

마이크로/나노 혼합분말을 사용한 μ -PIM용 피드스톡 제조 Fabrication of Feedstock for μ -PIM Using Micro/Nano Powder

*유우경¹, #이재성¹, 차범하²

*W. K. You¹, #J. S. Lee¹(jslee@hanyang.ac.kr), B. H. Cha²

¹ 한양대학교 금속재료공학과, ² 한국생산기술연구원 에코공정센터

Key words : micro-nano powder, binder, feedstock, μ -PIM

1. 서론

분말사출성형(PIM)은 금속, 세라믹 등의 분말을 주원료로 하는 실형상 부품 제조기술로서, 최근 1mm 미만의 초소형 부품 제조를 위한 마이크로 PIM 기술에 대한 관심이 증가하고 있다. [1-3]. 마이크로 PIM 기술은 최종부품의 정밀한 치수정밀도를 요구하는 데, 최근 연구결과에 따르면 피드스톡의 설계가 가장 중요한 요인으로 보고되고 있다 [4-6].

일반적으로 PIM용 피드스톡의 설계는 바인더 시스템 개발 혹은 분말 특성의 개선을 통해 이루어지고 있으며, 최근에는 나노분말 피드스톡 설계를 위한 연구가 집중적으로 이루어지고 있다 [7-9]. 나노분말의 피드스톡 설계시 문제점은 나노분말의 거대한 비표면적으로 인해 피드스톡 혼합 및 사출성형 시 마찰력이 크게 증가하는 점이다. 이로 인해 피드스톡 내 미세구조의 불균일화를 야기하여 피드스톡의 분말함량, 최종 소결부품의 밀도 및 성질을 저하시키는 결과를 초래하고 있다. 이는 기존의 PIM용 바인더가 나노분말 피드스톡에 적합하지 않기 때문인데, 이러한 결과는 나노분말을 위한 새로운 바인더 시스템의 설계가 필요함을 제시하고 있다. 따라서 마이크로 PIM을 위한 나노분말 피드스톡의 최적설계는 나노분말과 바인더의 혼합체를 하나의 혼합 바인더 시스템으로 고려하는 설계개념에서 출발해야 한다.

본 연구에서는 마이크로 PIM 부품제조를 위한 최적의 피드스톡 설계를 위해, Fe 마이크로-나노 혼합분말과 저점도, 저융점의 왁스-계면활성제 바인더를 피드스톡 설계의 재료로 사용하였다. 분말과 바인더의 혼합과정에서 진행되는 변형거동과 미세구조 변화를 조사하여 피드스톡 최적설계에 대한 나노분말 혼합의 영향에 대해 조사하고, 아울러 본 연구에서 설계한 피드스톡을 이용하여 PIM 가공실험을 행함으로써 마이크로 부품제조의 가능성을 확인하고자 하였다.

2. 실험방법

분말원료는 평균입도가 각각 4.1 μ m, 100nm인 Fe 분말이었다. 나노분말의 경우 약 20~30 μ m 크기의 Fe 나노분말 응집체는 습식 밀링 처리하여 약 2 μ m 크기로 조절하였다. 피드스톡 출발재료는 분말함량을 50vol.%로 하여 마이크로 크기 Fe에 대한 나노분말 첨가조성에 따라 4가지 시편(0, 3, 10, 25vol.%)으로 준비하였다. 바인더는 저점도 파라핀 왁스와 분말, 바인더 사이의 분리현상을 방지하기 위한 스테아린산을 3:1 비율로 혼합하여 사용하였다. 혼합공정조건으로서, 교반기의 스크류 회전속도는 60 r.p.m., 혼합온도는 100 $^{\circ}$ C이었으며, 102g (\pm 3g)의 출발 피드스톡에는 분말 30g이 단계적으로 추가 장입되었다. 혼합공정 중 피드스톡의 토크거동과 미세구조를 분석하였으며, 이후 사출성형은 100 $^{\circ}$ C, 4MPa 조건으로 진행하였다. 성형체 내 바인더의 탈지는 200 $^{\circ}$ C, 500 $^{\circ}$ C에서 유지하는 계단식 승온공정과 wicking법을 수소분위기에서 혼합 실시하였으며, 소결은 1250 $^{\circ}$ C, 2시간 조건으로 수소분위기에서 진행하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1. 피드스톡 혼합거동에 대한 분말함량의 영향

