

두층전해법에 의한 Cu-Pb분말제조과정에서 립도에 미치는 몇가지 인자들의 영향

박금혁, 한현철

위대한 령도자 김정일동지께서는 다음과 같이 교시하시였다.

《모든 과학자, 기술자들이 과학기술발전의 추세에 맞게 첨단과학과 기초과학발전에 힘을 넣어 나라의 과학기술을 세계적수준에 올려세우도록 하여야 합니다.》(《김정일선집》 증보판 제20권 62페이지)

우리는 선박부분품의 마찰마모손실을 줄이는 고성능윤활유첨가제인 Cu-Pb합금분말을 두층전해법으로 제조하기 위한 연구를 하였다.

두층전해법으로 니켈분말을[1], 전해법으로 초미세동분말[2-4]을 제조한 연구결과들은 발표되었지만 두층전해법으로 Cu-Pb분말을 제조한 결과는 발표되지 않았다.

본문에서는 두층전해법으로 Cu-Pb분말을 제조할 때 합금분말의 립자크기에 미치는 전해액의 조성, pH, 전류밀도, 온도 등 인자들의 영향을 평가하여 합리적인 전해조건을 결정하였다.

1. Cu-Pb분말크기에 미치는 인자들의 영향

일반적으로 분말크기가 나노화될수록 겔보기밀도는 작아진다. 따라서 우리는 합금분말의 겔보기밀도를 측정하여 Cu-Pb분말크기에 미치는 인자들의 영향을 평가하였다.

$[Cu^{2+}]/[Pb^{2+}]$ 의 영향 전해액의 pH 3.5, 전류밀도 $0.20A/cm^2$, 온도 $20^\circ C$, 교반속도 5r/min의 조건에서 $[Pb^{2+}]/[Cu^{2+}]$ 에 따르는 분말의 겔보기밀도변화를 측정한 결과는 표 1과 같다. 이때 전해액으로 조성이 Cu^{2+} 5g/L, Pb^{2+} 10g/L, EDTA 3g/L인 질산염용액을, 유기상으로 20% 올레인산의 톨루올용액을 리용하였다.

표 1. $[Pb^{2+}]/[Cu^{2+}]$ 에 따르는 분말의 겔보기밀도변화

$[Pb^{2+}]/[Cu^{2+}]$	1	2	3	4
겔보기밀도/(g · cm ⁻³)	0.172 5	0.175 8	0.179 9	0.191 2

표 1에서 보는바와 같이 $[Pb^{2+}]/[Cu^{2+}]$ 가 커짐에 따라 분말의 겔보기밀도는 커진다. 즉 분말립도가 커진다. 따라서 분말립도를 작게 하려면 $[Pb^{2+}]/[Cu^{2+}]$ 가 작아야 한다는것을 알 수 있다. 그러나 이 값을 너무 작게 하면 쓸림결수가 가장 합리적으로 되는 조성(Pb 20%)의 합금분말을 얻을수 없다. 따라서 적당한 $[Pb^{2+}]/[Cu^{2+}]$ 값을 2로 하였다.

pH의 영향 전류밀도 $0.20A/cm^2$, 온도 $20^\circ C$, 회전속도 5r/min의 조건에서 pH에 따르는 분말의 겔보기밀도변화를 측정한 결과는 그림 1과 같다. 이때 전해액조성은 표 1에서와 같다.

그림 1에서 보는바와 같이 pH가 높아짐에 따라 분말의 결보기밀도는 감소하다가 pH 3.5에서 최소값(0.1884)을 가지며 그 이상에서는 오히려 증가한다.

따라서 립도가 작은 합금분말을 얻기 위해서는 전해액의 pH를 3.5정도로 맞추어야 한다는것을 알수 있다.

전류밀도의 영향 전해액의 pH 3.5, 온도 20℃, 회전속도 5r/min의 조건에서 전류밀도에 따르는 분말의 결보기밀도변화를 측정한 결과는 그림 2와 같다. 이때 전해액조성은 표 1에서와 같다.

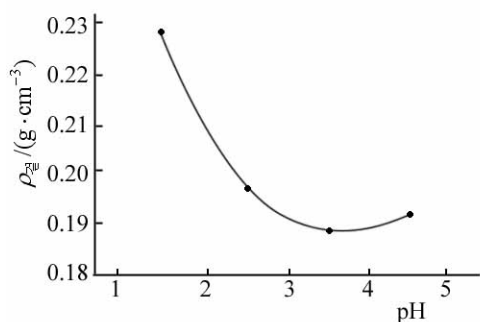


그림 1. pH에 따르는 분말의 결보기밀도변화

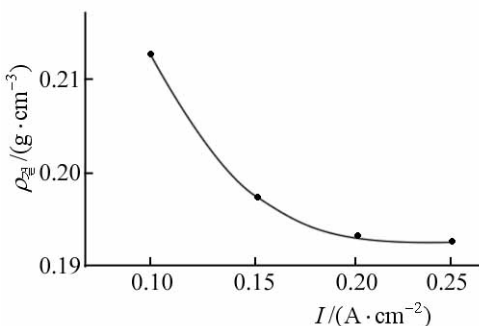


그림 2. 전류밀도에 따르는 분말의 결보기밀도변화

그림 2에서 보는바와 같이 전류밀도가 증가함에 따라 분말의 결보기밀도는 급격히 작아지다가 0.20A/cm²이상에서는 변화가 거의 없다. 이것은 전해의 한계전류밀도가 0.20A/cm²라는것을 보여준다.

