

## 기계적 합금화한 W-30wt%Cu 분말의 열처리에 따른 나노구조특성변화 (The Change of Nanostructural Characteristics with Annealing-treatment for Mechanical Alloyed W-30wt%Cu Powder)

한양대학교 임정택\*, 류성수, 김진천, 문인형

### 1. 서론

본 연구 그룹은 기존의 연구에서 MA 방법으로 극미세구조의 W-Cu 복합분말을 성공적으로 제조할 수 있었다. 특히 기계적 합금화로 제조된 W-Cu 복합분말 내부에 불규칙한 형태의 나노크기의 결정립들이 액상소결단계 이전의 온도범위 즉 고상소결 온도단계에서 구형화되고, W 결정입자들의 크기도 초기 20~50nm에서 900℃에서는 약 100nm로 성장함을 알 수 있었다. 또한 W 결정립 주위와 MA 분말 외부에 Cu pool이 균일하게 형성되어 이 후 액상소결단계에서의 합금의 조밀화와 균질화에 큰 영향을 미치게 됨을 알 수 있었다. 그러나 고상소결단계에서의 급격한 W 입자성장에 대한 미세구조적분석 및 고상상태 구조변화가 액상소결 단계에서의 조직의 미세화, 균질화 및 치밀화에 미치는 영향을 충분히 설명하지 못하였다. 따라서, 본 연구에서는 기존의 연구결과를 바탕으로 열처리 온도를 변화시켜 나노구조특성변화를 조사하므로써, 이 변화가 액상소결단계의 조밀화 및 균일성장에 미치는 영향을 예측하며 차후 극미세구조의 조직특성 제어에 기초자료로써 제공하고자 한다.

### 2. 실험방법

본 실험에서 사용된 W 원료분말은 평균입도가 4.80 $\mu$ m, 순도가 99.9%인 대한중석(주)제품을 사용하였으며, Cu 분말은 평균입도가 50.42 $\mu$ m, 순도 99.5%의 창성(주)의 전해동을 사용하였다. 기계적합금화(Mechanical Alloying; 이하 MA)는 attrition mill(attritor, Union Process)에서 정상상태에 도달하는 50시간동안 400rpm으로 행하였으며, 공정제어제로 스테아린산을 1.5wt% 첨가하였다. 이때 볼과 분말의 장입비는 무게비로 60:1이 되도록 장입하였으며, 밀링과정중의 분말의 산화를 방지하기 위하여 Ar 가스를 유입하였다. MA한 분말의 열처리는 Cu의 용융점(1083℃)이하의 온도, 즉 100℃~900℃의 온도범위에서 수소분위기하에서 행하였고 XRD, SEM, 및 TEM 분석을 통하여 열처리 온도에 따른 미세구조변화 및 상분포를 조사하였다. 또한 분말의 특성변화는 Particle Size Analyzer, Pycnometer 등을 통하여 분석하였으며, 질소흡착법을 이용하여 MA 분말과 열처리분말의 비표면적변화 및 기공특성을 조사하였다.

### 3. 실험결과 및 고찰

기계적 합금화 과정으로 제조된 MA W-Cu 복합분말은 200℃와 700℃에서 각각 Cu 와 W의 회복 및 재결정 현상을 보이며, 이는 DSC 와 XRD 분석을 통하여 확인하였다. 특히 W 입자는 700℃ 이후 입자가 성장하기 시작하며, 900℃에서는 20-30nm정도의 입자크기를 가지는 초기 정상상태의 W과 비교해 볼 때 100nm 이상으로 입자크기가 급격히 증가함을 알 수 있다. 상호 불용의 특성을 가진 W-Cu는 열처리 과정으로 상호 분리가 일어나며 이 분리된 Cu는 복합분말의 표면으로 확산되어 나오게 된다. 표면으로 확산되어 나온 Cu는 Cu-pool을 형성시키며 복합분말의 비표면적을 증가시킨다. 500℃까지 증가된 비표면적은 이후 열처리 온도가 증가함에 따라 Cu의 소결현상과 더불어 감소하였으며, 700℃부터 복합분말의 표면에 위치한 Cu-pool은 복합분말사이에 bridge 역할을 하게 된다. 정상상태의 W-30wt%Cu 복합분말은 진밀도가 이론밀도의 60%정도로 분말내부에 다량의 폐기공이 밀링과정중에 형성되며, 이들 폐기공은 열처리 과정중에 분말의 밀도증가와 함께 개기공으로 변하게 됨을 확인할 수 있었다.