

기계적합금화법으로 제조된 Fe-Co 분말의 방전플라즈마소결 (Spark-Plasma Sintering of Fe-Co Powder Produced by Mechanical Alloying)

울산대학교 재료금속공학부 장영일*, 최용희
울산대학교 지역협력연구센터 김지순, 권영순
한양대학교 재료공학부 김영도

1. 서론

100nm이하의 결정립 크기를 갖는 극 초미세결정재료(nanostructured materials)에 대한 관심들이 커지는 가운데 여러가지 제조방법들이 소개되고 있지만, 소결 시 결정립 성장이 문제가 되고 있다. 이러한 문제의 해결방안으로 방전플라즈마소결법(Spark-Plasma Sintering, SPS)이 최근에 관심을 모으고 있다. SPS법은 기존의 소결법과 비교해 볼 때 비교적 낮은 온도와 짧은 시간에 높은 밀도의 소결체를 얻을 수 있으며, On-Off DC Pulse를 이용함으로써 고융점의 난소결성 재료와 경사기능재료, 접합재료등에 적합하다고 보고되고 있다. 따라서 본 연구에서는 기계적합금화법으로 제조된 nano 크기의 Fe-20at.%Co분말을 SPS법을 이용하여 결정립 성장을 최대한 억제하면서 높은 소결 밀도를 갖는 소결체를 얻고자 하였다.

2. 실험방법

원료분말로는 10 μ m 이하의 Fe(99.9%, CERAC)와 Co(99.9%, CERAC)를 사용하였으며, Fe-20at.%Co의 조성으로 분말과 볼(stainless steel)의 비를 1:50, 1300rpm의 회전속도로 30시간 기계적합금화하였다. 최적소결조건을 조사하기 위하여 승온속도 100 $^{\circ}$ C/min., 50MPa의 압력으로 800, 900, 1000 $^{\circ}$ C에서 시간을 각각 달리하여 15mm직경의 흑연 다이에서 방전플라즈마소결을 행하였다. XRD를 통하여 상변화를 조사하였고, 소결거동을 조사하기 위하여 각각의 온도와 시간에 따른 상대밀도와 치밀화율을 조사하였다.

3. 결과 및 고찰

소결온도 800, 900, 1000 $^{\circ}$ C에서 각각 5분씩 유지하였을 경우 최종 소결체의 상대밀도는 각각 95.4%, 99.1%, 99.8%이었으며, 900 $^{\circ}$ C에서 유지시간을 0, 5, 15min.으로 달리하였을 경우 상대밀도는 각각 95.7%, 99.1%, 99.1%이었다. XRD를 통한 상분석 결과, α -Fe와 Co의 Peak를 확인하였으며, 결정립의 크기를 Sherrer equation으로 계산해 본 결과 원료분말의 경우 약 15nm, 소결체의 경우 약 28~30nm임을 확인하여 소결 후에도 nano 크기의 결정립 크기가 유지되었다.