가스분무법에 의한 Fe계 비정질 분말의 제조와 볼밀링공정에
의한 연질 Cu분말과의 복합화 및 SPS 거동 (II)
- II. 복합분말의 SPS와 특성 -

김진천* · 김지순 · 김휘준^a · 김정곤^b

울산대학교 첨단소재공학부, ^a한국생산기술연구원 에코공정연구부,

^b인천시립대 화상이미지 전공

Production of Fe Amorphous Powders by Gas-Atomization Process
and Subsequent Spark Plasma Sintering of Fe amorphous-ductile
Cu Composite Powder Produced by Ball-milling Process (II)
- II. SPS Behaviors of Composite Powders and their Characteristics -

Jin-Chun Kim, Ji-Soon Kim, H. J. Kim^a and Jeong Gon Kim^b

School of Materials Science & Engineering, University of Ulsan, Ulsan, 680-749, Korea

^aEco Functional Materials Team, Korea Institute of Industrial Technology

Songdo-dong, Yeonsoo-gu, Incheon, 406-840, Korea

^bMajor of Image Printing, Incheon City College, Dowha-dong, Incheon, 402-750, Korea

(Received July 15, 2009; Revised August 10, 2009; Accepted August 24, 2009)

Abstract Fe based ($\text{Fe}_{68.2}\text{C}_{5.9}\text{Si}_{3.5}\text{B}_{6.7}\text{P}_{9.6}\text{Cr}_{2.1}\text{Mo}_{2.0}\text{Al}_{2.0}$) amorphous powder, which is a composition of iron blast cast slag, were produced by a gas atomization process, and sequently mixed with ductile Cu powder by a mechanical ball milling process. The Fe-based amorphous powders and the Fe-Cu composite powders were compacted by a spark plasma sintering (SPS) process. Densification of the Fe amorphous-Cu composited powders by spark plasma sintering of was occurred through a plastic deformation of the each amorphous powder and Cu phase. The SPS samples milled by AGO-2 under 500 rpm had the best homogeneity of Cu phase and showed the smallest Cu pool size. Micro-Vickers hardness of the as-SPSed specimens was changed with the milling processes.

Keywords : Amorphous Fe powders, Gas atomization, Spark plasma sintering, Composite powders

1. 서 론

비정질 금속 혹은 아몰퍼스 금속(금속유리, metallic glass)는 금속 용융체로부터 급속 냉각시켜 구성 원자들이 안정한 결정 구조가 되는 것을 억제하여 제조한다. 이들 소재는 기존의 금속 재료보다도 고강도와 고내식성, 금속성 광택과 매끄러운 표면을 갖는 특징이 있다. 최근에는 초고강도 비정질 합금의 개발 및

차량부품 소재의 경량화에 대한 연구가 활발히 진행되고 있으며, 특히 1 GPa 이상의 강도를 갖는 벌크 비정질 합금(Bulk Metallic Glass, BMG)에 대한 연구가 활발히 진행 중에 있다[1-4].

벌크 아몰퍼스 합금의 장점은 액상에서 높은 점도를 가지며, 고체 상태에서는 원자의 이동이 어려워 높은 부식저항과 높은 내마모성을 가진다. 고하중이나 응력 변형 시 에너지의 흡수는 낮고 방출은 높고,

*Corresponding Author : [Tel : +82-52-259-2231; E-mail : jckimpml@ulsan.ac.kr]

원래 형상으로 회복하는 탄성능이 우수해 스포츠용품으로도 유망하다. 특히 과냉 영역(supercooled liquid region, 결정화온도(T_x)와 유리전이온도(T_g) 사이 구간)이 수 십 °C로 매우 넓어 이 온도구간에서 점성 유동에 의한 소성변형으로 near net shaping에 아주 유리하여, 극소형 정밀부품의 성형 등에 매우 적합하다.

비정질 소재는 비정질 구조가 급속냉각으로 이루어지기 때문에, 제조 가능한 형상이 두께 0.2 mm 이하의 판재 혹은 플레이크(flake), 분말 혹은 극세선 등으로 제한된다[5]. 특히 비정질 분말 소재는 상온에서는 매우 낮은 소성변형을 일으키고, 재결정 온도 이상에서 비정질 성질이 사라지기 때문에, 성형 및 소결이 쉽지 않은 단점이 있다. 이러한 문제점을 극복하고 실용화를 위해서는 고강도를 유지하면서도 소성 변형능을 갖춘 합금 개발과 이들 소재의 성형/소결 기술이 개발되어야 한다.

