

**3차원 혼합기로 불밀링한 W-Cu 복합분말의 미세구조변화와 소결거동**  
**Microstructural Change and Sintering Behavior of W-Cu**  
**Composite Powders Milled by 3-Dimensional Mixer**

한양대학교 김진천\*, 문인형

### 1. 서론

W-Cu 합금계에서 원료분말의 혼합상태를 극대화하고자 하는 연구가 활발하다. 이중 저에너지 단순불밀링방법은 고에너지의 기계적합금화(mechanical alloying; MA) 방법에 비하여 분말의 혼합상태는 떨어지나 밀링매체로 부터 불순물(Fe)의 혼입이 없다는 장점이 있다. 그러나 현재까지 단순불밀링방법에 대한 연구는 대부분 밀링시간을 10시간 이내로 하여 원료분말 크기 단위에서 혼합상태를 향상시키는 것에 한정되어 있을 뿐이다. 특히 수평밀보다 더 우수한 혼합상태 분말을 제조할수 있는 3차원 혼합기(3-dimensional mixer)에서의 불밀링에 대한 연구는 전무한 실정이다. 따라서 본 연구에서는 3차원 혼합기를 이용에서 장시간(100시간이상) 불밀링하여 혼합상태가 원료분말 크기 이하인 W-Cu 복합분말을 제조하고자 하였다. 이 과정에서 밀링시간에 따른 분말의 미세구조 변화과정을 집중적으로 조사하였으며, 복합분말의 미세구조와 소결특성의 관계도 조사하였다.

### 2. 실험방법

본 실험에서는 사용한 원료분말은 평균입도가  $4.3\mu\text{m}$ 인 W분말(순도 99.9%)과 평균입도가  $50.4\mu\text{m}$ 인 전해 Cu분말(순도 99.5%)이었다. 해당조성비로 칭량된 원료분말은 3차원적으로 회전하는 혼합기(Turbular, Switzerland)를 이용하여 불밀링을 실시하였다. 혼합기의 회전속도는 92rpm이었으며, 혼합용기는 고순도의  $\text{Al}_2\text{O}_3$ (99.99%)으로 제조된 원통형(외경: 50mm, 내경: 44mm, 길이: 75mm)을 사용하였다. 사용한 볼은 99.9%의 순도를 갖는  $\text{Zr}_2\text{O}_3$ 로 된 직경이 10mm인 ball이었다. 원료분말과 볼과의 장입비는 무게비로 1:10으로 하였으며, 불밀링 시간은 10, 50, 100, 200, 300 시간까지 변화시키면서 진행하였다. 불밀링한 복합분말의 미세구조 변화, 평균입도과 형태변화는 XRD, SEM, laser 입도분석기등으로 조사하였으며, 불밀링과정 중의 불순물의 혼입여부는 ICP-AES와 EDS 분석을 통하여 조사하였다. 불밀링분말의 성형체는 직경이 11mm인 원통형 다이에서 318MPa의 압력으로 제조하였으며 소결은 900~1200°C의 온도 범위에서 실시하였다. 소결체의 미세구조는 정밀 연마한 후 SEM으로 조사하였다.

### 3. 실험결과 및 결과 및 고찰

3차원 혼합기의 불밀링으로 제조된 W-Cu 복합분말은 attritor를 이용한 기계적합금화한 분말의 미세구조 변화와 거의 동일하게 변화되나, 회전운동의 차이로 층상구조 형성단계에서는 동심원의 양파단면 구조를 가지며, 최종 분말은 구형에 가까운 형상을 가졌다. 또한 200시간의 불밀링으로 나노구조 상태는 아니지만  $0.5\mu\text{m}$  이하로 미세하고 균일한 복합분말을 제조할수 있었다. 세라믹 용기와 볼을 사용하여 불순물 Fe의 혼입은 완전하게 억제할 수 있었다. 3차원 혼합기로 제조된 W-30wt%Cu 복합분말의 소결거동은 기계적합금화로 제조된 나노구조 복합분말과 마찬가지로 액상출현 온도인 1100°C 부근에서 급격히 증가하여 94%의 비밀도를 가졌으나, 액상량이 적은 10wt%인 경우에는 빠른 고상입자들의 골격체 형성으로 1100°C에서는 65%의 비밀도를 가지고 1300°C에 이르러서야 90%의 비밀도 가짐을 알았다.