결법에서 방전플라즈마 발생으로 인하여 생기는 여러 작용중^{7,8)} 1) 분말 접촉부에서의 방전 발생에 의한 표면 산화피막의 파괴와 입자 표면의 수증기 및 흡착된 오염층의 제거(표면 청정화 작용), 2) 분말/표면 산화 피막 계면에서의 금속 부분의 용융 및 기화에 의한 표면 산화 피막의 파괴 및 넥(neck) 형성, 3) 넥 부위에서의 전류와 Joule열의 집중으로 인한 넥 성장의 촉진등이 있으며, 이와 같은 현상들로 인해 기존의 소결법과 비교할 때 분말 표면층에서의 급속한 승온과 빠른 넥 형성 및 소결 후 급속 냉각이 가능하여 저온, 단시간에 소결이 완료되는 것이 방전 플라즈마 소결법의 특징이다.

방전플라즈마 소결은 다공체 제조를 위한 매우 적절한 방법으로 알려지고 있는데 이는 온도와 가압시의 압력, 펄스 전류등을 조절함으로써 다공체의 제조가 가능할 뿐만 아니라 언급한 바와 같이 급속 가열로 인한 짧은 소결시간과 전통적인 소결법보다 소결 온도를 낮출 수 있는 장점을 지니고 있으며, 넥 부위의 방전효과로 보다 강한 넥의 생성이 가능하기 때문이다.

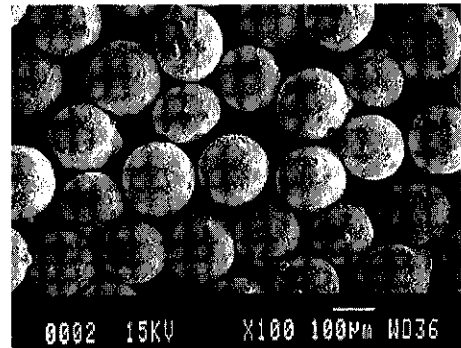
본 연구에서는 다공성 재료에 있어 기존의 소결방법의 단점인 기계적 강도의 보강과 더불어 기공도를 제어할 수 있는 방전플라즈마 소결 방법을 이용하여 스테레스강 분말을 진공분위기에서 15 MPa의 압력으로 단시간에 소결하여 다공체를 제조하였으며, 이렇게 제조된 다공성재료에 대해 사용된 분말과 소결조건에 따른 넥의 형상, 기공도의 제어와 기계적 성질을 조사하였다. 지지대(supporter)를 이용하여 소결체의 최종길이를 제어함으로써 동일 소결 조건에서 기공도를 제어하고자 하였으며, 이렇게 제조된 다공체의 neck 형상과 기계적 강도를 조사하였다. 또한 구형의 청동 분말을 이용하여 언급한 여러 조건으로 소결 처리하여 넥의 형상과 성장등을 관찰하였다.

2. 실험 방법

본 실험에서 사용된 원료 분말은 수분사(water atomization)에 의해 제조된 불규칙 형상의 316L 스테레스강 분말(일본 고순도화학제품: -200+250 mesh, 0.013%C, 0.75%Si, 0.17%Mn, 12.53%Ni, 16.58%Cr, 2.02%Mo)과 구형의 청동분말(일본 Fukuda 금속제품: -80mesh + 100mesh, Cu-10wt%Sn)이며 그림 1에 이들의 형상을 나타내었다. 소결은 방전플라즈마 소결장치(Model SPS-515S, (주)이즈미테크)를 이용하여 최저의 소결압력(실험에 이용한 SPS 장치의 최저 소결압력, 15 MPa), 승온속도 100 K/min, 600~1000°C의 소결 온도에서 진공분위기(3×10^{-2} torr)하에서 행해졌다. 이때 사용한 mold는 내경 10φ의 흑연 mold를 사용하였고, 소결시 다이, 펀치와 시료의 분리를 위해 이형제로 BN spray를 사용하였으며, 온도 측정은 R-type 열전대를 이용하였다. 변위측정, 승온 및 냉각속도, 유지시간은 제어부에 의해서 자동적으로 측정되었다.



(a)



(b)

Fig. 1. Morphologies of raw powder materials (a) 316 L Stainless Steel(-200 + 250 mesh) powder and (b) Bronze(-80 + 100 mesh) powder.

테레스강 분말(일본 고순도화학제품: -200+250 mesh, 0.013%C, 0.75%Si, 0.17%Mn, 12.53%Ni, 16.58%Cr, 2.02%Mo)과 구형의 청동분말(일본 Fukuda 금속제품: -80mesh + 100mesh, Cu-10wt%Sn)이며 그림 1에 이들의 형상을 나타내었다. 소결은 방전플라즈마 소결장치(Model SPS-515S, (주)이즈미테크)를 이용하여 최저의 소결압력(실험에 이용한 SPS 장치의 최저 소결압력, 15 MPa), 승온속도 100 K/min, 600~1000°C의 소결 온도에서 진공분위기(3×10^{-2} torr)하에서 행해졌다. 이때 사용한 mold는 내경 10φ의 흑연 mold를 사용하였고, 소결시 다이, 펀치와 시료의 분리를 위해 이형제로 BN spray를 사용하였으며, 온도 측정은 R-type 열전대를 이용하였다. 변위측정, 승온 및 냉각속도, 유지시간은 제어부에 의해서 자동적으로 측정되었다.

