

기계적합금화 처리된 Cu-W 복합분말의 액상소결시 W입자의 형상 변화 (Morphological Change of W Particle during Liquid Phase Sintering of the Mechanically Alloyed Cu-W Composite Powder)

울산대학교 재료금속공학부 현진호*, 최성일
 울산대학교 지역협력연구센터 김지순, 권영순
 한양대학교 재료공학부 김영도
 삼척대학교 금속공학과 석명진

1. 서론

액상 Cu내에서 W입자들은 고상-액상 계면 에너지에서의 어떠한 이방성도 없이 구형으로 관찰된다. 그러나, 기계적 합금화 처리된 W-Cu 복합분말의 경우 액상 Cu내에서의 W 입자의 형상은 각진 형태로 관찰되었다. 일반적으로 액상과 공존하고 있는 고상의 형태는 그것이 성장형태(growth form)이든 평형 형태(equilibrium form)이든 고상-액상 계면에서의 원자적 구조와 깊은 관계를 맺고 있다.

본 실험은 기계적 합금화 공정으로 제조된 W-Cu 복합분말에서 액상 소결시 W 입자의 형상 변화의 과정과 특성을 규명하고자 수행되었다.

2. 실험방법

원료분말로는 평균입도가 4.8 μ m인 다각형 모양인 W(99.9%, 대한중석)과 평균입도가 50.4 μ m인 스펀지 모양의 Cu(99.9%, 창성)를 사용하였다. 고상 W 입자들이 액상 Cu 내에서 서로 간섭받지 않는 상태로 완전히 분리되어 존재하도록 하기 위해 조성을 Cu-5wt%W으로 하였다. 기계적 합금화 공정은 분말과 볼(stainless steel)의 비를 1:60, 400rpm의 회전속도로 Ar 분위기하에서 100시간까지 수행하였다. 제조된 복합분말에서 W입자 크기는 Scherrer법으로 측정하였다. 기계적 합금화 방법으로 제조한 나노구조 Cu-W 복합분말의 일방향 압축 성형체의 소결은 액상소결 범위인 1300 $^{\circ}$ C에서 1시간, 5시간, 20시간, 100시간 동안 수소 분위기 하에서 시행하였다. 소결시 승온 속도는 20 $^{\circ}$ C/min로 유지했다. 기계적 합금화한 복합분말에서의 W 입자의 형상변화와 비교하기 위해 기계·화학적 방법으로 제조된 Cu-W 복합분말을 1시간, 20시간, 100시간동안 같은 조건하에서 소결하였다. W입자의 형태는 예칭 혹은 예칭하지 않은 상태에서 SEM으로 관찰하였다.

3. 결과 및 고찰

본 연구에서 50시간 이상 기계적 합금화 공정을 수행한 결과 Cu-5wt%W은 XRD 결과로부터 25nm의 결정립을 갖는 극미세구조를 얻을 수 있었다. W 및 Cu가 단순혼합된 시편의 경우 1300 $^{\circ}$ C 1시간 열처리시 고상 W입자는 액상 Cu내에서 둥근 형태를 나타냈다. 반면, 고에너지 볼밀링 처리된 고상 W입자는 동일한 조건에서 각진 형태를 나타냈으나 열처리시간이 증가함에 따라 점차 둥근 형태로 변화했다. 둥근 형태로 변화하는데 소요되는 시간은 밀링 시간이 증가함에 따라 증가하였다. 즉 밀링 시간이 증가할수록 평형상태에 도달하는데 소요되는 시간이 증가한다. 한편 기계·화학적 방법으로 제조된 나노미터 크기의 고상 W입자는 열처리동안 시간에 관계없이 구형 형상과 입자성장만이 관찰되었다. 기계적 합금화 공정은 Cu-W 복합분말에 다양한 구조적인 결함을 유발시키며, 이로 인해 고상W-액상Cu 계면에서의 원자적 구조의 변화가 초래한다. 결국 이것은 W입자의 평형 형태에 도달하는 kinetic 변화를 가져오는 것으로 추정된다.