

## 초고압 성형을 통한 Mo 나노 분말의 치밀화

안치형<sup>1</sup> · 최원준<sup>1</sup> · 박천웅<sup>1</sup> · 이승영<sup>1</sup> · 김영도<sup>1,2†</sup>

<sup>1</sup>한양대학교 신소재공학과, <sup>2</sup>한양대학교 산업과학연구소

## Densification of Mo Nanopowders by Ultra High Pressure Compaction

Chi Hyeong Ahn<sup>1</sup>, Won June Choi<sup>1</sup>, Chun Woong Park<sup>1</sup>,  
Seung Yeong Lee<sup>1</sup> and Young Do Kim<sup>1,2†</sup>

<sup>1</sup>Department of Materials Science and Engineering, Hanyang University, Seoul 04763, Korea

<sup>2</sup>The Research Institute of Industrial Science, Hanyang University, Seoul 04763, Korea

(Received January 2, 2018 : Revised January 2, 2018 : Accepted February 12, 2018)

**Abstract** Molybdenum (Mo) is one of the representative refractory metals for its high melting point, superior thermal conductivity, low density and low thermal expansion coefficient. However, due to its high melting point, it is necessary for Mo products to be fabricated at a high sintering temperature of over 1800-2000 °C. Because this process is expensive and inefficient, studies to improve sintering property of Mo have been researched actively. In this study, we fabricated Mo nanopowders to lower the sintering temperature of Mo and tried to consolidate the Mo nanopowders through ultra high pressure compaction. We first fabricated Mo nanopowders by a mechano-chemical process to increase the specific surface area of the Mo powders. This process includes a high-energy ball milling step and a reduction step in a hydrogen atmosphere. We compacted the Mo nanopowders with ultra high pressure by magnetic pulsed compaction (MPC) before pressureless sintering. Through this process, we were able to improve the green density of the Mo compacts by more than 20 % and fabricate a high density Mo sintered body with more than a 95 % sintered density at relatively low temperature.

**Key words** molybdenum, nanopowders, magnetic pulsed compaction, ultra high pressure compaction, densification.

### 1. 서 론

최근 원자력 산업 및 항공우주산업에 대한 관심이 증가됨에 따라 고온 특성과 열전특성이 우수한 고용점 금속에 대한 연구의 필요성이 나날이 증가되고 있다. Mo는 W, Ta, Nb 등과 함께 대표적인 고용점 재료 중 하나로서, 높은 용점(2617 °C)과 우수한 고온 기계적 특성을 가지며, 고용점 재료 중 상대적으로 높은 열전도도(138 W/m·K), 낮은 밀도(10.20 g/cm<sup>3</sup>) 및 낮은 열팽창계수(4.8 μm/m·K)를 가지는 재료이다.<sup>1,4)</sup> 이러한 우수한 특성을 가지기 때문에 Mo는 고온 고강도 구조재, 유리 용해용 전극(Glass Melting Electrode, GME), 박막 증착용 타겟 등과 같이 다양한 분야에서 사용되고 있으며, 기판

재료나 패키지 재료 등과 같은 반도체 소자 재료 분야에서도 크게 주목을 받고 있다.<sup>2-5)</sup>

하지만 높은 용점으로 인해 Mo 제품을 제조하기 위해서는 1800~2000 °C 이상의 고온 소결 공정이 필수적이며,<sup>6,7)</sup> 이는 고비용, 저효율 공정이기 때문에 이를 개선하기 위한 연구들이 활발히 진행되고 있다. 이러한 연구로는 크게 활성화 소결(Activated sintering) 연구, 분말의 비표면적 증가 연구 등이 있는데, 활성화 소결 연구의 경우 Mo에 소량의 Ni, Pt, Pd 등을 첨가하여 Mo의 소결성을 향상시킬 수 있지만 첨가원소로 인한 열, 전기 및 기계적 특성이 저하된다는 문제점이 존재한다.<sup>6,8-12)</sup> 따라서 최근에는 Mo 분말의 비표면적을 증가시킴으로써 소결 구동력을 증가시키고 이를 통해 Mo의 소결성을 향

<sup>†</sup>Corresponding author

E-Mail : ydkim1@hanyang.ac.kr (Y. D. Kim, Hanyang Univ.)

© Materials Research Society of Korea, All rights reserved.

This is an Open-Access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution Non-Commercial License (<http://creativecommons.org/licenses/by-nc/3.0>) which permits unrestricted non-commercial use, distribution, and reproduction in any medium, provided the original work is properly cited.

상시키는 연구에 많은 관심이 집중되고 있다.<sup>6,13)</sup> 이와 같은 분말의 비표면적 증가를 통해 소결 특성을 향상시키는 방법은 활성화 소결 연구와는 달리 제 2의 원소 첨가가 필요 없는 치밀화 방법이기 때문에 특성의 저하 없이 재료 고유의 물성을 가지는 제품 제조가 가능하다는 장점을 가지고 있다. 하지만 분말 입자의 크기가 작아 질수록 분말의 비표면적이 증가되어 소결 특성은 향상되나 분말 성형 시 입자의 변형 저항성이 커지게 되며, 입자간 마찰력이 증가하기 때문에 낮은 입자 충전율을 가지게 된다.<sup>14-17)</sup> 따라서 입자의 크기가 매우 작은 나노 분말의 경우 일반적인 성형 방법으로는 성형하기가 어려워 초고압 성형을 통한 나노 분말의 성형 특성 향상이 필요하다고 할 수 있다.