다공성 재료의 기계적 강도의 보강과 기공도를 제어하기 위한 장치로 그림 2와 같이 지지대를 사용하

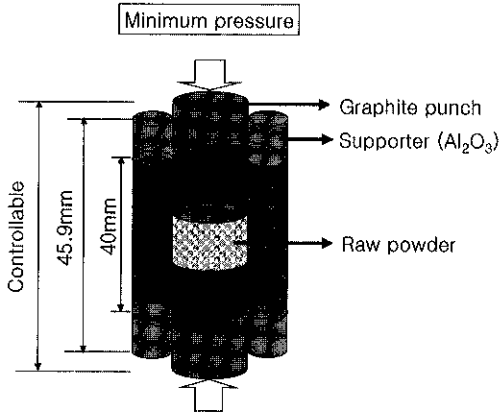


Fig. 2. Schematic illustration of graphite die and punch including supporters.

여 소결체의 수축을 제어하였다. 지지대는 Al_2O_3 붕을 이용하였으며, 이는 방전플라즈마 소결시 소결체와 상하 흑연전극간의 접촉면 유지할 뿐 소결 입력을 거의 배제시켜 요구하는 기공도를 갖는 다공재료를 제조하기 위함이다. 즉, 앞서 서술한 방전플라즈마 소결법은 소결이 촉진되는 방법이므로 스텐레스강 소결체의 경우 기계적 강도를 보유할 수 있는 적절한 소결 온도에서 최대 기공도가 20% 이하였으며, 따라서 적절한 기계적 강도와 보다 높은 기공도(30~50%)를 갖는 소결체의 제조는 불가능하였다. 이에 동일 소결조건에서 소결체의 최종 기공도를 펀치 길이 및 지지봉 길이로 제어함으로써 보다 큰 기공도를 갖는 다공체를 제조하고자 하였다.

제조된 소결체는 SEM을 통하여 파단면의 목(neck)을 관찰하였으며, 소결후 기공도는 아르키메데스 방법에 의해서 측정하였다. 기공의 크기는 소결체에 수지를 함침시켜 절단 및 연마시 기공의 함몰을 방지하였으며, 광학현미경(Image Analyzer 부착)을 이용하여 측정하였다. 또한 다공체의 기계적 성질은 다공체 크기와 기계적 강도의 제한 때문에 자체 제작한 미소 인장 시험기에 시편의 크기는 $1.5\text{ mm} \times 1.5\text{ mm} \times 20\text{ mm}$ 시편을 아크릴에 부착시켜 측정하였으며 인장속도(cross head speed)는 1 mm/min 이었다.

3. 결과 및 고찰

불규칙 형상의 Stainless steel 원료 분말(-200

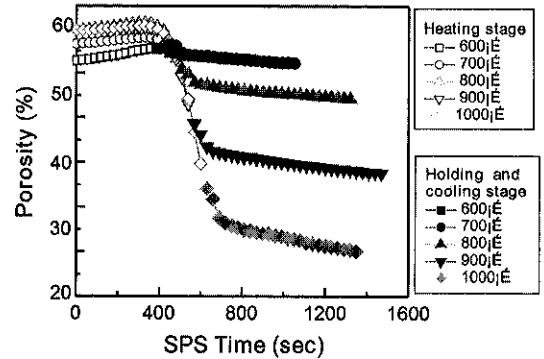


Fig. 3. Change of the porosity on SPS processing time and sintering temperature.

mesh)을 체가름을 통하여 -200 + 250 mesh로 분급하였으며 이를 이용하여 봉상(직경: 10 mm)의 소결체를 앞서 서술한 조건으로 제조하였다. 그림 3은 체가름된(-200 + 250 mesh) 분말성형체의 소결온도 및 소결 진행에 따른 기공도의 변화곡선으로서 X축은 SPS 전공정(승온, 유지, 냉각)의 시간을 나타내었으며 소결온도에서 유지시간은 모든 소결조건에서 동일하며 1분간 유지하였다. 소결체의 소결온도가 증가함에 따라 기공도는 감소하였다. 즉 600°C와 700°C에서는 각각 약 54%와 51%정도이며 1000°C에서는 22%로 감소함을 알 수 있었다. 고온에서 촉진된 소결은 입자간의 물질이동인 소성유동과 입자간의 미소 방전에 의한 열확산 및 Joule열에 의해 열적 활성화가 크게 진행된 결과, 목(neck) 부위의 확대와 이에 따른 입자들 사이의 기공면적이 감소함으로써 일어났으며, 따라서 전체적인 기공도는 소결체의 소결온도가 증가하면 현저히 감소하는 경향을 보였다. 방전플라즈마 소결에서 소결온도에 도달하기 이전에는 분말입자들의 소결을 촉진하는 소성변형과 확산에 기여하는 활성화에너지가 매우 작기 때문에 소결 초기에는 흑연 다이 및 펀치의 열적인 팽창에 의해 미소부피증가로 기공도가 감소하지 않고 유지하거나 조금 증가함을 관찰할 수 있었다. 즉, 소결온도가 600°C에서부터(그림 3에서 360 sec 이후) 방전플라즈마의 효과와 소성변형에 의한 영향이 점차로 나타나기 시작하여 800°C이상의 소결 온도에서는 또한 다이에서의 전기 저항이 매우 크게 발생함으로써 흑연 다이 가열에 의한 성형체의 분말입자 활성화가 일어나며, 동시에 방전에 의한 국부적인 열확산 및 전계

