

## 비환원성 소결분위기내에서의 W 성형체의 소결거동 (Sintering Behavior of W Powder Compact in a Non-Reducing Atmosphere)

한양대학교 문인형\*, 김종환

1. 서론 : W-분말 성형체는 Ar 또는 진공등의 비환원 분위기에서 낮은 소결성을 나타내는 것으로 알려져있으며 이는 W-입자 표면에 존재하는 산화막이 W-입자간의 소결 및 결합과정을 방해하는 것으로 설명되고 있다<sup>1,2)</sup>. 그러나 1400°C 이상의 소결온도에서는 W-산화물의 높은 증기압으로 인해 표면 산화층이 불안정해지므로<sup>3,4)</sup> W-분말성형체가 비환원 분위기에서 낮은 소결성을 보이는 원인이 전적으로 표면 산화층에만 있다고 할 수 없다. 오히려 소결중에 일어나는 W-입자의 morphology 변화와 관계가 있는 것으로 보인다. 그 이유는 진공에서 W-분말성형체를 소결할 때 W-입자의 성장현상이 종종 관찰되기 때문이다. 따라서 본 연구에서는 W-분말성형체에서 W-입자의 크기나 모양같은 morphology 변화를 체계적으로 관찰, 분석하여 이를 통해 소결분위기와 W-분말 성형체의 소결성 간의 관계를 조사해 보고자 하였다.

2. 실험방법 : 본 실험에서는 순도 99.9% 이상의 평균입도 0.96 $\mu$ m인 W-분말을 사용하였다. 이러한 분말을 H<sub>2</sub> 분위기로 600°C에서 환원처리 하여 표면 산화층을 제거하였으며 이렇게 환원처리한 W-분말을 550MPa의 압력으로 등방압축하여 원통형의 성형체를 만들었다. W-성형체의 비이론 밀도는 62%이었으며 이 성형체를 1.33 $\times 10^{-2}$ Pa 이상의 진공분위기와 수소, Ar분위기를 이용하여 1200~1430°C의 온도구간에서 여러시간 동안 소결하였다. 전체 소결과정 중에 일어나는 W-입자의 morphology의 변화 뿐 아니라 W-성형체의 소결거동 또한 계속적으로 관찰하였다. W-입자의 크기는 image analyzing computer를 이용하여 조사하였는데 이는 입자의 가장 긴 축의 길이를 측정하는 것이다. 또한 XRD나 EDS를 장착한 SEM을 통해 소결시편의 파단면을 분석하여 상을 확인하였다.

3. 실험결과 : 비환원 분위기에서 W-입자는 소결시간과 소결온도에 의존하였으며 소결온도가 높아질수록 입자의 크기는 증가하였다. Ar이나 진공 분위기에서 소결한 W입자의 평균크기는 소결시간에 따라 증가한 반면 H<sub>2</sub> 분위기에서는 소결시간에 거의 무관하게 일정한 입자크기를 유지하였다. 본 연구에서 W-입자의 성장은 소결분위기의 영향 뿐 아니라 W-분말에 불순물이 존재할 수 있기 때문에 W이 산화물의 형태로 기상을 통해 이동하는 것에 기인하는 것으로 보인다. 산화물의 증기압은 입자가 작을수록 크기때문에 미세한 입자의 산화물 증기상이 조대한 입자의 표면에 응축되어 급속 입자의 조대화가 일어난다. Ar이나 진공 분위기에서 나타나는 낮은 소결성은 수축을 일으키는 특성장보다 W-입자의 성장이 더 빨리 일어나는 것에 기인한다.

#### 4. 참고문헌

- (1) Yih, S. W. H. & Wang, C. T., Tungsten, Plenum Press, New York, 1979, pp. 163-4
- (2) Cheney, R. F., In Metals Handbook, Vol. 7, Powder Metallurgy, ed. K. Mills et al. Metals Park, OH, 1986, pp. 389-92
- (3) Barin, I., Thermochemical Data of Pure Substances (Part 2), VCH, Weinheim, 1989, pp. 1636-9, 1660-1
- (4) Belton, G. R. & McCarron, R. L., J. Phys. Chem., 68 (1964) 1852-6