(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2011-0122276
(43) 공개일자 2011년11월10일

(51) Int. Cl.
*B22F 7/02* (2006.01) *B22F 3/24* (2006.01)
*B05D 1/06* (2006.01) *B22F 3/11* (2006.01)
(21) 출원번호 10-2010-0041674
(22) 출원일자 2010년05월04일
심사청구일자 없음

(71) 출원인
**울산대학교 산학협력단**
울산 남구 무거2동 산29
**한국기계연구원**
대전 유성구 장동 171번지
(72) 발명자
**김병기**
서울특별시 강서구 가양2동 우성아파트 102동 205호
**김지순**
울산광역시 남구 무거동 선경아파트 402호
*(뒷면에 계속)*
(74) 대리인
**안승태**

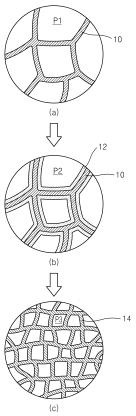
전체 청구항 수 : 총 8 항

# (54) Fe-Cr-Al계 합금 다공체 및 그 제조방법

## *(57) 요 약*

기공크기를 균일하게 하여 기공이 막히는 것을 방지하고, 약 200㎛ 이하의 미세한 기공을 형성할 수 있으며, 니켈기 합금을 포함하지 않는 Fe-Cr-Al계 합금 다공체 및 그 제조방법을 제공한다. 그 Fe-Cr-Al계 합금 다공체는 Fe-Cr-Al계 합금 다공체의 기공의 크기에 따라 설정된 기공을 가진 프리폼을 제조하고, 입도가 0.05~0.3㎛이고 평균입도가 0.08~0.13㎛인 Fe-Cr-Al계 합금 분말이 포함된 콜로이드를 정전분무법에 의해 프리폼 위에 도포한 후, 도포층이 형성된 프리폼을 소결하여 제조한다. 이 제조방법에 의하면, 평균 기공 크기가 200㎛ 이하이며, 산화중량증가율이 5%보다 크고 15% 이하인 Fe-Cr-Al계 합금 다공체를 얻을 수 있다.

*대 표 도* - 도1



(72) 발명자

**김진천**

경상남도 창원시 성주동 성주유니온빌리지 2차 116-203호

**공영민**

울산광역시 울주군 범서읍 구영리 동문굿모닝힐 102-102호

**김선정**

경기도 수원시 영통구 매탄3동 주공그린빌아파트 203-503동

**류호진**

울산광역시 중구 복산2동 남운럭키아파트 103동 403호

**정연석**

울산광역시 남구 무거동 문수아이필 101동 606호

**윤중열**

경상남도 창원시 성주동 한림푸르지오아파트 101동 102호

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 M-2009-01-0020

부처명 지식경제부

연구관리전문기관

연구사업명 지식경제 기술혁신사업[소재원천기술개발사업]

연구과제명 극미세 합금 분말 다공성 소재 기술

기여율

주관기관 울산대학교 산학협력단

연구기간 2009년 06월 01일 ~ 2019년 05월 31일

## 특허청구의 범위

### 청구항 1

중량 %로 Fe; 55~85%, Al; 3~15%, Cr; 10~30%이고, 나머지 부가원소가 1% 미만으로 첨가되어 이루어진 Fe-Cr-Al계 합금 다공체에 있어서,

상기 합금 다공체는 입도가 0.05~0.3㎛이고 평균입도가 0.08~0.13㎛인 극미세한 Fe-Cr-Al계 합금분말을 콜로이드 상태로 도포된 도포층을 소결하여 이루어지고, 산화중량증가율이 5%보다 크고 20% 이하인 Fe-Cr-Al계 합금 다공체.

### 청구항 2

제1항에 있어서, 상기 Fe-Cr-Al계 합금 다공체는 니켈기 합금을 포함하지 않는 것을 특징으로 하는 Fe-Cr-Al계 합금 다공체.

### 청구항 3

제1항에 있어서, 상기 Fe-Cr-Al계 합금 다공체는 스폰지 형태의 망목구조를 가지는 것을 특징으로 하는 Fe-Cr-Al계 합금 다공체.