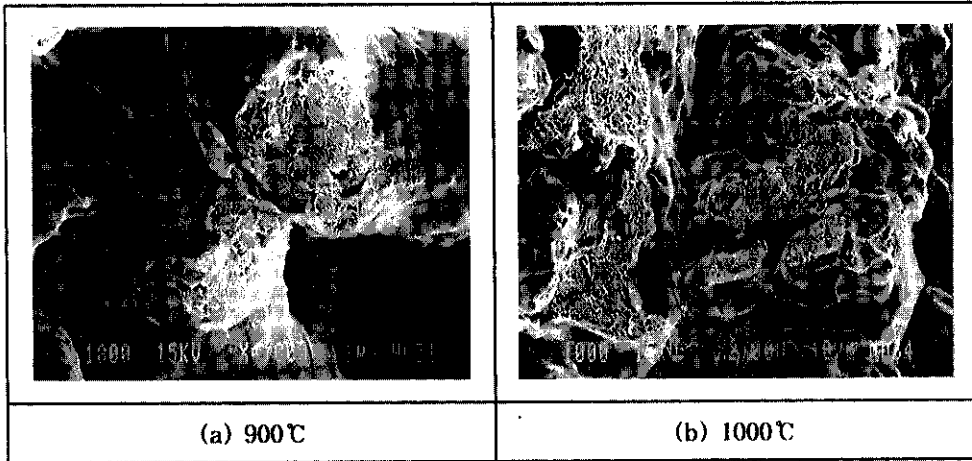


Fig. 4. Morphologies of fracture surface of sintered stainless steel powder compacts.

에 의한 이온확산이 원활하게 진행됨으로써 분말입자들의 재배열과 배위수의 증가로 접촉면적 또한 증가하여 입자간의 견고한 결합이 진행되고 기공도의 감소가 일어났다고 생각된다.

그림 4는 소결체의 파단면으로서, 900°C, 1000°C의 소결체(적절한 기계적 강도를 보유하는)에서는 그림 4에 나타난 바와 같이 분말입자들의 방전효과, 소성 유동 및 활발한 표면확산으로 분말 입자들 사이에서 목 면적이 증가 되었으며, 이러한 견고한 상호 입자들의 목(neck) 형성으로 연성파괴(ductile fracture) 양상을 보여주고 있었다. 또한 대체적으로 소결온도가 증가함에 따라 불규칙 형태의 stainless steel 분말을 사용한 다공체 제조시에는 일반적으로 기공의 형태는 점점 구형화가 이루어진다고 알려져 있다. 이와 같이 방전플라즈마 소결에서도 광학현미경의 관찰에서 짧은 시간에 소결이 완료된다고는 하지만 소결온도가 고온으로 갈수록 기공이 구형화 되는 경향은 기존의 소결 방법과 거의 유사함을 알 수 있었다.

지지대를 이용하여 동일한 소결조건(온도 900°C, 승온속도 100 K/min, 유지시간 1 min)에서 최저 소결압(15 MPa)을 인가한 경우, 소결온도 700°C 및 800°C에서 제조된 소결체와 비슷한 기공도를 가지지만 기공제어에 의한 소결 거동을 관찰하고자 언급한 그림 2와 같은 다이 set를 이용하였다. 이때 지지대를 포함한 제어 가능한 다이 set 길이는 45.9 mm이었으며, 600~900°C의 온도범위에서 소결을 행하였다.

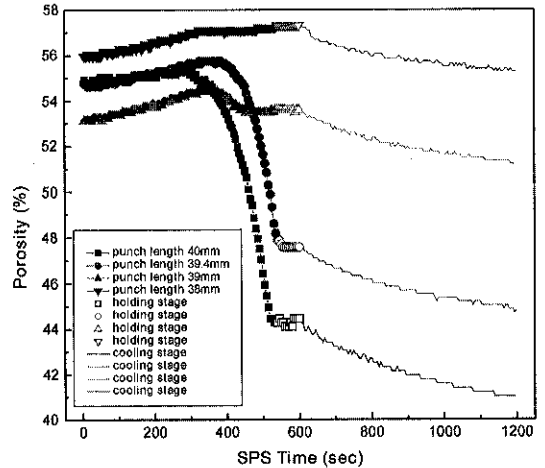


Fig. 5. Change of porosity on the punch length of die set(Supporter length including die is 45.9 mm respectively).