소성 변형능을 가지는 합금 개발로는 비정질 지지 내에 연·경질 2상 입자를 복합화하는 방법과 제 2 상 연질분말을 코팅 또는 기계적 복합화 하는 방법이 있다[6, 7]. 성형 및 소결 조밀화 하는 방법으로는 비정질 분말을 과냉 영역에서 짧은 시간내에 점성유동을 유도하면서 고압을 가하는 방전플라즈마소결법(spark plasma sintering, SPS)이나 마이크로파 소결법(Microwave-induced Sintering)등 신성형 공정 등이 제시되고 있다[8-10].

본 연구에서는 가스분무법으로 슬래그(slag) 조성 [11]의 Fe계 비정질 분말을 제조하고, 일반적인 볼밀링 공정을 통하여 연질의 Cu 분말을 균질하게 복합화 한 후, 방전플라즈마 소결을 통하여 고밀도 비정질 Fe-연질 Cu 복합재를 제조하고자 하였다. 볼밀링 공정에 대한 상세한 연구 결과는 앞선 논문에서 제시되었으며[12], 본 연구에서는 SPS 최적 공정과 이후 소결체의 미세구조, 기계적 특성을 고찰하고자 하였다.

2. 실험방법

기계적 혼합 방법으로 제조한 비정질 Fe-Cu 복합 분말[12]의 소결은 비정질의 소성변형이 가능한 ΔT_x 온도 범위에서 고압 및 불활성 분위기에서 SPS를 실시하였다.

승온 속도는 10°C/min.으로 500 MPa의 압력을 가해주어 고밀도 소결재를 제조하였다. 이때 SPS 챔버내의 분위기는 중진공(1×10^{-2} torr)을 유지하여 시편의 산화를 억제하였다.

통상적으로 SPS에서 소결 몰드는 고강도 흑연(graphite)을 사용하는 데, 이는 고강도 흑연이 고온에서 사용이 가능하고, 전류 안정성 및 온도 안정성이 높기 때문이다. 그러나, 흑연 몰드는 견딜 수 있는 최대하중이 100 MPa 이하로 제한적이다. 따라서 본 연구에서는 500 MPa의 고압 상황에서 견딜 수 있게 초경합금(WC-10 wt.%Co) 몰드(직경 10 mm)를 사용하였다. SPS 후 소결체의 방출과 성형 펀치와 몰드 사이의 마찰력을 감소시키기 위하여, 약 1 mm의 흑연 막(sheet)을 윤활판으로 사용하였다.

본 실험에서 선정된 비정질합금의 T_g 는 517°C, T_x 는 558°C이며, ΔT_x 는 41°C이므로 그 중간정도 온도인 530°C에서 진행하였다. 소결온도에서 유지시간은 3분으로하였으며, 소결 시험후 로내에서 서냉시켜 분말을 회수하였다. 소결 온도는 초경 몰드 중앙에 직경 3 mm의 홈을 정밀하게 만들어, K-type 열전대를 삽입하여 제어하였다.

SPS 소결체의 미세구조와 이들의 파단면은 광학현미경 및 주사전자현미경(Field Emission Scanning Electron Microscope, FE-SEM)을 이용하여 분석하였으며, 소결과정중의 상변화는 X선 회절분석(X-Ray Diffraction, XRD)으로 확인하였다. SPS 소결체의 기계적 특성은 미소비커스 경도(Micro-Vickers Hardness)를 측정하여 분석하였다. 각 소결체를 10회 이상 측정하여 평균값을 취하였다.

3. 실험결과

3.1. 비정질 Fe분말 및 복합분말의 SPS 소결특성

3.1.1. 순수 비정질 분말의 SPS 소결특성 및 미세구조 분석

Fe 비정질 원료분말은 승온속도 10°C/min, 온도는 530°C에서 소결되었다. 소결 치밀화가 최대로 될 수 있도록 530°C에서 5분간 유지를 하였으며, 500 MPa의 고압으로 실험을 수행하였다.

