

## Fe-Ni계 혼합분말의 사출성형시 소결 분위기에 따른 탄소량과 기계적 성질 (Effect of Sintering Atmosphere on the Carbon Content and Mechanical Properties in the Metal Injection Molding of Fe-Ni Mixed Powder)

동아대학교 구광덕\*, 성장현      울산대학교 정 은      부산공업대학교 강창룡

서론 : 금속사출성형법으로 소결합금강을 제조하는 공정에서, 재질에 큰 영향을 미치는 탄소 함량 및 조직을 조절하는 것은 매우 중요하다. 금속사출성형에서는 금속분말과 유기계의 결합제를 함께 사용하므로 결합제 제거 공정과 소결 공정에서 사용한 가스 분위기에 따라 탄소량이 변화하고, 잔류한 탄소량에 따라 소결재료의 기계적 성질의 변화가 기대된다.

본 연구에서는 Ni의 함량 변화에 따른 현미경 조직의 변화와 결합제 제거 및 소결시에 가스 분위기의 변화가 재료의 기계적 성질에 미치는 영향을 조사하기 위하여, 카보닐철 분말과 니켈 분말을 일정비율로 혼합한 혼합분말과 왁스계의 결합제를 혼합하여 만든 혼합체(mixture)를 사출성형한 다음, 수소와 질소가스의 비율을 변화시킨 혼합가스 분위기를 사용하여 결합제 제거시의 탄소량 변화와 소결후의 탄소량 및 조직변화와 이에 따른 기계적 성질 변화를 조사하였다.

실험방법 : 실험에 사용한 원료 분말은 미세한 구형 분말인 카보닐철 분말(BASF OM)과 철계의 중요한 합금 원소인 등근 스폰지 형상의 니켈 분말(Mitsubish)을 사용하였으며, 분말의 입자형상을 Photo.1에 나타내었다.

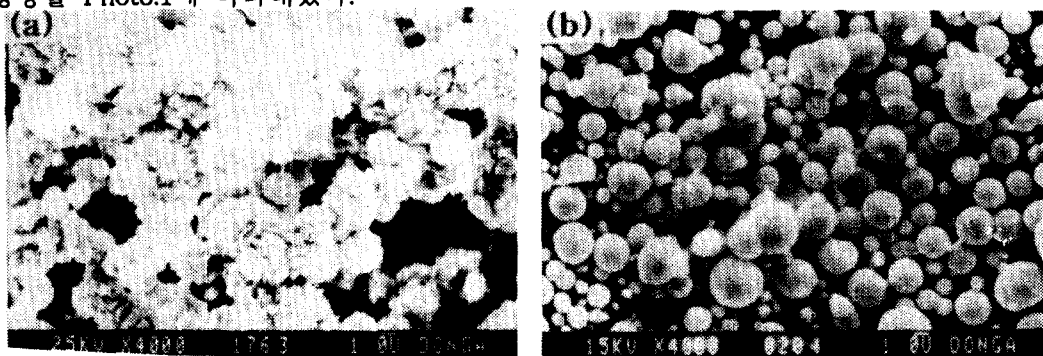


Photo 1. SEM micrographs showing the powder morphologies.

(a) nickel powder      (b) carbonyl iron powder

분말의 탄소함량은 카보닐철 분말이 0.91wt%, 니켈 분말은 0.25wt%이었고, 산소의 함량은 각각 0.17wt.%와 0.15wt.%이었다.

니켈 분말을 무게비로 각각 2, 4, 8 wt.% 가 되게 카보닐철 분말과 함께 V형 믹서(mixer)를 사용하여 알콘가스 분위기에서 혼합하여 원료분말로 사용하였다.

결합제는 82 wt.%PW + 11 wt.%CW + 5 wt.%HDPE + 2 wt.%SA의 혼합결합제를 선택하였다. 이 결합제와 원료분말을 부피비로 60 vol.%분말+40 vol.%결합제가 되게 혼합한 후, 사출기에서 인장시험편 몰드로 사출하였다.

결합제 제거는 wicking법으로 하였으며, dry 수소와 기화시킨 액화질소 가스를 각각 0, 10, 20, 30, 40, 60, 80 및 100% $H_2/N_2$ 의 비율로 변화시킨 혼합가스 분위기에서 1 $l/min$ .의 유량으로 승온속도를 1 $^{\circ}C/min$ .으로 하고 120 $^{\circ}C$ 에서 180분간 및 450 $^{\circ}C$ 에서 180분간 유지한 다음, 500 $^{\circ}C$ 에서 60분간 예비소결하여 결합제를 제거한 시료의 조작성을 편리하게 하였으며, 결합제가 제거된 시편으로 잔류 탄소량을 측정하였다.

결합제를 제거한 시편을 수소와 질소 가스를 각각 0, 10, 20, 30, 40, 60 및 80% $H_2/N_2$ 의 비율

로 변화시킨 혼합가스 분위기를 사용하여 1200°C에서 60분간 소결하여 탄소함량을 변화시켰다. 소결한 시료의 물성검사를 위하여 인장시험, 탄소량 측정과 현미경 조직 관찰 및 경도를 측정하였다.