온도의 영향 전류밀도 0.15A/cm², pH 3.5, 회전속도 5r/min의 조건에서 온도에 따르는 분말의 결보기밀도변화를 측정한 결과는 그림 3과 같다. 이때 전해액조성은 표 1에서와 같다.

그림 3에서 보는바와 같이 온도가 높아짐에 따라 결보기밀도는 처음에는 완만하게 커지다가 50℃이상에서 급격히 커진다.

따라서 미세한 합금분말을 얻자면 전해온도를 될수록 낮추어야 한다는것을 알수 있다.

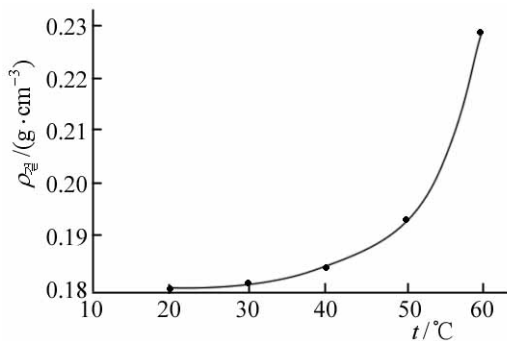


그림 3. 온도에 따르는 분말의 결보기밀도변화

2. 합리적인 전해조건의 결정

최적전해조건을 얻기 위하여 L₉(3⁴)인 직교표를 리용하여 실험방안을 세우고 그에 따라 실험을 하였다. 인자와 수준은 표 2와 같이 하였다.

L₉(3⁴)방안에 따라 진행한 실험결과로부터 계산한 분산분석표는 표 3과 같다.

표 2. 인자와 수준

수준	인자			
	A	B	C	D
	$[\text{Pb}^{2+}]/[\text{Cu}^{2+}]$	pH	$I / (\text{A} \cdot \text{cm}^{-2})$	$t / ^\circ\text{C}$
1	2	2	0.10	20
2	3	3	0.15	35
3	4	4	0.20	50

표 3. 분산분석표

인자	자유도	변동	분산	F검정	기여률/%
A	2	3.42	1.71	1.00	7.49
B	2	5.89	2.95	1.72	12.90
C	2	28.66	14.33	8.38	62.70
D	2	7.73	3.86	2.26	16.91
e		3.42			7.49
합	8				100
총변동			45.7		

표 3에서 보는바와 같이 급간변동을 구하여 분산분석(F검정)을 진행한 결과 4가지 인자들이 분말의 립도에 영향을 주며 그 기여률은 A는 7.49%, B는 12.90%, C는 62.70%, D는 16.91%라는것을 알수 있다. 즉 분말의 립도에 주는 영향은 전류밀도, 온도, pH, 전해액조성의 순서로 작아진다는것을 알수 있다.

품질공학적인방법으로 최적조건을 추정 한 결과 $A_1B_2C_3D_1$ 이라는것을 알수 있다. 따라서 분말의 립도를 작게 하려면 $[Pb^{2+}]/[Cu^{2+}]$ 2, 전류밀도 $0.20A/cm^2$, 온도 $20^\circ C$, pH 3.5로 보장하여야 한다. 최적조건에서 얻은 분말의 겉보기밀도는 $0.158 g/cm^3$ 였다.

맺 는 말

두층전해법으로 Cu-Pb계합금분말을 제조할 때 립도에 영향을 미치는 인자는 전류밀도, 온도, pH, 전해액의 조성이다.

Cu-Pb합금분말의 립도를 작게 하기 위한 최적전해조건은 $[Pb^{2+}]/[Cu^{2+}]$ 2, pH 3.5, 전류밀도 $0.20A/cm^2$, 온도 $20^\circ C$ 이다.

참 고 문 헌

- [1] 방우길; 기술혁신, 10, 17, 1997.
- [2] 허금성; 금속, 6, 16, 주체93(2004).
- [3] 李森 等; 材料开发与应用, 6, 19, 13, 12, 2004.
- [4] 黄东 等; 金属功能材料, 4, 11, 2, 30, 2004.

주체104(2015)년 5월 5일 원고접수

Effect of Some Factors on Particle Size in Manufacturing of Copper-Lead Powder by Two-Storied Electrolysis

Pak Kum Hyok, Han Hyon Chol

We considered the effect of some factors on the particle size of alloy powder, and determined the optimum electrolytic condition for manufacturing copper-lead powders by two-storied electrolysis. The optimum electrolytic conditions are as follows: $[Pb^{2+}]/[Cu^{2+}]$ 2, pH 3.5, density of current $0.20A/cm^2$, temperature $20^\circ C$.

Key words: two-storied electrolysis, copper-lead alloy powder