

소결첨가재에 의한 텅스텐의 기계적 특성평가

Evaluation on Mechanical Properties of Tungsten by Sintering Additive Content

이상필¹, 이진경^{2*}

Sang-Pill Lee¹, Jin-Kyung Lee^{2*}

〈Abstract〉

Tungsten is a high melting point metal unlike other steel materials, and it is difficult to manufacture because of its high melting temperature. In this study, pressure sintering process method was applied to manufacture the tungsten materials at low temperature. Therefore, it is necessary to densify the sintered material by using a sintering additive. Studies have been conducted on how the amount of titanium for sintering tungsten affects the mechanical properties of tungsten in this study. In order to secure the densification mechanism of tungsten powder during the sintering process, the characteristics of the sintered tungsten material according to the change of titanium content were evaluated. It was investigated the relationship between sintering parameters and mechanical properties for densification of microstructures. The sintered tungsten materials according to sintering additive content showed high sintered density (about 16.31g/cm³) and flexural strength (about 584 MPa) when the content of sintering additive was 3 wt%. However, as the content of the sintering additive increases, mechanical property of flexural strength is decreased, and the porosity is increased due to the heterogeneous sintering around titanium.

Keywords : Flexural Strength, Melting point, Sintered Density, Sintering, Sintering Additive, Tungsten

1 동의대학교 기계공학과

2* 정회원, 이진경, 동의대학교 기계자동차로봇부품공학부, 부교수, 공학박사, 부산대학교, 051-890-1650

E-mail: leejink@deu.ac.kr

1 Department of Mechanical Engineering, Dongeui University

2* Division of Mechanical, Automotive, Robot Component Engineering, Dongeui University. 051-890-1650

E-mail: leejink@deu.ac.kr

1. 서론

핵융합로의 다이버터와 같은 대면재료로 고려된 재료는 탄소섬유복합재(CFC, Carbon fiber reinforced carbon matrix composites) 및 텅스텐(W), 구조재료인 구리합금(CuCrZr)이나 흑연 또는 스테인리스강 등이 있다. 이 중에서 CFC는 열 충격 및 고온에 대한 내구성이 높은 장점이 있지만, 삼중수소의 감금 효과로 인한 탄소의 발생으로 효율이 저하되고 플라즈마에 의한 침식율도 높은 단점이 있다. 그러나 텅스텐은 용해 온도가 높고 플라즈마 침식율과 삼중수소 감금 효과가 낮지만, 소량의 침식만으로도 플라즈마에 대한 안정성이 저하된다는 단점이 있다[1-7]. 한편, 텅스텐은 2017년 이후 핵융합로의 핵심부품인 다이버터의 구성 재료로 선정되어 구조용 초고온재료로서 사용하기 위해 제조 조건 및 제조 공정의 확보를 위해 많은 연구가 진행되고 있다[8-10]. 텅스텐은 고 용점 금속이기 때문에 일반적인 철강 재료와는 달리 용융하여 제조하는 것이 어렵다. 따라서 소결에 의한 제조기술이 필요하며, 소결첨가제를 이용한 소결온도 저하, 소결재의 치밀화를 위한 소결공정의 확보가 필요하다. 소결제로서 팔라듐(Palladium), 니켈(Nickel), 알루미늄(Aluminium) 등을 활용하는 경우에 1200 °C 이하의 소결온도에서도 98 %이상의 높은 상대밀도의 치밀한 텅스텐 소결체를 제조할 수 있다. 그러나 이러한 소결조제는 텅스텐의 밀도와 기계적 특성을 개선할 수 있지만 핵융합로의 플라즈마 대면재료(Plasma facing material)에 적용하는 경우에 중성자의 충돌 및 플라즈마 이온의 높은 침식율로 인해 부품 수명이 감소하는 현상이 발생한다. 이와 같은 원인으로 인해 플라즈마 대면재료에 사용될 수 있는 텅스텐의 소결조제로 천연원소에 해당하는 Cr, Ti, Fe, Mn, Zr 등이 있으며 그 중에 타이타늄을 소

량 첨가하면 취성 전이 온도 (DBTT)에서 파괴 인성의 증가와 산화 및 침식에 대한 저항성을 향상할 수 있고 첨가제의 고상 및 액상 확산을 통해 재료 강도의 강화를 기대할 수 있다[11]. 본 연구에서는 가압소결공정을 사용하여 타이타늄 소결제를 이용한 텅스텐 재료를 제조하여 미세조직과 기계적 특성을 평가하고자하였다. 특히, 소결과정에서 텅스텐 분말의 치밀화 기구를 명확하게 분석하기 위해 타이타늄 함량의 변화에 따른 텅스텐 재료의 특성을 평가하였다. 또한 Weibull 확률 분포를 사용하여 텅스텐 재료의 경도에 대한 산포도를 분석함으로써 각 부위에 대한 신뢰성을 평가하고 미세조직의 치밀화를 위한 소결변수와 기계적 특성의 관계에 대해 분석하였다.

