

γ -Fe-Ni 나노합금분말의 완전 치밀화 (Full Densification Process of γ -Fe-Ni Nanoalloy Powders)

한양대학교 강윤성*, 이재성

1. 서론

최근 정밀소형부품으로의 Fe-Ni 재료의 응용범위가 커짐에 따라 금속사출성형과 같은 정밀 net shaping process를 이용한 재료가공의 요구가 높아지고 있다. 그러나 나노 분말재료를 소결할 때 가장 큰 문제는 많은 기공을 포함하는 성형체의 소결시 입자성장을 효과적으로 억제 하면서 균일하게 완전 치밀화를 얻는 것이다. 일반 분말제품의 경우 소결시 압력을 가함으로써 완전 치밀화를 얻는 방법을 이용하기도 하나 형상이 복잡한 성형체의 경우 가압 소결 방법에는 많은 제한이 있다. 상압하에서 소결을 할 때 완전 치밀화를 얻기 위한 방안으로 분말표면적을 극대화시킨 극초미립 Fe-Ni 분말을 이용한 합금설계방안이 제시되어¹⁾ 저온의 소결 조건으로 완전 치밀화와 동시에 입자성장을 억제할 수 있다. 본 연구에서는 성형압력을 변수로 초기 성형 밀도에 따른 Fe-Ni 나노 합금 분말의 치밀화 과정을 조사하였다.

2. 실험방법

출발시료로서 NiO(순도 99.9%, 평균입도 7 μ m)와 Fe₂O₃(99.9%, 평균입도 1 μ m)를 사용하였다. 이들을 Fe-40wt%Ni의 최종조성을 갖도록 칭량하여 3차원 혼합기에서 1시간동안 혼합한 후 methylalcohol과 함께 attritor에서 1시간 동안 불밀링을 하였다. 불밀링 후 건조 및 채치기(325mesh)를 통해 균일 상태의 혼합 산화물을 얻었다. 건조된 혼합 산화물 분말을 최적 열처리 수소환원 조건(600 $^{\circ}$ C/1hr, 수소가스노점 -76 $^{\circ}$ C)으로 Fe-Ni 나노 합금분말을 준비하였다. 최적화된 조건으로 환원된 합금 분말을 125~1250MPa의 압력으로 성형한 후 적외선 반사로부터 10 $^{\circ}$ C/min의 승온속도로 950 $^{\circ}$ C까지 수소 분위기에서 소결을 하였다. 소결체의 밀도는 Archimedes 법을 이용해 측정하였고 XRD를 이용해 Scherrer 식으로 입자의 크기를 측정하였다. 소결체의 조성은 EDX를 이용해 분석하였다.

3. 실험결과 및 고찰

Mechano-chemical 방법으로 준비한 환원 분말의 특성을 XRD를 이용해 조사했을 때, 모두 γ 상의 합금을 이루며 입자의 크기는 30~40 nm 이었다. 각 소결체의 성분 분석을 위해 EDX 분석을 한 결과 모두 Fe-40wt%Ni의 조성이었다. 125 MPa로 성형한 경우 소결체의 밀도는 이론 밀도의 82%이었으나 1250 MPa에서는 98.5%로 완전 치밀화에 가까운 소결체를 얻을 수 있었다. 성형압이 증가함에 따라 소결체의 치밀화가 증가하였다. 그러나 최종 소결체의 입자 크기는 성형압력에 관계없이 모두 100 nm로 일정하였다. 이와같이 Fe-Ni 나노 합금 분말의 성형압을 증가시키면 소결시 효율적으로 입자 성장을 억제하면서 완전 치밀화를 얻을 수 있었다.

4. 참고 문헌

- 1) 남정규, 윤의식, 유지훈, 이재성 ; 7th 분말재료 심포지엄, 대한금속학회, (1997) 90