그림 5는 스테인레스강(-200 + 250 mesh) 성형체를 지지대를 사용하여 900°C에서 1분간 소결한후 냉각했을 때 사용한 흑연펀치 길이에 따른 기공도의 변화곡선이며 소결압(15 MPa)과 지지대 길이는 동일하였다. 최종 소결체의 기공도는 흑연펀치 길이가 감소함에 따라 약 3~4%정도 균일한 증가를 볼 수 있었으며, 동일한(최소압력 15 MPa) 소결압을 적용할 때 상이한 펀치 길이에 따라 나타나는 초기 성형체의 밀도는 약 ±2% 정도 상이하였다. 이는 흑연펀치 길이가 다를 경우, 소결시 인가되는 압력에 따른 성형체

의 수축률의 차이로 생각된다. 그림 5에 나타난 바와 같이 소결초기의 소결현상은 언급한 바와 같이 성형체 및 펀치의 열팽창에 기인된 증가한 현상을 보여주고 있으며, 즉 승온단계(600~700°C, working time 420 sec 이내)에서는 초기의 기공도를 유지하거나 약간 증가 현상을 보여주고 있다.

펀치길이가 39 mm와 38 mm인 경우, 600°C까지는 앞서 서술한 것과 같은 현상으로 소성변형과 확산에 기여하는 활성화에너지가 낮아서 펀치와 분말간의 열적 팽창으로 기공도가 미소하지만 소결이 진행시 선형적인 증가가 일어났다. 이는 소결압을 가할 때 일어나는 분말입자들의 수축을 최소화함으로써 소결압의 영향을 감소시키고 동시에 소성변형에 대한 소결 의존성을 적게 한 결과라 할 수 있다. 또한 이러한 결과는 800°C까지 펀치길이가 39 mm인 경우에서 볼 수 있듯이 기공도의 감소폭이 40 mm와 39.4 mm를 이용한 소결거동과 비교시 큰 폭의 변화가 없었으며 소결온도 900°C와 유지단계를 지날 때까지 기공도가 유지되는 경향이 서로 상이함을 알 수 있었다.

한편 펀치길이가 40 mm와 39.4 mm에서는 600~700°C의 승온단계 이후 소결이 크게 진행되어 기공도는 44%, 41%까지 감소하였으며, 이는 700~900°C의 승온단계까지 15 MPa의 압력이 작용되었음을 보여주고 있다. 또한 이것은 동일조건에서 지지대를 사용하지 않을 경우 900°C 소결체가 보인 약 32%의 기공도와 비교할 때 지지대와 펀치 길이의 조절로서 기공도의 제어가 가능함을 보여주고 있다.

그림 6은 지지대와 펀치 길이를 제어하여 소결한 소결체의 조직을 보여준 것이다. 지지대를 사용하지 않고 소결온도 900°C에서 1분간 유지한 소결체에서는 연성파괴의 흔적이 전체 파단면에 고루 분산되어 있는 점과 넵 형성 및 접촉 면적이 확대되어 있음을 알 수 있었다. 이러한 결과는 소결압이 가해질 경우 나타나는 분말간의 많은 점접촉과 소성변형에 의한 소결의 기여도를 통해 방전플라즈마에 의한 넵 부위의 물질 유동이 원활히 이루어졌음을 보여주는 결과로서 이때, 소결체의 기공도는 약 34% 정도였다. 이와 달리 지지대로 세라믹 봉을 사용하고 흑연펀치의 길이변화가 없는 경우(40 mm)에서도 소결체의 파단 형상은 같은 소결조건에서 거의 비슷한 소결거동을 따르지만 소성변형에 의한 영향을 미소하나마 제어함으로써 지지대를 사용하지 않았을 때보다 기공도

의 증가를 관찰 할 수 있었으며 또한, 견고한 입간 결합과 함께 연성파괴의 흔적이 나타남을 발견하였다.

한편, 동일한 크기의 지지대를 사용하고 흑연펀치의 길이를 감소함에 따라 소성변형의 영향을 크게 감소시킨 결과에서는 입간 결합력의 강화 및 기공도의 상승을 약 5~18%까지 제어할 수 있었다. 또한, 지지대를 사용하지 않고 소결온도 700°C와 800°C에서 소결한 경우의 소결체와 비교, 분석한 결과 지지대 및 펀치 길이의 변화에 의해 제조된 소결체는 연성파괴의 흔적(수많은 dimple)과 넵의 형상을 통해 입자간 결합이 더욱 견고함을 알 수 있었다. 이러한 결과는 지지대를 사용하고 소결온도를 증가시킬 때 발생하는 분말입자 사이의 방전플라즈마 효과와 이에 따른 치밀화 영향과 제어된 소성변형의 영향에 의해 비슷한 기공도를 가지면서 기계적으로 우수한 소결체 제조가 가능함을 보여 주었다.

