

WC-Co계 분말사출성형에서 초임계CO₂에 의한 결합제 제거
 (Binder Removal by Supercritical CO₂ in Powder Injection Molded
 WC-Co)

한국과학기술연구원 초임계유체연구실 김용호*·임종성·이윤우
 세라믹공정센터 김소나·박종구

서론

금속분말사출성형법(Metal Injection Molding)은 기존의 다른 분말성형법(예를들면 Die compaction, Slip casting, Machining 등)과 비교해서 금속분말이 매우 유동적이고 균일하여 3차원의 정밀부품을 대량 생산하는데 커다란 장점을 갖고 있다¹⁾. 금속분말사출성형법(MIM)에서는 금속분말의 유동성을 주고, 금속분말간의 결합을 돕는 binder를 소결과정 전에 제거해야 하는 탈지공정(Debinding)이 필요하다. 그러나 탈지공정은 부피비율로 15~50%의 binder를 제거해야 하는 공정이기 때문에 성형체에 결합을 가장 크게 일으킬 수 있는 공정이라고 볼 수 있다. 현재 열을 이용하여 binder를 증발시키는 가열탈지법 및 위킹탈지법은 에너지 및 시간소비가 매우 크며 용매추출법의 경우는 환경의 유해성 때문에 많은 문제점을 갖고 있다. 따라서 이를 대체할 수 있는 빠른 탈지공정의 개발이 요구되어지고 있다. 이러한 이유로 인하여 새롭게 대두되는 탈지공정이 초임계유체를 이용한 탈지법이라고 할 수 있다²⁾.

초임계상태유체는 금속분말간의 미세공 속으로 빠르게 침투하여 binder를 용해할 수 있어 효과적인 탈지속도를 얻을 수 있다. 초임계CO₂를 이용한 탈지의 경우 초기 투자비용은 크지만, 제품을 대량생산, 탈지된 binder의 재활용, 가열탈지법의 1/10정도의 시간절감, 탈지시 시편의 적은 변형, 환경친화 등의 장점을 갖는 에너지 절약형 신기술이라고 말할 수 있다.

실험내용

가. 실험재료

본 연구에 사용된 금속분말은 1.24 μ m의 WC-10Co((주)대한중석)를 사용하였으며 결합제로는 microcrystalline wax(이하 "MW")와 paraffin wax(이하 "PW")에 각각 low-density-polyethylene(LDPE)와 stearic acid를 첨가한 wax-based system을 사용하였다. stearic acid는 비극성인 LDPE와 표면에너지가 높은 분말과의 wetting을 좋게 하기 위해서 첨가한 표면활성제이다. 그림 1는 사출성형한 WC-10Co의 milling insert를 보여준 사진이다.

Table 1. Composition of the binder systems

	Composition	Density(g/cm ³)	Melting Pont(°C)
Binder A	MW	0.84-0.87	77-80
	LDPE	0.90-0.94	98-115
	Stearic acid	0.84	67-69
Binder B	PW	0.82-0.85	66-68
	LDPE	0.90-0.94	98-115
	Stearic acid	0.84	67-69

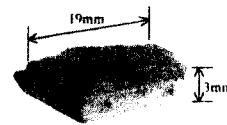
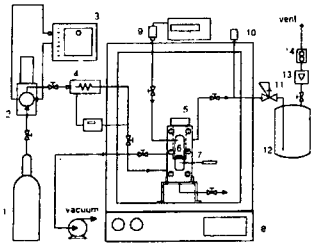


Fig. 1. Part for a milling insert made by metal injection molding.