### 청구항 4

Fe-Cr-Al계 합금 다공체의 기공의 크기에 따라 설정된 기공을 가진 프리폼을 제조하는 단계;

입도가 0.05~0.3㎛이고 평균입도가 0.08~0.13㎛인 Fe-Cr-Al계 합금 분말이 포함된 콜로이드를 상기 프리폼 위에 도포하여 도포층을 형성하는 단계; 및

상기 도포층이 형성된 상기 프리폼을 소결하여 산화중량증가율이 5%보다 크고 20% 이하인 Fe-Cr-Al계 합금 다공체를 형성하는 단계를 포함하는 Fe-Cr-Al계 합금 다공체의 제조방법.

### 청구항 5

제4항에 있어서, 상기 Fe-Cr-Al계 합금 분말은 액중 전기폭발법에 의해 제조되는 것을 특징으로 하는 Fe-Cr-Al계 합금 다공체의 제조방법.

### 청구항 6

제4항에 있어서, 상기 도포층은 정전분무법에 의해 형성하는 것을 특징으로 하는 Fe-Cr-Al계 합금 다공체의 제조방법.

### 청구항 7

제4항에 있어서, 상기 프리폼은 가해지는 온도와 압력의 조건에서 상기 프리폼 전체에 걸쳐 일정한 비율로 수축되는 재질인 것을 특징으로 하는 Fe-Cr-Al계 합금 다공체의 제조방법.

### 청구항 8

제7항에 있어서, 상기 프리폼은 폴리우레탄인 것을 특징으로 하는 Fe-Cr-Al계 합금 다공체의 제조방법.

## 명 세 서

### 기 술 분 야

[0001] 본 발명은 Fe-Cr-Al계 합금 다공체 및 그 제조방법에 관한 것으로, 보다 상세하게는 정전분무법에 의해 도포된 극미세한 Fe-Cr-Al계 합금분말을 소결하여 이루어진 Fe-Cr-Al계 합금 다공체 및 이를 제조하는 방법에 관한 것이다.

### 배 경 기 술

[0002] 금속 다공체는 태양전지 및 연료전지의 전극, 환경오염 정화용 필터, 촉매담체, 고효율 열교환 매체 등과 같이 환경 및 에너지 산업의 핵심소재로 사용될 수 있다. 또한, 그린 카(green car), 초청정 선박, 온실가스 대응산업, 대형 수소발전, 분산전원발전, 고효율 석유대체 연료 생산 등의 환경 및 에너지 기술의 핵심부품으로 급격하게 사용이 증가될 것으로 예상된다.

[0003] 종래에는 이러한 금속 다공체가 아닌 세라믹 다공체가 주로 사용되어 왔다. 그러나 세라믹 다공체는 세라믹 재료가 가지는 고온안전성에도 불구하고 내열충격성이 낮고, 공정이 복잡하다. 또한, 고온 소결이 필요하며 가격이 고가인 점이 문제점으로 대두되었다. 이러한 문제점을 해결하기 위해서, 최근에는 세라믹 다공체 대신에 상기한 금속 다공체로 대체되고 있으며, 또한 금속 특성을 활용한 새로운 영역으로서 그 응용분야가 확대될 것으로 기대된다. 특히, 고기능 금속 다공체 폼(foam)은 스폰지 형태의 3차원 망목구조를 구현할 수 있어서 입자상 물질의 내부포집이 가능하고 배압이 적다는 장점이 있어, 그 활용성이 높아지고 있다.

[0004] 특히, 디젤 자동차류의 포집용 필터에서는, 입자상물질을 내부에 포집하고, 일정량이 포집되면 그 입자상물질을 연소시키는 재생(regeneration)과정에서, 1000도 이상의 고온으로 올라가는 경우가 발생한다. 그런데 종래의 니켈기 합금을 이용한 금속 다공체 폼을 입자상물질의 포집용 필터로 사용할 경우, 니켈기 합금이 상기한 고온에서 산화저항성이 높지 않으므로, 이러한 니켈기를 포함한 금속 다공체 필터의 수명이 짧아지는 단점이 있다. 또한, 니켈기 합금의 경우에는 폴리우레탄 다공체 폼에 니켈 프라이머를 증착시키고, 그 위에 합금기 분말을 코팅하는 합금화 반응을 거치므로 공정상으로도 복잡하다.

