

산화물 수소 환원 방법으로 제조한 Fe-8wt%Ni 나노분말의 소결거동

(Sintering behavior of Fe-8wt%Ni nanocrystalline powder produced hydrogen reduction of oxide mixture.)

한양대학교 재료화학공학부

차범하*, 강윤성, 이재성

1. 서론

현재 일반적으로 쓰이는 분말제품들은 단일 성분의 마이크론 크기의 금속 분말을 혼합, 성형 후 소결하기 때문에 조성의 제어가 어렵고 불균일한 미세구조로 인한 물성저하가 불가피하다. 이러한 문제점들을 극복하기 위해 소결의 구동력을 극대화시킨 나노합금분말의 사용이 제안되었으나, 나노분말의 경우 응집체를 형성하려는 경향이 강하고 성형체내에 불균일한 기공분포를 야기시켜 소결성을 저하시킨다.¹⁾ 최근 Lee 등은 고압성형법을 통해서 성형체내의 기공분포를 제어하였고, 소결 후 완전치밀화된 나노결정체를 얻을 수 있었다.²⁾ 그러나 고압성형법을 적용할 경우 복잡형상을 갖는 정밀 부품으로의 성형가공이 불가능하여 최종 실험상 부품제조 성공으로 연결되지 못하는 한계가 있다. 본 연구에서는 수소환원 방법에 의해 제조된 Fe-8wt%Ni 나노분말의 응집체 크기와 분포를 조절하여 저압으로 성형한 성형체내부의 기공분포를 조절하고 완전치밀화를 얻고자 하였다.

2. 실험방법

출발 산화물인 α -Fe₂O₃ (99.9%, 평균입도 1 μ m) 분말과 NiO (99.9%, 평균입도 7 μ m) 분말을 환원 후의 최종 조성비가 Fe-8wt%Ni이 되도록 건식혼합한 후 10시간 동안 300 rpm의 속도로 attritor 내에서 습식볼밀하였다. 볼밀된 산화물분말은 60°C의 온도에서 건조한 후 100mesh크기 망으로 채질하였다. 산화물 응집체 크기를 줄이기 위하여 3차원 혼합기를 이용하여 2시간 건식밀링을 하였다. 수소환원은 550°C에서 1시간동안 행하였다. 이렇게 얻어진 Fe-8wt%Ni 환원분말을 100MPa의 압력으로 성형 후 10°C/min의 속도로 1000°C까지 승온소결하였다. 분말의 기공분포와 결정상은 각각 BET, XRD로 분석하였고 미세구조는 OM, SEM, TEM으로 관찰하였다.

3. 결과 및 고찰

OM과 SEM을 이용한 미세구조의 관찰결과, 볼밀된 산화물 분말은 평균 10 nm의 입도와, 수십~수백 μ m 크기의 응집체를 나타내었다. 응집체의 크기를 제어하기 위해 2시간 동안 건식밀링을 실시한 결과, 산화물 분말의 응집체는 5~10 μ m범위의 균일한 크기분포를 보였다. 이후 수소분위기에서 550°C로 1시간동안 환원하였을 때, 환원분말의 평균입도는 150~200 nm, 응집체의 크기는 평균 10 μ m인 것을 SEM

과 TEM 관찰결과로부터 확인하였다. 이 환원분말은 EDS 분석결과, 본 연구에서 목표로 한 Fe-8wt%Ni의 조성을 만족하는 것으로 나타났다. 100MPa의 압력조건에서 제조된 성형체는 53%의 이론밀도를 갖고 있었으며, 미세구조의 관찰결과 수백 nm ~ 수 μm 크기로 분쇄된 응집체들이 균일하게 성형되었음을 알 수 있었다. 또한 Fe-8wt%Ni 소결체는 97% 이상의 치밀화를 나타내었으며, 1 μm 의 결정립 크기를 갖는 균일한 미세구조를 얻을 수 있었다. 이로써 환원분말의 습식밀링 공정을 통하여 성형체의 특성과 소결거동에 악영향을 미치는 μm 크기의 기공을 제어하고 최종 제품의 물성을 향상시킬 수 있는 가능성을 발견할 수 있었다.

4. 참고문헌

1. J. S. Reed, T. C. Scott, and S. Lukasiewicz, *Some Effect of Aggregates and Agglomerates in the Fabrication of Fine Grained Ceramics*, p. 171, Plenum Press, New York, (1978).
2. J. S. Lee and Y. S. Kang, *Scripta Mater.* **44(8-9)**, 1591 (2001).