실험결과 및 고찰 : Fig.1은 니켈이 첨가되지 않은 카보닐철 분말만의 사출성형체를 H<sub>2</sub>/N<sub>2</sub> 혼합가스 분위기에서 결합제를 제거할때 수소함량 증가에 따른 탄소량 변화를 나타낸 것이다. 순수 질소 분위기에서는 탄소의 함량이 0.78wt.%를 나타내었으나 10%H<sub>2</sub>/N<sub>2</sub>에서 1.48wt.%로 최대의 탄소량을 나타내었고, 20%H<sub>2</sub>/N<sub>2</sub>의 혼합가스 분위기 이상에서는 점차 감소하여 순수 수소 분위기에서는 0.035wt.%로 거의 탄소를 함유하고 있지 않았다. Fig.2는 순수 질소 분위기에서 결합제를 제거한 시료를 질소와 수소의 혼합가스 분위기에서 소결하였을때 수소함량 변화에 따른 잔류 탄소량을 나타낸 것으로서 순수 질소 분위기에서는 탄소함량이 0.46~0.63%C로 비교적 많은양의 탄소가 잔류하고 있으나, 10%H<sub>2</sub>/N<sub>2</sub>에서 0.241~0.329wt.%로 급격히 감소한 후 수소가스 농도의 증가에 따라 서서히 감소하여 40%H<sub>2</sub>/N<sub>2</sub> 이상의 혼합가스 분위기에서는 수소가스에 의한 환원반응으로 거의 탄소가 잔류하지 않았다. 한편 2wt.%Ni이 첨가된 시료의 탄소함량은 20%H<sub>2</sub>/N<sub>2</sub>에서 0.423wt.%로 증가한 후, 수소 함량이 증가함에 따라 점차 감소하였다.

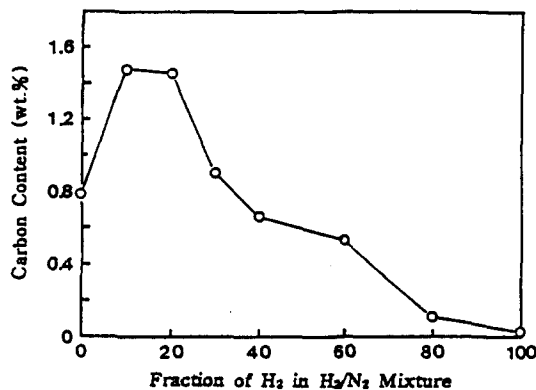


Fig. 1 Carbon content versus fraction of hydrogen for a carbonyl iron powder - binder mixture after debinding in H<sub>2</sub>/N<sub>2</sub> gas mixtures.

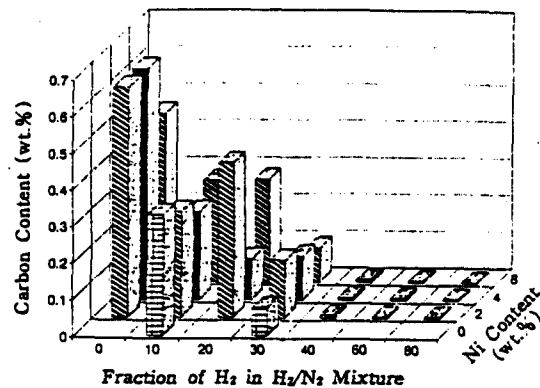


Fig. 2 Carbon content as a function of H<sub>2</sub> content and Ni content after sintering at 1200°C for 1hr. in H<sub>2</sub>/N<sub>2</sub> gas mixtures.

한편 니켈의 함량이 증가할수록 조직이 미세하게 나타났는데, 이는 니켈 입자가 소결이 진행되는 동안 화학적 구배를 발생시켜 확산과 소결치밀화를 증진시켰기 때문으로 생각되고, 인장강도는 탄소량이 증가함에 따라 증가하였으며, 니켈 함량이 많은 시료 역시 인장강도가 높게 나타났다. 또한 소결 분위기중의 수소 함량이 높을수록 탄소함량의 감소뿐 아니라, 페라이트 기지가 수소에 의한 환원 반응으로 깨끗해지기 때문에 점차 연신율이 증가한 것으로 생각된다. 비커스 경도는 잔류 탄소량과 니켈 함량이 많을수록 경도값이 높게 나타났다.

결론 :

1) 카보닐철 분말의 사출성형체를 H<sub>2</sub>/N<sub>2</sub>의 혼합가스 분위기에서 결합제 제거시 탄소량은 순수 질소 분위기에서는 0.78wt.%를 나타내었으나 10%H<sub>2</sub>/N<sub>2</sub>에서는 1.48wt.%로 최대값을 나타내었고, 20%H<sub>2</sub>/N<sub>2</sub> 이상의 혼합가스 분위기에서는 점차 감소하여 순수 수소 분위기에서는 탄소가 거의 잔류하지 않았다.

2) 소결한 시료의 잔류 탄소량 변화는 순수 질소 분위기에서는 0.46~0.63%C로서 비교적 많은양의 탄소가 잔류하고 있으나, 수소 함량이 증가할수록 점차 감소하여 40%H<sub>2</sub>/N<sub>2</sub> 이상의 혼합가스 분위기에서는 수소가스와의 반응으로 인하여 거의 탄소가 잔류하지 않는 것으로 나타났다.

3) 니켈의 함량이 증가할수록 조직이 미세하게 나타났고, 탄소 함량이 증가함에 따라 인장강도와 경도는 점차 증가하였으며, 연신율은 탄소함량이 적을수록 페라이트 기지가 수소에 의한 환원 반응으로 깨끗해지기 때문에 높은 것으로 생각된다.