

## 분말야금용 수분사 철분의 열처리 특성

金 胤 彩

동부기술원 신소재연구팀

Heat Treatment Properties of Water Atomized Iron Powder for Powder  
 Metallurgy

Y. C. KIM

Dongbu Advanced Research institute, Daedeok Science Town, Daejeon 305-343

### ABSTRACT

In order to establish making process of water atomized iron powder for powder metallurgy, effect of heat treatment condition on change of powder properties and impurities was investigated at each temperature of 850~950℃. The results are as follows.

Particle morphology of iron powder changed slightly from spherical type to irregular type and the amount of fine particle decreased more and more with increasing of heat treatment time at each temperature. The flow rate and apparent density of iron powder also decreased due to particle coalescence in order of 850℃, 950℃, 900℃. Those powder Properties became to decrease particularly at 900℃ in alpha iron region. On the other hand, residual carbon and oxygen contents in iron powder decreased extremely with increasing of heat treatment temperature and time.

### 1. 서 론

최근 자동차, 전자 및 산업기계의 발달로 소결품 제조용 원료 분말 즉 철분 사용량이 급증하고 있다. 그 예로 1988년 약 7,000톤 사용되었으나 1995년에는 약 15,000톤이 사용되었고 2000년에는 약 30,000톤 이상의 철분이 사용될 것으로 예상되며 그 수요량은 특히 자동차 산업과 밀접한 관계가 있다<sup>1),2)</sup>. 그러나 이 철분은 스웨덴, 일본, 캐나다 등의 선진국에서 전량 수입에 의존하고 있어 국내산업의 취약성을 면

치 못하고 있을 뿐만 아니라 이들 선진국의 제조기술 이전 기피로 이의 국산화가 시급한 현실이다.

철분의 제조방법은 실험실적으로는 전해법, 파쇄법 등 여러 방법이 있으나 공업적으로는 환원법과 수분사법이 주류를 이루고 있다. 특히 후자의 수분사법은 1970년 이후 상업화되어 전자에 비해 최신공법으로 제조공정을 요약하면 다음과 같다. 원료 → 용해 → 수분사 → 탈수 → 건조(건조 철분) → 환원 → 파쇄(수분사 철분). 즉 용탕류에 고압의 물을 분사시켜 용탕을 직접 분화, 응고시킴으로써 비교적 단시간내에

철분(건조철분)을 제조할 수 있다<sup>3),4)</sup>. 그러나 이와 같은 방법으로 제조된 건조 철분은 고압의 물을 분사시킨 관계로 소결품 제조에 유해한 산화물이 그 표면에 존재할 뿐만 아니라 내부에 급냉조직을 갖고 있어 환원 및 어닐링을 목적으로 하는 열처리를 필요로 한다.

열처리 조건에 따라 철분 특성 즉 분말의 입도, 유동도, 겉보기 밀도, 산소함량 등이 크게 변한다. 따라서 본 논문에서는 열처리 온도 및 시간이 철분의 이들 특성에 미치는 영향을 검토하여 수분사 철분의 제조 조건을 정립코저 하였다.

## 2. 이 론

소결품은 원료 분말을 제품의 형상을 有한 금형내에 충전한 다음 4~7ton/cm<sup>2</sup>의 고압으로 압축·성형하여 성형체를 제조한 후 이에 물리적 및 기계적 특성을 부여하기 위해 소결처리를 하게 된다. 특히 자동차용 고밀도 소결품을 제조하기 위해서는 분말 자체가 고밀도용에 적합해야 할 뿐만 아니라 성형공정에서도 고밀도 성형체를 제조할 수 있는 분말의 제성질을 갖추어야 한다. 즉 적정 입도, 유동도 및 겉보기 밀도와 고압축성을 겸비키 위해 불순물이 적어야 한다.

수분사 철분은 그 내부가 무기공으로 밀도가 높아 고밀도용 소결품 제조에 적합한 분말로 알려져 있다. Table 1에 상업적으로 사용되고 있는 수분사 철분의 제성질을 표시하였다. 철분의 입도는 통상 -100mesh의 분말이 사용되나 미분이 많으면 유동도가 저하되는 관계로 -325mesh를 40% 이하로 제한하고 있다. 또 압축성에 악영향을 미치는 불순물 특히 C 및 O를 제한하고 있다<sup>5)</sup>.