[0005] 한편, Fe-Cr-Al계 합금은 내산화성이 우수하여 1000도 이상의 고온에서도 내구성이 뛰어나다. 따라서 이 Fe-Cr-Al계 합금을 입자상물질의 포집용 필터로 사용한다면, 재생과정에서 발생하는 1000도 이상의 고온에서도 뛰어난 내산화성을 발휘하게 되어 내구성이 증진될 수 있다. 그러나 종래의 Fe-Cr-Al계 합금 다공체의 제조방법에서는, 니켈기 합금과 같은 재질로 이루어진 프라이머층이 필수적으로 요구되었다. 이에 따라 Fe-Cr-Al계 합금 다공체에 니켈기 합금이 포함되지 않도록 제어하는 것이 필요하다.

[0006] 이러한 니켈기 합금을 포함하지 않는 Fe-Cr-Al계 합금 다공체를 제조하기 위해서, 종래에는 평균입경이 수십 ㎛의 크기를 갖는 금속분말을 사용하였다. 그러나 수십 ㎛ 크기의 분말을 이용하여 다공체를 제조하면, 기공크기가 불균일하고 기공이 막히는 현상이 발생할 수 있다. 나아가, 종래의 다공체는 기공의 크기가 약 200㎛ 이하인 미세한 기공을 형성하기가 어렵다.

## 발명의 내용

### 해결하려는 과제

[0007] 따라서 본 발명이 이루고자 하는 기술적 과제는 기공크기를 균일하게 하여 기공이 막히는 것을 방지하고, 약 200㎛ 이하의 미세한 기공을 형성할 수 있으며, 니켈기 합금을 포함하지 않는 Fe-Cr-Al계 합금 다공체 및 그 제조방법을 제공하는 데 있다.

### 과제의 해결 수단

[0008] 상기 과제를 달성하기 위한 본 발명의 Fe-Cr-Al계 합금 다공체는, 중량 %로 Fe; 55~85%, Al; 3~15%, Cr; 10~30%이고, 나머지 부가원소가 1% 미만으로 첨가되어 이루어진 Fe-Cr-Al계 합금 다공체에 있어서, 상기 합금 다공체는 입도가 0.05~0.3㎛이고 평균입도가 0.08~0.13㎛인 극미세한 Fe-Cr-Al계 합금분말을 콜로이드 상태로 도포된 도포층을 소결하여 이루어지고, 산화중량증가율이 5%보다 크고 15% 이하이다. 이때, 상기 Fe-Cr-Al계 합금 다공체는 니켈기 합금을 포함하지 않을 수 있다. 또한, 상기 Fe-Cr-Al계 합금 다공체는 스폰지 형태의 망목구조를 가질 수 있다.

[0009] 상기 다른 기술적 과제를 달성하기 위한 상기 Fe-Cr-Al계 합금 다공체의 제조방법은, Fe-Cr-Al계 합금 다공체의 기공의 크기에 따라 설정된 기공을 가진 프리폼을 제조하는 단계와, 입도가 0.05~0.3㎛이고 평균입도가 0.08~0.13㎛인 Fe-Cr-Al계 합금 분말이 포함된 콜로이드를 상기 프리폼 위에 도포하여 도포층을 형성하는 단계 및 상기 도포층이 형성된 상기 프리폼을 소결하여 산화중량증가율이 5%보다 크고 15% 이하인 Fe-Cr-Al계 합금 다공체를 형성하는 단계를 포함한다.

[0010] 본 발명에 있어서, 상기 Fe-Cr-Al계 합금 분말은 액중 전기폭발법에 의해 제조될 수 있으며, 상기 도포층은 정전분무법에 의해 형성할 수 있다.

[0011] 또한, 상기 프리폼은 가해지는 온도와 압력의 조건에서 상기 프리폼 전체에 걸쳐 일정한 비율로 수축되는 재질

일 수 있으며, 상기 프리폼은 폴리우레탄인 것이 바람직하다.

## 발명의 효과

[0012] 본 발명의 Fe-Cr-Al계 합금 다공체 및 그 제조방법에 의하면, 극미세한 Fe-Cr-Al계 합금 분말을 사용하여 니켈기 합금을 포함하지 않는 Fe-Cr-Al계 합금 다공체를 제조함으로써, 기공크기를 균일하게 하여 기공이 막히는 것을 방지하고, 약 200㎛ 이하의 미세한 기공을 형성하는 Fe-Cr-Al계 합금 다공체를 제공할 수 있다.

