

.....
論 文
.....

급속응고된 금속분말의 응고거동 및 제조법에 관한 연구 (Part I : 급속응고 제조법)

김종윤, 윤우영*

Solidification Behaviors of the Rapidly Solidified Metallic Powders and Development of the Powder Making Process. (Part I : Development of the Powder Making Process)

Jong-Yoon Kim and Woo-Young Yoon*

Abstract

New metallic powder making processes, named "Centrifugal Emulsification Process(CEP)" and "Mixer and Settler(MS)" have been developed to synthesize rapid solidified metallic powders. Through CEP and MS processings, the high temperature metals as well as the low temperature alloys are manufactured. Also, the effects of rapid solidification on the undercooling, solidification rate and crystallization behaviors can be evaluated effectively through the processes. The standard deviations of the synthesized typical Pb-Sn eutectic powders are 1.63 and 1.51 for CEP and MS respectively, and the average size of the MS powders was 18 μ m. The possibility of the customized not only size and shape control but microstructure control was also shown. Both of the new methods can be applied to continuous powder making processes. (Recieved 28 February, 1995)

1. 서 론

급속분말의 우수한 물리적, 화학적 성질들은 그들의 미세구조에 기인하며, 미세구조는 분말의 응고 거동에 의해 제어되므로 액상분말의 응고시 일어나는 현상과 그에 미치는 영향들을 연구하는 것이 궁극적인 급속분말의 제성질들을 보장하는데 필수적이다. 우수한 급속응고 분말들의 미세구조의 특징은 매우 세밀한 응고조직, 과포화 고용체, 준안정결정상의 생성 및 비정질상의 생성 등을 들 수 있다. 이러한 현미경구조를 얻기 위한 기준으로 초기에는 주물현장에서 쉽게 파악할 수 있다는 장점에서 급속냉각의 개념이 이용되어 소위 10³K/s 이상의 냉각속도를 부여한 공정이나 제품에 급속응고 개념을 적용하였으나,

점차 응고전 과냉의 정도, 응고속도 및 그로 인한 결과적 미세조직에 의한 판단으로 이해를 넓혀 가고 있다. 예를 들면, 과포화 고용체를 얻기 위해서는 응고속도가 최소한 용매의 확산속도 보다 크거나, 절대평면응고속도[1] 보다 빨라야 한다[2]. 분말이나 리본전체가 급속응고의 효과를 보기 위해서는 최소한 hypercooled 영역이하로 과냉되어야 하며[3] 준안정상의 생성에는 최소한의 일정 과냉도의 보장이 있어야 한다[4].

윗 예들에서 보듯이 응고 개시전 과냉의 정도와 응고속도가 궁극적인 최종상 및 미세구조를 결정하는 요인들이며 따라서 이들을 제어하고 조절할 수 있다면 급속응고의 장점을 크게 살릴 수 있는 응고조직이 부여된 제품들을 자유롭게 제조할 수 있을 것이다. 그러므로, 특정사용조건에

고려대학교 공과대학 금속공학과(Dept. of Metallurgy College of Eng., Korea University)

*충남대학교 급속응고신소재연구소 연구원겸임(Rapidly Solidified Materials Research Center Chungnam National University)

알맞은 재질을 갖는 미세조직 및 상을 선택하는 지침으로 사용하기 위해 특정계에서 응고속도 (또는 고·액 계면 이동속도)변화에 따른 조직 및 상 선택의 변화에 대한 연구가 크게 주목 받고 있다[5~8].

응고속도에 따른 미세조직의 변화에 대한 고찰은 최근들어 큰 진전을 보아 고·액 응고계면의 변화[1,9,10], 수지상조직[11~14] 및 공정조직 [15,16]에서의 관계식을 정량적으로 해석할 수 있게 되었다. 다성분계에서의 단상응고 현상 또한 열역학적 조건(T_0 이하로의 과냉)뿐만 아니라 Kinetics 조건까지 연구되어, 그러므로 소위 solute trapping에 대한 이해가 보다 가능하게 되었다[17,18]. 그러나, 이러한 응고이론들은 대개 일방향응고나 레이저용접등의 응고속도측정이 비교적 용이한 공정에서 실험실적으로 구축된 것으로 실제 산업용으로 응용이 되는 분무법의 분말에는 검증되기 어렵고, 또 모델을 근거로 한 응고속도조절을 통한 미세조직의 제어 또한 분무법에서는 매우 어려워 이론의 발달이 실제 응고조직의 제어에 잘 적용되지 못하고 있다. 그러므로 급속응고이론을 실험할 수 있고 동시에 응고속도등의 변수들을 조절할 수 있으며 또한 다량의 산업용 분말을 제조할 수도 있는 새로운 급속응고법이 개발된다면, 급속응고의 우수한 장점을 지닌 분말들을 경제적으로 생산할 수도 있을 것이다.

크게 분무법과 칠(chill)법으로 대별될 수 있는 기존의 급속응고법들은 급속응고기구의 정확한 관찰이 미진한 시점에서 개발된 방법들이거나, 혹은 단순한 분말제조 장치를 급속응고법으로의 응용이었던 관계로, 또한 급속응고 분말의 대량 생산과 공정의 핵심변수가 아닌 냉각속도의 증가에 중점을 둔 까닭으로 크게 다음과 같은 문제점들을 안고 있다.

1. 응고거동을 정량적으로 파악할 수 있는 과냉이나 응고속도에 대한 실질적인 측정이나 제어가 어려워 응고현상 및 최종제품의 미세조직을 조절하기가 매우 힘들다.

2. 공정완료후 우수한 기계적 성질을 보장하는 제품과 그렇지 못한 제품들이 통상 섞여 있거나, 한 제품 내에 공존하므로, 제품들의 재질별 분류가 쉽지 않다.

3. 공정 자체의 에너지 효율면에 대한 고려가 부족하게 설계되었다.

첫번째와 두번째 문제점들은 서로 밀접한 연관이 있는 것으로 급속응고 제품의 산업화를 막는 근본적인 문제점들이다. 즉, 같은 합금계에서 공정의 batch별로 심지어는 한 공정을 거친 제품 내에서조차 서로 다른 성질의 제품들이 섞여 있고 또 이들의 분류가 쉽지 않다면, 급속응고의 장점은 더 이상 쓸모가 없다. 예를 들면, 분무법에서 비록 동일공정에서 제작되었어도, 크기가 다른 분말들끼리 조직이 다르고 따라서 성질이 다르며, 심한 경우는 같은 크기의 분말에서조차 조직과 성질이 같지 않다[19]. 이런 문제들을 제거하기 위한 많은 노력이 있어 분무장치 및 chamber등의 설계를 바꿔[20,21] 분말들끼리의 충돌방지, 용탕내의 불순물 제거 및 용해, 급속냉각 효과의 증대등을 꾀하였으나 근본적인 분말들의 미세조직제어에는 아직 한계가 있다. 공정 효율에 관한 문제 또한 궁극적인 산업화에 큰 영향을 미칠 사항으로 많은 노력이 필요하다. 분무법의 예를 보면, 실제 분무기체의 분사 에너지중 액체분말의 계면 에너지 증가에 쓰여진 에너지는 5%이하의 열악한 상황이면서도[22] 개선할 방향조차 잡지 못하고 공정관리(분말크기 및 입도분포등)에 치중하여 경제적 효율성을 떨어뜨리고 있는 실정이다.

이상에서 살펴본 것과 같이 기존의 분말제조법들은 다량의 분말제조에는 적합할지라도 그동안 발전되어온 응고이론을 적용하기에 또 미세조직을 제어할 수 있는 응고변수들을 조절하기에는 쉽지 않음을 알 수 있다. 본 실험실에서는 이미 새로운 급속응고 분말제조법으로 원심에멀션법(Centrifugal Emulsification process : CEP)을 개발하여 미세조직과 형상제어, 나아가서는 다량의 분말제조의 가능성까지를 보고 하였었다[23]. 본 논문에서는 또다른 급속응고분말제조법으로 새로이 “MS(Mixer and Settler)법”을 개발하였기에 이를 보고하려한다. 본 논문에서는 MS법을 이미 발표한 CEP법과 비교하여 분말제조기구 및 공정변수에 대한 분말크기 및 입도분포의 영향, 또 제조된 분말의 크기조절에 따른 미세조직과 정확한 과냉간의 관계를 살필 수 있는 가능성등에 대해 중점적으로 보고하고 분말 응고거동

에 관한 자세한 연구는 추후 발표하겠다.