나. 실험 방법

본 연구에서 사용한 초임계유체탈지장치는 그림 2에 도시하였다. 실험방법은 먼저 사출성형기를 사용하여 제작한 시편을 탈지장치(10×11×18cm, 내부용량 300cm³, 재질 SUS316)에 넣고 탈지장치의 입구(ID=5cm)를 완전히 sealing 한 뒤 thermostatic air bath와 electric heater를 원하는 온도로 맞춘다. 원하는 온도로 유지되면 CO₂ cylinder의 밸브를 열고 고압펌프를 작동시켜 탈지장치 내부를 가압시킨다. 이산화탄소의 흐름의 양은 펌프의 stroke를 조절하여 맞추고 탈지장치 내부 압력은 back pressure regulator를 이용하여 조절한다. 본 실험에서는 유량을 1ℓ CO₂/min로 유지하였다. 원하는 온도와 압력이 되면 back pressure regulator에 의하여 초임계CO₂가 일정하게 흐르게 되고 탈지가 이루어지게 된다. 탈지된 시편은 소결과정을 거친 뒤 SEM을 통하여 표면의 균일상태(pore, clack)등을 조사한다.



(1) CO₂ cylinder, (2) high pressure pump, (3) cooling circulator, (4) pre-heater, (5) extraction vessel, (6) metal sample, (7) thermocouple, (8) air chamber, (9) pressure transducer, (10) rupture, (11) back pressure regulator, (12) separator, (13) rotameter, (14) gas meter

Fig. 2. A schematic of the experimental apparatus

다. 온도와 압력 변화

그림 4는 온도를 주결합제로 사용한 PW의 용융점이하(65°C)로 하여 탈지실험을 하였을 경우와 압력을 25MPa에서 20MPa로 변화시켜 탈지실험을 하였을 경우를 비교하여 나타낸 그래프이다. 압력을 25MPa에 고정하고 온도만 75°C에서 65°C로 낮추어 실험하면 PW의 상태가 완전한 액체상태로 되어있지 않기 때문에 용매가 binder를 용해하기가 쉽지 않아 탈지율이 현저히 떨어지는 것을 볼 수 있었다. 또한 온도를 75°C에 고정하고 압력만 25MPa에서 20MPa로 낮추어 실험을 하면 초임계CO₂의 밀도가 낮아지므로 탈지율이 감소한다는 것을 알 수 있었다. 이와 반대로 온도를 75°C로 하고 압력을 25MPa에서 28MPa로 증가시키면 탈지율 또한 증가하는데, 1시간만에 63.4wt%의 탈지율을 나타내었고 2시간만에 주결합제가 모두 탈지되는 것을 확인할 수 있었다.

라. 표면분석

그림 5는 B-binder system의 성형체를 각각 위킹탈지법(a)과 초임계CO₂탈지법(b)을 이용하여 탈지한 뒤 1400°C의 진공분위기에서 2시간동안 소결과정을 거친 후의 SEM사진을 나타낸 것이다. (a)경우 약간의 pore가 보이지만 (b)의 경우는 전체적으로 균일하며 금속분말입자간의 조직도 매우 치밀하다는 것을 알 수 있다.

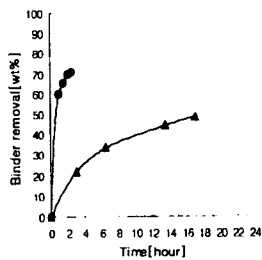


Fig. 3. Comparison of the binder removal of paraffin wax with microcrystalline wax : (●) PW, (▲) MW [25MPa · 75°C]

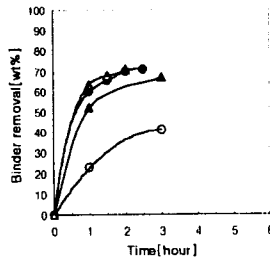


Fig. 4. Binder removal in dependence of temperature and pressure : (Δ) 28MPa · 75°C, (●) 25MPa · 75°C, (▲) 20MPa · 75°C, (○) 25MPa · 65°C



Fig. 5. SEM micrographs of the insert surface: (a) wicking debinding, (b) supercritical debinding

참고문헌

1. German, R. M., Hens, K. F., Lin, S. P., *Am Ceram Soc Bull.*, 1991, 70 (8), 1294.
2. Shimizu, T., Mochizuki, S., Application of supercritical carbon dioxide debinding method to MIM process *Mechanical Engineering Laboratory*, 1997, 51 (2), 41-48.