## 도면의 간단한 설명

[0013] 도 1은 본 발명에 따른 Fe-Cr-Al계 합금 다공체의 제조 방법을 설명하기 위한 부분단면도들이다.

## 발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0014] 이하 첨부된 도면을 참조하면서 본 발명의 바람직한 실시예들은 상세히 설명한다. 다음에서 설명되는 실시예들은 여러 가지 다른 형태로 변형될 수 있으며, 본 발명의 범위가 아래에서 상술되는 실시예들에 한정되는 것은 아니다. 본 발명의 실시예들은 당 분야에서 통상의 지식을 가진 자에게 본 발명을 보다 완전하게 설명하기 위하여 제공되는 것이다.

[0015] 본 발명의 실시예는 극미세한 Fe-Cr-Al계 합금분말을 사용하여, 기공크기를 균일하게 제어함으로써, 기공이 막히는 것을 방지하고 약 200㎛ 이하의 미세한 기공을 형성할 수 있으며, 니켈기 합금을 포함하지 않는 Fe-Cr-Al계 합금 다공체를 제시한다. 여기서, 극미세한 Fe-Cr-Al계 합금분말은 입도가 약 0.05~0.3㎛으로 평균입도가 약 0.1㎛의 크기를 가지는 분말을 말한다. 하지만, 본 발명의 범주 내에서 상기 입도와 평균입도는 달라질 수 있을 것이다. 이에 따라, 본 발명의 극미세한 합금분말은 입도가 0.05~0.3㎛으로 평균입도가 0.08~0.13㎛로 정할 수 있다.

[0016] <Fe-Cr-Al계 합금>

[0017] Fe-Cr-Al계 합금은 다음과 같은 조성을 가지며, 여기서는 각각의 조성에 따른 수치한정의 이유를 함께 설명하기로 한다. 이때, %는 중량%를 나타낸다.

[0018] (1) 철(Fe): 55-85%

[0019] Fe의 함량이 85%보다 많으면 내열성, 내식성, 열변형성이 나빠지며, 55%보다 적으면 강도 특성이 떨어져 금속다공체 폼을 만들기가 어렵다.

[0020] (2) 알루미늄(Al): 3-15%

[0021] Al의 함량이 15%보다 많으면 Fe-Cr-Al계 합금의 가공성이 나빠지며, 3%보다 적으면 내열성과 내식성의 향상을 보기 어렵다.

[0022] (3) 크롬(Cr): 10-30%

[0023] Cr의 함량이 10%보다 적으면 고온에서 상대적으로 높은 열팽창계수와 열변형 특성을 나타내기 때문에 고온용 DPF필터 재질로 사용하기에 부적절하다. 또한, Cr 함량이 30 %보다 많으면 급격한 가공성의 저하가 나타나므로 사용하기에 어렵다.

[0024] (4) 기타 부가 원소: Y, La, Zr, Ti, Be 등이 1% 미만으로 첨가될 수 있다. 특히, Zr의 경우 내열성과 내식성을 크게 향상시키는 원소로 첨가량은 1% 이하로 하고, Be과 Ti은 0.01% 이하 첨가될 경우 부식성과 가공성 향상을 꾀할 수 있다.

[0025] 도 1은 본 발명에 적용되는 Fe-Cr-Al계 합금 다공체를 제조하는 방법을 설명하기 위한 부분단면도들이다. 여기서, (a) 단계는 프리폼(10), (b) 단계는 프리폼(10)에 정전분무법에 의해 도포된 도포층(12), 그리고 (c) 단계는 최종적인 Fe-Cr-Al계 합금 다공체(14)의 형상을 개략적으로 나타낸 것이다.