본 연구에서는 Mo의 비표면적을 향상시키기 위해 MoO<sub>3</sub> 분말을 고 에너지 볼 밀링한 후 수소 분위기에서 환원하는 기계화학적 방법(mechano-chemical process)을 이용하여 나노 크기의 Mo 분말을 제조하였다. 이후 분말야금 일련의 공정인 성형 공정과 소결 공정을 거쳐 Mo 소결체를 제조하였는데, Mo 나노 분말을 효과적으로 치밀화시키기 위하여 분말 성형 시 자기펄스 성형(Magnetic Pulsed Compaction, MPC) 장비를 이용한 5 GPa의 초고압을 가해 성형 하였다. 그 후 상압 소결을 이용하여 Mo 소결체를 제조하였고, 성형 압력 변화가 Mo 나노 분말의 치밀화 및 성형, 소결 특성의 변화에 미치는 영향에 대한 분석을 진행하였다.

## 2. 실험 방법

### 2.1 기계화학적 공정을 이용한 Mo 나노 분말의 제조

본 연구에서는 Mo 나노 분말을 제조하고자 먼저 MoO<sub>3</sub> 분말(5-8 μm, shape powder, 99.9%)을 시작분말로 사용하여 planetary ball mill(Retsch, PM400) 장비로 고 에너지 볼 밀링을 실시하였다. 밀링 시 스테인리스 재질의 4.765 mm 크기의 강구를 사용하였고, 분말의 장입량은 50 g, 볼:분말의 장입비(Ball to powder ratio, BPR)는 16:1로 하여 200 rpm으로 1시간부터 70시간까지 밀링 시간을 변화시키며 볼 밀링을 진행하였다. 볼 밀링 이후 밀링 시간에 따른 분말 입자의 크기 및 형상의 변화를 확인하기 위해 FE-SEM(FEI, nova nano sem 450)을 이용해 분말의 미세구조를 분석하였고, zeta potential(Otsuka electronics, ELSZ-1000) 장비를 이용하여 입자 크기 분포를 측정하였다. 또한 밀링 시간에 따른 분말의 상(phase) 및 결정질(crystalline) 크기 변화를 확인하고자 XRD(Rigaku, D/Max 2500) 분석을 실시하였다. crystalline 크기는 밀링 시간에 따른 XRD peak의 반가폭(Full-width at half-maximum, FWHM)을 측정하여 아

래의 Williamson-Hall equation에 대입하여 계산하였다.

$$\beta_{sample} \cos \theta = \frac{K\lambda}{\delta} + 2\epsilon \sin \theta$$

이 식에서  $\beta_{sample}$ 은 분말 sample의 Full-width at half-maximum, FWHM), K는 Scherrer 상수( $\approx 0.94$ ),  $\lambda$ 는 사용된 X선의 파장(CuK $\alpha$ , 0.154056 nm),  $\delta$ 는 crystalline의 크기,  $\epsilon$ 는 strain 크기, 그리고  $\theta$ 는 회절면에 대한 Bragg각을 나타낸다.

볼 밀링 이후 미세화된 MoO<sub>3</sub> 분말을 환원 열처리하여 Mo 나노 분말을 제조하였다. 환원 열처리는 ThermVac Inc.의 알루미늄 관상로(tube furnace)를 이용하여 고순도(99.999%) 수소 분위기에서 10 °C/min의 승온 속도로 800 °C까지 승온 후 유지시간 없이 열처리하였다. 환원 열처리 이후 MoO<sub>3</sub> 분말의 환원 여부를 확인하기 위해 XRD 분석을 진행하였고, 환원된 Mo 분말 입자의 크기 및 형상을 확인하기 위해 FE-SEM을 이용해 분말의 미세구조를 분석하였다.

### 2.2 초고압 성형 및 상압 소결을 통한 Mo 소결체의 제조

환원시킨 Mo 나노 분말은 Nano Technology Inc.의 자기펄스 압축 성형 장비(Magnetic Pulsed Compaction, MPC)를 이용하여 성형하였다. 성형은 내경 10 mm 크기의 금형 몰드에 1회 당 분말을 1 g 장입한 후 성형 압력을 1, 3, 5 GPa로 변화시켜주며 진행하였다. 또한 선행 연구결과<sup>18)</sup>와 비교 및 초고압 성형에 의한 치밀화 효과를 확인하기 위해 Carver Inc.의 유압 성형 장비를 이용하여 0.3 GPa의 압력을 가해 성형을 실시하였다. 이후 성형체의 직경, 높이 및 질량을 측정하여 성형 밀도를 구한 후 이론 밀도와 비교하여 상대밀도를 계산하였으며, 성형 압력에 따른 입자의 변형 정도를 확인하기 위해 FE-SEM을 이용해 성형체의 미세구조를 분석하였다.

Mo 나노 분말을 MPC와 유압 성형 장비를 이용하여 각각 0.3, 1, 3, 5 GPa의 성형 압력으로 성형한 이후 소결하여 Mo 소결체를 제조하였다. 소결은 ThermVac Inc.의 알루미늄 관상로(tube furnace)를 이용하여 고순도(99.999%) 수소 분위기에서 10 °C/min의 승온 속도로 1100, 1200, 1300 °C까지 각각 승온 후 유지시간 없이 소결하였다.