그림 7~10은 목의 형상 및 성장을 직접 관찰하기 위해 구형 청동분말(-80 + 100 mesh, Cu-10%Sn)을 이용해 관찰한 것이다. 그림 7은 동일한 방전플라즈마 조건 400~600°C에서 1분 유지한 소결체의 조직이다. 파단면 사진에서 알 수 있듯이 소결 진행에 따른 조밀화는 일정한 크기의 목 성장 이후 500°C, 600°C의 소결체에 나타난 바와 같이 소성변형에 의해 주도되었다. 청동분말 소결체의 경우 기공도 30%가 한계였으며 그 보다 큰 기공도를 갖는 소결체 제조는 불가능하였다. 보다 큰 기공도를 갖는 소결체 제조는 언급한 바와 같이 지지대를 사용하여야 하며, 그림 8에 지지대를 사용하고 600°C에서 1분 유지한 소결체의 파단면을 보여주며, 지지대의 길이 변화에 따른 기공도 변화와 기공도를 제어한 소결체 파단면의 형상을 보여주고 있다. 먼저 동일한 온도인 600°C에서 지지대를 사용하지 않고 소결한 소결체의 경우 연성파괴의 흔적이 시료 전체에 걸쳐 균일하게 분산되어 있고 목의 형성 및 접촉면적이 넓게 나타남을 확인할 수 있었으며, 언급한 바와 같이 심한 소성변형으로 인해 분말의 형상이 초기 분말의 형상과 달리 상당히 변형되어 있음을 알 수 있었다. 이것은 소결중 가해지는 소결압에 의해 소성유동이 소결시 조밀화의 주요인으로 작용하였음을 보여주는 결과로 생각된다. 이와는 달리 지지대를 이용하여 동일한 조건에서 소결한 소결체 파단면의 형상은 약간의 차이를 보여 주고 있다. 이는 지지대의 길이가 18.89 mm

without supporter 40mm		
40mm		
39mm		
38mm		
punch length	×600	×2000

Fig. 6. Morphology change of fracture surfaces according to punch length.

인 경우 지지대에 의해 소결중 분체에 가해지는 압력이 제거됨으로써 소성변형에 의한 영향을 감소시켜 기공도의 증가를 관찰할 수 있었으나, 비슷한 형태의 연성파괴 흔적이 나타났다. 이와 같은 경우 기공도의 증가에도 불구하고 강한 결합력을 가질 것으

로 생각되어 지며, 지지대의 길이가 가장 짧은 17.48 mm인 경우에는 지지대를 사용하지 않은 소결체와 유사한 입자의 소성변형 및 연성파괴의 형상을 관찰할 수 있었는데 이는 지지대에 의해 압력이 제거되기 전에 가압력에 의한 소성변형으로 생각되어

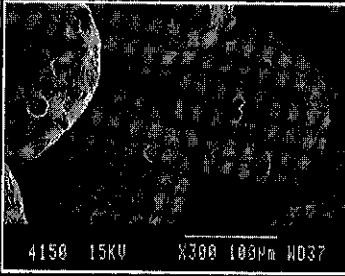
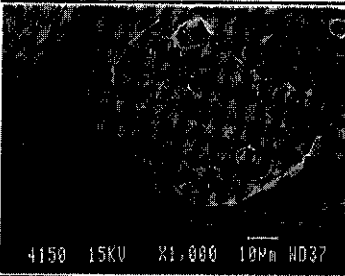
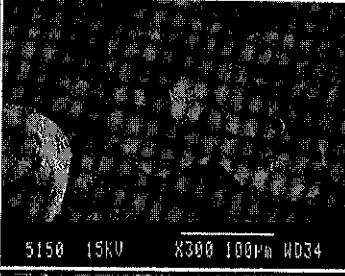
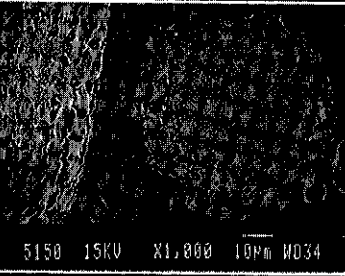
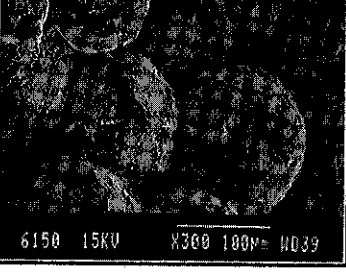
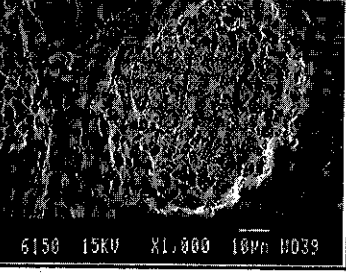
	Fracture surface	Enlarged	Porosity (%)
400℃ 1min			29.77
500℃ 1min			12.85
600℃ 1min			6.66

Fig. 7. Morphologies of neck area of sintered bronze with various sintering temperature.