그림 1은 다양한 나노분말조성(a) 0%, (b) 3%, (c) 10%, (d) 25% 조건에서, 혼합시간에 따른 피드스톡의 토크변화를 나타낸

다. 토크는 분말첨가 시 최대값까지 상승하고 이후 안정화되며 낮아지는데, 안정화 거동을 나타내는 피드스톡의 미세구조는 분말, 바인더의 분포가 균질한 상태라고 알려져 있다 [1]. 결과로부터 모든 시료에서 토크변화는 분말함량에 비례하여 증가하며, 특히 분말함량 66vol.%에서 급격하게 증가한다. 이는 분말함량이 증가함에 따라 분말-바인더 혼합체의 점도가 변화하기 때문이다. 피드스톡의 분말함량에 대한 점도는 식(1)로 나타낼 수 있다.

$$\eta_F = \eta_B A \left(1 - \frac{\Phi}{\Phi_C}\right)^{-2} \quad (1)$$

식 (1)에서 η_F 는 피드스톡의 점도, η_B 는 바인더 점도, A 는 상수, Φ 는 피드스톡의 분말함량, Φ_C 는 임계 분말함량을 나타낸다. 식 (1)에 따르면 피드스톡의 점도는 분말함량에 따라 지수 함수적으로 증가하는데, 특히 최대 충전율에 가까운 임계 분말함량 부근에서 증가 폭이 가장 크다. 임계 조건에서 피드스톡은 분말 상호간의 접촉으로 인하여 마찰력이 증가하고 사출성형에 적합한 점도 이상의 값을 갖게 된다 [1,10]. 따라서 본 연구의 모든 시편은 66vol.% 이상의 조건에서 임계 분말함량이 존재하는 것으로 판단된다. 또한 분말함량 증가에 따라 발생하는 마찰력에 의한 최대토크와 분말의 재배열로 인한 토크의 안정화값 사이의 변화량은 66vol.% 분말함량까지 증가한 후 감소하는 경향을 나타내었다. 이를 통해 임계조건에서 피드스톡은 불균질화되어 유동성을 기대할 수 없을 것으로 판단된다. 특히 분말의 표면적이 큰 나노분말이 첨가된 경우에는 이러한 변화거동이 더욱 두드러지게 된다.

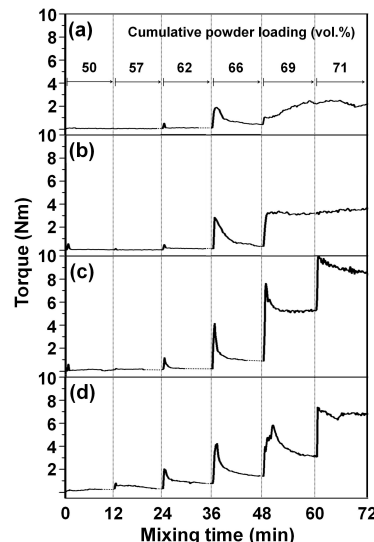


Fig. 1 The torque variations during mixing with cumulative changes to the powder loading in various feedstock systems of (a) micropowder, (b) micro-3%nanopowder, (c) micro-10%nanopowder, (d) micro-25%nanopowder. (vol%)

3.2. 나노분말조성에 따른 피드스톡 미세구조 변화

토크의 변화거동(그림 1)으로부터, 동일 분말함량 조건에서 나노분말 조성에 따른 토크변화는 10%에서 최대가 되는 반면, 25%에서는 오히려 감소하는 결과를 나타내었다. 이는 혼합 후 피드스톡의 미세구조를 토대로 다음과 같이 설명할 수 있다. 그림 2는 대표적으로 마이크로 분말과 마이크로-25%나노 혼합