그림 1은 크기가 다른 Fe 비정질 원료 분말만으로 SPS 공정을 사용하여 소결한 시편의 외형을 보여준다. 원료 분말의 크기가 다름에도 불구하고, 모든 분

Fig. 1. Morphology of the as-sintered Fe amorphous samples with size. (a) -150+106 μm , (b) -90+75 μm , (c) -75+43 μm and (d) -43 μm

(a) -150+106 μm

(b) -90+75 μm

(c) -43 μm

Fig. 2. Optical micrographs of the surface area of as-SPSed samples. (Fe amorphous raw powders, 530°C, 10°C/min, 5 min holding, 500 MPa, in vacuum)

(a) -150+106 μm

(b) -90+75 μm

(c) -43 μm

Fig. 3. Optical micrographs of the inner cross section of the as-SPSed samples. (Fe amorphous raw powders, 530°C, 10°C/min., 5 min. holding, 500 MPa, in vacuum)

Fig. 4. XRD results of raw amorphous powder by SPS process. (Fe amorphous raw powders, 530°C, 10°C/min., 5 min. holding, 500 MPa, in vacuum)

말은 530°C의 온도에서 SPS가 매우 양호하게 되었음을 보여준다. 그림 2에서는 이들 시편의 표면부를 정밀 연마하여 미세조직을 광학현미경으로 관찰한 결과이다. (a)의 경우 분말 입도가 크기 때문에 500 MPa라는 높은 압력임에도 불구하고 표면에 기공이 존재하는 것을 관찰할 수 있다. (b) 역시 기공이 존재하는 것을 확인 할 수 있으나 기공크기와 빈도수는 (a)보다 작다. (c)에서는 소성변형이 잘 일어나 충 분한 치밀화가 진행되어, 기공이 거의 발견되지 않았으며, 분말들이 모두 소성 변형되어 분말 간 경계가 완전히 직선화되었음을 보여준다.

그림 3은 시편 내부의 단면을 나타낸 그림이다. 그림에서 보면 분말 입도가 작아질수록 내부기공의 크기가 작아지는 것을 관찰할 수 있으며, 43 μm 이하의 분말을 사용한 시편은 기공들이 거의 제거되어, 치밀화가 99% 이상 되었음을 알 수 있다. 이는 비

정질 소재에서 초소성 (superplasticity) 변형이 일어나는 T_g - T_x 온도구간에서의 Fe 비정질 분말들이 파괴없이 완전 소성 변형을 이루어졌음을 의미한다. SPS 성형시 비정질 성형체 내부는 고온, 고압의 정수압 상태가 되어, 분말들의 변형이 진행되는데, 그림에서와 같이 조밀화된 소결체처럼 분말 입계가 직선적으로 변화하고, 삼중점(그림에 표시함)에서 입계들이 힘의 균형을 이루어 결합 없이 조직의 균일성을 보이고 있다.

Fe 비정질 분말은 초소성 변형 온도 영역에서 치밀화가 잘 이루어졌다. 그러나 SPS는 직접소결 방식으로, 통전된 전류가 입자간 플라즈마 발생을 일으키고, 따라서 입자간에 고온의 열을 발생시키며, 이 열로 입자 표면부는 용융된다. 그러나 용융된 입자표면부는 냉각되며 결정화되기 때문에 비정질 재료의 SPS는 부분적으로 결정화를 야기하며, 새로운 상도

발생시킨다. 그림 4는 Fe 비정질 분말을 SPS한 시편의 XRD 그래프이다. (a)의 2번(-150+106 μm) 분말은 그림 6에서 나타낸 것과 같이, 분말 자체가 부분적인 결정화가 되어 있는 상태이다. 이 분말은 SPS 소결 후 결정화 피크는 큰 변화는 없었다.

