

Ni 함량이 텅스텐 성형체의 조밀화 및 입자성장에 미치는 영향 (Effect of Ni Contents on Densification and Grain Growth of Ni-doped Tungsten Compact)

한양대학교 김영한*, 류성수, 문인형

1. 서론

본 연구그룹에서는 Ni 첨가 활성소결한 W 소결체의 가공성 향상을 위한 다양한 각도에서의 연구를 수행한 결과 활성제로 첨가한 Ni이 결정립의 입계 또는 삼중, 사중점에 취성이 큰 Ni rich 상으로 편석하여 그 가공성에 큰 저하를 가져옴을 밝혀낸바 있다. 따라서, 가공성 향상은 활성제에 의한 활성소결의 효과는 얻되 가급적 첨가하는 활성제의 양을 줄임과 동시에 가능한 입자성장을 억제함으로써 얻을 수 있다. 이에 본 연구에서는 Ni 함량에 따른 Ni rich 상의 편석경향과 입자성장 거동을 조사하기 위하여 W에 대한 Ni의 고용한인 0.06wt%를 첨가하여 소결한 조직과 가장 우수한 활성소결 효과를 나타내는 것으로 알려진 0.4wt%Ni 첨가한 소결조직과의 차이를 조사하고 이와 관련한 조밀화 및 입자성장 경향을 관찰하고자 한다.

2. 실험방법

본 실험에서 사용한 원료분말은 대한중석의 평균입도 $0.57\mu\text{m}$ 인 W 분말이다. Ni의 첨가는 Alfa 사의 순도 99.9%의 Ni 염($\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)을 slurry mixing 방법으로 각각의 함량에 맞도록 첨가하였으며, 600°C 수소 분위기에서 환원을 행하였다. 성형체는 원통형 다이에서 양단 압축한 후 내부 밀도를 균일하게 유지하기 위해 냉간 등압 성형기(CIP)를 사용하여 재압축하여 제조하였다. 이때 최종 성형체의 밀도는 $55 \pm 1\%$ 의 비이론 밀도를 나타내도록 하였다. 소결은 승온과정 중의 수축거동을 정밀하게 분석하기 위하여 dilatometer에서 각기 승온속도(1, 3, 5, 10, 20K/min)를 달리하여 1400°C 까지 수소분위기에서 행하였다. 이렇게 얻어진 dilatometric data를 이용해 소결 중 수축거동이 등방성이며, specific volume이 일정하다는 가정 하에서, 각기 예상되는 밀도값이 70% 및 90%의 비이론 밀도가 되는 온도에서 급냉하여 그 미세조직을 SEM으로 관찰하였다.

3. 결과 및 고찰

W-0.4wt.%Ni 및 W-0.06wt.%Ni 모두 1400°C 까지 소결시 승온속도에 따라 각각 98-99%, 95-98%의 비이론밀도의 높은 소결체를 얻을 수 있었다. 그러나 dilatometric data의 분석결과, 전자의 경우가 후자의 경우보다 같은 승온속도의 경우 보다 빨리(낮은 온도) 완전 조밀화가 이루어는 것을 관찰 할 수 있었으며, 전자의 경우 승온속도에 관계없이 좌우대칭구조의 dy/dT 곡선을 나타내는 반면 후자의 경우 느린 승온속도(1, 3K/min)의 경우는 급속한 수축거동을 보이고 빠른 승온속도(10, 20K/min)의 경우는 좌우대칭형태의 수축거동을 나타내었다. 또한 이와 관련한 미세조직을 관찰한 결과 W-0.4wt.%Ni의 경우 승온속도에 관계없이 약 $10\mu\text{m}$ 정도의 결정입도를 보이는 반면 W-0.06wt.%Ni의 경우에는 느린 승온속도의 경우 전자의 크기보다 오히려 조대한 결정입도를 나타내고 빠른 승온속도의 경우는 전자보다 작은 결정입도를 나타내었다.