분말 피드스톡에 대해, 50vol.%와 69vol.% 함량으로 혼합한 시료의 파단면을 나타낸다. 50vol.%(그림 2(a,c))에서 바인더는 분말 전체를 감싸는 형태로 존재한다. 그러나 입계값(66vol.%) 이상인 69vol.%로 분말함량이 증가하는 경우 미세구조는 두 시료에서 다른 특성을 나타낸다. 먼저 마이크로 분말 피드스톡(그림 2(b))은 분말과 바인더 사이의 분리로 인하여 조대기공을 포함하는 불균일 혼합구조를 나타낸다. 반면에 나노분말이 25% 첨가된 피드스톡의 미세구조(그림 2(d))에서는 분말, 바인더의 분리현상 및 기공을 관찰할 수 없으며, 특히 나노분말과 바인더 혼합체가 마이크로 분말을 감싸는 형태로 균일한 구조를 형성하였다. 따라서 나노분말은 분말 충전율을 증가시키고, 혼합과정에서 'roller bearing' 효과를 유발하여 피드스톡의 균질화와 분말 재배열을 가속하여 토크거동을 안정화시키는 것으로 판단된다 [9,11]. 이는 높은 분말함량 조건에서도 토크가 지수함수적인 증가거동을 유지하고, 분말첨가 시 급상승한 토크가 효율적으로 완화되도록 하는 원인이다. 이러한 효과는 69vol.%의 분말함량 조건에서 나노분말 조성이 25% 첨가되었을 때 가장 뚜렷하게 관찰되었으며, 따라서 최적 피드스톡은 마이크로(3)나노(1) 혼합분말을 사용하여 제조하였다.

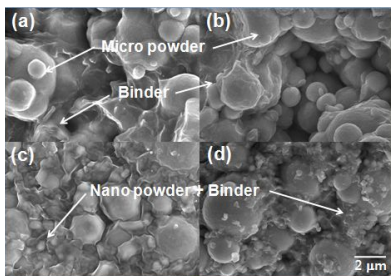


Fig. 2 SEM micrographs of fracture surface of various Fe powder feedstocks with (a,b) micropowder and (c,d) micro-25% nanopowder with various powder loading of (a,c) 50vol.% and (b,d) 69vol.%.

3.3. PIM 공정을 통한 더블기어 제조

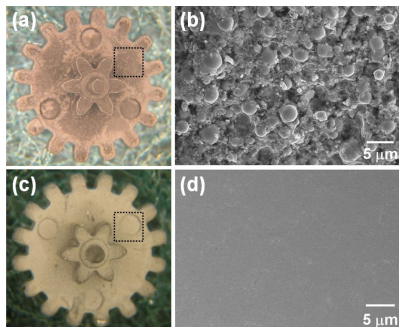


Fig. 3 The features of injection molded double gear. (a,b) green part, (c,d) sintered part.

그림 3은 분말함량을 65vol.%로 고정한 마이크로-나노 혼합분말 피드스톡을 사용하여 사출성형한 더블기어와 소결체 기어, 그리고 각 시편의 미세구조를 나타내고 있다. 사출성형체의 형상(그림 3(a))으로부터, 저온(100°C), 저압(4MPa) 조건에서 피드스톡은 몰드의 공간에 완전하게 충전되어 성형성과 유동성이 우수한 것으로 판단된다. 성형체의 미세구조(그림 3(b))는 분말과 바인더, 그리고 마이크로, 나노분말이 균일하게 분포하고 있는 형상이며, 기공이 없는 치밀한 상태였다. 500°C 저온 탈지공정을 통해 시편 내의 유기물 바인더는 완전하게 제거되었으며, 특히 탄소 잔류량은 0.02% 미만으로 확인되었다. 소결결과(그림 3(c, d)), 시편은 최종 성형체의 형상을 유지하였으며, 95%T.D. 이상의 치밀도를 나타내었다. 또한 소결시편의 수축거동이 길이와 두께 방향에서 균일하게 나타난 것으로부터 기어는 치수정밀도가 우수한 소결체인 것으로 판단되었다.