2. 실험방법

MS법 또한 CEP법에서와 같이 서냉에 의한 금속응고법으로 과냉의 정보를 쉽게 얻을 수 있는 DET법[24]의 원리를 이용하여 금속액적을 금속과 상호반응이 없는 무기기름(inorganic oil)이나 염(salt)속에서 제조하는 방법이다. 그러나 CEP에서의 원심력과 필터의 조합을 통한 분말제조 대신 MS법은 액상금속과 매개체의 혼합을 통한 분말제조를 꾀하는 방법이다. 즉 MS법은 서로 용합하지 않는 두 액체를 강제 유동을 주어 잘 섞으면 미세한 액상들간에 서로 뒤엉킨 소위 에멀션 상태를 이루는 것[25]을 이용하여 금속분말을 제조하는 방법으로, 화학야금 분야에서는 일찍이 용매추출공정에서 사용되어지고 있었다. 금속분말제조용 MS장치의 대략적인 모양을 Fig. 1에 나타내었다. 그림에서 보듯이 본 장치는 크게, 장입된 액상금속과 오일을 에멀션화시키는 역할을 하는 고온부인 믹서부(Mixer)와 제조된 에멀션을 받아서 금속분말을 오일로부터 분리 침전시켜 수거하는 저온영역인 침전부(Settler)의 두 부분으로 이루어져 있다. 믹서부에서

는 blade와 impeller로 이루어진 회전봉이 모터의 회전력으로 인해 고속회전함으로써 액체금속과 오일을 흡입하고(impeller의 역할), 또 흡입된 액체금속을 잘게 부수며 동시에 금속과 오일을 혼합시켜 에멀션화를 유발한다.(blade의 역할). 또한, impeller의 회전에 의한 흡입력으로 액상금속과 오일은 계속적으로 유입되고 이로 인해 전체 에멀션의 양은 점점 늘어나게 된다. 믹서부 상부에 위치한 작은 출구를 통해 넘쳐나는 액체금속과 오일의 혼합 에멀션은 유동이 없는 저온의 침전부에서 액상금속은 응고되며, 또 비중차에 의해 고체 금속분말과 오일이 분리되어 무거운 금속분말이 침전부의 하부에 가라앉게 된다. 침전부의 믹서부와 접하지 않은쪽 벽 상부와 하부에 위치한 출구를 통해 순수한 오일과 금속분말을 각각 분리하여 수거할 수 있으며 수거된 오일은 믹서부로 재순환시켜 사용하고 금속분말은 수거후 세척하여 순수 금속분말로 공급되어질 수 있다.

본 연구의 MS법은 CEP법에서와 같이 두개의 서로 섞이지 않는 무기용매(inorganic oil)와 금속액적이 서로 뒤엉켜있는 에멀션(emulsion)으로부터의 미세분말의 제조라는 개념에서 시작하여 여러공정변수의 조절에 의한 입자크기의 제어로 원하는 크기의 분말을 선택제조하고, 이 공정변수와 분말크기와의 관계를 정립하고자 한다. 또한 작은 액적들이 금속과 반응이 없는 무기용매안에서 응고가 일어나므로, 비균질핵생성자리의 제어에 의한 금속응고효과를 얻을 것이며, 이를 보장하는 큰 과냉도를 얻을 것이다. 본 방법을 시험하기 위한 합금은 실리콘 오일을 무기용매로 저융점의 Pb-Sn공정합금을 선택하였고, 염을 무기용매로 사용하여 Al-15%Si합금을 선택하였다.

3. 실험결과 및 고찰

3.1 분말의 형상

Fig. 2는 MS법으로 제조된 Pb-Sn공정합금의 주사전자현미경 사진이다. 대부분의 분말의 형상은 거의 구형이며 비교적 균일한 입도를 가지고 있다. 특히, 대표적인 분말제조방법인 가스분무법의 경우 일반적으로 큰 분말의 주위에 작은 분

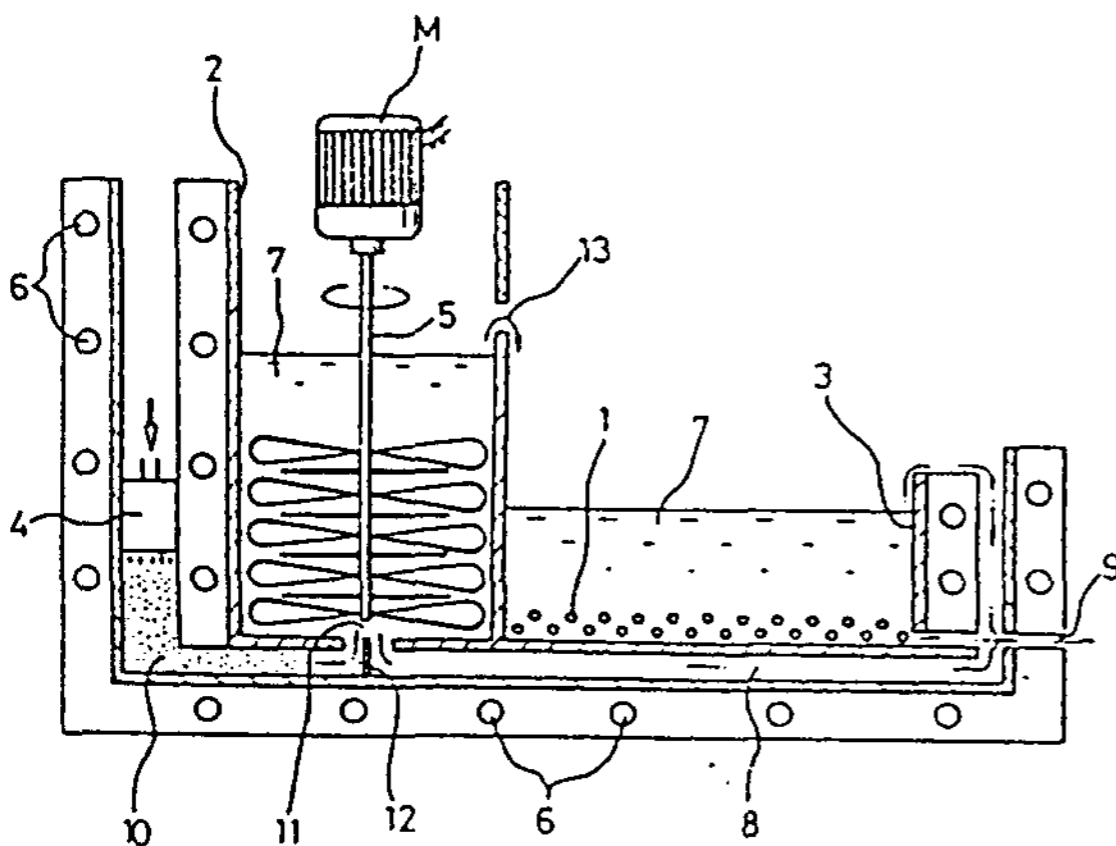


Fig. 1. The schematic apparatus of the Mixer and Settler.

- 1.Powders 2.Mixer 3.Settler 4.Press 5.Blade
- 6.Heater 7.Oil bath 8.Oil circulation 9.Powder exit
- 10.Melts 11.Entrance of melts 12.Mixing Protector 13.Overflow

말들이 용착된 소위 위성분말(satellite powder)이 생기는 데. 반해 본 방법으로 제조된 분말은 이를 발견할 수 없었다. 이는 MS법으로 제조된 분말 또한 CEP법에서와 같이 오일과 에멀션화된 액상의 금속액적이 용융점이하의 settler에서 표면장력에 의하여 구형을 이루며 응고하고, 또한, 오일육이 각각의 금속액적을 감싸므로써 금속액적간의 재결합을 방지하여 분말의 괴상화 및 위성분말의 형성을 억제했을 것으로 사료된다.

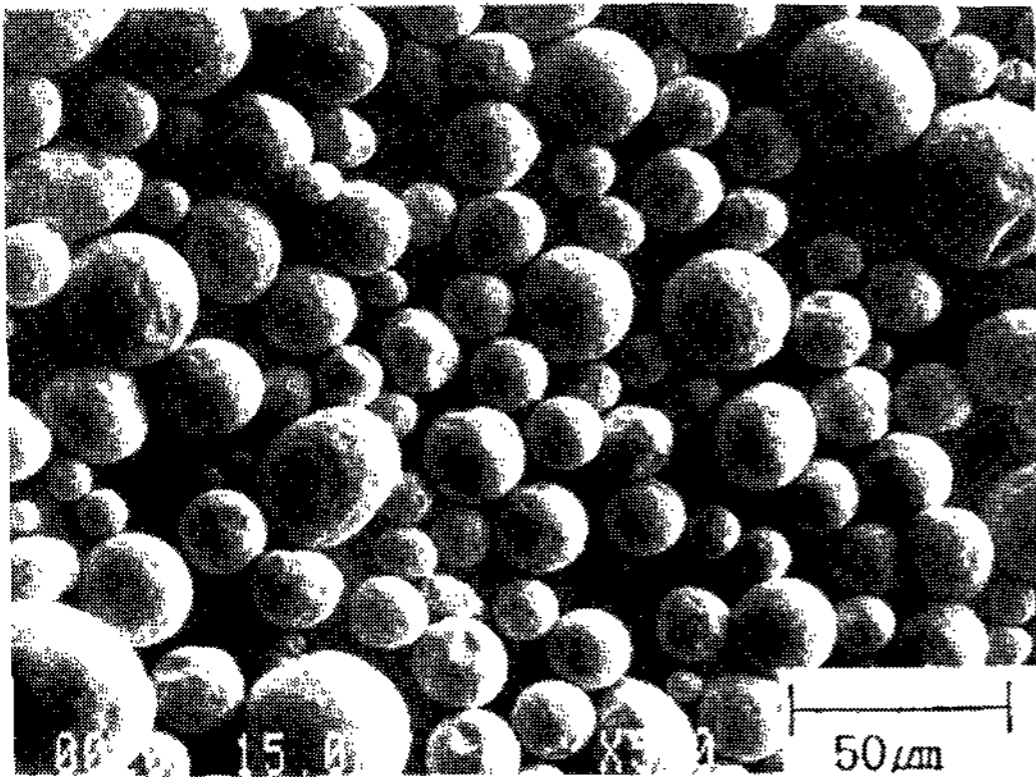


Fig. 2. SEM micrographs of typical Pb-Sn eutectic powders produced by Mixer and Settler.