[0026] 도 1에 의하면, 먼저 원하는 Fe-Cr-Al계 합금 다공체(14)의 형상, 특히 기공(P3)의 크기에 맞추어 사전에 설정된 기공(P1)을 가진 프리폼(10)을 제조한다. 프리폼(10)은 소결조건에서 일정한 수축률로 줄어드는 재질이 바람직하다. 여기서, 일정한 수축율이란 가해지는 온도와 압력의 조건에서 프리폼(10) 전체에 걸쳐 일정한 비율로 수축되는 것으로, 폴리우레탄이 주로 사용된다. 또한, 프리폼(10)은 Fe-Cr-Al계 합금 다공체(14)의 형상에 맞추어 제조되며, 바람직하게는 스폰지 형태의 3차원 망목구조를 갖는다. 그 후, 극미세 Fe-Cr-Al계 합금분말이 포

함된 콜로이드를 정전분무법에 의해 프리폼(10) 위에 일정한 두께로 도포층(12)을 형성한다. 이에 따라, 도포층(12)은 알콜류와 같은 유기용매, 계면활성제를 포함한 분산제 및 극미세한 Fe-Cr-Al계 합금분말을 포함한다. 도포층(12)이 형성된 프리폼(10)은 도시된 바와 같이 도포되지 않은 상태의 기공(P1)보다 작은 기공(P2)을 이룬다.

[0027] 이어서, 사전에 설정된 소결조건인 온도, 압력 및 분위기 가스에서 도포층(12)이 형성된 프리폼(10)을 소결하여 Fe-Cr-Al계 합금 다공체(14)를 제조한다. 이때, 소결조건은 특별하게 제한하는 것은 아니나, 예를 들어 콜로이드에 포함된 Fe-Cr-Al계 합금분말의 양, Fe-Cr-Al계 합금분말의 크기, Fe-Cr-Al계 합금의 융점, 프리폼의 수축률, 콜로이드를 이루는 용매의 점도 등을 고려하여 정해질 수 있다. 위와 같은 소결조건에서는 프리폼(10)은 수축하면서 Fe-Cr-Al계 합금 다공체의 기공(P3)을 이루고, Fe-Cr-Al계 합금분말의 소결이 일어나면서 열분해에 의해 제거된다.

[0028] 본 발명의 Fe-Cr-Al계 합금 다공체의 제조방법에 의하면, 기공(P3)이 0.1~0.3㎛ 분포에서 평균적으로 약 200㎛의 크기를 갖는 Fe-Cr-Al계 합금 다공체(14)를 제조할 수 있다. 이와 같이 미세한 기공(P3)의 크기를 구현할 수 있는 이유는 본 발명에 사용되는 Fe-Cr-Al계 합금분말의 입도가 약 0.05~0.3㎛로 평균입도가 약 0.08~0.13㎛인 극미세한 분말이므로 정밀하게 기공의 크기를 용이하게 제어할 수 있기 때문이다. 나아가, 약 200㎛ 이하의 기공(P3) 크기를 가진 Fe-Cr-Al계 합금 다공체의 기공크기도 균일하게 조절할 수 있다.

[0029] 이러한 기공(P3)의 평균크기는 프리폼(10)의 기공(P1)의 크기에 따라 달라질 수 있으므로, 프리폼(10)의 재질에 따라 달라진다. 본 발명의 실시예에서는 프리폼(10)으로 폴리우레탄을 사용하였으나, 만일 다른 재질의 프리폼을 이용한다면 최종적인 금속다공체의 기공(P3)의 크기는 달라질 수 있다. 하지만, 본 발명의 Fe-Al-Cr 금속다공체이 우수한 특성을 가지기 위해서는 약 200㎛ 이하의 기공 크기가 바람직하며, 이와 같은 기공의 크기는 종래의 방법으로는 구현하기 어렵지만, 본 발명과 같이 극미세분말을 사용하여 이와 같은 기공 크기를 충분하게 실현할 수 있다. 또한, 높은 입자 간의 결합력에 의해 프라이머층이 없어도 다공체를 형성할 수 있으므로, 프라이머층에 의한 다공체의 물성저하를 방지할 수 있다.

[0030] 이하, 실험예를 통하여 본 발명의 Fe-Cr-Al계 합금 다공체의 특성을 살펴보기로 한다.