### 2.3 분석 및 기계적 특성 평가

성형 압력에 따른 Mo 소결체의 치밀화 정도를 확인하기 위하여 Archimedes 원리를 이용하여 소결체의 소결 밀도를 측정한 후 이론 밀도와 비교하여 상대밀도를 계산하였으며, 미세구조 변화를 확인하기 위하여 FE-SEM

을 이용해 소결체의 미세구조를 분석하였다. 또한 성형 압력에 따른 Mo 소결체의 기계적 특성 변화를 평가하기 위해 Vickers hardness tester(Shimadzu, HMV-2)를 이용하여 Vickers hardness 값을 측정 하였다. 경도 측정 시 압축 하중은 4.903N으로 하였으며, 압입 후 10초간 유지하여 경도 값을 측정하였다.

### 3. 결과 및 고찰

#### 3.1 기계화학적 공정을 이용한 Mo 나노 분말의 제조

MoO<sub>3</sub> 분말의 미세화를 위해 볼 밀링을 진행했고, 밀링 시간에 따른 분말의 미세화 정도를 파악하기 위해 SEM, XRD 분석 및 crystalline 크기, 분말의 입도 분포를 측정하였다. 밀링한 MoO<sub>3</sub> 분말의 XRD 패턴을 Fig. 1에 나타내었는데, XRD 분석 결과 볼 밀링 시간에 관계없이 모두 초기 분말의 상인 MoO<sub>3</sub> 상을 유지함을 확인할 수 있었다. 또한 밀링 시간이 증가할수록 XRD peak의 세기가 감소하고 넓어지는 현상을 확인할 수 있었으며, 이는 crystalline 크기의 감소를 의미한다. 따라서 XRD peak의 반가폭(Full-width at half-maximum, FWHM)을 측정한 후 실험방법에서 제시한 Williamson-Hall equation에 대입하여 crystalline의 크기를 계산해보았고, 그 결과를 Fig. 2에 나타내었다. 이를 통해 밀링 시간 증가가 미세해짐에 따라 crystalline의 크기가 감소하여 10 시간의 밀링 후에는 시작 분말 crystalline 크기(59.8 nm)의 절반 이하(22.3 nm)로 감소하고, 밀링이 진행될수록 입자의 미세화가 계속되어 50시간 밀링 이후에는 crystalline의 크기가 10 nm 이하로 유지됨을 확인할 수 있었다. Fig. 3는 각각 시작분말과 1, 20, 50시간 볼 밀링한 MoO<sub>3</sub> 분말의 SEM 미세조직 사진을 나타낸다. SEM 분석 결과 1시간 동안 볼 밀링 하였을 경우에는 아직 분쇄되지 못한 큰 입자들이 다수 관찰되지만, 밀링 시간이 증가됨에 따라 분말 입자들이 미세해짐을 확인할 수 있었다. 또한 50시간 볼 밀링 하였을 경우에는 대부분의 입자들이 200 nm 크기 이하로 미세하게 분쇄되었음을 확인할 수 있었다. Fig. 4는 50시간 볼 밀링한 MoO<sub>3</sub> 분말의 입도 분포를 측정한 결과이다. 입도 분포 측정결과 50시간 밀링 진행 시 40-200 nm(D<sub>10</sub>: 43.8 nm, D<sub>50</sub>: 62.7 nm, D<sub>90</sub>: 113.8 nm) 크기의 입도 분포를 가지는 것을 확인할 수 있었다.

볼 밀링을 통해 미세화된 MoO<sub>3</sub> 분말을 800 °C에서 수소 환원시켜 Mo 나노 분말을 제조하였다. 환원 열처리 이후 MoO<sub>3</sub> 밀링 분말의 환원 여부를 확인하기 위해 XRD 분석을 진행하였고, 환원된 Mo 분말 입자의 크기 및 형상을 확인하기 위해 FE-SEM을 이용해 분말의 미세구조를 분석하였다. 문헌에 의하면 MoO<sub>3</sub>는 600-1100 °C

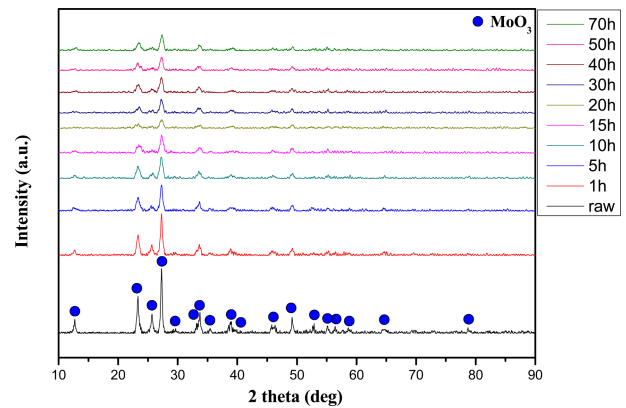


Fig. 1. XRD patterns of ball-milled MoO<sub>3</sub> powders at each time.

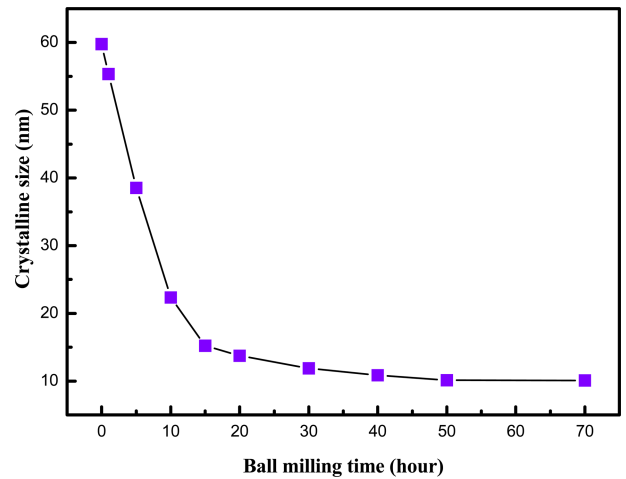


Fig. 2. Crystalline size of ball-milled MoO<sub>3</sub> powders at each time.

