

저온크립을 이용한 나노분말 성형체의 소결 (Densification of nanopowder compacts by low temperature creep)

한국과학기술연구원 나노재료연구센터 안재평, 구명서, 박종구

1. 서론

최근 나노분말의 합성이 일반화되면서 분말 자체의 응용과 더불어 나노분말의 벌크화에 관한 많은 관심이 일고 있다. 나노분말의 소결에 이용되는 방법으로는 일반적인 성형/소결 과정을 거치는 상압소결, 전류를 이용한 소결, 가압소결 등을 들 수 있다.

나노분말의 이용 형태중 하나인 벌크 나노재료는 현재까지 그 특성이 매우 제한적으로 밝혀지고 있다. 왜냐하면 나노벌크의 물성을 밝히는데 필요한 충분한 크기의 나노결정립 소재를 제조할 수 있는 기술이 부족하기 때문이다. 나노결정립 소재를 다양하게 제조할 수 있는 가장 보편적인 방법은 나노소재 중 기술발전이 가장 빠른 나노분말을 이용하여 나노결정립 소결체를 제조하는 것이다. 그러나 나노분말이 갖는 고밀도 성형의 난점 및 치밀화 시 빠른 입자성장 등의 이유로 물성 측정 및 후속가공에 적합한 크기를 갖는 나노 결정립 소결체를 경제적으로 제조하는 것이 현재까지는 용이하지 않다. 따라서 현 연구 목적은 저온크립을 이용하여 소결시 발생하는 결정립 성장 및 상변화 거동을 관찰하고, 나노결정립을 갖는 소결체를 제조하는데 있다.

2. 실험방법

저온크립을 이용한 소결은 가압소결(hot press)처럼 시료를 동시에 가압 및 가열하여 분말을 벌크화하는 방법을 일컫는데 본 연구에서는 가압소결에 비해 높은 압력과 낮은 온도에서 수행되므로 특별히 저온크립소결법으로 명명하였다. 저온크립소결에 사용된 장치는 가열용 전리로를 인스트론 시험기에 장착하여 사용하였다. 이 장치는 최고 1200℃, 진공 및 분위기의 사용이 가능하며 분말시료가 저온크립변형되는 동안 인스트론으로부터 시료에 전달되는 압력과 변형량을 측정할 수 있다. 본 연구에 사용된 분말은 약 30 nm 크기를 갖는 티타니아 분말이었다. 저속크립변형에 사용된 금형은 $\phi 10$ mm의 내경을 갖는 알루미늄이었으며 1회 실험에 사용되는 티타니아 분말은 0.9 g였다. 본 연구에서 사용된 저온지속변형은 대기 중에서 수행되었으며 가열온도와 압력 등이 변수였다.

3. 결과 및 고찰

나노미터 크기를 갖는 분말은 마이크론 크기를 갖는 분말에 비해 성형시 느린 수축율과 낮은 성형밀도를 보였다. 그러나 온도가 높아짐에 따라 나노분말이 갖는 높은 확산속도로 인해 마이크론 분말에 비해 빠른 수축율과 높은 소결밀도가 얻어졌다. 티타니아 분말의 저온크립시 500℃는 99% 이상의 상대밀도가 얻어지는 가장 낮은 온도였다. 500℃에서 소결된 시편은 아나타제에서 루틸상으로 상변태가 10% 미만에서 더디게 진행되었으며, 결정립의 평균 크기는 약 70 nm였다. 따라서 99% 이상의 소결밀도를 얻을 수 있었던 것은 저온에서 상변태와 결정립 성장을 억제하면서 가압에 의한 크립특성이 주된 치밀화 요인으로 작용하였기 때문으로 생각된다.