[0031] 실험재 1

[0032] 액중 전기폭발법에 의해 제조된 평균입도가 0.1㎛이고, 중량 %로 Fe; 82%, Al; 6%, Cr; 12%로 이루어진 Fe-Cr-Al계 합금분말을 준비하였다. 이와 별도로, 평균 기공(도 1의 P1)의 크기가 200㎛인 폴리우레탄 폼(foam)을 사전에 제작하였다. 그 후, 상기 분말 40g을 EFKA 401 분산제 0.5g이 포함된 에탄올 100㎖에 혼합하여 콜로이드를 제조하였다. 상기 콜로이드를 콘젯 형태의 정전분무장치(eS-robot, ESR200R2, NanoNC)에 투입한 후, 30kV의 전압을 인가하여, 폴리우레탄 폼에 50㎛의 두께로 도포하였다. 상기 콜로이드가 도포된 폴리우레탄 폼을 진공분위기에서 1000℃에서 10시간 동안 소결하여 Fe-Cr-Al계 합금 다공체를 제조하였다. 이어서, 상기 다공체의 기공크기와 산화중량증가율을 측정하였다.

[0033] 실험재 2

[0034] 액중 전기폭발법에 의해 제조된 평균입도가 0.1㎛이고, 중량 %로 Fe; 72%, Al; 12%, Cr; 16%로 이루어진 Fe-Cr-Al계 합금분말을 준비하였다. 이와 별도로, 평균 기공의 크기가 200㎛인 폴리우레탄 폼을 사전에 제작하였다. 그 후, 상기 분말 40g을 EFKA 401 분산제 0.5g이 포함된 에탄올 100㎖에 혼합하여 콜로이드를 제조하였다. 상기 콜로이드를 콘젯 형태의 정전분무장치에 투입한 후, 30kV의 전압을 인가하여, 폴리우레탄 폼에 50㎛의 두께로 도포하였다. 상기 콜로이드가 도포된 폴리우레탄 폼을 진공분위기에서 1000℃에서 10시간 동안 소결하여 Fe-Cr-Al계 합금 다공체를 제조하였다. 이어서, 상기 합금 다공체의 기공크기와 산화중량증가율을 측정하였다.

[0035] 비교실험재 1

[0036] 액중 전기폭발법에 의해 제조된 평균입도가 0.1㎛이고, 중량 %로 Fe; 86%, Al; 1%, Cr; 13%로 이루어진 Fe-Cr-Al계 합금분말을 준비하였다. 이와 별도로, 평균 기공의 크기가 200㎛인 폴리우레탄 폼을 사전에 제작하였다. 그 후, 상기 분말 40g을 EFKA 401 분산제 0.5g이 포함된 에탄올 100㎖에 혼합하여 콜로이드를 제조하였다. 상기 콜로이드를 콘젯 형태의 정전분무장치에 투입한 후, 30kV의 전압을 인가하여, 폴리우레탄 폼에 50㎛의 두께로 도포하였다. 상기 콜로이드가 도포된 폴리우레탄 폼을 진공분위기에서 1000℃에서 10시간 동안 소결하여 Fe-Cr-Al계 합금 다공체를 제조하였다. 이어서, 상기 합금 다공체의 기공크기와 산화중량증가율을 측정하였다.

[0037] 비교실험재 2

[0038] 액중 전기폭발법에 의해 제조된 평균입도가 0.2㎛이고, 중량 %로 Fe; 72%, Al; 16%, Cr 7%로 이루어진 Fe-Cr-Al계 합금분말을 준비하였다. 이와 별도로, 평균 기공의 크기가 300㎛인 폴리우레탄 폼을 사전에 제작하였다. 그 후, 상기 분말 40g을 EFKA 401 분산제 0.5g이 포함된 에탄올 100㎖에 혼합하여 콜로이드를 제조하였다. 상기 콜로이드를 콘젯 형태의 정전분무장치에 투입한 후, 30kV의 전압을 인가하여, 폴리우레탄 폼에 50㎛의 두께로 도포하였다. 상기 콜로이드가 도포된 폴리우레탄 폼을 진공분위기에서 1000℃에서 10시간 동안 소결하여 Fe-Cr-Al계 합금 다공체를 제조하였다. 이어서, 상기 합금 다공체의 기공크기와 산화중량증가율을 측정하였다.