온도 범위에서 Mo로 환원된다고 알려져 있다.<sup>28,19)</sup> 또한 Kim<sup>20)</sup> 등의 연구 결과를 통해 볼 밀링한 MoO<sub>3</sub> 분말을 수소 분위기에서 800 °C로 유지시간 없이 환원시킬 경우 가장 미세하며, 균일한 형태의 Mo 분말이 제조됨을 확인할 수 있었다. 따라서 본 연구에서는 미세한 Mo 분말을 제조하기 위해 볼 밀링한 MoO<sub>3</sub> 분말을 800 °C의 온도에서 유지시간 없이 수소 환원시켰다. Fig. 5는 50 시간 동안 볼 밀링한 MoO<sub>3</sub> 분말을 800 °C의 온도에서 수소 환원시킨 분말의 XRD 결과이다. XRD 분석 결과 모든 MoO<sub>3</sub> 상이 Mo 상으로 완전히 환원되었음을 확인할 수 있었다. 또한 peak들의 반가폭을 측정한 후 Williamson-Hall equation에 대입하여 crystalline의 크기를 계산해본 결과 35 nm의 크기를 가짐을 알 수 있었다. Fig. 6는 50시간 볼 밀링한 MoO<sub>3</sub> 분말을 800 °C에서 환원한 Mo 분말의 SEM 미세조직 사진이다. SEM 분석 결과 100-250 nm의 입자크기를 가지는 매우 균일한 형태의 Mo 입자들이 형성됨을 확인할 수 있었다. MoO<sub>3</sub> 볼 밀링 분말에 비해 Mo 환원 분말의 크기가 약간 증

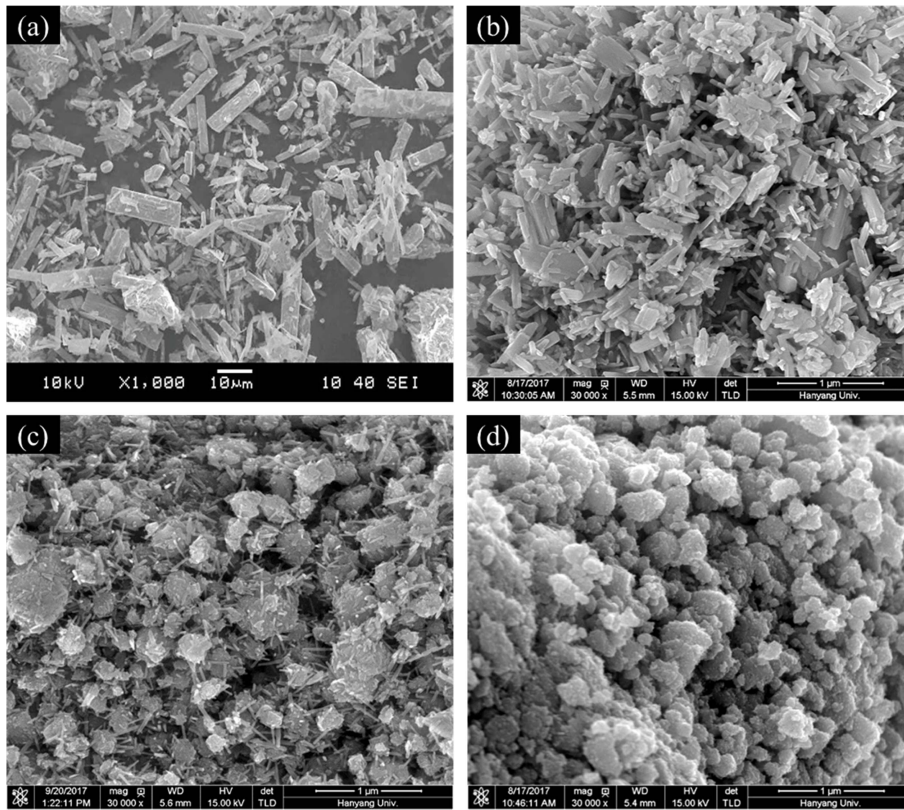


Fig. 3. SEM images of ball-milled MoO<sub>3</sub> powders at each time; (a) raw powders, (b) 1 h milling, (c) 20 h milling, (d) 50 h milling powders.

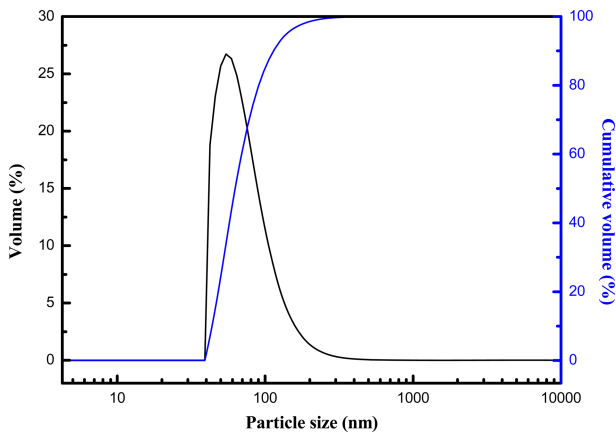


Fig. 4. Particle size distributions of 50 h ball-milled MoO<sub>3</sub> powders.

