

**W-Ni-Fe계 중합금에서 고상소결시의 수축거동 및 미세조직 변화**  
 ( Densification Behavior and Microstructural Evolution  
 during Solid State Sintering of W-Ni-Fe Heavy Alloy )

경북대학교 이주한\*, 권오중

액상소결이론에 관한 대부분의 연구들은 모두 액상이 형성된 단계에서 소결시간 변화에 따른 소결현상을 관찰하였다. 미세한 W 분말을 사용하는 경우에는 액상이 형성되기 전 승온 중의 고상소결에 의해 이미 거의 완전치밀화가 일어난다. 이는 승온 중에 일어나는 고상소결이 액상소결의 초기상태를 결정하게 되므로 매우 중요하다. 그러나, 고상소결 중 치밀화에 대한 원료분말의 입자크기 및 조성 등의 영향과 원자들의 확산거동에 대한 분석 검토가 부족하고 또한, W계 중합금의 고상소결에 대한 체계적인 연구가 미흡한 실정이다. 본 연구의 목적은 W-Ni-Fe계 중합금의 승온 중에 일어나는 고상소결에서의 빠른 치밀화 현상에 대한 Ni, Fe의 확산거동과 소결온도, 소결시간에 따른 영향을 조사하는 것이다.

본 실험에 사용한 분말은 W, Ni, Fe이고 시료의 조성은 중량비로 80W-14Ni-6Fe, 90W-7Ni-3Fe, 95W-3.5Ni-1.5Fe, 98W-1.4Ni-0.6Fe의 네 종류를 선택하였다. 계량한 분말을 불과 스테인레스 강으로 제조한 용기에 넣은 다음 4시간동안 혼합한 후 불과 분말을 분리하였다. 얻어진 혼합분말을 다이에 넣고 윤활제의 첨가없이 2.3ton/cm<sup>2</sup>의 압력으로 높이 6~8mm, 폭 8.5mm, 길이 22.5mm의 직육면체형태로 성형체를 만들었다. 성형한 시편은 수소분위기하에서 소결되었으며 전기모터에 의해 동작되는 이송장치에 의해 일정속도로 장입되었다. 시편장입에 소요되는 시간은 15분이었으며 소결 완료 후 냉각부위(water jacket)에 꺼낸 다음 냉각시켰다. 시편을 600℃~1420℃에서 각각 5~600 분간 소결하였다. 미세조직은 광학현미경 및 주사전자현미경으로 관찰하였고 W, Ni, Fe의 확산거동을 조사하기 위하여 EDS로 분석을 하였다. 시편의 평균입자크기는 단선분포법을 이용하여 구하였다. 또한, 성형한 시편을 가로 3mm, 세로 3mm, 길이 8~10mm의 크기의 직육면체형태로 가공한 다음 dilatometer를 사용하여 수소분위기에서 4℃/min.의 속도로 승온하면서 선수축률 및 수축속도를 측정하였다. 측정온도는 500~1400℃로 하였다.

W 분말입도가 1μm인 경우 고상상태의 좁은 온도범위에서 빠른 치밀화가 일어났다. 또한, W 분말입도가 1μm인 경우 5μm인 경우보다 소결밀도는 증가하였고, 소결시간에 따른 소결밀도의 증가폭이 커졌다. 첨가성분인 Ni, Fe의 양이 많아짐에 따라 상대소결밀도 및 수축률은 다소 감소하였는데, 이는 Ni, Fe의 양이 많아짐에 따라 W-W 접촉부위 수가 감소되고 Ni, Fe 입자가 W 입자의 골격형성 및 입성장을 억제하기 때문이다. 또한, Ni, Fe의 양이 많아질수록 W 입제이동이 가속되어서 W 입자의 성장속도는 감소하였다. 동일한 W 함량에 대해 W-Ni-Fe계가 W-Ni계보다 선수축률이 높았다. 상대소결밀도가 92% 정도까지 치밀화가 일어난 다음 입자크기는 급격히 커졌고, 고상입자들의 형태도 다면체의 다결정립형태로 변형되어 있으며 미세한 기공만 존재하는 상태로서 성형체의 미세구조(특히, 고상입자의 형태)와는 완전히 다르게 나타났다. 승온 중에 일어나는 고상소결에서의 빠른 치밀화는 소결온도가 증가함에 따라 (1) Ni, Fe 원자의 W 입자표면에서의 확산, (2) Ni, Fe의 상호확산, (3) W이 Ni, Fe에 확산고용에 의해 Ni-Fe-W 조성의 분말집합체가 형성되고, W 입자의 목형성, 골격형성 및 입제이동에 의한 빠른 입성장이 일어나면서 다면체의 형태로 변형되기 때문이다.