[0039] 비교실험재 3

[0040] 미세분무법(atomizing)에 의해 제조된 평균입도가 10㎛이고, 중량 %로 Fe; 82%, Al; 6%, Cr; 12%로 이루어진 Fe-Cr-Al계 합금분말을 준비하였다. 이와 별도로, 평균 기공의 크기가 450㎛인 폴리우레탄 폼을 사전에 제작하였다. 이때, 평균기공크기가 실험재의 기공(P1)보다 큰 이유는 여기서의 Fe-Cr-Al계 합금분말이 실험재의 Fe-Cr-Al계 합금분말보다 매우 커서 불가피하게 결정되었기 때문이다. 이어서, 물리기상증착에 의해 Ni을 상기 폴리우레탄 폼에 전착한 후, 환원분위기에서 800℃에서 8시간 동안 열처리를 하여 폴리우레탄 폼에 Ni 프라이머층을 형성하였다. 그 후, 결합재인 폴리비닐피롤리돈 1.0% 수용액을 스프레이 방식으로 Ni 프라이머층에 0.1㎛의 두께로 도포하였다. 결합재가 도포된 폴리우레탄 폼에 상기 합금분말을 분사하여 결합재와 혼합시킨 후에, 진공분위기에서 1000℃에서 10시간 동안 소결하여 다공체를 제조하였다. 마지막으로, 상기 다공체의 기공크기와 산화중량증가율을 측정하였다.

[0041] 비교실험재 4

[0042] 미세분무법(atomizing)에 의해 제조된 평균입도가 10㎛이고, 중량 %로 Fe; 72%, Al; 12%, Cr; 16%로 이루어진 Fe-Cr-Al계 합금분말을 준비하였다. 이와 별도로, 평균 기공의 크기가 450㎛인 폴리우레탄 폼을 사전에 제작하였다. 이때, 평균기공크기가 실험재의 기공(P1)보다 큰 이유는 여기서의 Fe-Cr-Al계 합금분말이 실험재의 Fe-Cr-Al계 합금분말보다 매우 커서 불가피하게 결정되었기 때문이다. 이어서, 물리기상증착에 의해 Ni을 상기 폴리우레탄 폼에 전착한 후, 환원분위기에서 800℃에서 8시간 동안 열처리를 하여 폴리우레탄 폼에 Ni 프라이머층을 형성하였다. 결합재인 폴리비닐피롤리돈 1.0% 수용액을 스프레이 방식으로 Ni 프라이머층에 0.1㎛의 두께로 도포하였다. 결합재가 도포된 폴리우레탄 폼에 상기 합금분말 분사하여 결합재와 혼합시킨 후에, 진공분위기에서 1000℃에서 10시간 동안 소결하여 다공체를 제조하였다. 마지막으로, 상기 다공체의 기공크기와 산화중량증가율을 측정하였다.

[0043] 표 1은 본 발명의 실시예가 적용된 실험재 1, 2와, 상기 실험재들과 비교하기 위한 비교실험재 1 내지 4에 의해 제조된 Fe-Cr-Al계 합금 다공체의 입도, 기공크기 및 산화중량증가율을 각각 제시한 것이다. 이때, 입도는 PSA(particle size analyzer)를 사용하여 측정하였고, 기공크기는 SEM(scanning electron microscope)을 이용하여 측정하였다. 또한, 산화중량증가율은 공기 중에서 분당 5도의 승온속도로 1000도까지 승온시킨 다음, 1000도에서 10시간 유지 후 냉각하는 상태에서 시편의 무게증가율로 측정하였다. 금속 다공체의 경우, 고온에서 노출되는 표면적이 매우 크기 때문에 산화특성을 평가하기 위하여 산화중량증가율을 측정한다.

*표 1*

[0044]

| 구분 | 평균입도 (㎛) | 평균기공크기 (㎛) | 산화중량증가율 (%) |
|---|---|---|---|
| 실험재 1 | 0.1 | 200 | 15 |
| 실험재 2 | 0.1 | 200 | 15 |
| 비교실험재 1 | 0.1 | 200 | 19 |
| 비교실험재 2 | 0.2 | 300 | 19 |
| 비교실험재 3 | 10 | 450 | 20 |
| 비교실험재 4 | 10 | 450 | 20 |

[0045] 표 1에서, 실험재 1과 2는 본 발명의 실시예에 따라 제조한 다공체이고, 비교실험재 1과 2는 실험재 1, 2와 Al의 함량을 다르게 하여 제조한 다공체이며, 비교실험재 3과 4는 종래의 방법으로 제조한 Ni 프라이머층을 포함하는 다공체를 나타낸다.

