

분무건조법에 의한 고밀도 W/Cu 합금제조 공정개발에 관한 연구
(The study on the development of process technology for high density W/Cu alloys by spray drying)

박희상* · 홍성현 · 하국현 · 김병기
 한국기계연구원 분말재료그룹

1. 서론

W/Cu 합금은 W의 우수한 내마모성, 내아크성의 기계적 특성과 Cu의 뛰어난 전기적, 열적 특성으로 전 조성범위에 걸쳐 고전압용 접점 및 전극용 소재, 고출력 IC의 열소산 재료, 전자차폐용 재료 등으로 이용되고 있다. 이러한 W/Cu 합금은 W과 Cu가 상호고용도가 없고 높은 용점과 비중차이를 가지므로 합침법(Cu-infiltration) 혹은 액상소결법으로 주로 제조되고 있다. 따라서 본 연구에서는 액상소결법에 의해 고밀도 W/Cu 합금을 제조하고자 하였다. 일반적으로 W/Cu계와 같은 비고용계 액상소결법은 소결활성제를 첨가시켜 고상인 W과 액상인 Cu와의 젖음성(wettability)을 향상시켜 치밀화를 달성하고 있으나 이러한 소결활성제의 첨가는 제3상으로 인한 열적, 전기적, 기계적 성질저하와 조직의 조대화가 문제점으로 지적되고 있다. 그러므로 소결활성제를 첨가하지 않고 W/Cu 합금의 치밀화를 이루기 위해서는 소결 시 고상입자의 재배열이 균일하게 일어나도록 원료분말의 입자크기가 작고 혼합도가 높아야 한다. 이러한 균일혼합도를 극대화하여 소결활성제 첨가없이 액상소결법에 의해 고밀도 W/Cu 합금을 제조하기 위하여 본 연구에서는 금속염 수용액을 분무건조하여 화학열분해법으로 W/Cu 분말을 제조하였으며 분말의 환원조건과 성형조건, 소결조건에 따라 제조된 소결체의 특성을 조사하였다.

2. 실험방법

W염인 AMT(Ammonium Meta Tungstate)와 Cu염인 Cu(II) Nitrate가 W-20wt%Cu의 목적 조성으로 녹아있는 수용액을 분무건조기를 이용하여 250℃에서 분무건조하여 W과 Cu가 균일하게 혼합된 구형분말을 제조하였다. 분무건조된 분말을 대기중 500℃와 750℃에서 각각 2시간 동안 염성분과 수증기를 제거하여 W/Cu 산화물 혼합분말을 제조하였으며, 이렇게 제조된 산화물분말을 분쇄하지 않은 경우와 핵산첨가 후 습식밀링하여 분쇄한 두 가지 산화물분말을 700℃와 750℃에서 각각 1~8시간 수소분위기에서 환원반응하여 환원된 W/Cu분말의 특성을 조사하였다. 환원한 W/Cu금속 혼합분말과 환원하지 않은 산화물분말을 성형조건에 따라 성형체를 제조한 후 1250~1400℃의 수소분위기에서 소결하였으며, 제조된 소결체의 밀도 및 수축율, 미세조직 등 그 특성을 조사하였다.

3. 결과 및 고찰

금속염 수용액을 분무건조한 후 염제거하여 W과 Cu가 균일하게 분포된 서브미크론 크기의 중공구조(shell structure) W/Cu산화물 혼합분말을 제조하였으며, 습식밀링하여 중공구조가 분쇄된 산화물 분말과 분쇄하지 않은 산화물분말을 환원하여 W/Cu금속 혼합분말을 제조하였다. 분쇄 후 환원된 W/Cu분말은 1 μ m이하의 미세한 입자들이었으나 분쇄하지 않은 산화물의 환원분말은 중공구조를 그대로 가지고 있었다. 이러한 두 종류의 분말을 성형하여 소결한 후 미세조직을 관찰한 결과, 분쇄 후 환원한 분말의 경우 균일한 미세조직의 소결체를 제조할 수 있었으나 중공구조를 가지는 환원분말의 경우 불균일한 액상의 출현으로 인한 고상입자의 편석이 일어났다. 또 산화물 자체를 성형하여 환원과 동시에 소결한 결과 큰 수축율과 중공구조의 산화물 입자모양을 그대로 가지는 미세조직이 관찰되었으며 기공율도 높았다. 또한 분쇄된 산화물분말을 다른 환원조건으로 환원한 분말의 소결특성을 조사한 결과 750℃에서 4시간 환원한 분말보다는 700℃에서 8시간 환원한 분말의 소결체가 고밀도의 균일미세한 조직을 이루는 것

으로 조사되었는데, 이는 상대적으로 저온에서 장시간 환원하는 것이 분말에 잔존하는 염성분과 가스성분의 배출이 용이하기 때문으로 생각된다. 본 연구에서는 분무건조 후 염제거된 산화물 분말을 분쇄하여 700℃에서 8시간 환원한 분말을 성형한 후 1250℃에서 1시간 소결하여 이론 밀도 98%, W입자의 크기는 1 μ m 정도의 균일미세한 W/Cu 합금을 제조할 수 있었다.

4. 결론

금속염 수용액으로부터 화학열분해법에 의해 W/Cu금속 분말을 제조하였으며 소결활성제의 첨가없이 액상소결법에 의해 W입자의 크기가 평균 1 μ m인 고밀도의 균일미세한 W/Cu 합금을 제조할 수 있었다. 산화물을 분쇄하여 환원한 경우가 그렇지 않은 경우보다 상대적으로 고밀도의 W/Cu 소결체를 제조하는데 유효한 방법이었으며, 장시간 환원한 분말의 경우가 더 좋은 소결특성을 나타내었다.