진다. 지지대의 길이가 18.89 mm인 경우 기공도가 24.19%로 나타났음에도 불구하고 지지대를 사용하지 않고 소결한 경우와 유사한 파단 형상을 보이고 있다. 지지대의 길이가 증가함에 따라 목(neck)성장이 둔화되고 접촉 면적이 감소함이 나타났으며, 이는 기공도의 증가로 인한 분말입자간의 결합력의 약화를 초래할 것으로 생각되어지며 다시말해 지지대의 길이가 20.61 mm의 경우 과도한 기공도의 증가는 입자간 접촉면적의 감소로 인해 그 소결성이 향상되지 못하는 결과를 초래했다. 이는 지지대로 인한 소결체의 기공도가 초기 기공도와 거의 유사하여 소결이 일어나지 않았으며, 즉 지지대로 인한 방전플라즈마 효과가 성형체 내부에 전달되지 못하고 흑연 다이의 간접적인 열에 의한 소결이 진행되었기 때문이다. 지지대를 이용하여 고온에서 소결을 진행한 것은 다공성

재료의 단점이 기계적 강도 저하를 방지하지 위한 하나의 새로운 공정으로, 강한 목(neck) 형성을 위한 것이었다.

그림 9는 비슷한 기공도를 갖으며, 소결 조건에 따른 파단부 목 형상을 보여주는 것으로, 동일한 길이의 지지대(supporter)를 이용하여 그 유지시간을 달리 하여 목(neck)형상의 변화와 기공도의 차이를 알아보았다. 유지시간을 다르게 할 지라도 지지대로 인해서 더 이상의 시편수축이 일어나지 않았으며(그림 9(b)와 (c)) 기공도 역시 유사한 값을 나타내었다. 또한 유지 시간이 길어질수록 그림 10에 나타난 바와 같이 강한 목(neck)의 형성과 성장이 일어났음을 확인할 수 있었다. 이는 소결중 치밀화와 수축을 동반하지 않으면서 목(neck)성장만이 일어난 것으로 생각된다. 소결중 치밀화와 수축의 발생여부는 목(neck)으

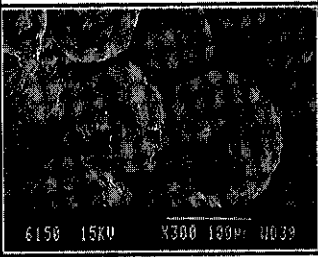
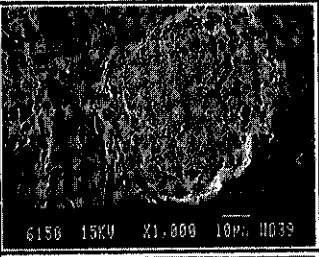
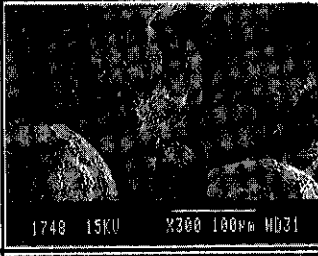
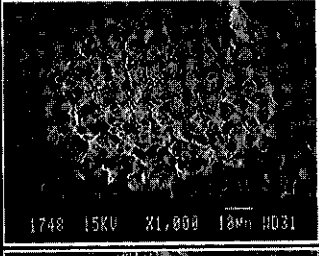
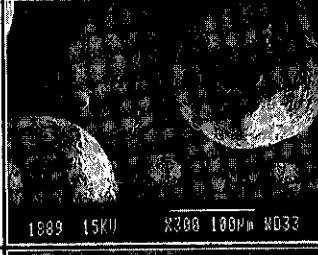
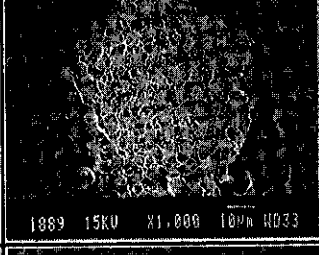
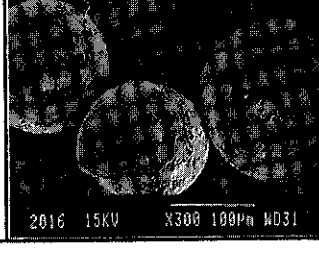
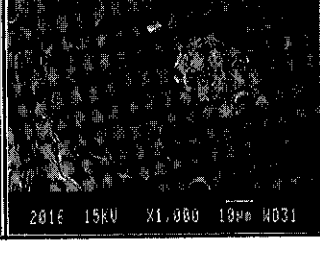
Supporter length (mm)	Fracture surface	Enlarged	Porosity (%)
0			6.66
17.48			10.88
18.89			24.19
20.61			35.76

Fig. 8. Morphologies of fracture surface sintered at 600°C using various supporter length.

로의 물질전달이 입계나 입자 전체(bulk)로부터 일어나 아니냐에 따라 결정된다.^{9,10} 즉 점성유동에 의해 물질이 전체적으로 흐르는 경우와 물질이 입자의 접촉면, 즉 입계로부터 원자단위로 움직여 오는 경우가 아니면 두 입자간의 거리는 가까워질 수 없다. 물질이 입자표면으로부터 온다고 할 때 두 입자간의 거리는 불변이며 다만 목(neck)의 크기만 증가하게 된다. 이에 근거하여 유지시간의 증가에 관계없이 일정한 기공도와 강한 목(neck)의 성장이 일어난 것은 표

면확산 또는 증발 및 응축에 의한 물질이동의 결과로 생각된다. 그림 7~10에 나타난 이러한 결과를 통해 위와 같은 방법을 이용하여 다공성 재료를 제조할 경우, 다공성 재료가 지니는 기계적 강도의 문제점 어느 정도 해결할 수 있을 것으로 판단된다. 그러나 유지시간이 과도하게 증가될 경우 시료의 수축이 발생하게 되어 상부편치와 상부 전극사이에 공간이 발생하게되면 전류와 전압의 비정상적인 흐름으로 인해 실험이 불가능하였다.