**Table 1** Properties of iron powder for powder metallurgy

Powder properties			Chemical composition (wt.%)	
Particle size (-325mesh,%)	Flow rate (sec/50g)	A/D* (g/cm <sup>3</sup> )	C	O
20~40	21~25	2.9~3.1	0.002~0.003	0.09~0.20

\* Apparent Density

전술한 분말의 성질 및 불순물 함유량은 열처리 온도, 시간 및 분위기에 따라 크게 다르게 된다. 건조 철분을 일정 온도의 환원성 분위기에서 열처리할 경우 급냉조직이 개선될 뿐만 아니라 철분 표면의 산화물이 제거되나 분말들이 상호 접촉부에서 응집되는 소결현상이<sup>6)</sup> 수반되기 때문에 철분의 형상 및 입도분포가 변화될 뿐만 아니라 이에 따른 유동도 및 겉보기 밀도도 변화하게 된다<sup>7)</sup>. 이와 같이 분말의 열처리 시 수반되는 제성질의 변화는 소결현상에 기인하고 분말의 소결현상은 열처리 온도가 높을수록 또 시간이 길수록 현저하기 때문에 분말의 형상은 불규칙하여지고 입도분포는 미분이 감소하며 또 분말의 형상이 불규칙화됨에 따라 유동도 및 겉보기 밀도가 저하될 것이 예상된다. 건조철분에 함유된 C, O 등의 불순물은 열처리 분위기의 노점이 일정하다면 온도가 높고 시간이 길수록 탈탄 및 탈산 경향이 현저하므로 고순도의 철분을 얻을 수 있을 것으로 예상된다.<sup>8)</sup>

## 3. 실험방법

### 3.1 열처리 원료분말(건조 철분) 제조조건

Table 2에 표시한 냉연 Scrap(SAE1008)을 건조 철분 제조원료로 사용하였으며 그 화학성분을 상용 수분사 철분과 비교하였다. Scrap의 불순물은 C를 제외하면 철분 제조의 원료로서는 양호한 것임을 알 수 있다. 냉연 Scrap 150kg을 고주파 유도로에서 용해하여 Fe-76Si로 탈산한 다음 용탕온도 약 1650℃에서 Nozzle 직경이 7.5mm인 Tundish에 Tilting하여 수량 약 270l/min, 수압 약 70bar로 수분부하여 탈수, 건조하는 방법으로 건조 철분을 제조하였다.

**Table 2** Chemical composition of cold rolling scrap and water atomized iron powder

	C	Si	Mn	P	S	O
Scrap	0.030	0.02	0.20	0.012	0.008	0.002
Iron Powder	0.002~0.003	0.01~0.02	0.1~0.20	0.012~0.014	0.009~0.015	0.09~0.20

\* Iron Powder : Kobe Steel Co.(Atomel 300M)

### 3.2 건조 철분의 열처리 조건 및 수분사 철분의 특성 평가방법

건조 철분은 200L×150W×30H의 직방형 Tray에 적층두께 약 25mm로 장입하여 Pusher Type의 3Zone 판상로(Carbolite社製)에 장입하여 노점이 약 -40℃이고 가스 유량이 15lpm인 수소분위기 중의 850~950℃의 각 온도에서 15~60분간 열처리한 후 서냉시켰다. 이 경우 철분은 열처리시 소결현상으로 인하여 서로 응집되어 있기 때문에 Universal Mill(Kamas社製)에서 파쇄하여 최종 제품화하였다.

이와 같은 방법으로 제조된 수분사 철분은 분말의 특성을 평가하기 위하여 철분의 입도, 유동도, 겉보기 밀도, 탄소함량 및 산소함량 등의 제성질을 측정하였다. 입도분포 측정은 JPMA P 02-1992에 준하여 행하였다. 즉 100g의 시료를 채취하여 Sieve Shaker(W.S.Tyler社製)에서 약 30분간 Sieving한 후 각 Sieve의 철분 중량을 측정한 백분율을 환산, 표시하였다. 유동도는 JPMA P 07-1992에 준하여 측정하였으며 50g의 시료를 채취하여 Hall Flow Meter(Alcan社製) Cup 저부의 유출공을 통과하는 시간을 5회 측정하여 그 평균치를 sec/50g으로 표시하였다. 철분의 겉보기 밀도는 JPMA P 06-1992에 준하여 5회 측정 후 그 평균치를 g/cm<sup>3</sup>으로 표시하였다. 한편 분말의 성분분석에는 C/S, N/O 분석기(LECO社製) 및 ICP(JOVINYVON社製)를 이용하였으며 형상 관찰에는 EPMA(JEOL社製)를 각각 사용하였다.

