

Ni-Fe Nanocomposite 분말의 수소환원에 의한 합성 (Hydrogen Reduction Synthesis of Nanocomposite Ni-Fe Powder)

한양대학교 김재명, 김태형 이재성*

1. 서론: 분말의 입도와 혼합도는 다성분계 합금의 소결성을 결정하는 매우 중요한 인자이다. 이와 관련하여 본 연구진에서는 산화물의 ball milling과 수소환원방법을 조합하여 상호 용해도가 없는 W-Cu계에 적용함으로써 Nanocomposite를 얻는 방안과 그 결과에 대하여 이미 발표한 바 있다. 본 연구에서는 이의 적용범위를 넓히기 위하여 stainless steel과 permalloy의 기본 성분계인 Ni-Fe계를 선택하였다. Ni-Fe 계는 W-Cu 계의 경우와는 달리 milling media를 동일한 재질로 선택할 수 있기 때문에 불순물의 오염을 방지할 수 있고 상호용해도가 존재한다는 특징이 있다. 이에 대한 기초연구로서 NiO-FeO 혼합산화물의 milling 시간을 주 변수로 하여 이에 따른 산화물 특성 및 수소환원과정에서 생성되는 복합분말의 특성을 조사하였다.

2. 실험방법: 사용된 산화물분말은 FeO, NiO였으며, 조성은 환원 후 50wt%Fe가 되게 조절하였다. 두 산화물 분말을 Turbular mixer에서 30분간 혼합한 후 attritor에서 stainless steel ball을 사용하여 에틸알코올과 함께 0~30시간 분쇄혼합하였다. 이를 drying oven에서 60°C, 30분간 건조시킨 후 400mesh로 sieving하여 출발 혼합산화물분말을 제조하였다. 제조된 각 혼합산화물분말의 분말특성을 측정된 후, 40mg의 시료를 채취하여 DTA-TG에서 반응속도에 대한 실험을 행하였다. 이 때 수소의 유속은 350ml/분이었고, TG 분석과 동시에 방출되는 가스의 수분함량을 연속적으로 측정하여 반응과정을 분석하였다. 환원과정중의 각 산화물의 morphology 변화를 SEM 및 XRD로 관찰하였다.

3. 실험결과 및 고찰: Milling이 진행됨에 따라 두 산화물분말이 분쇄되어 aggregation되는 양상이 SEM관찰로부터 확인되었다. 특히 3시간 까지는 aggregation의 양상이 두드러졌고 3시간 이후부터 10시간까지는 다시 입자의 미세화가 진행되었다. 상기 산화물의 XRD결과 milling 시간이 증가함에 따라 각 산화물의 peak intensity가 감소하는 동시에 peak width는 증가하는 현상을 보임으로써 milling에 의하여 aggregate내의 crystallite가 미세해 짐을 알 수 있었다. 모든 산화물 분말들의 수소환원과정은 계단식 환원(stepwise reduction) TG곡선을 나타냈다. 그러나 milling 시간에 따라 계단식환원의 경향이 둔화되며 FeO의 step이 상대적으로 커지는 경향을 나타내었다. 이러한 경향은 humidity 곡선에서도 마찬가지로 나타났는데 milling 하지 않은 시편에서는 두 반응(NiO→Ni, FeO→Fe)을 나타내는 뚜렷한 두개의 peak가 나타났으나 milling 시간이 길어짐에 따라 NiO의 환원 peak가 점점 줄어드는 결과를 보였다. 상기한 산화물의 환원과정을 SEM으로 관찰한 산화물과 환원물의 morphology와 관련하여 논의하였다.