Temperature (°C)	Fracture surface	Enlarge	Porosity (%)
400 (holding time: 6min) (a)			21.6
600 (1min, with support) (b)			24.19
600°C (30min, with support) (c)			24.42

Fig. 9. Morphologies of neck surface with various sintering conditions.

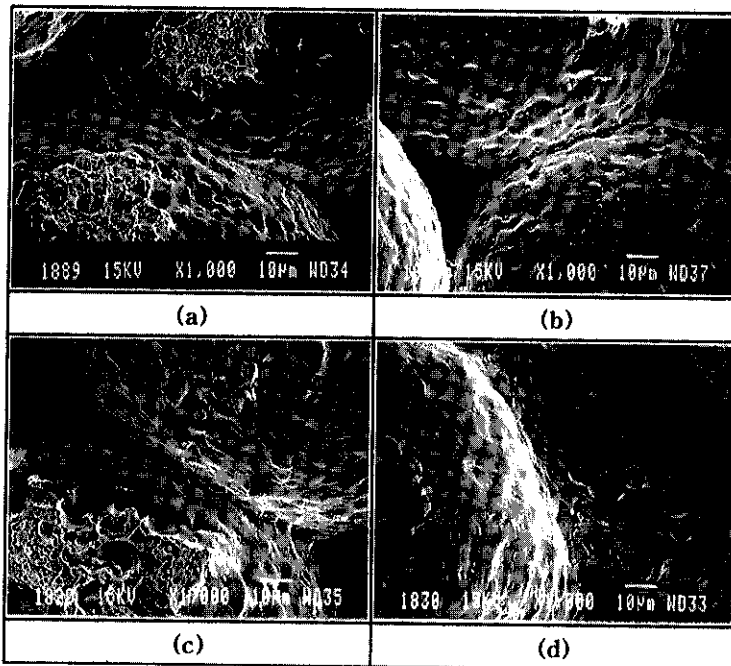


Fig. 10. Change of neck morphology with increasing holding time: (a) 0 min, (b) 10 min, (c) 20 min, (d) 30 min, respectively, sintered at 600°C with supporter.

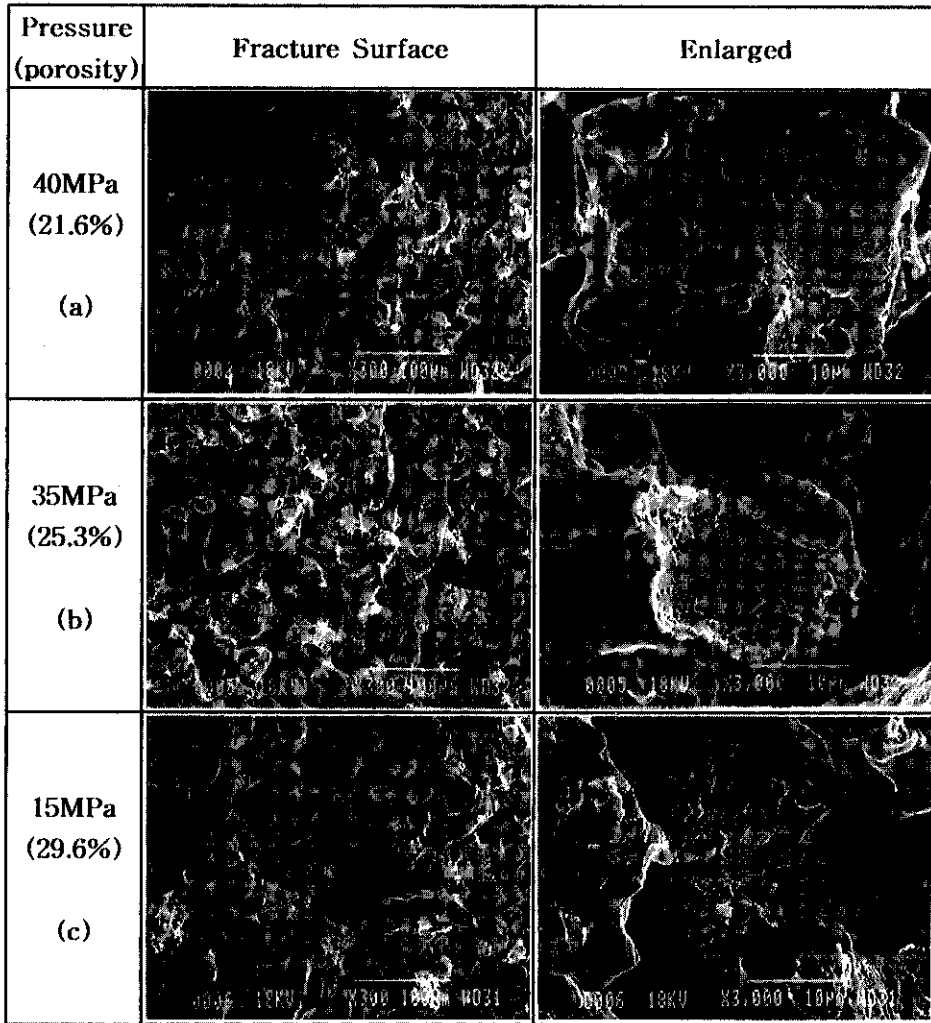


Fig. 11. Effect of pressure on porosity and neck morphology of fracture surface (sintered at 900°C for 1min).