## 4. 실험결과 및 고찰

### 4.1 건조 철분의 제성질

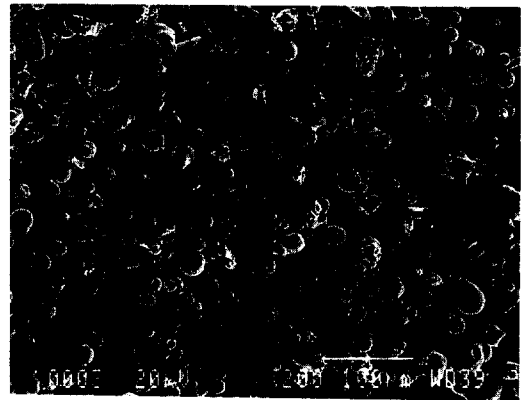
Table 3에 건조 철분의 제성질을 표시하였다. 입도분포는 전형적인 수분사 철분의 입도분포를 나타냈으며 특히 -325mesh의 미분이 약 31%로 가장 많았다. 유동도는 약 24sec/50g, 겉보기밀도 약 3.3(g/cm<sup>3</sup>)를 각각 나타내 상용 수분사 철분보다 약간 높은 결과를 나타냈다.

**Table 3** Properties of dried(As atomized) iron powder

Powder properties					
Particle size (-325mesh, %)		Flow rate (sec/50g)		A/D* (g/cm <sup>3</sup> )	
3.3		23.9		3.31	
Chemical composition(wt.%)					
C	Si	Mn	P	S	O
0.288	0.02	0.08	0.005	0.01	1.626

\* Apparent Density

한편 건조 철분의 화학 성분을 Table 1에 표시한 원료 Scrap의 그것과 비교하면 C과 O를 제외하고 큰 변화가 없음을 알 수 있다. C의 증가는 용해시 Scrap 중량의 0.5% C를 첨가 용해한 결과로 이는 용해 및 수분무를 용이하게 할 뿐만 아니라 열처리시의 탈산효율을 높이기 위함이다<sup>9)</sup>. Fig. 1은 건조 철분의 외형을 관찰한 결과로 대부분이 구상형이었다.



**Fig. 1** SEM morphology of dried iron powder

### 4.2 수분사 철분의 제성질에 미치는 열처리 온도와 시간의 영향

Fig. 2는 -325mesh의 미분 함유량이 약 31%인 건조 철분을 수소 분위기의 850~950℃의 각 온도에서 15~60분간 열처리한 결과로 -325mesh의 미분

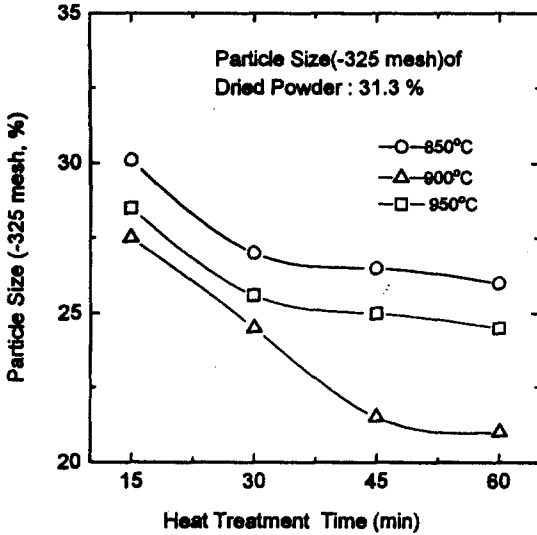


Fig. 2 Effect of heat treatment temperature and time on particle size of iron powder

