

## Mechanochemical Process에 의한 93W-4.9Ni-2.1Fe 나노복합분말의 합성 (Synthesis of 93W-4.9Ni-2.1Fe Nanocomposite Powder by Mechanochemical Process)

한양대학교 이창우\*, 윤의식, 이재성

### 1. 서론

텅스텐 중합금은 높은 밀도와 함께 우수한 인장강도 및 연신을 특성을 가지고 있어 운동에너지탄의 관통자소재로 사용되고 있다. 93W-4.9Ni-2.1Fe 중합금은 이러한 요구특성을 잘 만족하는 소재로서 현재 상용화되고 있다. 운동에너지탄의 관통능력은 기지상내 텅스텐입자의 크기 및 분포등과 같은 미세구조의 균질성이나 불순물원소와 같은 화학적인자에 크게 의존한다. 최근 분말사출성형기술을 이용해 중합금의 net shaping을 꾀하고 있어 초기원료 분말설계를 통한 미세구조제어의 중요성은 더욱 커지고 있다. 소결치밀화, 미세구조제어 및 net shaping에 대한 요구를 동시에 만족할 수 있는 방안으로 본 연구에서는 중합금 나노복합분말의 응용을 제시하였고, mechanochemical process를 이용하여 93W-4.9Ni-2.1Fe 조성의 나노복합분말의 제조 및 특성을 조사하였다.

### 2. 실험방법

원료분말  $WO_3$ (평균입도 20.5  $\mu m$ -순도 99.5 %), NiO(7  $\mu m$ -99.9 %),  $Fe_2O_3$ (1  $\mu m$ -99.9 %)을 최종조성이 93W-4.9Ni-2.1Fe가 되도록 칭량을 한 후에 건식혼합을 하였다. 스테인레스강 재질의 볼(SUS 304, 직경 3/16")을 사용하여 볼:분말의 중량비가 50:1인 조건에서 300 rpm으로 5시간 동안 attritor에서 밀링하였다. 볼밀링 과정에서 산화물 입자의 엉김현상을 방지하기 위하여 공정제어제로 메틸알코올을 첨가하였다. 볼밀한 분말은 800°C, 수소분위기(순도, 99.999 %)에서 1 시간동안 환원하여 텅스텐 중합금 나노복합분말을 합성하였다. 산화물분말과 환원분말의 입자 크기와 분포는 질소흡착법을 이용한 BET와 LPA분석으로, 분말형상은 SEM으로 관찰하였다.

### 3. 실험결과 및 고찰

볼밀링으로 분쇄된 산화물 분말을 SEM으로 관찰한 결과, 30 nm 크기의 입자들이 150 nm ~ 230 nm 크기의 응집체를 형성하고 있었다. 이는 평균입도 30 nm의 입자가 150 nm~230 nm 크기의 응집체를 형성하고 있음을 의미한다. 환원된 분말의 경우에는, SEM 관찰결과 약 300 nm 크기의 입자가 수  $\mu m$ 의 응집체를 이루고 있었다. BET로 분석된 평균입도는 374 nm였으며 LPA 분석결과, 1  $\mu m$ ~2  $\mu m$ 의 분포를 나타내었다. 이는 텅스텐 중합금 분말이 응집체를 형성하고 있음을 의미한다. 이러한 텅스텐 중합금 분말은 XRD결과 65 nm 크기의 텅스텐 입자로 이루어져 있음이 확인되었다. 1470°C에서 20분 동안 수소분위기에서 소결한 결과 텅스텐 중합금 나노복합분말은 98.7 %의 완전치밀화를 나타내었으며 파단면은 SEM 관찰결과 10  $\mu m$  미만의 텅스텐 입자와 기지상이 균일하게 분포하고 있었다.