2. 시험방법

텅스텐 소결재료의 제조를 위하여 평균 입경이 2 μm 인 텅스텐 분말을 사용하였다. 텅스텐 분말의 원활한 소결과 사용온도를 낮추기 위하여 소결조제로서 평균 입도가 약 150 μm (100 mesh)인 타이타늄 분말을 사용하였다. 또한 중량이 높은 텅스텐과 상대적으로 중량이 가벼운 타이타늄 분말의 기계적 혼합의 분산성향상을 위하여 분산제(Binder)로 폴리에틸렌글리콜 (polyethylene glycol; PEG 400)을 사용하였다. 본 연구에서는

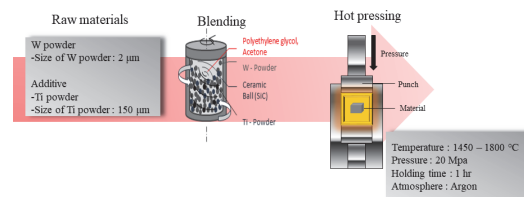


Fig. 1 Schematic diagram of the pressure-assisted sintering process of powder

텅스텐분말과 소결첨가제인 타이타늄을 혼합 후 고온 가압 소결하여 제조하였다. Fig. 1은 텅스텐 분말의 소결에 사용된 고온 가압 소결공정에 대한 모식도를 나타낸 것이다. 텅스텐과 타이타늄 분말 및 균질한 성형을 위해 분산제로 폴리에틸렌글리콜의 혼합물을 유선형 볼 밀링 장비를 사용하여 혼합하였다. 혼합 분말의 제조를 위해 혼합물의 배합 속도와 유지시간은 각각 160 rpm과 6 시간으로 하였다. 분말을 흑연으로 제작된 사각 금형에 채워 넣어 각각의 소결온도에서 가압하였다[12].

Table 1은 텅스텐 소결재료의 제조 조건을 나타낸다. 텅스텐 소결재료의 사용온도 저하와 미세조직 치밀화를 위해 소결첨가제인 타이타늄의 함량을 3 wt %~7 wt %까지 변화시켰다. 특히 소결온도의 결정은 텅스텐 함유를 활용한 텅스텐 복합재료의 개발, 소결첨가제의 확산 및 용융에 의한 소결성 향상의 영향과 텅스텐 함유의 재결정 온도를 고려하여 1700 °C 이하로 결정하였다. 소결압력은 20MPa, 소결온도를 1700 °C로 고정할 경우에 소결조제의 첨가량을 3 wt %, 5 wt %, 7 wt %로 제조하여 소결된 텅스텐의 특성을 평가하였다. 제조된 시험편에 대해 아르키메데스 원리를 이용하였으며 굽힘강도는 ASTM C1611에 의해 3점굽힘시험을 실시하였으며 경도는 ASTM E 92-82에 의해 500배 확대하여 비커스경도를 측정하였다.

Table. 1 Fabricating condition of tungsten materials

Material	W	W+Ti
Ti content (wt%)	-	3, 5, 7
Blending solvent	Polyethylene glycol	
Blending condition	Ball-mill, 160 rpm, 6 hr	
Sintering temperature (°C)	1700	
Sintering pressure (MPa)	20	

