

## Spray drying 공정으로 제조한 W-Cu 산화물의 분말특성과 환원거동 (Powder Characteristics and Reduction Behavior of W-Cu Oxide Produced by Spray Drying Process)

한양대학교 윤의식\*, 안효상, 이재성  
(주) 나노테크 김태형

### 1. 서론

최근 W-10~15wt%Cu 복합재료는 고출력 마이크로전자 부품에 쓰이는 방열재료로 각광을 받고 있다. W-Cu 계는 상호 비고용 특성과 초소형, 복잡 형상재료의 가공을 위해 PIM 기술적 용시 결합제제거후 50%에 달하는 많은 잔류기공 때문에 소결시 균일한 수축과 완전치밀화를 얻는 것은 매우 어려운 과제이다. 이와같은 문제를 해결하기 위해 W-Cu 나노복합분말을 합성하려는 많은 연구가 보고되었다. 최근에는 spray drying-calcination 공정으로 혼합산화물을 제조한 후 수소환원하는 thermo-chemical 공정으로 W-Cu 나노복합분말을 제조하는 방법이 제시되었다. 산화물 분말의 미세구조는 환원거동에 영향을 주며, W-Cu 나노복합분말의 특성은 수소환원공정에 크게 의존한다<sup>1)</sup>. 따라서 본 연구에서는 spray drying-calcination 공정으로 제조한 산화물분말의 환원거동을 조사하였다. 특히, 불밀링공정으로 산화물의 미세구조를 변화시켜 수소환원시 무게변화와 수증기 방출거동을 조사함으로써 산화물 분말의 미세구조에 따른 환원거동을 조사하였다.

### 2. 실험방법

W-13wt%Cu 조성의 산화물은 AMT( $(\text{NH}_4)_6(\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40}) \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ )와 Cu nitrate ( $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ) 수용액을 spray drying 한후 하소하여 제조하였다. 하소는 공기중에서 750℃ 까지 승온하여 1시간 유지하는 열처리조건으로 행하였다. 제조된 W-Cu 산화물 분말은 구형의 agglomerate를 형성하고 있었으며, 0~30h 동안 습식 불밀링하여 agglomerate를 분쇄하였다. 불밀링 시간에 따른 분쇄 정도는 분말의 충전높이를 비교하여 거시적으로 조사하였으며 SEM으로 분말의 형상을 관찰하였다. 각 분말의 환원거동은 수소분위기에서 10℃/min 로 1000℃ 까지 승온하는 과정에서 TG를 이용한 무게변화와 hygrometry를 통한 수증기 방출을 분석함으로써 조사하였다. 또한 환원과정에서 각분말의 상은 XRD를 이용하여 분석하였다.

### 3. 결과 및 고찰

하소된 W-Cu 산화물 분말의 충전높이는 불밀링 시간이 증가함에 따라 증가하였으며, 이는 분쇄된 입자가 상대적으로 큰기공으로 이루어진 agglomerate를 형성했기 때문으로 SEM 관찰 결과 확인되었다. 0, 10h, 30h 불밀링한 분말의 환원거동을 분석한 결과, 공통적으로 TG 곡선에서 3개의 변곡점을 나타내며 800℃에서 무게변화가 종료되었다. TG 곡선을 미분한  $-dW/dT$  곡선의 피크와 hygrometry 곡선의 피크와 일치하여 무게변화가 수소환원에 기인한 것으로 확인되었다. 여기서 흥미로운 점은 불밀링 시간이 증가함에 따라 각 피크의 시작온도가 낮아진다는 것이다. 또한 30h 불밀링한 분말의 경우 두번째 피크의 폭이 가장작은 것으로 나타났다. 첫번째 피크가 종료되는 430℃에서 각분말의 상을 XRD로 분석한 결과, 순수 Cu 상의 비율이 불밀링 시간이 증가함에 따라 증가되는 것을 확인하였다. 이는 분쇄된 입자가 형성하는 기공들이 수증기 방출에 대해 효과적인 통로역할을 한 것으로 판단된다.

### 4. 참고문헌

1. T. H. Kim, J. H. Yu, and J. S. Lee, Nanostruct. Mater., **9** (1997) 213.