

기계화학적 공정에서 환원온도에 따른 W-Cu 나노복합분말의 특성 (Characteristics of W-Cu Nanocomposite Powder by Mechanochemical Process with Variation of Reduction Temperature)

한양대학교 *김길수, 김대건, 김영도

1. 서론

소결성이 우수한 W-Cu 나노복합분말을 제조하기 위해 W과 Cu 산화물을 볼 밀링한 후 환원하는 기계화학적 공정(Mechanochemical Process, MCP)에 대한 연구가 많이 수행되어 왔다. 그런데 우수한 W-Cu 나노복합분말의 제조공정에서는 환원시 공정변수의 제어가 매우 중요하다. 왜냐하면 최종 W 입자 크기가 환원 조건의 영향을 많이 받기 때문이다. W 산화물의 환원은 고상상태에서의 산소이동기구와 화학증기수송(Cheical Vapor Transport) 기구에 의해 진행되는데 이러한 환원 과정에서 특히 환원온도는 최종적으로 얻어지는 W 입자의 특성을 변화시킨다. 따라서 본 연구에서는 볼 밀링된 WO_3 -CuO 혼합물이 환원 과정을 거치는 동안 환원온도에 따른 W 입자크기 및 형태의 변화에 대해 논의하였다.

2. 실험방법

본 연구에서는 WO_3 -CuO(W-15wt.%Cu)의 혼합분말을 Simoloyer를 이용하여 Ar분위기에서 400rpm으로 20시간동안 볼 밀링하였다. 이때 볼과 분말의 무게비는 16:1 이었고 볼의 재질은 스테인리스 강이었으며 불순물의 혼입을 방지하기 위하여 100시간동안 예비 밀링하여 용기내 벽을 코팅하였다. 볼 밀링한 혼합분말을 1l/min의 유속의 건수소 분위기로 800 및 1000°C의 온도에서 30분간 유지시켜 환원하였다. 이렇게 제조되어진 분말을 XRD를 이용하여 환원여부 및 입도를 확인하였고, FE-SEM 및 TEM 등을 이용하여 환원온도에 따른 분말의 특성변화를 관찰하였다.

3. 결과 및 고찰

고 에너지 볼 밀링한 WO_3 -CuO 혼합분말은 볼 밀링 시간의 증가에 따라 입도가 감소하고 그 분포 또한 균일해지며 20시간 동안 볼 밀링한 후, WO_3 와 CuO 입자는 10-20nm 크기의 미세한 입자로 응집체를 형성하고 있음을 확인 할 수 있었다. 볼 밀링한 WO_3 -CuO 혼합물은 800°C에서 환원한 경우, 각형의 W 입자가 Cu와 함께 응집체를 형성하고 있는 것을 관찰할 수 있었고, 반면에 1000°C에서 환원한 경우, 구형 W 입자와 Cu의 응집체들이 관찰되었다. 또한 1000°C에서 환원한 경우, 구형의 W 입자를 Cu가 얇은 막으로 둘러싸고 있는 형태가 관찰되었다.