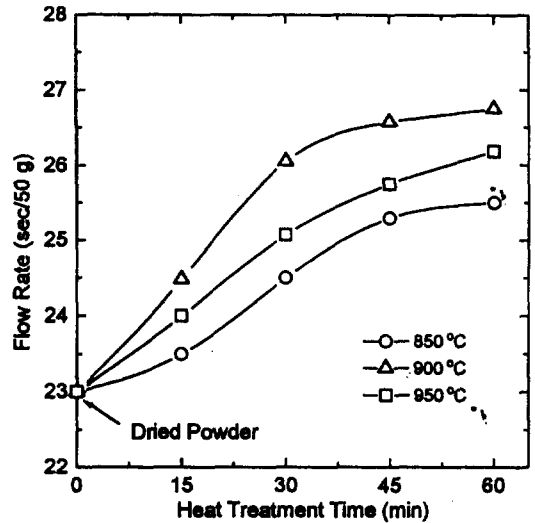


Fig. 3 Effect of heat treatment temperature and time on flow rate of iron powder

의 함유량은 어느 열처리 온도에서나 열처리 시간이 길수록 감소하였으며 특히 이와 같은 현상은 900℃에서 가장 현저하여 60분간 열처리할 경우 약 21%까지 저하하였다.

일반적으로 분말을 열처리할 경우 분말들이 상호 접촉부에서 물질의 이동에 기인하는 소결현상으로 인해 분말들이 결합하게 된다<sup>6)</sup>. 이와 같은 소결현상은 재결정 온도에서부터 시작되나 열처리 온도가 높으면 높을수록 현저하다. 건조 철분을 수소분위기 중에서 열처리할 경우도 수소에 의해 건조 철분의 표면에 존재하는 산화물이 환원되는 한편 철분 상호가 결합, 粗粒化된 결과 미분 함유량이 감소하는 것으로 추론할 수 있다. 그러나 이와 같은 현상이 950℃보다 낮은 약 900℃에서 가장 현저한 것은 순철의 자기확산의 차에 기인한 것으로 사료된다. 즉 순철은 상온에서 912℃까지는 α철이며 그 이상 1394℃까지는 γ철로, 즉 912℃에서 α철에서 γ철로 상변태하게 된다. 한편 순철의 자기확산계수는 α철이 γ철에 비해 훨씬 높으며 912℃에서는 약 330배 높다<sup>10)</sup>. 즉 건조 철분

을 912℃ 이하의 α철 영역인 약 900℃에서 열처리할 경우가 912℃ 이상의 γ철 영역인 약 950℃에서 열처리할 경우보다 철분의 입자들이 결합하는 소결현상이 활발하다고 할 수 있다<sup>11),12)</sup>. 따라서 Fig. 2의 건조 철분을 850~950℃의 각 온도에서 열처리할 경우 950℃보다 낮은 900℃에서 오히려 미분 함유량의 감소율이 가장 큰 것은 철의 자기확산이 높은 것에 기인한 분말 입자들의 粗粒度가 높기 때문인 것으로 설명할 수 있다.

Fig. 3과 Fig. 4에 건조 철분의 유동도와 겉보기 밀도에 미치는 열처리 온도와 시간의 영향을 도시하였다. 두 성질 공히 Fig. 2의 입도에 미치는 열처리 온도와 시간의 영향과 동일한 경향을 보여 어느 온도에서나 시간이 길수록 저하하였다. 이와 같은 경향은 900℃가 가장 현저하였으며 30분간 열처리할 경우 유동도는 24sec/50g가 26sec/50g로, 겉보기 밀도는 3.3g/cm<sup>3</sup>가 2.9g/cm<sup>3</sup>로 각각 떨어졌다.

일반적으로 분말의 유동도와 겉보기 밀도는 그 형상과 입도의 영향이 크다. 즉 분말의 외형이 불규칙하면

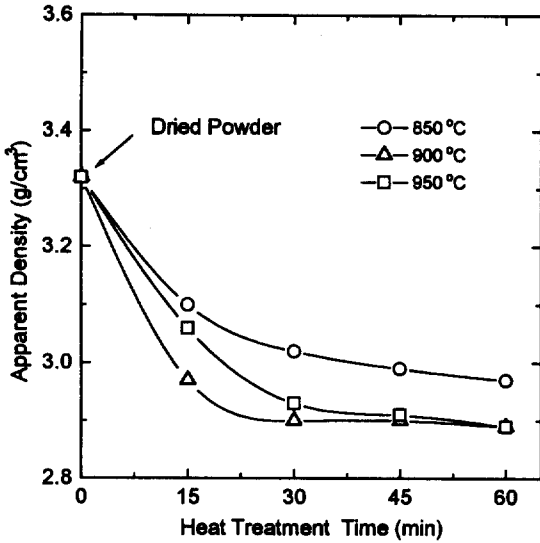


Fig. 4 Effect of heat treatment temperature and time on apparent density of iron powder

