

## A13

### 고에너지 볼밀링법에 의해 제조된 $WO_3$ -CuO 복합분말의 환원 및 소결 거동

#### (Reduction and Sintering Behaviour of $WO_3$ -CuO Composite Powders Produced by High Energy Ball Milling Process)

한양대학교 심우석\*, 김대건, 민경호, 김영도

#### 1. 서론

상호 불용 특성 때문에 액상소결법으로 완전 치밀화가 어려운 W-Cu 복합재료는 W 입자의 미세화와 W과 Cu의 균일한 혼합으로 액상소결시 입자 재배열을 극대화함으로써 완전 치밀화가 가능하다. 이러한 방안으로 W과 Cu 산화물을 기계적으로 분쇄 및 혼합한 후 환원공정을 통해 미세하고 균일하게 분산된 W-Cu 복합분말을 제조하고 이를 소결함으로써 완전 치밀화를 유도하는 많은 연구가 진행된 바 있다. 본 연구에서는  $WO_3$ -CuO 혼합분말을 고에너지 볼밀링한 후 이를 환원하여 W-Cu 복합분말을 제조하였다. 이 때, 고에너지 볼밀링한 분말의 환원과정을 관찰하고 또한 제조된 W-Cu 복합분말의 소결과정을 관찰하고자 하였다.

#### 2. 실험방법

본 연구에서는  $WO_3$ -CuO 혼합분말을 목적조성이 75W-25Cu(wt%)가 되도록 칭량하여 Simoloyer를 통해 고에너지 볼밀링 방법으로 Ar 분위기에서 1, 5, 20과 50시간 동안 볼밀링하였다. 이 때 볼과 grinding unit의 재질은 스테인리스 강이었고 볼과 분말의 장입비는 16:1이었으며 밀링속도는 400rpm이었다. 볼밀링한 산화분말은 1 l/min 유속의 건수소를 흘려주면서 10°C/min으로 980°C까지 승온 후 30분 동안 유지하여 환원시켰다. 250(30분), 450(0분), 650(30분)과 850°C(0분)에서 환원공정 후 급냉을 통해 고에너지 볼밀링이 복합분말의 환원에 미치는 효과와 각 온도에서의 환원과정을 SEM, EDS과 XRD 등으로 관찰하였다. 그리고 최적환원온도(980°C)에서 환원된 분말을 일축성형한 후 800, 900, 1000°C와 1100°C의 각 온도에서 유지시간 없이 급냉하여 소결과정을 SEM을 통해 관찰하고 그 치밀화 정도를 상대밀도의 계산을 통해 측정하였다.

#### 3. 결과 및 고찰

고에너지 볼밀링된 산화분말은 밀링 시간이 증가함에 따라 20-30nm 이하의 크기까지 감소됨을 확인하였고 환원된 분말은 기존의 단순 볼밀링한 환원분말의 형태인 Cu 주위를 W이 에워싸고 있는 형태가 아닌 산화물의 결정립이 나노크기로 매우 미세하고 균일하게 분산되어 있는 "homogeneously mixed structure"의 구조를 가짐을 확인하였다. 그리고 이러한 구조를 갖는 W-Cu 복합분말은 소결과정에서 입자의 재배열이 극대화되어 1200°C 이하의 온도에서도 완전 치밀화됨을 확인하였다.