분말의 입도가 작아질수록 비정질화가 잘 되었기 때문에 비정질을 유지하며 소결이 잘 될 것으로 예상하였다. 그러나 비정질 특성을 가졌던 4번(-90+75 μm), 5번(-75+43 μm), 6번(-43 μm) 분말도 방전플라즈마소결에서 Fe_3C , FeB , Mo_4P_3 및 Fe_2P 중간상 형성에 의한 결정화 피크가 확인되었다. 즉, 비정질 분말인 (b), (c), (d)의 경우 전체적으로 비정질 할로(halo) 피크 속에 결정화 피크가 확인되었다.

3.1.2. 복합분말의 SPS 소결특성 및 미세구조 분석

그림 5의 복합 방법을 달리하여 제조한 비정질 Fe-5 wt.% Cu 복합분말의 SPS 시편들에 대한 미세구조를 나타낸다. 그림을 살펴보면 Turbular mixer로 단순 혼합한 (a)의 경우 비정질 분말만 소결한 것과 같은 미세구조는 보여준다. 이는 Turbular mixer에서는 Cu상과 Fe 비정질 분말이 균일하게 혼합되지 않았기 때문에 비정질 분말만의 접촉이 일어났기 때문이다. Cu는 불균일 혼합으로 그림에서 표시한 바와 같이 커다란 Cu pool을 형성하였다. AGO-2 300 rpm로 기계적합금화한 (b)를 보면 Fe 비정질 분말들의 소성변형이 발생하였고, 계면을 따라 Cu 들이 비정질 분말들과 잘 분산되어 존재함을 확인할 수 있다. AGO-2 500 rpm으로 기계적 합금화한 분말 (c) 역시 (b)처럼 비정질 분말들 사이의 소결이 일어났으며, Cu 상은 계면을 따라 더 잘 분산되어있다. Cu pool을 형성하지 않았고, 기공도 가장 적고, 조직도 매우 우수함을 보여준다. 따라서 앞선 언급한 바와같이 Fe 비정질 분말과 연질 Cu 분말의 혼합성이 가장 우수한 AGO-2 500 rpm 혼합분말이 SPS소결 특성도 가장 우수함을 보여주었다.

SPS 소결시 Fe 비정질 원료분말로만 소결할 때 보다 전도성이 매우 좋은 Cu를 복합화 하면, 소결 결정화 양상도 다를 것이다. 그림 6은 복합화 방법에 따른 소결시편의 XRD 그래프이다. 그래프를 살펴보면 (a)의 경우 원료분말의 소결에서 보았던 Fe_3C , FeB , Mo_3P_4 , Fe_2P 의 결정화 피크와 Cu 피크가 동시에 나타나는 것을 알 수 있다. 이것은 Fe 비

(a) Turbular mixer

(b) AGO-2 300rpm

(c) AGO-2 500rpm

Fig. 5. Cross section of as-sintered Fe-Cu sample by SPS. (-43 μm , Cu 5 wt.%, 530°C, 10°C/min, 5 min holding, 500 MPa, in vacuum)

정질 분말 및 Cu 분말이 균일혼합이 되지 않은 채, 소결되었기 때문에 Fe 비정질 원료분말로만 소결했을 경우 관찰되던 결정화 피크가 검출된 것으로 판단된다. 그러나 고에너지 밀링인 (b), (c)의 경우 전

(a) Turbular mixer

(b) AGO-2 300rpm

(c) AGO-2 500rpm

Fig. 6. XRD results of as-sintered Fe-Cu sample by SPS process. (-43 μ m, Cu 5 wt.%, 530°C, 10°C/min, 5 min. holding, 500 MPa, in vacuum)

체적인 피크 크기 경향은 비정질 분말만으로 소결한 그림 4의 XRD 결과보다 결정화 정도가 전체적으로

(a) Cu 5wt.%

(b) Cu 10wt.%

(c) Cu 15wt.%

Fig. 7. Morphology of cross section of as-SPSed Fe-Cu composite samples by SPS. (-43 μ m, 10°C/min, 530°C, Holding 5 min, 500 MPa, in vacuum)

낮은 경향을 보인다. 이는 고에너지 밀링에서는 Cu 상이 비정질 상과 균일하게 혼합되어, 비정질분말들 사이의 플라즈마 아크 발생이 줄어들기 때문이라 판

단된다.