가된 이유는 밀링 과정에서 매우 미세하고 치밀해진 입자들이 높은 온도에서 수소 환원되면서 입자들의 응집 및 결정립의 성장이 진행된 결과로 판단된다.<sup>21)</sup>

### 3.2 초고압 성형 및 상압 소결을 통한 Mo 소결체의 제조

환원된 Mo 나노 분말을 치밀화 시키기 위해 5 GPa의 초고압을 가해 치밀화된 성형체를 제조하였고, 선행 연

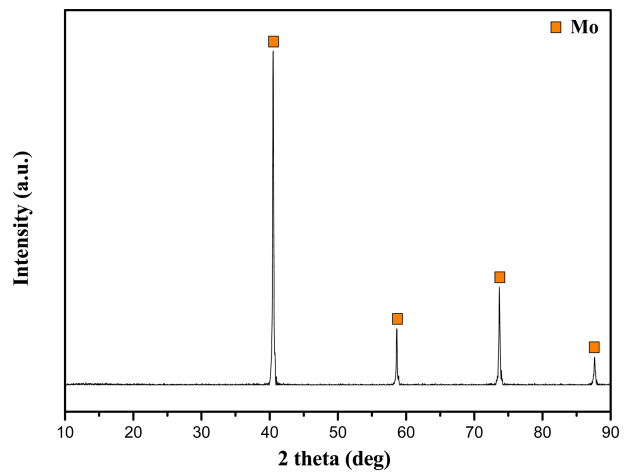
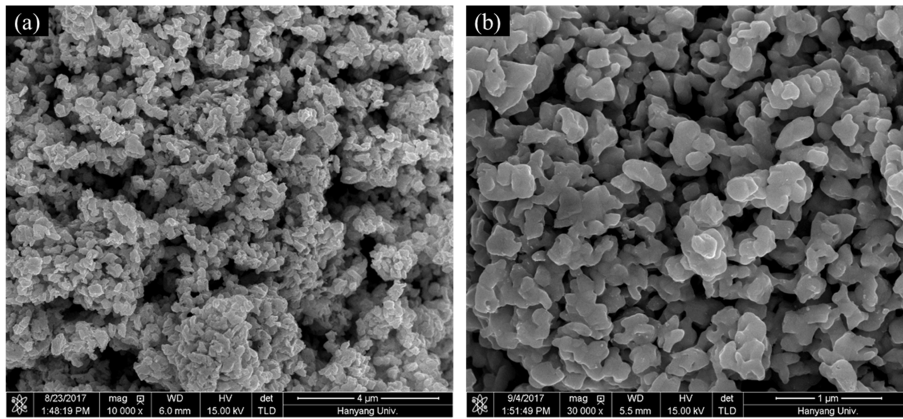


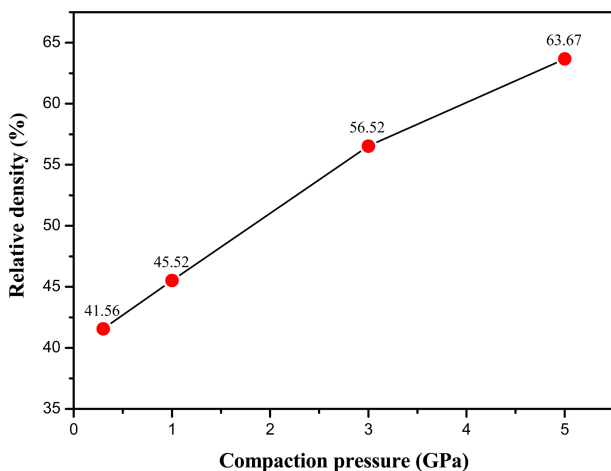
Fig. 5. XRD patterns of powders hydrogen reduced at 800 °C after ball milling for 50 h of MoO<sub>3</sub>.

구 결과와<sup>18)</sup> 비교 및 초고압 성형에 따른 치밀화 효과를 확인하기 위해 0.3 GPa의 압력을 가해 성형체를 제조하였다. Fig. 7은 성형 압력 변화에 따른 Mo 성형체의 성형 밀도 변화를 나타낸다. 성형 밀도는 밀도 측정 후 Mo의 이론 밀도인 10.2 g/cm<sup>3</sup>로 나누어 상대 밀도로 나타내주었으며, 성형 압력별 시편을 각각 3개씩 만들어 성



**Fig. 6.** SEM images of powders hydrogen reduced at 800 °C after ball milling for 50 h of MoO<sub>3</sub>; (a) low magnification image, (b) high magnification image.