Fig 11은 소결압을 최저압(15 MPa)에서 40 MPa까지 증가하여 900°C, 1분 유지하여 제조한 소결체의 파단면 사진으로, 기공도는 21~30%이었다. 파단면의 형태는 연성파괴의 전형적인 양상을 보이며, 이 범위의 기공도를 갖는 소결체의 인장강도와 동일 소결조건에서 지지대를 이용하여 기공도를 38~42%까지 제어한 소결체의 인장강도를 그림 12에 나타내었다.

그림 12에 나타난 바와 같이 지지대를 사용하지 않은 경우 소결체의 기공도에 따른 기계적 강도는 50~95 MPa로 변화하였다. 반면, 지지대를 사용한 경우 기공도에 따른 인장 강도는 27~70 MPa까지 변화

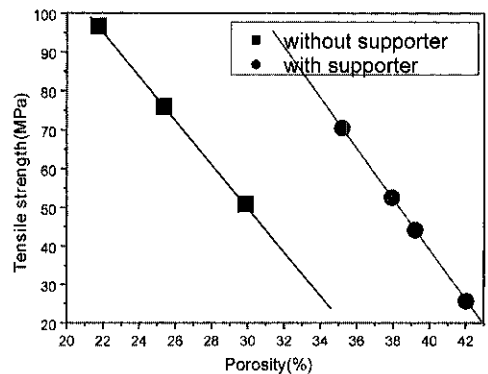


Fig. 12. Effect of porosity on tensile strength and sintering conditions.

함을 알 수 있었다.

이는 동일한 기공도를 갖는 소결체의 경우 지지대와 펀치 길이를 변화하여 기공도를 제어한 소결체의 경우가 보다 큰 기계적 강도를 보여줄 수 있음을 알 수 있었다. 이는 소성변형이 제한되어 조밀화는 일어나지 않으면서 표면확산 또는 방전플라즈마 효과에 의한 증발-응축에 의해 목의 표면적이 증가하기 때문이라 생각된다.

4. 결 론

방전플라즈마 소결에 의한 316 L 스테레스강 다공체의 제조시 소결성과 기공형상 및 기계적 성질을 검토하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 최소 소결압력이 인가된 방전플라즈마 소결에서 기공도는 실험 범위내에서는 21~50%이었으나 적절한 기계적 강도(35 MPa이상)를 갖는 소결체의 기공도의 한계치는 30%였다.

2. 지지대와 펀치 길이를 제어함으로써 기공도가 10~15% 증가하였으며, 900°C의 소결 온도에서 적절한 기계적 성질을 갖는 기공도는 38~45%이었다.

3. 기공도 제어 방전플라즈마 소결은 승온시 인가 압력의 제어로 소성 변형이 억제되고 방전플라즈마 효과에 의한 목의 성장에 따라 높은 기공도에서도 기계적 강도를 유지하였다. 이는 제어된 인가 압력으로 인해 수축은 일어나지 않고 기공도는 변화가 없으나 입자 사이의 목 표면적이 증가하기 때문이다.

감사의 글

본 연구는 한국과학재단 산학협력연구비(97-2-06-02-01-3) 지원에 의해 수행되었으며, 울산대학교 지역협력연구센터의 기기 지원에 의해 수행되었습니다. 이에 감사드립니다.

참고문헌

1. N. Nicholaus and K. Ray: Mod. Dev. Pow., 5 (1971) 187.
2. V. A. Tracey: International Journal of Powder Metal and Powder Technology, 12(1) (1976) 25.
3. G. Hoffman and D. Kapoor: International Journal of Powder Metal and Power, 12(4) (1976) 281.
4. A. E. Simone and L. J. Gibson: Acta. mater., 44(4) (1996) 1437.
5. A. E. Simone and L. J. Gibson: Journal of Material Science 32 (1997) 451.
6. (1) 김환태, 김지순, 권영순, M. Tokita : 한국분말야금학회지, 7 (2000) 179
(2) 권영순, 김윤호, 김지순 : 한국분말야금학회지, 8 (2001) 61.
7. M. Tokita: 粉體工學會誌, 58(4) (1994) 201.
8. M. Ishiyama: Powder Metallurgy World Congress, Kyoto, Japan, (1993) 931.
9. 강석중: 소결-치밀화, 입자성장과 미세조직, 과학문화사 (1997) 43.
10. D. H. Kim and C. H. Kim: Journal of American Ceramic Society, 76 (1993) 1877.