

방전플라즈마 소결을 이용한 Fe-TiC 복합 소결체의 제조 및 기계적 특성 (Fabrication and mechanical properties of Fe-TiC composite materials by Spark Plasma Sintering)

경상대학교 조호중*, 배승열, 안인섭, (주)가야AMA 박동규

1. 서론

TiC는 고온특성, 화학적 안정성, 내식성 및 기계적 성질이 우수하여 절삭공구와 내마모용 소재 및 연마재료로서 널리 사용되고 있으며, Ti(C,N)을 주성분으로 소결특성과 인성을 강화시키기 위하여 기지를 계면에서의 반응특성이 우수한 천이금속 (Ni, Fe, Co등)을 첨가한 metal-TiC 복합재(CERMET) 형태로 제조된다.

최근에는 cermet의 인성 및 내마모성 등 기계적 특성을 향상시키기 위해 초기 원료분말의 품질개선과 소결공정 등에 관한 연구가 활발히 진행 중이다. 또한, 기존의 TiC 복합소결체 제조는 HIP(Hot Isostatic Press)공정을 이용하였으나, 공정상에서 요구되는 높은 온도와 장시간 소결에 의한 탄화물의 이상입자 성장이 발생하여 기계적 특성의 저하가 유발됨으로 이러한 점을 개선하고자 금속 승온과 고압상태에서 방전 플라즈마를 이용하여 짧은 시간에 소결 복합체를 제조하는 방전 플라즈마 소결(Spark plasma sintering, SPS)에 관한 연구가 활발히 진행 중이며, DC펄스전류의 통전으로 분말 입자들간의 전기저항에 따른 자기발열효과로 인해 소결시간을 단축시키고, 성형공정 없이 소결과 성형을 동시에 행함으로 공정의 간소화라는 장점을 지니고 있다. 본 연구에서는 기계적 합금화법에 의해 제조된 분말과 이를 이용하여 SPS법에 의해 Fe-TiC 복합 소결체를 제조하였고, 소결 변수에 따른 소결체의 특성과 기계적 특성에 관한 연구를 행하였다.

2. 실험방법

원료분말로는 TiC를 제조하기 위해 취성이 강한 TiH_2 와 Graphite분말을 물비로 50:50으로 첨가하고, 여기에 TiC의 결합재로 Fe보다 낮은 융점과 연성이 우수한 특성을 지니는 Distaloy AE(D'AE, 4%Ni-1%Cu-0.5%Mo-0.01%Cu-bal.%Fe)분말을 60vol%의 조성이 되도록 첨가하여 Spex-mill을 이용하여 1시간에서 5시간 동안 기계적합금화를 실시하였다. 이 때, 볼과 분말의 비는 250:20으로 하였으며, 볼은 용기 체적의 50vol%였다. 기계적합금화 된 분말은 방전플라즈마 소결장치를 이용하였으며, 승온속도는 $500^{\circ}\text{C}/\text{min}$, 300Mpa의 소결압력으로 10^{-3}torr 의 진공분위기에서 1100°C 의 온도에서 5, 10, 20분간 유지하여 소결하였다. 기계적 합금화된 분말과 복합소결체는 X-선 회절장치(XRD)를 이용하여 상을 관찰하였고, 광학현미경과 전계방출주사전자현미경(FESEM)을 통하여 복합소결체의 입자의 변화 및 미세입자의 분포 등을 관찰하였다. 그리고 소결체의 경도는 로크웰경도기(C scale)를 이용하여 기계적 특성을 관찰하였다.

3. 결과 및 고찰

초기 원료 분말에서, D'AE 분말은 약 $10\text{-}30\mu\text{m}$ 크기의 판상, TiH_2 는 $20\mu\text{m}$ 크기의 각형이었으며, Graphite의 분말은 전형적인 육각판상으로 약 $3\text{-}5\mu\text{m}$ 크기였으나, 5시간동안 기계적합금화를 행한 후에는 반복된 압접과 파쇄의 결과로 구형을 보였으며, 평균입자크기는 약 $2\mu\text{m}$ 였다. SPS 소결 후, 소결체는 유지시간에 관계없이 TiC와 Fe상이 형성됨을 관찰하였다. 1100°C 유지시간의 증가에 따라 복합소결체의 치밀화의 영향으로 상대밀도와 경도가 증가하였고, 1100°C 에서 20분 유지 하였을 때, 밀도값을 6.2538g/cm^3 과 $61\text{H}_{\text{R}}\text{-c}$ 의 높은 경도값을 보였다. 그러나, 소결체 내부의 Ti의 량은 자체의 낮은 증기압으로 유지시간이 증가함에 따라 감소됨을 볼 수 있었으며, 상대적으로 Fe의 량은 증가하는 것을 관찰하였다. 유지시간이 증가되면 상대적인 TiC 분율이 감소로 인하여 기계적 특성이 저하될 수 있다는 것을 간접적으로 예측할 수가 있다.