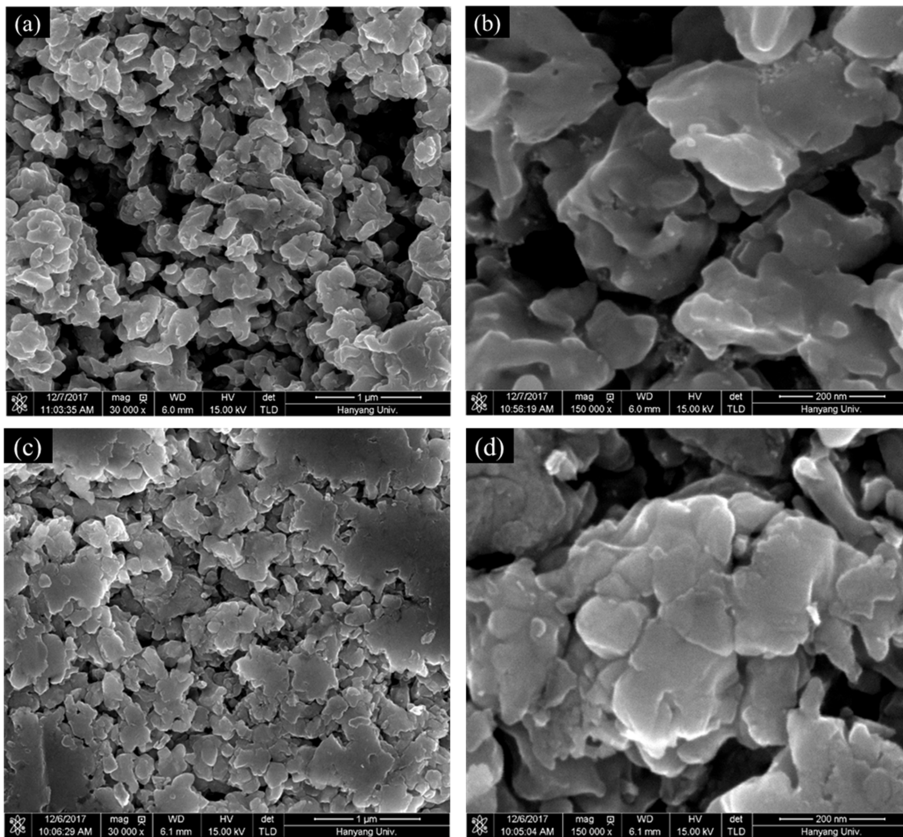
형 밀도를 측정 후 평균을 내어 나타내주었다. 측정 결과에 의하면 0.3 GPa의 압력으로 성형한 성형체의 경우 41.56 %, 1 GPa의 경우 45.52 %, 3 GPa의 경우 56.52 %, 5 GPa의 경우 63.67 %의 상대 밀도 값이 측정되었으며, 이를 통해 성형 압력이 0.3 GPa에서 5 GPa로 증가될 경우 성형 밀도가 약 20 % 이상 향상됨을 확인할 수 있었다. Fig. 8은 각각 0.3 GPa, 5 GPa의 성형 압력으로 성형한 Mo 성형체의 단면 SEM 사진이다. SEM 분석 결과 상대적으로 낮은 압력인 0.3 GPa으로 성형한 성형체의 경우 입자의 재배열 및 입자의 변형이 적게 일어나 거의 치밀화 되지 못했으며, Fig. 6의 Mo 환원 분말과 유사한 형상을 가짐을 확인할 수 있었다. 하지만 5 GPa의 초고압을 가해 성형한 성형체의 경우 입자의 재배열 및 변형이 0.3 GPa로 성형한 성형체에 비해 상대적으로 많이 발생되어 입자간 기공이 매우 적어졌으며, 치밀화된 형상을 확인할 수 있었다. 이를 통해 성형 압력이 증가됨에 따라 입자의 재배열 및 변형이 증가되면



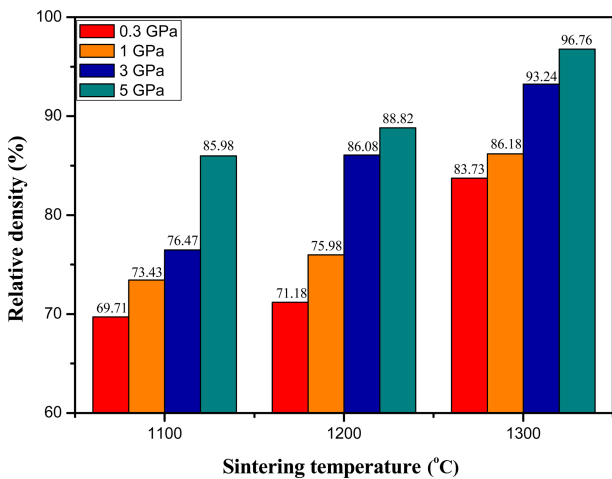
**Fig. 7.** Relative density of compacted specimens with various compaction pressure.

서 치밀화됨을 확인할 수 있었다.

Mo 나노 분말을 MPC와 유압 성형 장비를 이용하여 각각 0.3, 1, 3, 5 GPa의 성형 압력으로 성형한 이후 1100, 1200, 1300 °C에서 각각 소결하여 Mo 소결체를 제조하였다. Fig. 9는 성형 압력 및 소결 온도의 변화에 따른 Mo 소결체의 소결 밀도 변화를 나타내며, 막대 그래프 위의 수치는 각 조건 별(성형 압력, 소결 온도) 소결 밀도 측정치의 평균 값을 나타낸다. 소결 밀도 역시 밀도 측정 후 Mo의 이론 밀도인 10.2 g/cm<sup>3</sup>로 나누어 상대 밀도로 나타내주었다. 측정 결과에 의하면 0.3 GPa의 압력으로 성형 후 1100 °C에서 소결한 경우 69.71 %, 1300 °C에서 소결한 경우 83.73 %의 상대 밀도 값이 측정되었으며, 5 GPa의 압력으로 성형 후 1100 °C에서 소결한 경우 85.98 %, 1300 °C에서 소결한 경우 96.76 %의 상대 밀도 값이 측정되었다. 이를 통해 성형 압력이 0.3 GPa에서 5 GPa로 증가될 경우 각 소결 온도에서 소결 밀도가 약 10 % 이상 향상됨을 확인할 수 있었다. Fig. 10은 각 성형 압력 및 소결 온도 별 Mo 소결체의 SEM 미세조직 사진이다. 상하로 0.3, 5 GPa의 성형 압력 변화를 나타내며, 좌우로 1100, 1200, 1300 °C의 소결 온도 변화를 나타낸다. SEM 분석 결과 성형 압력 및 소결 온도가 증가됨에 따라 입자간 기공들이 줄어들고, 치밀화됨을 확인할 수 있었다. Fig. 11은 성형 압력 및 소결 온도의 변화에 따른 Mo 소결체의 비커스 경도 측정값을 나타낸다. 측정 결과에 의하면 0.3 GPa의 압력으로 성형 후 1100 °C에서 소결한 경우 138.3 Hv, 1300 °C에서 소결한 경우 227.7 Hv의 경도 값이 측정되었으며, 5 GPa의 압력으로 성형 후 1100 °C에서 소결한 경우 339.45 Hv, 1300 °C에서 소결한 경우 363.65 Hv의 경도 값이 측정되었다. 이를 통해 성형 압력이 증가됨에 따라 각 소결 온도에서 경도 값이 약 100 Hv이상 향상됨을 확인할 수 있었다.