3. 결과 및 토의

3.1 소결첨가제에 따른 텅스텐 소결재 특성

Fig. 2는 소결첨가제 함량에 따른 텅스텐 재료

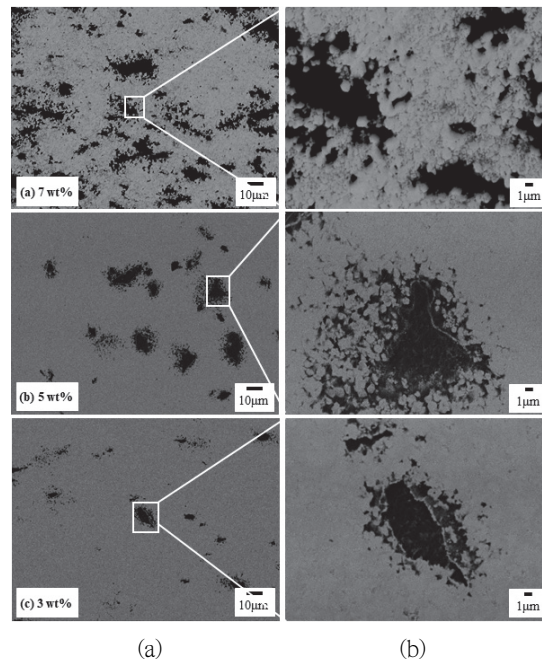


Fig. 2 Microstructure of tungsten materials according to the variation of Ti additive content

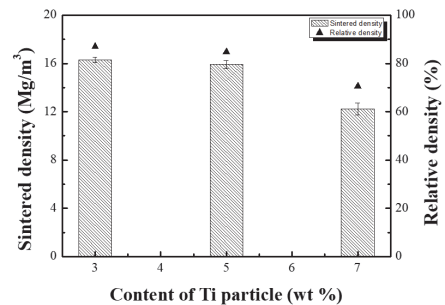


Fig. 3 Effect of Ti additive content on sintered density and relative density of tungsten materials

의 미세조직을 나타낸 것으로 Fig. 2(b)는 Fig. 2(a)에 표시된 사각형 부분을 확대한 것이다. 텅스텐 소결재료의 미세조직은 타이타늄의 확산이 관찰되었으며 타이타늄 주변 텅스텐 입자의 미세화를 확인할 수 있다. 그로 인하여 다수의 기공이 확인되며 소결재료가 불균질한 원인으로 나타났다. Fig. 3은 소결 첨가제 함량에 따른 텅스텐 재료의 소결밀도를 나타낸다. 텅스텐 소결재료의 밀도는 소결첨가제 함량에 영향을 받는 것을 알 수 있다. 텅스텐 소결재료 각각의 소결밀도와 상대밀도는 각각 약 16.31 g/cm³ (약 87 %), 약 15.91 g/cm³ (약 85 %), 약 12.23 g/cm³ (약 70 %)로 소결첨가제의 함량이 3 wt%일 때 높은 소결밀도를 나타내었다. 타이타늄의 함량이 증가함에 따라 소결밀도와 상대밀도가 감소함을 알 수 있었다.

이는 미세구조에서 확인하였듯이 소결첨가제의 함량이 증가할수록 타이타늄 입자 주변 텅스텐 입자의 미세화와 그로 인한 다수의 기공으로 인하여 소결밀도와 상대밀도가 감소하는 것을 확인할 수 있다.

Fig. 4는 소결온도에 따른 텅스텐 소결재료의 비커스 경도를 나타낸다. 20회 이상의 비커스 정도 측정을 통하여 평균 정도값을 산출하였다. 텅스텐 소결재료의 소결첨가제 함량이 증가함에 따라

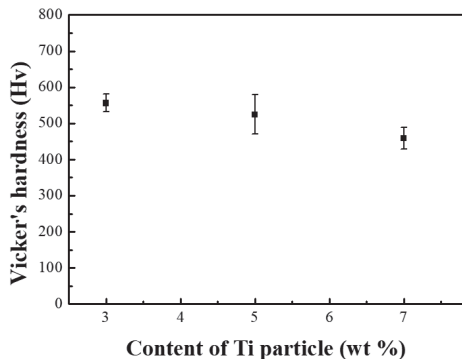


Fig. 4 Effect of Ti additive content on the vicker's hardness of tungsten materials

라 비커스 정도값이 저하하는 것을 알 수 있다. 이는 타이타늄 함량의 증가에 따라 텅스텐 소결재료의 텅스텐 입자 미세화와 그로 인한 미세기공 증가로 인하여 미세조직이 균질화가 일어나지 않았음을 나타낸다.