3.2 부유법에 의한 입도분석

MS법으로 제조한 Pb-Sn 공정합금 분말들을 부유법으로 입도분석을 행하였다. Fig. 3, 4는 Mixer로부터 넘어와 Settler로부터 수거한 분말들을 부유법에 의해 입도 분석한 결과이다. rpm이 증가할수록 분말의 평균입자크기가 작아지고 분말의 수율도 증가하였다. rpm과 Mixer출구높이에 따른 평균입자크기를 Fig. 5에 도시하였다. Fig. 3은 Mixer의 출구높이가 20cm인 경우이고, Fig. 4는 16cm일 때이다. 전반적으로 고른 입도를 나타내나 Mixer의 출구높이가 20cm일때가 16cm일때보다 더욱 고른 입도분포를 나타내었다. 이는 같은 rpm조건에서 impeller의 회전에 의해 에멀션이 Mixer상부로 빨리 올라올때, 일정크기 이하의 분말들만이 올라올 수 있기 때문이다. 따라서 Mixer의 출구 높이의 조절에 의하여 원하는 크기의 분말의 선택제조가 가능함을 알 수 있다. 또한 rpm이 4000rpm에서 5000rpm으로 증가할 때보다는 5000rpm에서 6000rpm으로

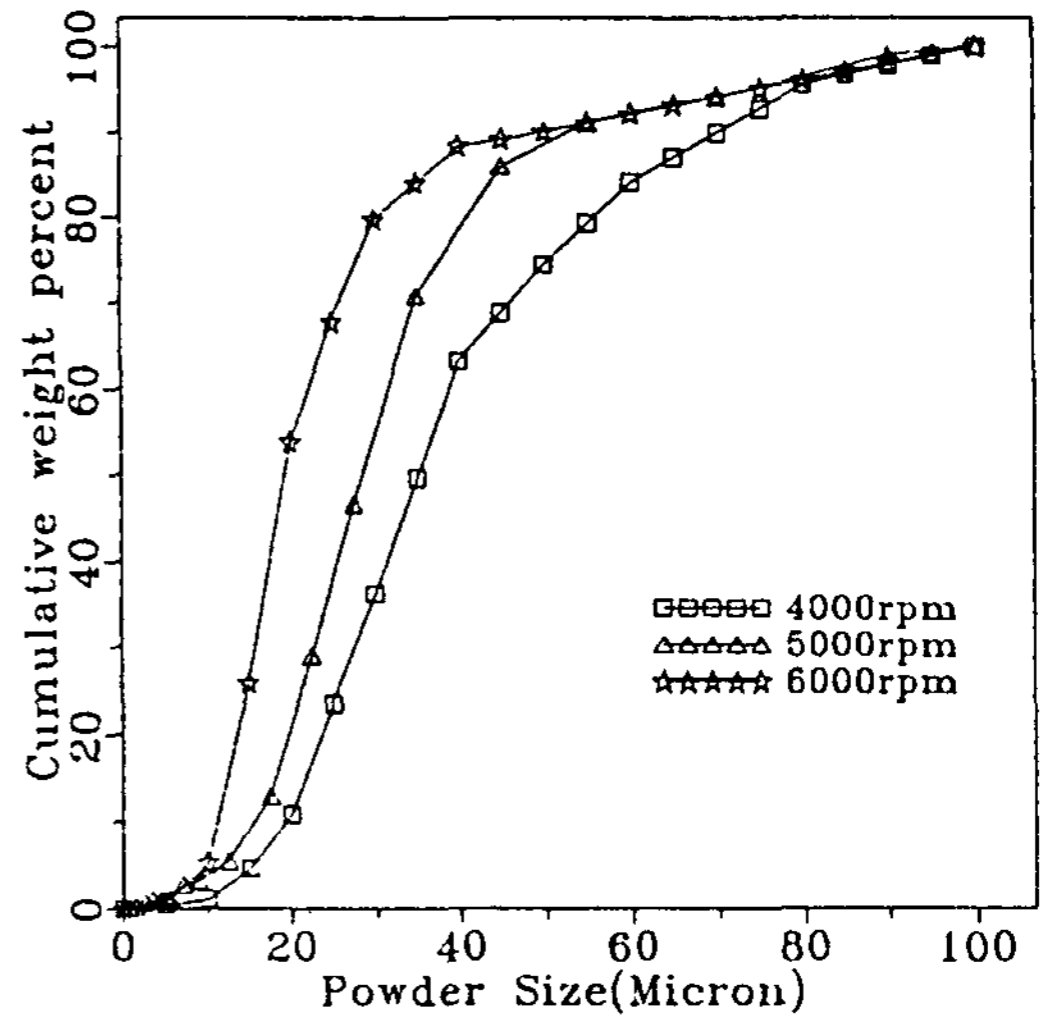


Fig. 3. Typical size distribution of the Pb-Sn eutectic powders produced by Mixer and Settler (at 20cm height).

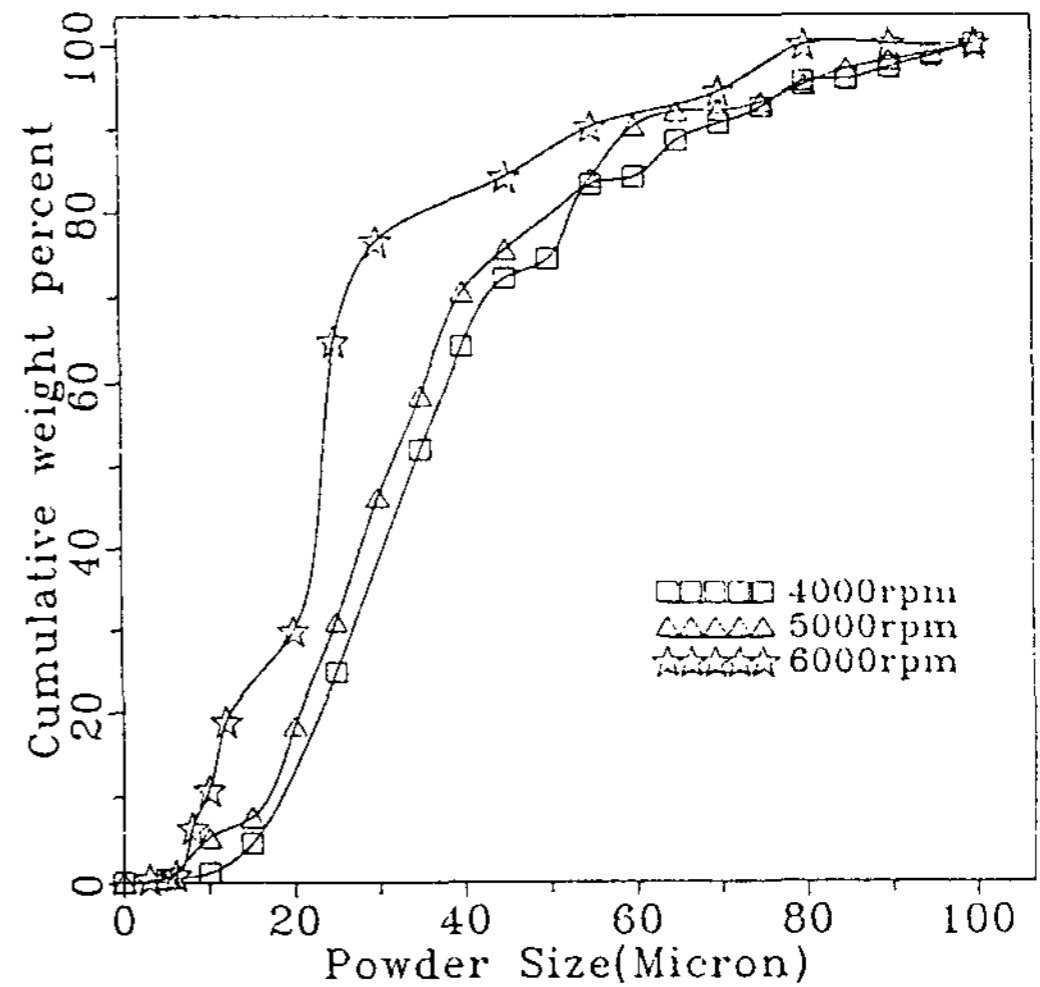


Fig. 4. Typical size distribution of the Pb-Sn eutectic powders produced by Mixer and Settler (at 16cm height).

로 증가시켰을 때 보다 많은 입자크기의 감소가 있음을 보이는 데 이는 액상금속과 오일의 에멀션화가 일정 교반 이상에서 보다 유효함을 나타내는 것으로 교반에 따른 정확한 에멀션화의 정도는 좀 더 많은 연구가 요구된다. 이상에서 Fig. 3, 4와 Fig. 5를 종합해보면 rpm이 증가할수록 입도분포와 수율은 모두 좋아지며, 같은