**Fig. 8.** Cross section image of compacted specimens with various compaction pressure; (a) 0.3 GPa low magnification image, (b) 0.3 GPa high magnification image, (c) 5 GPa low magnification image, (d) 5 GPa high magnification image.



**Fig. 9.** Relative density of sintered specimens with various compaction pressure and different sintering temperatures for no holding time.

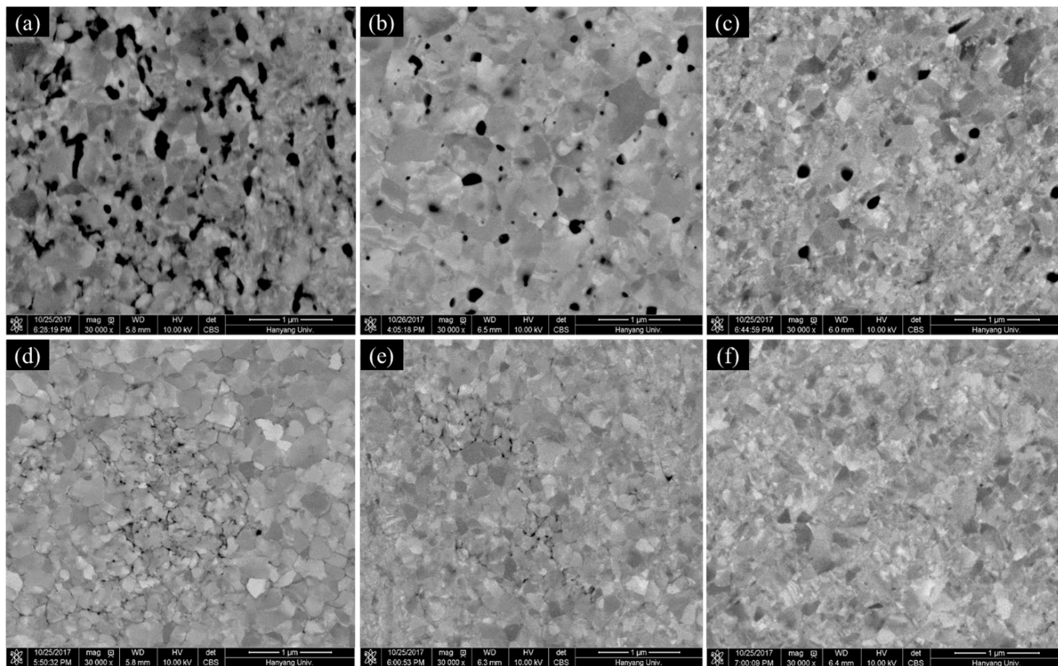
#### 4. 결 론

본 연구에서는 기계화학적 방법을 이용하여 나노 크기

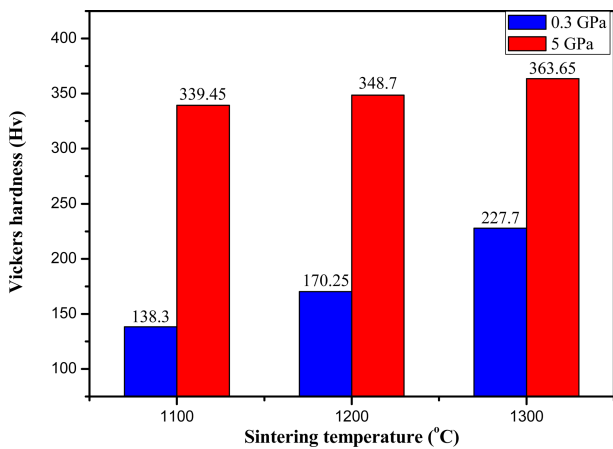
의 Mo 분말을 제조함으로써 분말의 비표면적을 증가시켜주었고, MPC를 이용한 초고압 성형을 적용하여 Mo 나노 분말을 치밀화 시키고자 하였으며, 그에 따른 Mo 나노 분말의 성형 및 소결 특성 변화에 대한 분석을 진행하였다.

1) MoO<sub>3</sub> 분말 불 밀링 이후 밀링 시간에 따른 분말의 미세화 정도를 파악하기 위해 XRD, SEM, PSA 분석을 진행하였다. 분석 결과 밀링을 진행함에 따라 분말 입자가 미세해져서 50시간 이상 밀링 진행 시 crystalline의 크기는 10 nm 이하로 유지되고, 입자의 크기는 200 nm 이하로 미세하게 분쇄되었음을 확인할 수 있었다. 불 밀링을 통해 미세화된 MoO<sub>3</sub> 분말을 수소 분위기에서 800 °C로 환원시켜 Mo 나노 분말을 제조하였다. 이후 Mo 분말의 환원 여부 및 미세구조를 파악하기 위해 XRD, SEM 분석을 진행하였다. 분석 결과 모든 MoO<sub>3</sub> 상이 Mo 상으로 완전히 환원되었고, 100-250 nm의 크기를 가지는 매우 균일한 형태의 Mo 입자들이 형성되었음을 확인할 수 있었다.