4. 결론

마이크로 부품제조용 PIM 기술로서 마이크로/나노 혼합분말과 저점도 바인더를 적용하고, 이를 최적화하여 더블기어를 제조하였다. 피드스톡은 25%의 나노분말 첨가와 저점도 바인더의 혼합을 통해 저온, 저압조건에서 최적의 유동성과 성형성을 갖도록 제조할 수 있었다. 유기물 바인더는 500°C 이하의 탈지공정을 통해 완전하게 제거되었으며, 전방향에서 균일한 수축거동을 보인 소결체는 95%T.D. 이상으로 완전 치밀화되었다. 연구결과로부터 나노분말을 이용한 마이크로 PIM용 피드스톡의 제조가 가능하였으며, 최적화된 공정을 통해 치수정밀도가 우수한 마이크로 부품의 제조가 가능할 것으로 기대된다.

후기

본 연구는 지식경제부 주관 전략기술개발사업 "마이크로 고성능 초정밀 핵심요소부품 제조기반기술개발-PIM 기술을 이용한 마이크로 무빙 제어부품 초정밀 제조기술"의 결과로서 수행되었습니다.

참고문헌

1. R. M. German, A. Bose, Injection Molding of Metals and Ceramics, Metal Powder Industries Federation Princeton, New Jersey, 1997.
2. L. Liu, N. H. Loh, B. Y. Tay, S. B. Tor, Y. Murakoshi and R. M. German, "Mixing and characterization of 316L stainless steel feedstock for micro powder injection molding", Mater. Char. 54, 230-238, 2005.
3. Z. Y. Liu, N. H. Loh, S. B. Tor, K. A. Khor, Y. Murakoshi, R. Maeda and T. Shimizu, "Micro-powder injection molding", J. Mater. Proc. Tech. 127, 165-168, 2002.
4. E. S. Yoon, J. S. Lee, S. T. Oh and B. K. Kim, "Microstructure and sintering behavior of W-Cu nanocomposite powder produced by thermo-chemical process", Int. J. Refr. Met. Hard Mater. 20, 201-206, 2002.
5. H. Y. Nam, S. K. Kwon, Y. S. Kang and J. S. Lee, "Sintering behavior of the powder injection molded nanocrystalline Fe-50wt.%Ni", Mater. Sci. Forum 449, 1141-1144, 2004.
6. B. H. Cha, Y. S. Kang and J. S. Lee, "Processing of net-shaped Fe-Ni nanomaterials by powder injection molding", J. Jpn. Soc. Powder Powder Metall. 53, 769-775, 2006.
7. Z. Y. Liu, N. H. Loh, S. B. Tor, K. A. Khor, Y. Murakoshi, R. Maeda, "Binder system for micropowder injection molding", Mater. Lett. 48, 31-38, 2001.
8. P. Suri, S. V. Atre, R. M. German and J. P. de Souza, "Effect of mixing on the rheology and particle characteristics of tungsten-based powder injection molding feedstock", Mater. Sci. Eng.(A) 365, 337-344, 2003.
9. K. Nishiyabu, K. Kakishita, S. Tanaka, "Micro metal injection molding using hybrid micro/nano powder", Mater. Sci. Forum 534-536, 381-384, 2007.
10. G. Aggarwal, S. J. Park and I. Smid, "Development of niobium powder injection molding : part I. feedstock and injection molding", Int. J. Refr. Met. Hard Mater. 24, 253-262, 2006.
11. R. M. German, Particle Packing Characteristics, Metal Powder Industries Federation Princeton, New Jersey, 1989.