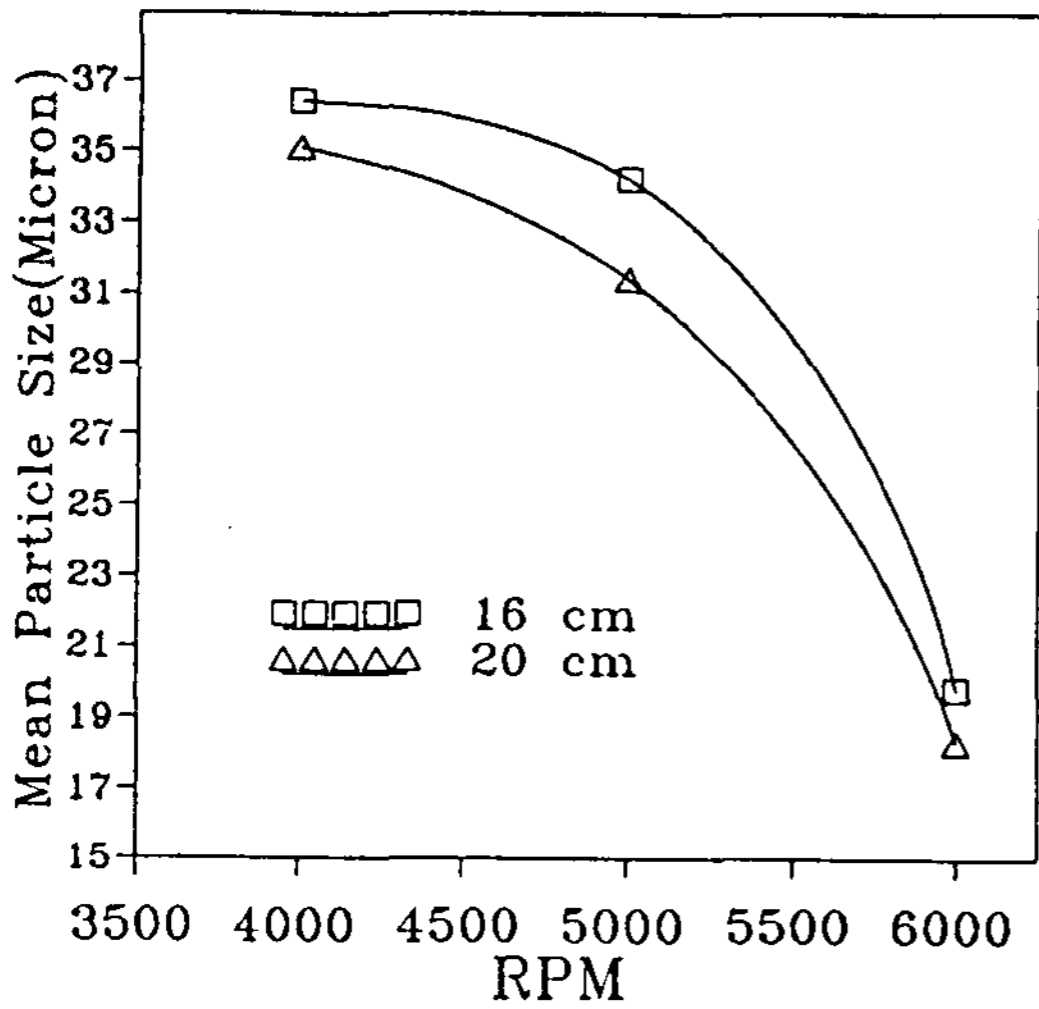


Fig. 5. Value of mean particle size of Pb-Sn Powders obtained from different RPM and Mixer height.

rpm조건에서는 Mixer의 출구높이가 높아질수록 수율은 다소 떨어지나, 더욱 좁은 입도분포를 나타냄을 알 수 있었다. 여러공정조건 중에서 20cm-6000rpm 공정조건의 경우에 입도분포를 측정하여 Fig. 6에 나타내었다. 그림에서 보듯이 입자들은 좁은 정규분포를 띠고 있다. 여러 공정 조건하에서의 평균입자크기를 Table 1에, 또 standard deviation(the ratio between particle

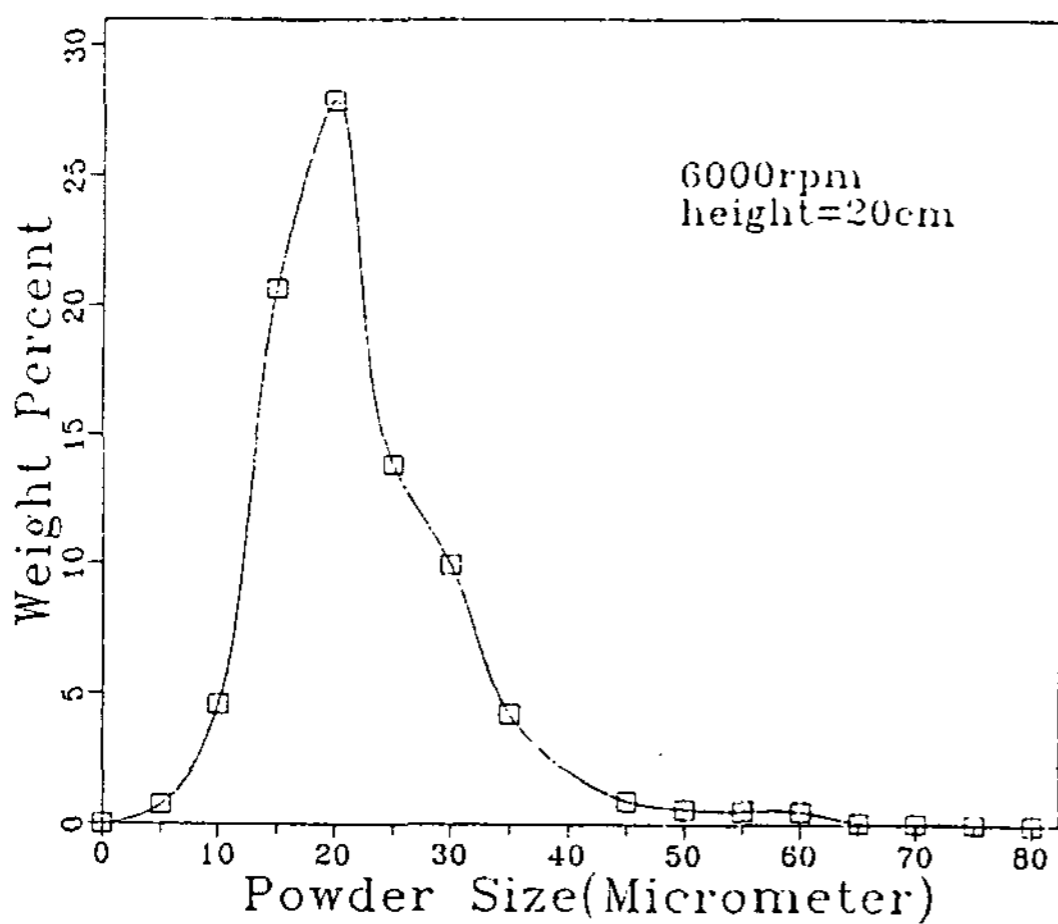


Fig. 6. Typical size distribution of the Pb-Sn eutectic powders produced by Mixer and Settler (at 20cm height-6000rpm).

size at 50% and the value at 15, and 87%), σ_g 를 Table 2에 정리하였다. 표준편차의 값을 비교하여 보면, 일반적인 가스분무법($\sigma_g=1.82$)이나, 수분무법($\sigma_g=2.2\sim 2.3$)보다 낮은 값을 보이며[26,27], CEP법의 1.63[23]과 비교하여도 본 실험의 최적조건의 경우가 보다 우수함을 알 수 있다.

Table 1. The value of mean particle size as RPM and Mixer height is changed.

		평균입자크기(μm)		
		4000	5000	6000
높이	rpm			
	16cm	36.44	34.20	19.83
	20cm	35.13	31.39	18.31

Table 2. The value of standard deviation for different RPM and the height of Mixer exit.

RPM	σ_g (at 16cm)	σ_g (at 20cm)
4000	1.74	1.59
5000	1.63	1.58
6000	1.61	1.51

결론적으로 본 공정에서 분말의 입자크기를 제어하는 공정변수는 impeller의 rpm, 에멀션 출구의 높이 및 액상유입속도등 비교적 그 수가 적고 더욱이 이들의 조절이 간단하므로 이들을 조절하여 결과분말의 크기제어가 가능함을 알 수 있다.

3.3 분말크기에 따른 과냉도와 미세조직의 변화

Pb-Sn공정합금을 MS법으로 공정변수를 조절하여 여러크기의 분말들을 제조하여 오일을 세척하지 않은 에멀션상태 그대로 과냉의 정도를 알아보기 위하여 DSC분석을 행하고, 또 입자크기에 따른 미세조직의 변화를 보고자 각 크기의 분말들의 미세조직을 주사전자현미경으로 관찰하였다. 오일을 세척해내지 않은 형태의 분말은 재가열과 냉각시 처음 제조될 때의 열역학적 성질을 나타낸다[28,29]. 즉, 세척하지 않은 분말의 DSC분석시 나타나는 핵생성온도는 이 분말을 처음 제조할 때 부여된 성질의 재현성이 나타난다고 인정된다. Fig. 7의 a~f는 각 크기에 따른 Pb-Sn공정합금분말의 DSC곡선이며, 각각 a는 평균입자크기가 $240\mu\text{m}$, b는 $165\mu\text{m}$, c는 $110\mu\text{m}$,

