

## Fe-Ni 나노합금분말의 승온소결시 치밀화 거동 (Full Densification Process during Heat-up Sintering of Fe-Ni Nanoalloy Powder)

한양대학교 강윤성\*, 이재성

### 1. 서론

Fe-Ni 합금은 recording head나 자기 차폐재 등으로 널리 쓰이는 대표적인 연자성 재료로서 결정입자가 나노 크기로 작아지게 되면 투자율이 높아지고 자기 저항은 물론 보자력이 매우 낮아지는 등 자기적 성질이 우수해진다. 이러한 나노결정입자를 갖는 벌크재의 제조 방법중 나노합금분말을 이용한 제조 방안이 산업적으로 가장 큰 경쟁력을 가지고 있는데 분말로 제조한 Fe-Ni 합금의 특성은 치밀화 정도에 크게 의존한다. 나노 크기의 미립분말을 이용하여 소결 구동력을 높임으로서 낮은 온도에서도 짧은 시간내에 완전치밀화를 얻는 방안이 제시되었으나 나노분말의 특성상 응집체를 형성하는 경향으로 완전치밀화를 얻는 것이 어렵다. 따라서 본 연구에서는 미세구조적인 관점으로 응집체를 형성하는 Fe-Ni 나노합금분말의 치밀화 거동을 관찰하였고 입자성장을 억제하면서 완전치밀화를 얻을 수 있는 방안을 조사하였다.

### 2. 실험방법

Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (평균입도 1 μm, 99.9%)분말과 NiO (평균입도 7 μm, 99.9%)분말을 Fe-40 wt% Ni의 최종조성을 갖도록 칭량하여 stainless steel 재질의 attritor에서 10시간동안 300 rpm의 회전속도로 습식 볼밀을 하였다. 볼밀한 분말을 건조 후 600℃에서 1시간동안 수소(99.999%)분위기하에서 환원을 하여 나노합금분말을 제조하였다. 분말의 상분석과 입도분석을 위해 XRD (X-ray Diffractometer)를 이용하였고 조성은 EDS (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy)와 ICP (Inductively Coupled Plasma)를 이용해 분석하였다. 환원된 나노합금분말을 내경 10 mm의 성형몰드에서 1250 MPa의 압력으로 성형한 후 수소 분위기하에서 2~20℃/min의 승온속도로 1050℃까지 소결을 실시하였다. 자체 제작한 Laser-Photo-Dilatometer를 이용하여 소결시 원통형 시편의 높이와 지름의 변화량을 측정하여 수축거동을 살펴보았다.

### 3. 실험결과 및 고찰

XRD 결과 볼밀한 산화물 분말이 환원과 동시에 합금화가 이루어진 것을 알 수 있었으며 주피크의 반가폭을 측정해 Scherrer 식으로 구한 환원분말의 평균입자 크기는 약 30 nm였다. SEM (Scanning Electron Microscopy)으로 Fe-Ni 나노합금분말을 관찰했을 때 10~30 μm 크기의 응집체를 형성하고 있었다. 이러한 응집체 분말은 성형시 기공의 불균일한 분포를 야기해 소결성을 저하시킨다. 45%의 치밀화를 갖는 성형체는 소결 후 82%의 소결 치밀화를 보이는데 이는 마이크론 크기의 inter-agglomerate 기공이 소결과정 중 제거되지 않고 잔류하여 치밀화를 억제하였기 때문이다. 그리고 미세구조를 살펴 보았을 때 inter-agglomerate 기공의 형태가 구형으로 형성되지 않고 다각형의 형태를 갖는 것으로 보아 소결치밀화의 주된 기구는 응집체의 회전이나 미끄러짐등의 재배열에 의한 것으로 해석된다.<sup>1)</sup> 반면에 1250 MPa의 압력으로 성형하여 inter-agglomerate 기공을 제거한 성형체의 경우 소결 후 98.5%의 이론밀도를 갖는데 소결거동으로부터 치밀화는 에너지적으로 응집체의 재배열보다 낮은 열적활성화 과정에 의해 진행되는 것을 알 수 있었다.

### 4. 참고문헌

1. P. Knorr, J.G. Nam and J.S. Lee: Mater. Metall. Trans. A, 31A (2000) 503.