이상의 결과는 순수 비정질분말의 소결보다는 연질상 Cu의 균일 혼합이 SPS소결시 결정화 정도는

(a) Cu 5wt.%

(b) Cu 10wt.%

(c) Cu 15wt.%

Fig. 8. Fractographs of the SPS amorphous Fe-ductile Cu composite samples. (-43 μm , 10°C/min, 530°C, Holding 5 min, 500 MPa, in vacuum)

낮출 수 있으며, 이와 동시에 연질 Cu상이 균일하게 분산된 기공이 거의 없는 고밀도의 소결체를 얻을 수 있음을 제시한다.

그림 7은 Cu 조성을 5, 10, 15 wt.% 증가시키면서 AGO-2 500 rpm으로 제조한 분말의 SPS 소결 시편의 미세구조이다. 그림을 살펴보면 (a)의 경우 Cu가 잘 분산되어 소결되었으나, Cu량이 충분하지 않아 Fe 비정질 분말끼리의 소성변형 되어 치밀화된 것을 알 수 있다. Cu를 10 wt.% 복합화 시킨 (b)의 경우 (a) 보다 잘 분산된 모습을 보여주며, 분산된 Cu의 양도 상당히 늘어나 비정질 분말끼리의 소결은 크게 감소되었음을 보여준다. 즉 비정질 분말의 소결과 Cu 복합화가 매우 적절하게 이루어져 있음을 보여준다. Cu를 15 wt.% 복합화 시킨 (c)의 경우 (a), (b)보다 비정질 분말의 소성이 거의 일어나지 않아, 비정질 분말 형상인 구형을 거의 유지함을 보여준다. 그러나 이들 분말들 사이에 상당히 큰 Cu pool이 형성되어 있는 것을 관찰할 수 있다. 이것은 Cu가 과다 투입되어 복합화 되었기 때문에 분산된 Cu가 응집되어 각각 Cu pool을 형성한 것으로 판단된다.

그림 8는 그림 7의 파단면 그림이다. Cu 5 wt.%를 복합화 시킨 (a)그림을 살펴보면 소성 변형된 각형의 비정질 분말(표시O)을 관찰할 수 있다. 비정질 분말 쪽에서는 파단된 곳을 살펴보면 전형적인 취성 파괴(표시◇)의 모습을 띄고 있으며, 연질의 Cu가 파단된 곳은 연성 파괴형 모습(표시→)이 관찰된다. Cu 10 wt.%를 복합화 시킨 (b)그림을 살펴보면 (a)처럼 비정질 분말의 소성변형 형태는 비슷하지만 비정질 분말들끼리의 소성 변형 정도는 Cu의 복합화에 의해 감소한 것으로 판단되며, 계면을 살펴보았을 때 계면을 따라 분산된 Cu의 양이 더 많아진(표시→) 것을 알 수 있다. (b) 역시 비정질 분말 쪽은 취성파괴가 일어났으며, Cu 분말이 응집된 부분은 연성파괴의 흔적이 관찰된다. Cu 15wt.%를 복합화한 (c)의 경우 (a)와 (b)에 비해 비정질 분말의 소성변형 정도가 많이 감소하였으나 Cu의 연성파괴 흔적이 상당히 증가(표시→)한 것으로 보아 Cu가 다소 과다투입된 것으로 판단된다.

그림 9는 그림 8의 파단면 중 Cu 10 wt.%와 Cu 15 wt.%를 더욱 확대한 미세조직이다. Cu 10 wt.%에서는 SPS에 의해 소성 변형된 비정질 분말들 사이에

(a) Cu 10wt.%

(b) Cu 15wt.%

Fig. 9. Fractographs of the SPS amorphous Fe-ductile Cu composite samples. (-43 μm , 10°C/min, 530°C, Holding 5 min, 500 MPa, in vacuum)

Cu 액상이 균일하게 분산되어 있다. 그러나 Cu 15 wt.%인 경우에는 비정질 분말의 변형이 Cu 10 wt.% 보다는 크게 일어나지 않았으며, 과잉의 Cu가 이들 비정질 분말들 사이에 큰 pool을 형성함을 보여준다.