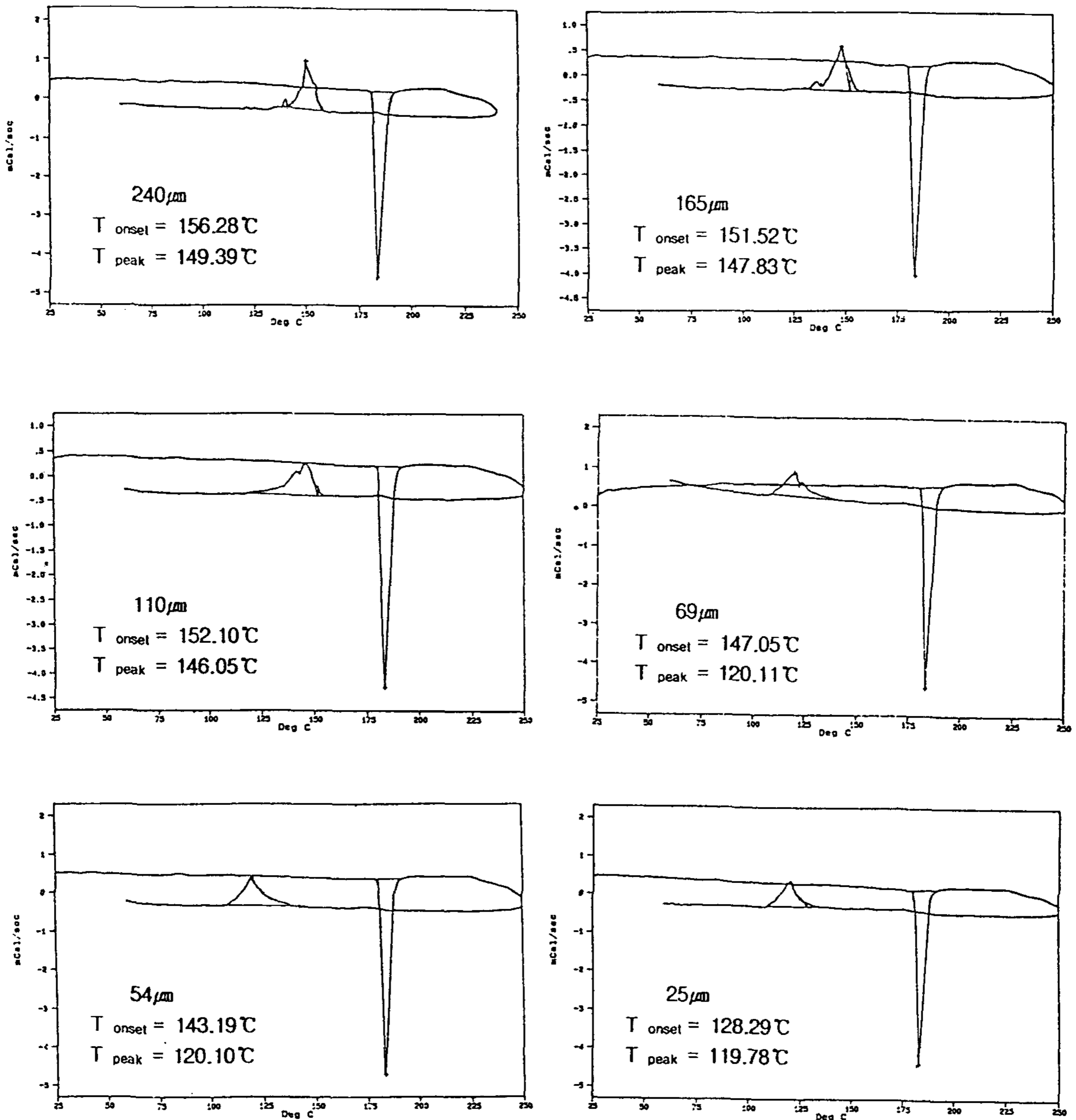


Fig. 7. DSC thermograms of Pb-Sn eutectic powders. T_0 =onset temperature of the exothermic reaction. T_p =peak temperature of the exothermic reaction. mean particle size is respectively. (a) 240 μm (b) 165 μm (c) 110 μm (d) 69 μm (e) 54 μm (f) 25 μm

d는 69 μm , e는 54 μm 그리고 f는 25 μm 인 경우이다. Fig. 7의 Pb-Sn공정합금의 DSC thermogram은 재가열시 공정온도인 $\sim 183^{\circ}\text{C}$ 에서 흡열 반응을 하고 상온으로 냉각시 발열반응을 나타내

고 있다. 이 발열 peak의 시작온도(onset)가 핵 생성시작온도이며, 공정온도와 핵생성온도의 차가 과냉도이다. 분말의 평균입자크기가 작아질수록 낮은 핵생성온도를 가지며, 이 결과 과냉도는

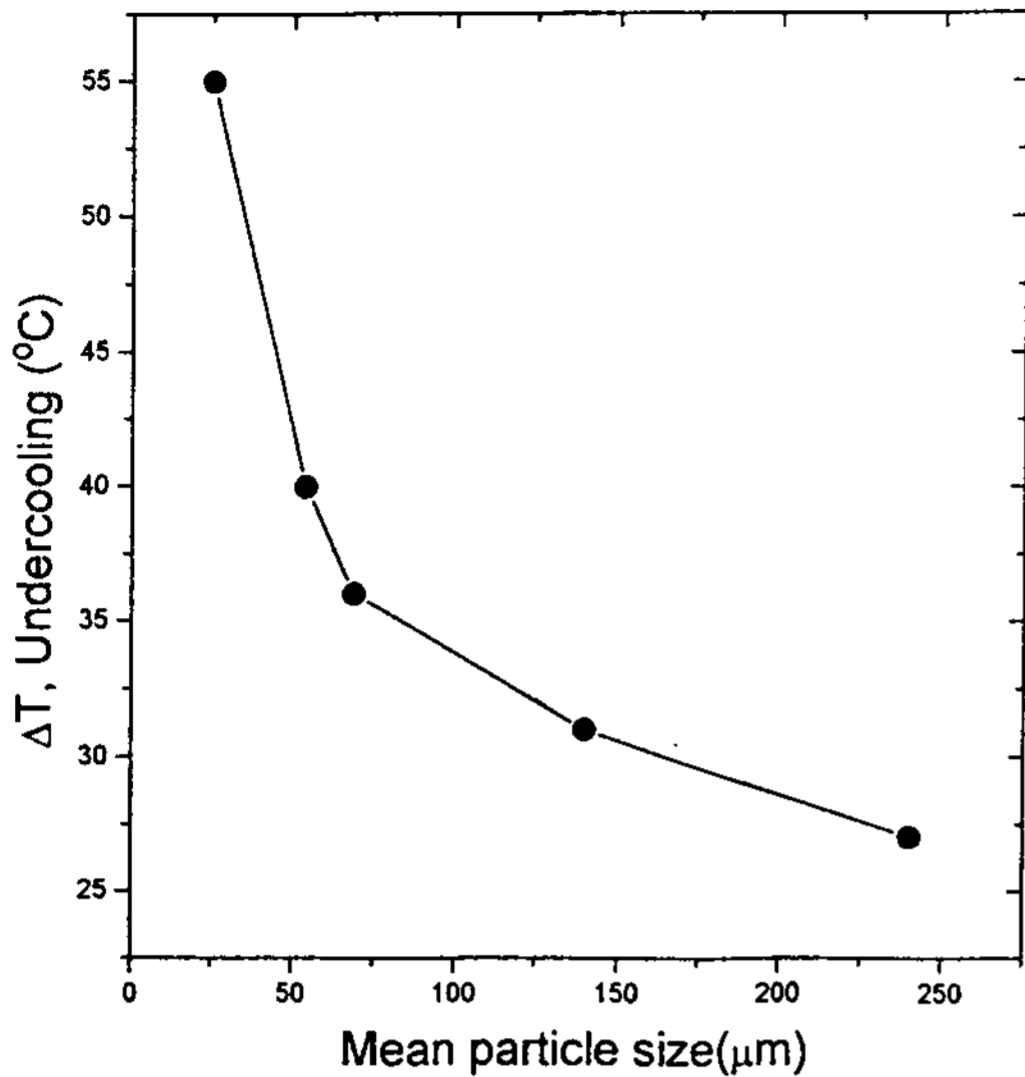


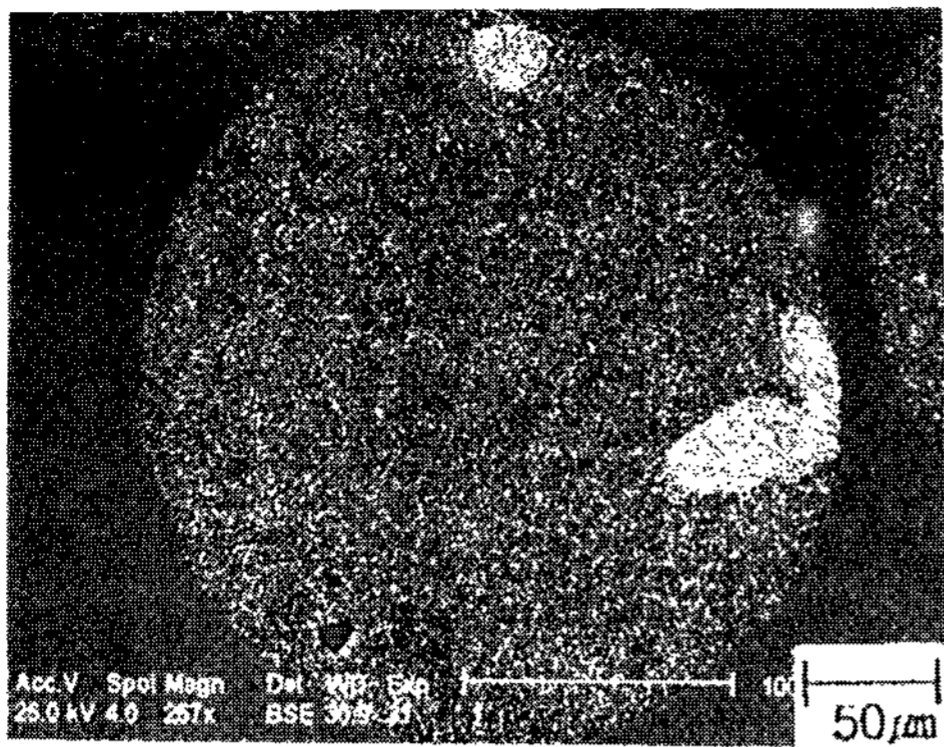
Fig. 8. The relation between mean particle size and the amount of undercooling. ($\Delta T = T_{Eut.} - T_0$)

증가하고 있다. 여기서 측정한 분말들의 평균입자 크기에 따른 과냉도를 Fig. 8에 도시하였다. Fig. 7의 분말크기별 DSC thermogram을 자세히 관찰하면 두개의 발열 peak가 존재하는데, 이는 본 시편들이 두개의 특징적인 핵생성온도를 갖음을 의미한다. Chu등은 이와같은 냉각시의 두 발열 peak의 identification을 행하여 각각 첫 번째 peak를 준안정상인 Pb-rich상의 핵생성 peak 그리고 두 번째 peak를 Sn-rich상의 핵생성 peak이라고 하였다[28]. 평균입자의 크기가 큰 경우에는 첫 번째 peak의 세기가 월등히 큰 반면, 입자크기가 작아질수록 처음 peak의 세기는 줄어들고 점점 두 번째 peak의 세기가 커지며, Fig. 7의 e, f에서와 같이 onset과냉도가 40 °C 이상, peak과냉도가 60 °C 이상되는 평균입자크기 50 μm 이하의 분말에서는 두 발열 peak의 세기가 비슷해지거나 역전되면서 경계 또한 모호해지고 거의 하나의 peak로 핵생성이 대표된다.

