

W-Ni 활성화소결체의 미세조직 변화에 따른 고온 압축 특성

Relationship between the Microstructural Development and High Temperature Compressive Properties of W-Ni Activated Sintered Parts

한양대학교 박영삼* · 김순옥 · 이승익 · 문인형

1. 실험목적

높은 용점, 밀도 및 낮은 열팽창계수를 가지는 고용점 금속 W은 공업적으로나 기술적으로 매우 큰 장점을 가지고 있으며, 여러 산업 현장에서 폭넓게 사용되고 있다. 이러한 W에 활성화소결법을 적용하면 소결에 필요한 온도나 시간의 뚜렷한 감소를 가져오므로 활성화된 소결체의 기계적 성질, 가공성 향상에 대한 응용 연구 및 활성화 소결 기구 해석에 대한 연구가 계속 진행되어왔다. 활성화소결체는 조밀화 정도에 비하여 입계 및 삼중, 사중점에 취성이 큰 Ni-rich 상의 편석으로 인하여 소성 변형시 가공성 저하를 가져오는 단점이 있다[1]. 이에 본 연구에서는 W-Ni 활성화소결체의 가공 시 취성의 주원인이 되는 Ni-rich 상을 최소화하고자 하였으며, 소결공정 제어를 통해 미세한 결정크기를 갖는 시편을 제조하여 고온 압축시험에서의 미세조직과 기계적 특성간의 상관관계를 조사하고자 한다. 또한 같은 미세조직을 갖는 시편에서 압축시험온도 및 변형속도의 가공변수를 달리 하였을 경우에 기계적 특성 변화를 조사하고자 한다.

2. 실험방법

본 실험에 사용된 W 분말은 대한중석의 평균입도가 $0.6\mu\text{m}$ 인 초미립 분말이며, W의 대표적 활성화제인 Ni은 Ni 염을 사용하여 미량의 원소를 첨가하여 균일하게 혼합할 수 있는 염용해 및 환원법으로 각각 0.06, 0.1, 0.4, 1.0wt%가 되도록 W 분말에 첨가하였다. 이 분말을 양단압축성형한 다음에 균일한 내부밀도와 일정한 성형체 상대밀도를 만들기 위해 다시 냉간 등압 성형기를 이용하여 상대밀도 $55\pm 1\%$ 를 나타내는 원통형의 최종 성형체를 제조하였다.

소결은 기공도를 최소화하기 위하여 상대밀도 97% 이상의 완전조밀화를 이루는 조건과 미세한 결정립을 얻기 위하여 어느 정도의 기공도를 갖게 하는 두 가지 조건으로 나누어서 실시하였다. 완전조밀화된 소결체를 제조하기 위하여 각 성형체를 수소분위기의 수평관상전기로에서 $3^\circ\text{C}/\text{min}$ 의 승온속도로 1400°C 까지 승온소결 후 노냉하였으며, 최종 소결체의 기공도는 모두 3% 미만을 나타내었다. 다음으로 미세한 결정립을 갖는 소결체를 제조하기 위해 dilatometer를 이용하여 $3^\circ\text{C}/\text{min}$ 의 승온속도로 승온소결하여 승온과정중의 미소길이 변화를 측정하였으며, 소결 중 수축 거동이 등방성(isotropic shrinkage behaviour)이며 부피(specific volume)가 일정하다는 가정 하에 승온소결 과정에서의 이론적인 상대밀도를 구하였다. dilatometer 데이터로부터 상대밀도 90%를 나타내는 온도까지 각 성형체를 수소분위기에서 $3^\circ\text{C}/\text{min}$ 의 승온속도로 승온소결한 뒤 노냉하여 상대밀도 94% 정도의 최종소결체를 제조하였다.

본 연구의 고온압축 시험은 열간 가공 재현시험기(THERMECMSTER-Z)를 사용하여 $1\sim 3\times 10^{-2}$ torr

의 진공 분위기에서 실시하였다. 각 시편은 L/D비가 1.40이 되도록 가공하였으며, 시편과 다이(Si_3N_4) 사이에 윤모판을 부착하여 마찰과 열손실을 최소화하였다. 변형조건은 취약한 금속간 화합물인 Ni_4W 의 분해온도(970°C [2])를 고려한 $900, 1100^\circ\text{C}$ 의 온도에서 변형속도 $10^{-3}, 10 \text{ s}^{-1}$ 로 하였으며, 고온변형 조직 관찰을 위하여 시험이 끝난 후 질소가스로 상온까지 냉각시켰다. 압축시험결과는 컴퓨터로 자동계산된 진응력-진변형곡선의 형태로 얻었다.