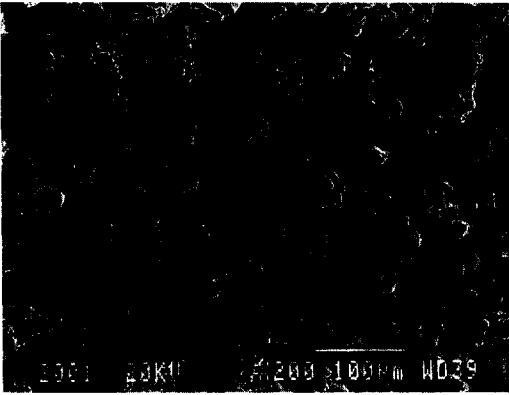


Fig. 5 SEM morphology of water atomized iron powder

구형에 비해 유동도와 겉보기 밀도가 저하한다<sup>13)~15)</sup>. 또 -325mesh의 미분이 적으면 겉보기 밀도가 저하한다<sup>16),17)</sup>. 따라서 본 실험의 결과에서 특히 900°C에서 열처리한 수분사 철분의 유동도와 겉보기 밀도가 가장 크게 저하했던 것은 열처리시의 철분 입자들이 상호 결합하여 粗粒된 결과 분말의 불규칙도가 증가

했을 뿐만 아니라 -325mesh의 미분함량이 감소한 것에 의한 것으로 설명할 수 있다. Fig. 5는 950°C에서 약 30분간 열처리한 수분사 철분의 외형을 관찰한 결과이다. Fig. 1에 표시한 건조 철분과 비교하면 구형 분말이 거의 없고 더욱 불규칙할 뿐만 아니라 미분이 적음을 알 수 있다.

#### 4.3 수분사 철분의 탄소 및 산소함량에 미치는 열처리 온도 및 시간의 영향

탄소 및 산소 함유량이 각각 약 0.29% 및 1.63%인 건조 철분을 노점이 약 -40°C인 수소 분위기의 850~950°C 각 온도에서 15~60분간 열처리한 결과를 Fig. 6 및 Fig. 7에 각각 도시하였다. 건조 철분의 탈탄 및 탈산 경향은 열처리 온도가 높고 시간이 길수록 현저하였다. 예를 들면 실험 온도 중 가장 높은 950°C에서 30분간 열처리할 경우 탄소 및 산소함량은 각각 0.001% 및 0.14%를 보였으며 그 이상의 시간에서는 거의 일정하였다. 특히 탄소 함량은 Table 2에 표시한 원료 Scrap의 0.03보다 훨씬 낮은 결과를 보였다.

건조 철분은 수분무시 물과 분위기로 인해 분말이 산화되고 그 산화물은 주로 FeO이며 이의 약 80%가 분말 표면에 약 10 $\mu$ 의 두께로, 잔부와 C는 분말 내부에 존재하는 것으로 보고되었다<sup>18)</sup>. 이와 같은 건조 철분을 환원성 분위기에서 열처리하게 되면 먼저 분말의 표면 산화물이 환원되게 되나 그 내부에서도 C+O  $\rightarrow$  CO에 의한 탈탄과 탈산이 동시에 일어나는 자기환원반응이 일어나며<sup>18)</sup> 이 반응은 820°C 이상의 고온일수록 현저하다<sup>19)</sup>. 따라서 탈탄과 탈산이 고온에서 비교적 단시간내에 종료되는 것은 전술한 환원성 분위기에 의한 환원 외에 자기 환원반응에 의한 탈탄과 탈산이 동시에 일어나는 것에 기인한 것으로 사료된다.

이상의 결과로부터 수분사 철분의 열처리 조건은 건조철분의 제성질의 저하가 비교적 적을 뿐만 아니라 탈탄과 탈산 반응이 현저한  $\gamma$ 철 영역에서 처리함으로써 불순물이 적은 철분을 얻을 수 있음을 알 수