Fig. 5는 소결 첨가제 함량에 따른 텅스텐 소결재료의 비커스 정도와 와이블 분포를 나타낸다. 20회 이상의 비커스 정도 측정을 통한 데이터로 와이블 통계분석을 하였다. 소결 재료 모두 산포도가 있기 때문에 자세하게 조사하기 위하여 와이블 통계분석을 하였다. 소결첨가제 함량이 3, 5,

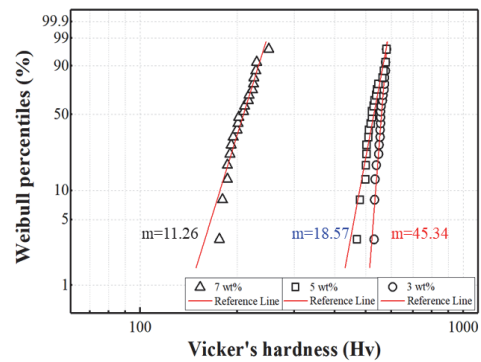


Fig. 5 Weibull distribution for the hardness of tungsten materials depending on the different contents of Ti additive

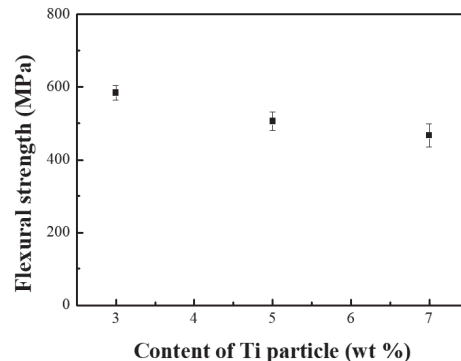


Fig. 6 Effect of Ti additive content on the flexural strength of tungsten materials

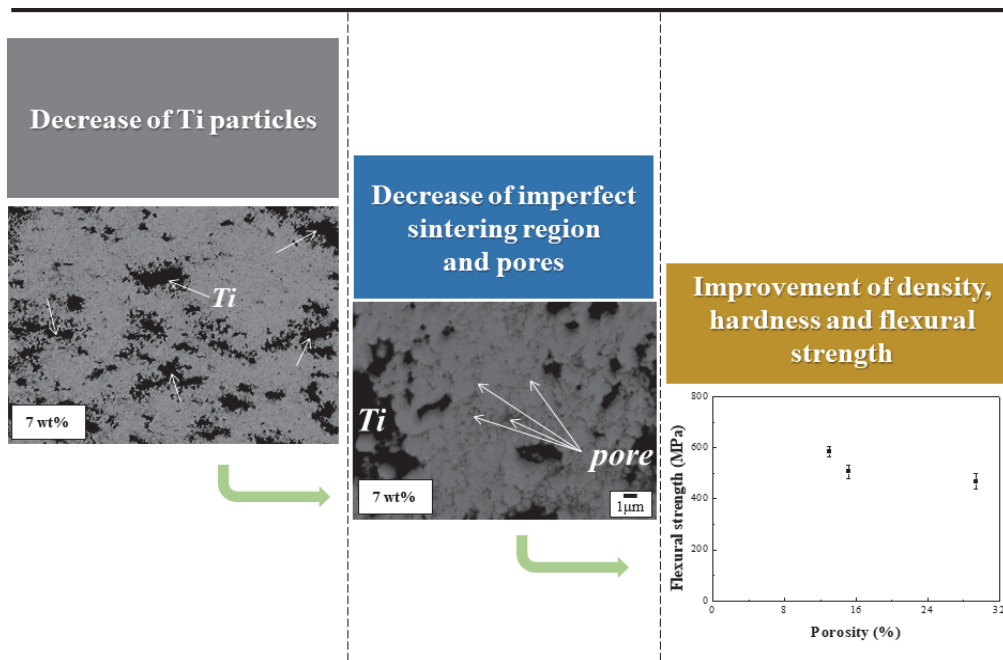


Fig. 7 Schematics for the relationship between Ti additive contents and mechanical properties in the tungsten materials.

7%로 증가함에 따라 와이블 계수는 각각 45.34, 18.57 및 11.26로 감소함을 알 수 있었다. 이것은 소결제인 타이타늄의 증가로 인해 텅스텐 소결 재료의 텅스텐 입자 미세화와 그로 인한 미세기공 증가로 인하여 미세조직의 균질화가 일어나지 않았음을 나타내며, 타이타늄 함량 3wt%의 소결재료가 가장 높은 와이블 계수를 나타낸다.

Fig. 6은 소결첨가제 함량에 따른 텅스텐 소결 재료의 굽힘강도를 나타낸다. 텅스텐 소결재료의 밀도와 경도가 감소함에 따라 강도도 감소하는 경향을 보이고 있다. 텅스텐 소결재료의 굽힘강도는 타이타늄 함량에 따라 각각 약 584 MPa, 506 MPa 및 407 MPa 을 나타내었다. 타이타늄의 함량이 3 wt%일 때 상대적으로 높은 굽힘강도를 나타내었다. 그러나 미세구조에서 확인 하였듯이 타이타늄 주변의 텅스텐 입자의 미세화와 미세기공의 증가로 입자 간 치밀화 저하가 굽힘강도 저

하에 영향을 끼친 것으로 사료된다.