Cu 조성에 의한 SPS 소결체의 미세구조 변화를 관찰을 해 본 결과 Cu 10 wt.% 조성이 적절한 Cu 함량으로 Fe 비정질의 소결과 Cu상의 적절한 복합화가 가장 적당한 거동을 보여, 비정질소재의 강도유지와 Cu 상의 적절한 분산에 의한 연성 부여가 가장 적절한 것으로 판단된다.

Cu 함량에 따른 결정화 정도를 XRD를 이용하여 분석하였다. 그림 10은 각 조성별 XRD 결과를 나타

(a) Cu, 5wt.%

(b) Cu, 10wt.%

(c) Cu, 15wt.%

Fig. 10. XRD Results of as-SPSed amorphous Fe-ductile Cu composite samples.

낸 그래프이다. 그래프를 살펴보면 Cu 5 wt.%를 복합화한 (a)의 경우 기술한 바와 같이 비정질 분말들의 소결로 결정화 피크가 주로 확인된다. Cu 10

Fig. 11. Micro-Vickers hardness of as-SPSed samples.

wt.%.를 복합화한 (b)의 경우 전체적으로 holo 피크를 유지하는 것을 볼 수 있으며, 이들 피크 사이에 Cu 피크가 확인되었다. Cu 15 wt.%가 복합화된 (c)의 경우 Cu 피크가 두드러지게 나타나는데, 이것은 Cu의 양이 과다하게 복합화 되어 Cu에 의한 피크가 상당량 검출된 것이다. 결과적으로 XRD 분석을 통해서도 Cu 10 wt.%의 복합화 조성이 가장 적절한 Fe 비정질 분말과 Cu의 균일한 복합화가 이루어진다고 판단할 수 있으며, AGO-2와 SPS를 통한 공정의 복합 조성은 Cu 10 wt.%가 가장 적당하다고 판단된다.

3.2. 소결시편의 기계적 특성 분석

그림 11은 순수 비정질 분말과 여러 복합화 공정에 따라 제조한 비정질 Fe-5 wt.%Cu 복합분말의 SPS 소결체 경도를 나타낸 결과이다. 그림에서 Fe 비정질 분말만을 소결한 경우에 약 1530 Hv를 가지고 있다. 연질의 Cu를 첨가한 경우, 연질 Cu 상의 영향으로 경도는 전체적으로 감소하였다.

또한 복합화 방법에 따라 경도의 차이가 나타난다. 이는 밀링 공정에 의한 비정질 분말 자체의 변형과 Cu 첨가에 의한 복합화 분말을 소결하였기 때문이다. Turbular mixing하여 복합화한 분말의 소결 시편은 Fe 비정질 분말만으로 소결한 시편의 경도보다 10~80 Hv 정도 낮다. 이것은 앞에서 기술했듯이 Turbular mixing에 의해 복합화는 분말자체의 변형정도가 가장 작고, Cu의 불균질 혼합으로 Fe 비정질 분말만의 소결이 크게 진행되어, 순수 Fe 비정질 분말만으로 소결한 정도에 비해 작게 감소한 것으로 판단된다.

AGO-2를 이용하여 300 rpm으로 복합화한 분말을

소결한 결과 Turbular mixing한 복합분말의 소결시편 정도보다 더욱 하락한 것을 확인할 수 있다. 이는 복합화 과정에서 고강도 Fe 비정질 분말의 변형과 Cu 상의 복합화 정도에 의한 감소로 설명된다. 즉 비정질 분말이 큰 기계적합금화 과정 중에 큰 기계적 에너지로 파쇄되거나 변형되었고, 또한 앞선 소결체 미세구조에서 보았듯이 Cu 상의 균일한 혼합으로 소결체내에서 비정질 분말들을 연결 Cu 상이 둘러싸고 있어 미소경도 측정시 경도의 감소를 일으킨 것으로 판단된다. AGO-2를 이용하여 500 rpm으로 복합화한 분말을 소결한 결과는 AGO-2 300 rpm으로 복합화 하여 소결한 시편의 정도보다 더욱 하락한 것을 보여주었으며, 약 1300 Hv를 가짐을 확인하였다. 이는 복합화 분말의 형상변화 및 SPS 소결체에서 보여주었듯이 500 rpm에서는 비정질 분말의 변형이 더욱 진행되었기 때문이라 판단된다. 그러나 경도는 300 rpm 보다는 약 100 정도 낮은 값을 보였지만, 미세구조적인 측면에서는 앞선 그림에서 보여주었듯이 연결 Cu상의 혼합이 가장 균일하게 되었기 때문에 비정질 Fe 분말과 연결 Cu 상의 복합화 측면에서는 AGO-2 500 rpm이 가장 적합한 것으로 판단된다.