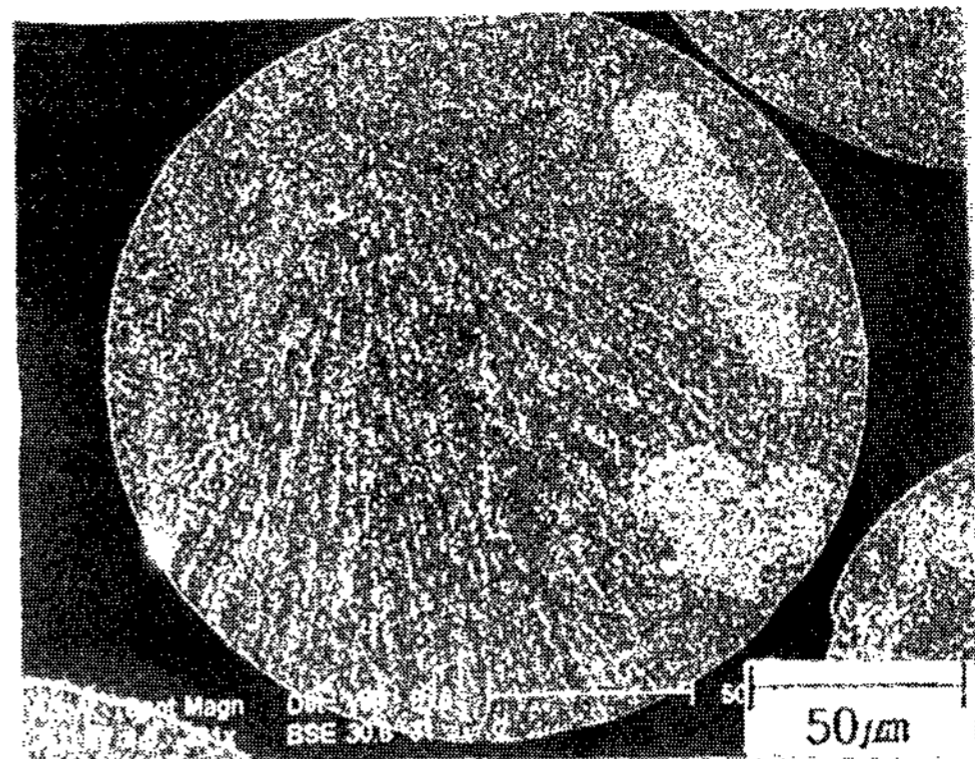
DSC thermogram상의 응고현상은 분말의 미세조직에서도 확인할 수 있다. 즉, Fig. 9의 a~f는 Fig. 7의 a~f에서의 평균입자크기를 갖는 분말들의 주사전자현미경(BE형상)사진이다. 그림에서 밝게 보이는 곳이 Pb상이고, 어두운 곳이 Sn상이다. 이 미세조직사진에서 보이듯이 40 °C 미만의 과냉을 나타내는 큰 크기의 분말들은 분

리응고된 Pb-rich상과 Sn-rich한 공정조직의 두 상영역으로 이루어진 조직을 나타내지만(Fig. 9의 a~d), 40 °C 이상의 과냉을 나타내는 작은 크기의 분말들은 Sn-rich의 기지에 Pb-rich상이 균일하게 분포된 매우 미세하고 균일한 공정조직을 나타내고 있다(Fig. 9의 e, f). 크기에 따른 미세조직의 변화는 비교적 고온 합금인 Al-15% Si 합금계에서도 확인하였는데, 이를 Fig. 10에 나타내었다. 그림에서 보듯이 MS법으로 제조한 여러크기의 Al-15% Si 분말들 중 200 μm 이하의 분말에서는 조대한 초정 Si이 발견되지 않고 대신 Al기지에 Si이 미세하고 균일하게 분포되어 있는 조직이 관찰되고 있다. 본 Al-15% Si 합금분말들의 크기에 따른 DSC thermogram을 Fig. 11에 나타내었다. Fig. 11-a에서 보듯이 200 μm 이상의 분말들에서는 비록 핵생성의 두 peak의 과냉도는 10 °C 정도라도 onset과냉도는 3 °C 정도이며 peak 또한 매우 많아 여러 상들의 독립된 응고현상을 보이는 반면, Fig. 11-b에서와 같은 작은 크기의 분말들은 14 °C 정도의 onset과냉도와 두 peak가 존재하는 비교적 하나의 응고거동을 보여주고 있다. 이러한 응고거동은 Fig. 10에서의 크기가 큰 분말에서 보이는 초정Si과 공정응고가 섞인 응고조직과 크기가 작은 분말들에서의 공정응고만이 나타난 미세조직과 비교하여 볼 때 서로 잘 일치하는 것으로 사료된다. MS법으로 제조한 금속분말들의 응고거동에 대한 자세한 고찰은 보다 많은 노력이 있어야 한다.

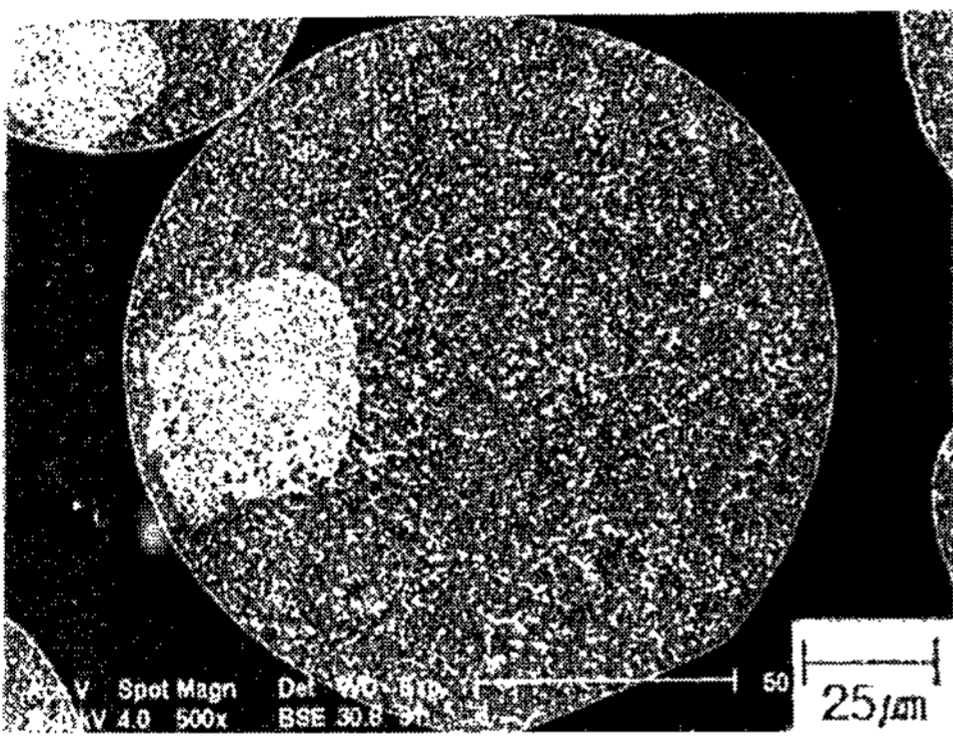
이상에서와 같이 MS법은 비교적 적은 공정변수들을 간단히 조절하여 입자 크기를 조절할 수 있을 뿐만 아니라 어느 공정법보다도 균일한 크기의 분말들을 에멀션 제조를 통해 성취할 수 있으며 서냉에 의한 응고법이므로 DTA 나 DSC 등을 통한 크기에 따른 미세조직과 과냉간의 관계를 정확히 파악할 수 있다. 또 CEP법과 비교시 분말 형상의 선택에는 구형으로 제한이 따르나, 분말의 크기와 입도 분포면에서는 유리한 방법으로, 특히 에멀션 매개체의 재사용과 분말의 응고거동을 살펴 균일한 성질을 갖는 제품들을 제조할 수 있어 산업화에 기대가 크다고 할 수 있다. MS법으로 제조된 분말의 크기와 과냉간의 관계, Kurz, Trivedi[12,15,16]이론에 의한 응고속도와