Fig. 7은 텅스텐 소결재료를 1700 °C에서 소결 하였을 때, 소결된 텅스텐 재료의 기계적 특성과 타이타늄의 첨가량이 3, 5, 7 wt%로 증가한 경우의 관계를 나타낸 것이다. 타이타늄 입자 주변 텅스텐 입자의 미세화와 타이타늄의 액상 확산이 일어난 것이 확인이 되었지만 타이타늄 입자 주변에서 불균질하게 소결된 부분들로 인하여 미세기공이 증가함을 알 수 있었으며 이는 텅스텐 소결재료의 기계적 특성을 저하시키는 원인으로 작용함을 알 수 있었다.

4. 결론

- (1) 소결첨가제의 함량이 3, 5, 7%로 증가함에 따라 텅스텐 소결재료의 소결밀도와 상대밀

도는 각각 약 16.31 g/cm^3 (약 87 %), 약 15.91 g/cm^3 (약 85 %), 약 12.23 g/cm^3 (약 70 %)로 소결첨가제의 함량이 3 wt% 일 때 높은 소결밀도를 나타내었으며 타이타늄의 함량이 증가함에 따라 소결밀도와 상대밀도가 감소하였다.

- (2) 텅스텐 소결재료는 치밀한 미세조직에서 소결온도 $1700 \text{ }^\circ\text{C}$, 소결 첨가제 함량 3 wt%에서 556 Hv의 경도를 나타내었으며 와이블 계수가 45.34로서 경도 산포도가 가장 낮게 나타났다.
- (3) 소결첨가제 함량에 따른 텅스텐 소결재료는 소결첨가제의 함량이 3 wt%일 때 가장 높은 굽힘강도(584 MPa)를 나타내었지만 소결첨가제의 함량이 증가함에 따라 타이타늄의 주위의 불균질한 소결로 인하여 미세기공이 증가함에 따라 오히려 기계적 특성이 저하되었다.

참고문헌

- [1] M. Rieth, S. L. Dudarev, S. M. Gonzales de Vicente, J. Aktaa, T. Ahlgren, S. Antusch, J. of Nuclear materials, 432, 482-500, (2013).
- [2] J. Ongena, Y. Ogawa, Energy Policy 96, 770-778, (2016).
- [3] R. A. Pitts, S. Carpentier, F. Escourbiac, T. Hirai, V. Komarov, S. Lisgo, A. S. Kukushkin, A. Loarte, M. Merola, A. Sashala Naik, R. Mitteau, M. Sugihara, B. Bazylev, P. C. Stangeby, J. of Nuclear Materials, S48-S56, (2013).
- [4] A. F. Rowcliffe, L. M. Garrison, Y. Yamamoto, L. Tan, Y. Kato, Fusion Engineering and Design, 135, 290-301, (2018).
- [5] Y. B. Chun, S. Kang, T. K. Noh, D. W. Kim, S. Lee, Y. H. Cho, Y. B. Jeong, J. Nucl. Mater., 455, (2014).
- [6] T. S. Byun, J. H. Yoon, D. T. Hoelzer, Y. B. Lee, S. H. Kang, S. A. Maloy, J. Nucl. Mater. 449, 290-299, (2014).
- [7] C. Lai, J. Wang, F. Zhou, W. Liu, N. Miao, J. of Alloys and Compounds, 735, 2685-2693, (2018).
- [8] T. Hirai. J. Nucl. Mater., 463, 1248-1251, (2015).
- [9] L. Tan, L. L. Snead, Y. Kato, J. Nucl. Mater., 478, 42-49, (2016).
- [10] M. S. Tillack, A. R. Raffray, X. R. Wang, S. Malang, S. A. Khalik, M. Yoda, D. Youchison, Fusion Engineering and Design. 86, 71-98, (2011).
- [11] T. Meshii and T. Yamaguchi, Procedia Structural Integrity, 2, 697-703, (2016).
- [12] 박광모, 이상필, 이진경, 한국산업융합학회논문집, 24,3,289-294, (2021).

(접수: 2022.06.27. 수정: 2022.07.08. 게재확정: 2022.07.13.)