[0046] 표 1에 의하면, 비교실험재 1은 실험재들과 동일한 입도의 미세분말과 제조방법을 사용하였지만, 합금 중에 Al

이 1%만 함유되어 있다. 이는 본 발명의 실험예에서의 Al 함량인 3~15%보다 작으며, 이로 인해 평균기공크기는 같았으나 내산화성이 떨어져서 산화중량증가율이 본 발명의 실험재들에 비해 큰 값을 나타내었다.

[0047] 비교실험재 2는 본 발명의 미세분말의 평균입도인 0.08~0.13㎛보다 큰 0.2㎛의 미세분말을 사용하고 합금 중에 Al이 16% 첨가되었다. 먼저, 액중 전기폭발법에 의해 얻어지는 미세분말의 평균입도가 0.2㎛로 되어, 평균기공크기가 0.2㎛인 다공체를 얻을 수 없었다. 아울러, Al이 본 발명의 실험예에서의 Al 함량인 3~15%보다 과다하게 첨가됨으로써, 내산화성 증진을 위한 산화알루미늄 피막의 박리가 일어나 본원의 실험재 1, 2에 비해 산화중량증가율이 증가하였다.

[0048] 비교실험재 3, 4는 미세분무법에 의해 제조되고, 평균입도가 10㎛인 분말을 사용하였으며, 니켈기 합금을 프라이머층으로 사용한 경우이다. 이 경우들은 극미세 분말을 사용한 본 발명의 실험재 1, 2의 Fe-Cr-Al계 합금 다공체보다 평균기공크기 및 산화중량증가율이 큰 것을 알 수 있었다. 본 발명의 실험재 1, 2는 금속 다공체를 이루는 금속분말의 입도가 작기 때문에 이에 의한 다공체의 평균기공크기가 작다. 이에 따라, 본 발명의 실험재들의 기공은 산소와 접촉하는 표면적이 비교실험재 3, 4에 비해 월등히 크다.

[0049] 그럼에도 불구하고, 실험재 1, 2의 산화중량증가율이 더 작은 값을 가진 이유는, 비교실험재 3, 4와는 달리 내산화성이 낮은 Ni합금 분말을 사용하지 않았기 때문이다. 다시 말해, 본 발명의 실험재 1, 2는 비교실험재 3, 4와는 달리 고온에서 산화저항성이 높지 않은 니켈기 합금의 프라이머층을 사용하지 않았고, 또한 분말입자의 입도가 상대적으로 작기 때문에, 분말입자간의 결합력이 높아져 다공체의 산화저항성이 커진 것과 동시에 평균기공크기가 작아졌음을 알 수 있었다.

[0050] 본 발명에 의하면, 입도가 약 0.05~0.3㎛이고 평균입도가 0.08~0.13㎛인 극미세한 분말을 사용하면, 프라이머층으로 사용되는 니켈기 합금을 포함하지 않고, 평균기공크기가 200㎛ 이하의 미세 가공을 갖는 금속 다공체를 제조할 수 있었다. 금속분말의 입도, 프리폼의 기공크기, 공정조건 등을 조절하면, 평균기공크기가 200㎛ 이하이고 산화중량증가율을 15% 이하로 줄일 수 있는 것은 본 발명에 대하여 통상의 지식을 가진 자에게 있어서 자명하다 할 것이다.

[0051] 본 발명의 Fe-Al-Cr계 금속 다공체는 산화중량증가율을 5%보다 크고 15% 이하인 것이 바람직하다. 이는 상기 금속 다공체가 실질적으로 산업의 핵심소재로 사용될 수 있도록 하는 물성을 고려한 것이다. 본 발명의 금속 다공체는 산소와 접촉하는 표면적이 넓어지고 고온에서의 산화저항성이 증가하므로, 특히, 환경 및 에너지 기술의 핵심부품으로 그 활용도가 커질 것으로 예상된다.

[0052] 이상, 본 발명은 바람직한 실시예를 들어 상세하게 설명하였으나, 본 발명은 상기 실시예에 한정되지 않으며, 본 발명의 기술적 사상의 범위 내에서 당 분야에서 통상의 지식을 가진 자에 의하여 여러 가지 변형이 가능하다.

## *부호의 설명*

[0053] 10; 프리폼

12; 도포층

14; 금속 다공체

## 도면

### 도면1