2) 환원된 Mo 나노 분말을 치밀화 시키기 위해 5 GPa의 초고압을 가해 치밀화된 성형체를 제조하였고, 이후



**Fig. 10.** SEM image of sintered specimens with various compaction pressure and different sintering temperatures for no holding time; (a) 0.3 GPa / 1100 °C, (b) 0.3 GPa / 1200 °C, (c) 0.3 GPa / 1300 °C, (d) 5 GPa / 1100 °C, (e) 5 GPa / 1200 °C (f) 5 GPa / 1300 °C.



**Fig. 11.** Vickers hardness of sintered specimens with various compaction pressure and different sintering temperatures for no holding time.

성형 압력에 따른 치밀화 효과를 확인하기 위해서 성형체의 밀도 변화 및 미세구조를 분석하였다. 분석 결과 성형 압력이 0.3 GPa에서 5 GPa로 증가됨에 따라 입자의 재배열 및 변형이 증가되면서 성형 밀도가 약 20% 이상 향상되었음을 확인할 수 있었다. 또한 초고압 성형을 통해 치밀화시킨 Mo 성형체를 소결하여 Mo 소결체를 제조하였고, 이후 성형 압력이 소결 특성에 미치는 영향에 대해 분석하기 위해서 각 소결 온도에서 성형 압력 변화에 따른 소결 밀도 변화 및 미세구조를 분

석하였으며, 경도 값을 측정하였다. 분석 결과 성형 압력이 0.3 GPa에서 5 GPa로 증가됨에 따라 입자들이 치밀화되어 소결 밀도는 약 10% 이상, 경도 값은 약 100 Hv 이상 향상되었음을 확인할 수 있었다.

3) 비표면적이 큰 나노 크기의 Mo 분말과 초고압 성형을 적용하여 고용점 재료인 Mo을 소결하기엔 상대적으로 낮은 온도인 1300 °C에서 95% 이상의 고밀도 Mo 소결체를 제조할 수 있었다.

### Acknowledgement

This research was supported by the National Research Foundation of Korea(NRF) funded by the Ministry of Education(2015R1D1A1A01057689). This research was supported by Basic Science Research Program through the National Research Foundation of Korea(NRF) funded by the Ministry of Education(2016R1A6A1A03013422).

### References

1. Y. M. Kim, E. P. Kim, S. Lee, J. W. Noh, J. Kor. Powd. Met. Inst., **14**, 221 (2007).
2. E. R. Braithwaite, J. Haber, Molybdenum: An Outline of its Chemistry and Uses, Elsevier, New York, USA (1994).
3. T. S. Srivatsan, B. G. Ravi, A. S. Naruka, L. Riester, M.

- Petraroli, T. S. Sudarshan, Powder Technol., **114**, 136 (2001).
4. About Molybdenum materials. PLANSEE Home Page. Retrieved September 13, 2017 from <https://www.plansee.com/en/materials/molybdenum.html#c655>.
  5. E. F. Baroch, M. Ostermann, G. Patrick, Adv. Powder Metall., **5**, 321 (1991).
  6. P. Garg, S. J. Park, R. M. German, Int. J. Refract. Met. Hard Mater., **25**, 16 (2007).
  7. Y. M. Kim, J. Korean Powder Metall. Inst. **15**, 214 (2008).
  8. P. E. Zovas, R. M. German, Metall. Trans. A, **15A**, 1103 (1984).
  9. Y. Hiraoka, T. Ogusu, N. Yoshizawa, J. Alloys Compd., **381**, 192 (2004).
  10. K. S. Hwang, H. S. Huang, Int. J. Refract. Met. Hard Mater. **22**, 185 (2004).
  11. R. M. German, Z. A. Munir, J. Less-Common Met., **58**, 61 (1978).
  12. S. J. Kang, Sintering : densification, grain growth, and microstructure, Butterworth-Heinemann, Elsevier, Amsterdam, Netherland (2005).
  13. S. H. Kim, Y. I. Seo, D. G. Kim, M. J. Suk, Y. D. Kim, J. Korean Powder Metall. Inst. **17**, 235 (2010).
  14. H. F. Fischmeister, E. Arzt, Powder Metall., **26**, 82 (1983).
  15. J. K. Lee, S. J. Hong, M. K. Lee, C. K. Rhee, J. Korean Powder Metall. Inst. **12**, 345 (2005).
  16. R. M. German, Powder Metallurgy & Particulate Materials Processing, MPIF, Princeton, USA (2005).
  17. R. C. Kang, M. K. Lee, W. W. Kim, C. K. Rhee, S. J. Hong, J. Korean Powder Metall. Inst. **15**, 37 (2008).
  18. M. S. Park, M. S. Thesis (in Korean), p.18, Hanyang University, Seoul (2009).
  19. W. V. Schulmeyer, H. M. Ortner, Int. J. Refract. Met. Hard. Mater., **20**, 261 (2002).
  20. G. S. Kim, Ph. D. Thesis (in Korean), p.14, Hanyang University, Seoul (2007).
  21. M. G. Hwang, M.S. Thesis (in Korean), p.34, Hanyang University, Seoul (2006).