고온변형 미세조직은 압축축에 평행으로 절단한 시편을 광학현미경(Optical Microscopy) 및 주사전자현미경(Scanning Electron Microscopy)을 이용하여 관찰하였다.

3. 실험결과 및 고찰

평균입도 $0.6\mu\text{m}$ 의 초미립 W 분말에 0.06, 0.1, 0.4, 1.0wt%의 Ni을 첨가하여 제조한 상대밀도 97 % 이상의 W 활성소결체는 Ni 함량이 감소할수록 최종 결정립의 크기가 증가하였으며, 특히 0.06 wt%의 Ni이 첨가된 W 활성소결체의 경우에는 최대입도 $20\mu\text{m}$ 이상의 조대한 입자성장이 관찰되었다. 이 소결체들을 1100°C 에서 변형률 10^{-3} 로 압축실험을 실시한 결과, 항복강도는 Ni 함량에 관계없이 결정립 크기가 작을수록 큰 값을 나타내었으며, 최대 변형률은 20% 정도였다. 특히 입계량의 Ni[3]을 첨가하여 제조한 W-0.06wt% 활성소결체는 5% 정도 변형 후 파괴되었다. W 활성소결체의 가공성 향상을 위한 기존의 연구들이 입계취성을 일으키는 Ni 함량을 줄이는 방향으로 연구가 진행되어왔으나, 본 연구에서 그 미세조직을 제어하는 것 또한 중요한 요소임을 알 수 있었다.

다음으로 dilatometer를 이용하여 같은 조건의 성형체를 상대밀도 94% 정도를 나타내도록 소결공정을 제어한 결과, 평균 결정립 크기 $5\mu\text{m}$ 미만을 나타내는 최종소결체를 제조할 수 있었다. 이 소결체들을 10^{-3} s^{-1} 의 변형속도로 900°C 및 1100°C 에서 압축실험을 실시한 결과, 모든 시편은 온도에 상관없이 50%까지 비교적 균일하게 변형되었으며, 특히 1.0wt%의 Ni이 첨가된 시편에서도 1100°C , 10^{-3} s^{-1} 의 변형 조건에서 0.6 이상의 진변형을 얻을 수 있었다.

미세한 미세조직을 갖는 같은조건의 시편들을 변형속도 10 s^{-1} 로 압축시험한 결과, 항복점 이후 파괴가 일어났으며, 시험 온도가 높을수록 그리고 Ni 함량이 많을수록 시편의 형상이 잘 유지되었다. 일반적으로 동일한 온도에서 변형 속도가 느릴 경우에는 온도 상승의 효과와 같은 결과를 나타내므로, 상대적으로 변형 기구가 많은 변형속도 10^{-3} s^{-1} 에서 시편들은 낮은 항복응력값을 나타내었으며, 변형기구가 적은 10 s^{-1} 의 변형속도에서는 시편들이 변형 중에 쉽게 파괴되었다[4]. 변형량 50%까지의 변형시간이 0.7초 정도임을 고려할 때, 10 s^{-1} 변형속도에서는 금속간 화합물이 재분포할 시간적 여유가 없으므로 Ni의 재분포에 의한 영향은 받지 않았다고 여겨진다.

따라서, 본 연구에서는 W-Ni 활성소결체의 고온 기계적 특성은 첨가된 Ni의 함량뿐만 아니라 그 미세조직에 의해 더 많은 영향을 받음을 알 수 있었다.

4. 참고문헌

- 1) H. Hofmann et al., Powder Metall., 29 (1986) 201.
- 2) T.B.Massalski(Cheid Editor) : Binary Phase Diagram(Second Edition), ASM 3, (1988) 2882.
- 3) A. Gabriel, H. L. Lukas, C. H. Allibert and I. Ansara, Z. Metallkd., 76 (1985) 589.
- 4) M. F. Ashby : Acta Metall., 20 (1972) 887.