

A11

초음파를 이용하여 혼합한 W-Cu 산화물 복합나노분말의 수소환원 거동 Hydrogen Reduction Behavior of Ultrasonic Mixed WO_3 -CuO Nanopowders

한양대학교 이근재*, 이재성

1. 서론

W-Cu 나노복합재료는 내마모성, 내아크성 및 우수한 열적, 전기적 특성으로 각광받고 있는 재료이다. W-Cu 나노복합재료가 우수한 특성을 얻기 위해 소결 중 입자성장 억제와 조성의 균일한 분포를 위한 분말의 균일한 혼합이 이루어져야 한다. 본 연구에서는 초음파를 이용한 W-Cu 산화물 복합나노분말의 균일한 혼합과 이에 따른 미세구조 변화로 인한 산화물 분말의 환원거동의 변화를 조사하였다.

2. 실험방법

본 연구는 W과 Cu 나노 산화물 분말의 혼합과 혼합분말의 조성변화에 따른 환원거동의 차이를 관찰하였다. 원료분말인 WO_3 과 CuO 분말을 각각 50시간과 100시간동안 초음파로 분쇄하여 30 nm와 60 nm의 입자크기를 가지는 분말을 얻은 후 초음파를 이용하여 조성별(5, 15, 25, 35, 50 wt%Cu)로 1시간동안 혼합하였다. 분말의 혼합정도는 기공도와 응집체의 조성분포로 분석하였으며 BET와 SEM-EDS로 측정하였다. 조성별 환원거동의 차이는 TG 및 hygrometry를 이용하여 수소분위기에서 분당 10°C의 속도로 900°C까지 승온하면서 조사하였다. 환원된 혼합 분말의 미세구조를 관찰하기 위하여 분말을 250MPa로 성형한 후 수소분위기에서 1000°C에서 30분간 소결하여 소결체 단면을 광학현미경과 SEM으로 조사하였다.

3. 결과 및 고찰

1시간동안 초음파로 혼합된 분말의 미세기공은 혼합전 분말의 미세기공보다 전체적인 양이 증가된 것을 알 수 있었다. 이것은 각각 분리되어 있던 WO_3 와 CuO 응집체가 혼합되면서 응집체 내부의 미세구조가 변화된 것을 의미한다. 이 분말의 혼합도를 EDS로 조성분포를 확인한 결과 응집체 내부의 WO_3 와 CuO 입자들이 균일하게 분포하고 있었다. 이러한 응집체 내부의 혼합이 환원거동에 미치는 영향을 관찰하기 위하여 조성별로 환원거동을 분석한 결과 Cu 조성 증가에 따라 W의 환원이 지체되었다. W의 환원 시작온도는 주어진 모든 조성에서 동일하였으나 환원 종결온도는 5 wt%Cu의 경우 800°C이고 50 wt%Cu의 경우는 750°C로서 Cu조성이 증가함에 따라 환원 종결온도가 낮아졌다. 이것은 입자크기의 차이를 가지는 분말간의 혼합비가 증가될수록 응집체 내부의 기공감소와 이미 환원된 Cu 분말의 소결현상이 복합적으로 작용하여 W의 환원지체를 가져온 것이다. 이를 확인하기 위하여 환원된 분말을 성형 및 소결하여 미세조직을 관찰한 결과 Cu 조성이 높을수록 W의 응집체 크기가 작고 응집체 분산이 잘 이루어져 있었다. 본 연구에서의 중요한 결과는 초음파로 혼합하여 응집체 내부까지 균일하게 혼합된 분말을 얻을 수 있었으며, 이원계 이상의 균일하게 혼합된 분말에서는 서로 다른계의 환원에 영향을 준다는 것이다.