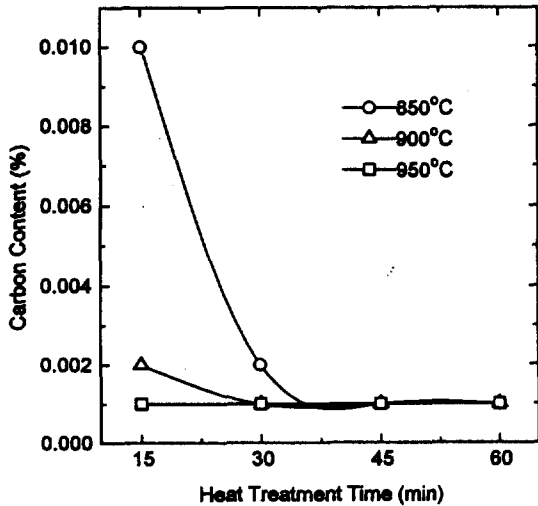


Fig. 6 Effect of heat treatment temperature and time on carbon content in iron powder

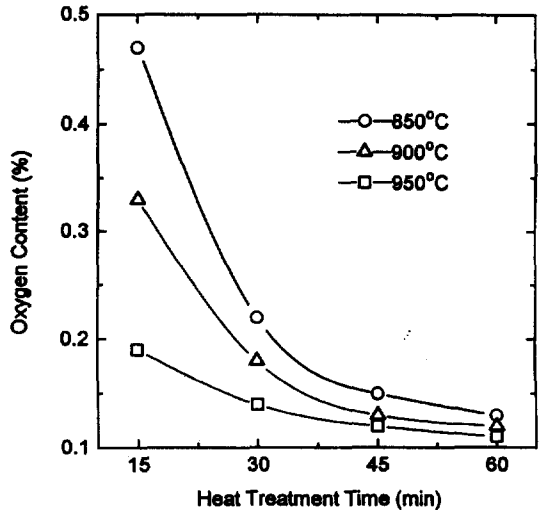


Fig. 7 Effect of heat treatment temperature and time on oxygen content in iron powder

있다. 일례로 Table 3에 표시한 제성질을 有한 건조 철분을 950℃에서 30분간 열처리할 경우, 입도 약 26%(-325mesh), 유동도 약 25sec/50g, 겉보기 밀도가 약 2.9(g/cm<sup>3</sup>)이고 C 및 O가 각각 0.001% 및 0.14%인 양호한 성질을 有한 수분사 철분을 얻을 수 있었다.

### 5. 결론

수분사 철분의 제조공정을 확립키 위해 분말의 제성질과 불순물의 변화에 미치는 열처리 조건의 영향을 검토한 결과를 요약하면 다음과 같다.

1. 분말의 형상은 각 열처리 온도에서 시간이 길수록 구형에서 불규칙형으로 변화하였으며 입도는 -325mesh의 미분이 감소하였다.
2. 분말의 유동도 및 겉보기 밀도는 850℃, 950℃, 900℃의 열처리 온도순으로 또 시간이 길수록 감소하였으며 이러한 경향은 900℃에서 가장 현

저하였다.

3. 분말의 잔류 탄소 및 산소는 열처리 온도가 높고 시간이 길수록 현저히 감소하였다.

### 참고문헌

1. Moon and Lee: The International Journal of Powder Metallurgy, vol. 28(1992), 413.
2. G.F. Bocchini: PM '94 World Congress, vol. 1, 45.
3. 藤川: 川崎製鐵技報, 12(1980) 2, 254.
4. 阪本: 特殊鋼, 29(1980) 7, 13.
5. 加藤, 池上, 渡邊: 粉協講概集, 秋季(1974), 6.
6. 渡邊尚侑: 新版 粉末冶金, 1987, 32.
7. 特開昭 56-93802
8. 西田, 溝口: 日本金屬學會誌, 42(1978), 600.
9. M. Michalke: The Production of Iron and Alloy Powders by Atomization of Molten Metal, 2nd European Symp. on P/N, (1968).

10. 北田: 入門結晶の原子の擴散, 共立(1980), 163.
11. E. Jaenichem, F. Sauerwald: Elektrochem., 30(1924), 175.
12. 紫田, 田邊: 粉體および粉末冶金, 25(1978), 1.
13. 대한금속학회: 분말야금기술(1987), 49.
14. 대한금속학회: 분말야금기술(1987), 50.
15. ASM: Metals Handbook 9th Ed., vol. 7(Powder Metallurgy), 297.
16. 石丸: 粉末冶金の基礎と應用, 技術書院(1994), 49.
17. 佐久間, 山上: 粉協講概集, 春季(1982), 152.
18. 中村, 西田, 溝口: 粉協講概集, 秋季(1974), 8.
19. 西田: 粉體および粉末冶金, 28(1981), 1.