

분말사출성형한 W-15wt%Cu 나노복합분말의 가스 방출과 미세구조 (Gas Evolution and Microstructure of the PIMed W-15wt%Cu Nanocomposite Powder)

한양대학교 윤의식*, 유지훈, 이재성

1. 서론

고출력 마이크로전자 부품에 쓰이는 방열재료인 W-10~15wt%Cu 복합재료는 초소형, 복잡한 형상을 하고 있기 때문에 효율적인 가공을 위해서는 분말사출성형(PIM)기술이 필수적이다. W-Cu 계는 상호 비고용 특성과 PIM 기술적용시 결합제제거후 50%에 달하는 많은 잔류기공 때문에 소결시 균일한 수축과 완전치밀화를 얻는 것은 매우 어려운 과제이다. PIM 기술에 적용시 문제중 하나는 탈지공정후 결합제성분(C, O)이 불순물로 잔류한다는 것이다. 탄소 및 산소는 소결과 열물성에 악영향을 주며, 특히 나노입자구조에서 그 영향이 더욱더 클 것으로 예상된다. 최근 결과에 따르면, 승온과정에서 탄소 및 산소는 H₂O 및 CO 가스로 제거되면서 W-Cu 나노복합분말의 고상소결 촉진과 함께 불균일한 미세구조를 초래하였다¹⁾. 이 결과에서 W-Cu 나노복합분말의 최종의 미세구조는 초기 소결단계의 불순물의 제어와 직접적으로 관련되어 있다는 것을 알 수 있다. 따라서 본 연구에서는 승온중에서 불순물에 의한 가스 방출과 미세구조와의 관계를 조사하였다. 이 결과를 토대로 초기 소결단계에서 불순물과 미세구조를 효과적으로 제어할 수 있는 소결방안을 제시하고자 하였다.

2. 실험방법

W-15wt%Cu 나노복합분말은 mechano-chemical 공정으로 준비하였고 PIM 공정¹⁾은 기존의 방법을 사용하였다. PIM 공정중 불순물들의 화학적 변화는 XPS 표면분석을 통해 조사하였다. 수소분위기하에서 1150°C까지 5~50°C/min의 속도로 승온하는 고상소결중 방출되는 가스는 Quadrupole mass spectrometry(QMS)와 Hygrometry로 in-situ 측정하였다. 이때 미세구조 변화는 BET에 의한 100nm 크기이하의 기공과 FE-SEM에 의한 W-Cu aggregate morphology 변화 관찰로 분석하였다.

3. 결과 및 고찰

XPS 분석결과 W-Cu 나노복합분말에서 W 및 Cu 입자표면에는 각각 WO₃, WO_{2.72}, WO₂ 과 CuO, Cu₂O 산화층이 존재하는 것을 확인하였다. 결합제 제거공정후에는 탄소의 층이 증가하였을 뿐 분말에서 존재하던 산화물층은 그대로 존재하였다. 이 때 Ar ion 으로 70초간 etching 한 후, 탄소의 양은 약 1/2로 감소하면서 WO₃ 와 WO_{2.72} 층이 제거되어 탄소의 층이 불균일한 분포를 하고 있음을 알 수 있었다. 승온소결중 100nm 이하의 미세기공 분포를 조사한 결과, 기공량은 감소하지 않고 500°C 와 650°C에서 오히려 증가하는 것을 알 수 있었다. 이것은 불순물과 분위기 가스의 반응과 가스방출에 의한 것으로 생각되며, 650°C에서 W-Cu aggregate 표면에 형성된 20~30nm 크기의 기공과 가스 방출이 끝난 1020°C 시편에서 국부적 치밀화가 일어난 aggregate를 FE-SEM으로 관찰할 수 있었다. 5~50°C/min의 승온속도로 소결하면서 가스방출을 조사한 결과, 5°C/min 에서는 약 800°C, 50°C/min 에서는 약 1020°C에서 대부분의 H₂O 및 CO 방출이 완료되었다.

4. 참고문헌

1. E. S. Yoon, J. H. Yu and J. S. Lee, J. of the Japan Society of Powder and Powder Metallurgy, 46 (1999) 898.