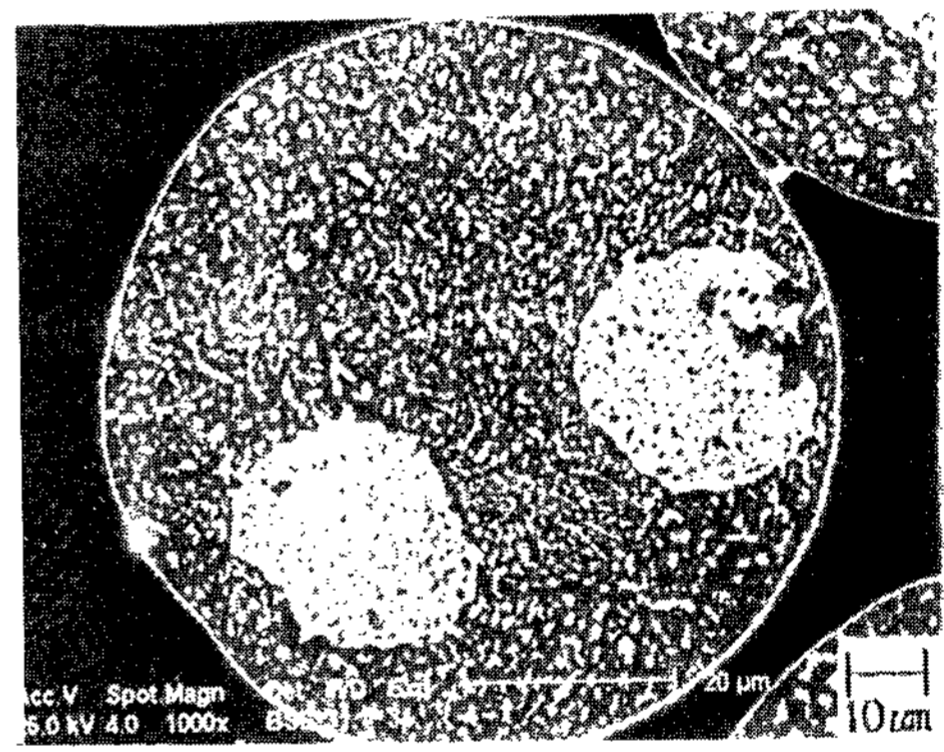
(a)



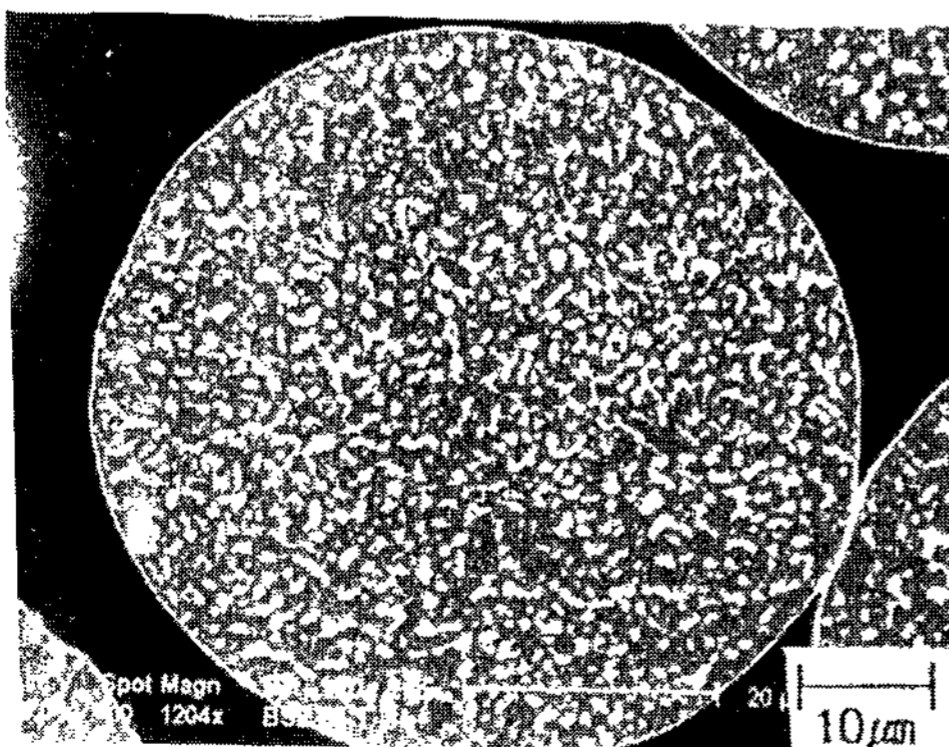
(b)



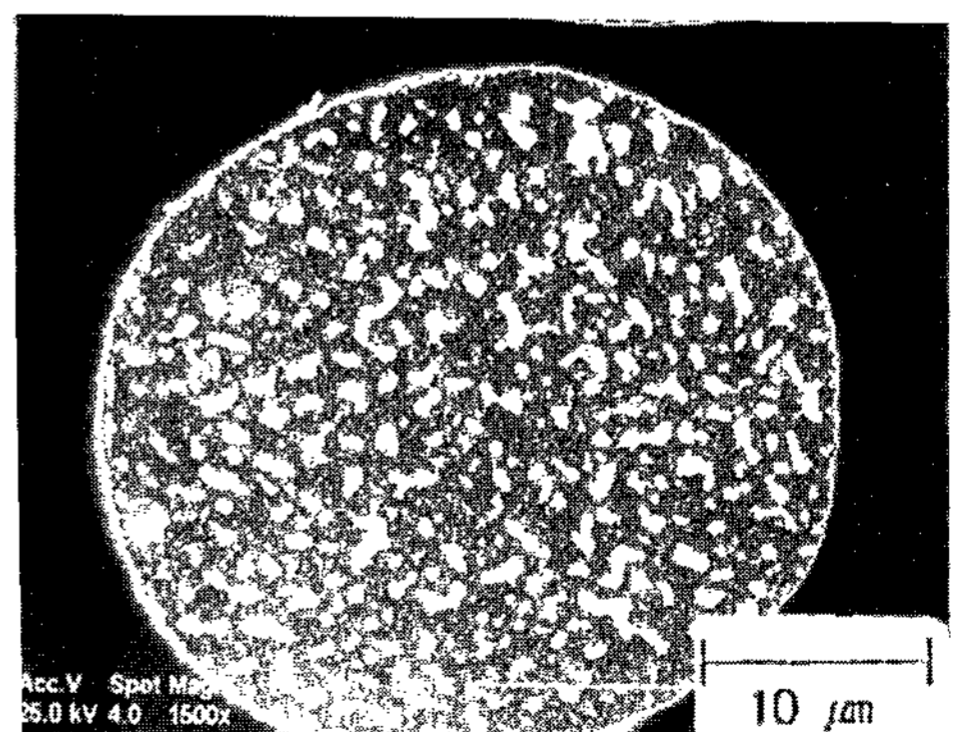
(c)



(d)



(e)



(f)

Fig. 9. Size effect on microstructural transition in Pb-Sn eutectic powders produced by Mixer and Settle mean particle size is respectively.

(a) 240 μm (b) 165 μm (c) 110 μm (d) 69 μm (e) 54 μm (f) 25 μm

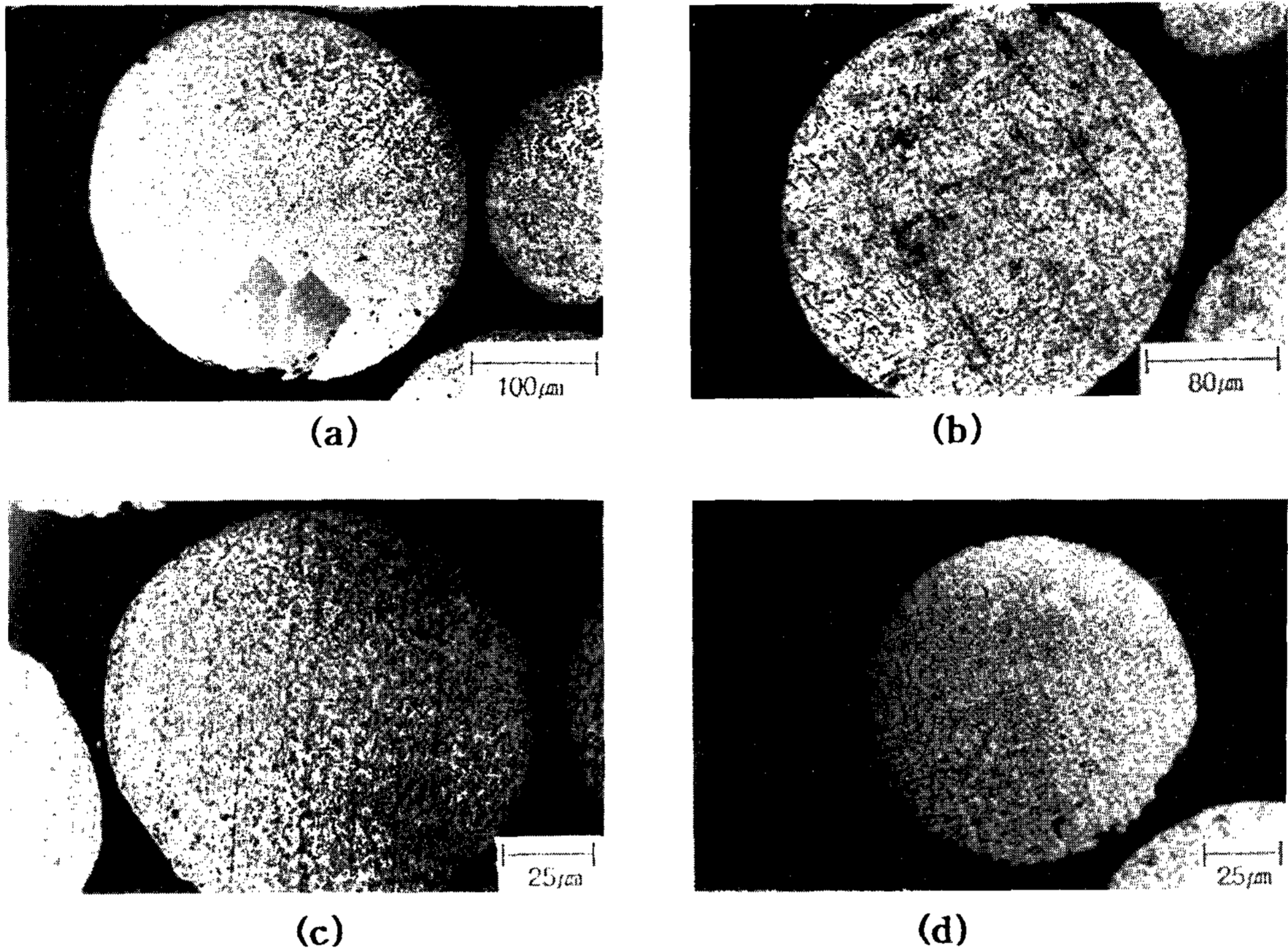


Fig. 10. Optical micrograph of Al-15wt%Si powders produced by Mixer and Settler.

