

## MoSi<sub>2</sub> 분말의 방전플라즈마소결 Spark Plasma Sintering (SPS) of MoSi<sub>2</sub> Powder

울산대학교 지역협력연구센터(ReMM) 감지훈\* 김윤호 김지순 권영순  
한양대학교 재료공학과 김영도

### 1. 서론

이규화몰리브데늄(이하 MoSi<sub>2</sub>)은 높은 용점(2020℃), 비교적 낮은 밀도(6.24g/cm<sup>3</sup>) 및 고온에서도 산화(Oxidation)와 부식(Corrosion) 저항성이 우수한 등의 구조용 재료로서 최근 그 활용에 관한 연구가 활발히 이루어지고 있다.<sup>1-2)</sup> MoSi<sub>2</sub> 분말의 소결은 HIP<sup>3)</sup>, HP<sup>3)</sup> 등의 가압소결법 외에도 최근 활성소결<sup>4)</sup>에 관한 연구도 보고되고 있다. 그러나 전자의 경우, 결정립 성장에 따른 조직의 조대화 및 몰드 혹은 주위로부터의 오염 등이 최종 소결체의 물성에 부정적인 영향을 주는 것으로 보고되고 있으며, 활성소결의 경우 첨가된 제 3의 원소에 의한 입계 및 기지의 미세조직 변화와 완전 조밀화, 이와 관련된 연구 등이 좀 더 연구되어야 할 것으로 판단된다.

방전플라즈마소결법(Spark Plasma Sintering, 이하 SPS)은 압분체 입자 간극에 DC pulse 전기 에너지를 투입, 방전에 의해 순간적으로 발생하는 고온 플라즈마(방전플라즈마) 에너지를 열확산, 전기확산 등에 이용하는 방법으로 종래의 소결법에 비해 저온, 단시간 소결 또는 소결접합이 가능한 차세대 재료(합성)가공기술로 기대를 모으고 있다.<sup>5)</sup> 본 연구에서는 SPS를 이용하여 소결조제가 첨가되지 않은 MoSi<sub>2</sub> 분말을 소결하여 조밀화 거동을 조사하고자 하였다.

### 2. 실험방법

사용한 MoSi<sub>2</sub> 원재료는 순도 99.5%, 평균입도 10 $\mu$ m 분말이었다. 원료분말로부터 미세입도의 분말을 제조하기 위하여 볼밀링을 행하였으며, (WC볼, 무게비: 1:10, 3차원 Turbula mixer, 15시간, 42rpm, 공정제어제(에탄올)) 볼밀링 후 평균입도와 조성을 각각 Laser Diffraction Particle Analyzer(SALD-2001)와 유도 플라즈마 질량분석기를 이용하여 분석하였다.

소결은 일본 스미토모사의 펄스통전소결 장비인 SPS-515S를 사용하여 진공분위기(10<sup>-3</sup> torr)와 1200~1500℃의 소결온도에서 1~15분의 유지시간, 50 MPa의 압력을 가하여 행하였다. 온도제어와 소결 Die는 각각 R-type 열전대와 Graphite를 사용하였다. 소결과정에서의 가압 방향 변위를 기록하여 온도에 따른 상대밀도 변화와 조밀화 속도(densification rate) 변화를 구하였으며, Electronic Densimeter를 이용하여 소결체의 밀도를 조사하였다. 주사전자현미경(SEM), 에너지분산형분광기(EDS), X-선 회절장치(XRD)를 이용하여 미세조직과 상분석을 행하였고, 전자탐침미소분석기(EPMA)를 이용하여 미세조직 영역의 조성을 분석하였다.

### 3. 실험결과

(1) 입도가 1 $\mu$ m인 경우 1400℃까지의 온도까지는 최대 94.77%까지 밀도가 증가하였고, 그 이상의 온도에서는 소결밀도의 증가는 없었다. 반면, 입도가 10 $\mu$ m인 경우는 1400℃에서 94.84%의 소결밀도를 보였으나, 소결온도를 1500℃로 증가시킬 경우 최대 97.63%의 밀도를 갖는 소결체를 얻을 수 있었다.

(2) 유지시간을 1~15분까지 변화시켜 소결한 결과, 시간의 증가에 따라 1 $\mu$ m의 경우는 밀도가 오히려 감소하였고, 10 $\mu$ m의 경우는 밀도가 증가하였다.

(3) 승온속도에 따른 소결체의 밀도 변화를 조사한 결과, 10 $\mu$ m 분말의 경우 승온속도를 20K/min에서 200K/min으로 증가시키기에 따라 소결밀도는 감소하였으나, 1 $\mu$ m 분말의 경우는 승온속도의 영향을 받지 않는 것으로 확인되었다.

### 참고문헌

1. L. Xaio, Y. S. Kim, and R. Abbaschian : Mater. Sci. and Eng., A144 (1991) 227-285i.
2. J. J. Petrovic : Mater. Sci. and Eng., A192/193 (1991) 31.
3. S. Bose : Mater. Sci. and Eng., A155 (1992) 217.
4. 이승익, 유명기, 김영도, 문인형, 최주 : 한국분말야금학회지 3 (1996) 167.