4. 결 론

본 연구는 Fe 비정질 분말을 제조하고, 제조된 분말의 비정질 특성과 SPS소결에 의한 조밀화 거동을 살펴보았다. 또한 다양한 복합화 공정으로 고강도 Fe 비정질 분말에 연질 Cu를 복합화 하였으며 이들 복합분말의 SPS 소결 특성을 연구하였다.

1. 비정질 분말 및 복합화된 분말은 SPS 소결 장치로 소결하였다. 순수 Fe 비정질 분말로 소결을 했을 경우 입도의 크기가 작아질수록 기공의 빈도수 및 크기가 작아졌으며, 일반적인 소결온도 이하인 유리 천이온도 영역임에도 불구하고 소성변형에 의해 치밀화 된 것을 확인할 수 있었다.

2. SPS 소결시 분말 표면에서의 국부적인 용융/응고로 Fe_3C , FeB , Mo_3P_4 , Fe_2P 등의 피크가 확인되었다. Cu 첨가에 따라서는 Cu 10 wt.%가 분산이 가장 잘 되어 있으며, 내부 또한 Cu의 분산이 가장 잘 되어 있는 것을 확인할 수 있었다. 15 wt.%의 경우 Cu 함량의 과다로 인하여 Cu 결정 피크가 두드

러지게 나타나는 것을 확인할 수 있었다.

3. SPS 소결체의 경도 측정 결과 밀링 공정과 Cu 첨가에 따라 경도값이 변화하였다. 순수 비정질 분말만을 SPS 소결한 경우 경도는 1530 Hv를 가졌으나, Cu 첨가로 경도는 모두 감소하였다. 복합화 공정으로 AGO2-500 rpm의 경도는 약 1300 Hv로 가장 낮은 값을 가졌으나, 비정질 분말과 Cu 상의 균일도, 기공 등을 분석한 미세구조 결과로부터 가장 우수한 복합화 특성을 가짐을 확인하였다.

감사의 글

본 연구는 지식경제부의 “벌크비정질·나노소재 개발 사업”의 연구비 지원에 의해 수행되었으며, 이에 감사드립니다.

참고문헌

[1] P. Duwez: Progress in Solid state chemistry, **3** (1967) 377.

[2] P. K. Rastogi and P. Duwez: J. Non-crystalline Solids, **5** (1970) 1.
 [3] W. L. Johnson: Current Opinion in Solid State and Materials Science, **1** (1996) 383.
 [4] A. Inoue: Acta Materialia., **48** (2000) 279.
 [5] M. Hagiwara, A. Inoue and T. Masumoto: Metal Trans. A, **13** (1982) 373.
 [6] H. Fu, H. Zhang, H. Wang, Q. Zhang, and Z. Hu: Scripta Mater., **52** (2005) 669.
 [7] C. C. Hays, C. P. Kim and W. L. Johnson: Mater. Sci. Eng. A, **304-306** (2001) 650.
 [8] Y. J. Kim, B. K. Kim and J. C. Kim: Mater. Sci. Eng. A, **449** (2007) 1071.
 [9] J. C. Kim, Y. J. Kim, B. K. Kim and J. S. Kim: J. Korean Powder Metall. Inst., **13** (2006) 351 (*Korean*).
 [10] D. V. Louzguine-Luzgin, G. Q. Xie, S. Li, A. Inoue, N. Yoshikawa, K. Mashiko, S. Taniguchi and M. Saito: J. Alloys and Compounds, **483** (2009) 78.
 [11] H. Li and S. H. Lee: Mater. Sci. Eng. A, **449-451** (2007) 189.
 [12] H. J. Ryu, J. H. Lim, J. S. Kim, J. C. Kim and H. J. Kim: J. Korean Powder Metall. Inst., In press (2009) (*Korean*).