(a) 300 μ m (b) 240 μ m (c) 150 μ m (d) 100 μ m

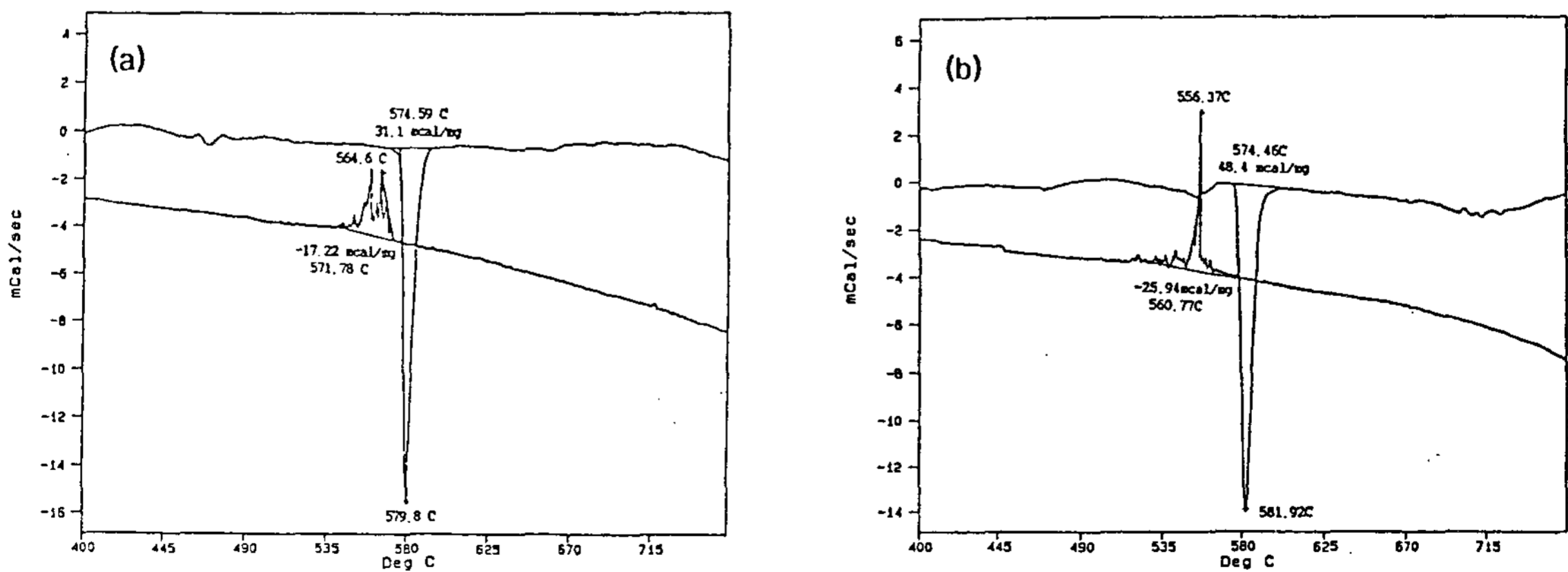


Fig. 11. DSC thermograms of Al-15wt%Si powders for different powder size.

(a) over 200 μ m (b) under 200 μ m

undercooling양, 또 분말의 미세조직과의 관계 등은 추후 발표하겠다[30].

4. 결 론

응고현상을 이해하고, 응고조직을 제어하기 위해서는 응고에 미치는 주요변수인 응고전 과냉, 응고속도(또는 고액계면 이동속도), 핵생성속도 등의 역할을 이해하고 그들을 조절할 수 있어야 한다. 응고이론은 그동안 많은 진척이 있어 이들의 응고조직에 미치는 영향을 이론적으로 예측할 수 있는 단계에까지 이르렀으나, 이러한 이론들을 공정변수의 제어가 까다로운, 기존의 분말제조법에 적용하여, 최종 미세조직을 제어하기란 매우 어렵다. 그러나, 최근에 개발된 CEP법과 MS법은 다량의 금속분말을 연속적으로 제조할 수 있으면서도, 과냉이나 응고속도등의 주요 응고변수들을 분말크기제어등을 통해 조절할 수 있을 뿐만 아니라, 그 정도 또한 DSC등의 실질적인 측정을 통해 정량적으로 파악 할 수 있음을 알 수 있다. 실례로 Pb-Sn 공정합금의 경우 40°C 이상의 과냉을 보장하면 미세하고 균질한 공정조직을 얻을 수 있으며 Al-15% Si의 경우 200 μ m 이하의 입자에서 초정 Si의 형성을 억제할 수 있음을 알 수 있었다. MS법에서의 입도분포는 표준편차 값이 본 실험의 최적 조건에서(6000rpm, 출구높이 20cm) 평균크기 18 μ m의 1.51로, 이는 1.8 정도의 가스분무법이나 2.3 정도의 수분무법을 크게 앞지르며 CEP법의 1.63보다도 훨씬 우수한 방법임을 알 수 있다.

MS법은 CEP법과는 달리 분말형상에 있어서는 제한이 있으나 크기조절에 유리하며 두방법 모두에서 분말 제조의 효율성과 에멀션매개체의 재사용으로 공정의 경제성도 기존의 분무법등에 비해 크게 증진될 것으로 사료된다.

후 기

본 연구는 1993년도 교육부 한국학술진흥재단의 교수 국비해외과견연구 지원으로 이루어졌으며 이에 감사드립니다.

참 고 문 헌

- [1] W. W. Mullins and R. F. Sekerka, J. Appl. Phys. 35, (1964), 444
- [2] H. Jones, Mat. Lett. 6(5), (1988), 181
- [3] C. G. Levi and R. Mehrabian, Met Trans. A, 13A, (1982), 13
- [4] J. C. Baker and J. W. Cahn, "solidification", ASM, Metals Park, Olt, (1971), 23
- [5] W. J. Boettinger, D. Schechtman, R. J. Schaefer and F. S. Biancaniello Met. Trans. A 15, (1984), 55.
- [6] J. A. Juarez-Islas, H. Jones and W. Kurz, Mat. Sci. Eng. 95 (1988) 201
- [7] H. Jones, Phil. Mag. B 61 (4), (1990), 487
- [8] H. Jones, Mat. Sci. Eng. A 133, (1991), 33
- [9] R. Trivedi and W. Kurz. Acta Met. 34 (8), (1986), 1663
- [10] R. Trivedi and W. Kurz, Acta Met. 42 (1), (1994), 15
- [11] J. Lipton, M. E. Glicksman and W. Kurz, Met. Trans. A 18, (1987), 343
- [12] W. Kurz, B. Giovanola, and R. Trivedi, Acta. Met. 34(5), (1986), 823
- [13] J. Lipton, W. Kurz, and R. Trivedi, Acta. Met. 35(4), (1987), 957
- [14] R. Trivedi and W. Kurz, Met. Trans. A, 21, (1990), 1311
- [15] R. Trivedi, P. Magnin and W. Kurz, Acta. Met, 35(4), (1987), 971
- [16] W. Kurz, and R. Trivedi Met. Trans. A 22 (1991) 3051
- [17] W. J. Boettinger, S. R. Coriell and R. F. Sekerka, Mat. Sci. Eng. 65, (1984) 27
- [18] W. J. Boettinger, L. A. Bendersky, S. R. Coriell, R. J. Schaefer and F. S. Biancaniello, J. Cryst. Growth. 80, (1987), 17
- [19] M. A. Zaidi, Mat. Sci. Eng. 98, (1988),

- 221
- [20] S. D. Ridde and J. S. Biancaniello, *Mat. Sci. Eng.* 98, (1988), 47
- [21] Alan Larley, *J. Met.*, January, (1981), 13
- [22] *Metals Handbook 9th Eds*, "Powder Metal" American Society for Metals, Vol 7, (1984)
- [23] 장성준, 윤우영, *대한금속학회지*, 31(12), (1993), 1548
- [24] J. H. Perepezko, *Mat. Sci. Eng.* 65(1), (1984), 125
- [25] Gad Hetsroni, *Handbook of Multiphase Systems*, McGraw-Hill Book Co. (1982)
- [26] B. Champagne and R. Angers : *Powder Metall. Int.*, 16 (1984) 125.
- [27] M. Zdujic, M. Sokic, V. Petrovic and D. Uskovic : *Powder Metall. Int.*, 18 (1986) 275.
- [28] M. G. Chu, Y. Shiohara and M. C. Flemings : *Met. Trans.* 15A (1984) 125.
- [29] W. Y. Yoon and J. H. Perepezko : *J. Mat. Sci.* 23 (1988) 4300.
- [30] 김종윤, 윤우영 to be published