

## WO<sub>3</sub>의 수소환원 거동에 미치는 Cu의 영향

### Effect of Cu on Hydrogen-reduction Behavior of WO<sub>3</sub>

한양대학교 황민규\*, 이영중, 김길수, 김영도  
서울산업대학교 오승탁

#### 1. 서론

W 분말은 WO<sub>3</sub>의 수소환원 과정을 통해 많이 제조되어진다. WO<sub>3</sub>의 환원은 비교적 높은 온도에서 이루어지며 환원공정이 복잡해 환원 시 공정변수의 제어가 매우 중요하다. 변수로 크게 습도 및 온도 그리고 타 원소의 첨가에 따른 영향이 있다. 이러한 변수에 따른 환원거동에 대한 연구는 많이 진행되어 왔다. 한편, 최근에 WO<sub>3</sub>-CuO 혼합분말을 동시에 환원하는 공정을 이용하여 W-Cu 나노복합분말을 제조하는 연구가 활발히 진행 중이다. 이러한 공정에서 WO<sub>3</sub>-CuO 혼합분말의 수소 환원과정은 최종 W-Cu 나노복합분말의 특성을 결정하는 매우 중요한 과정임에도 불구하고 WO<sub>3</sub>-CuO 혼합분말의 환원과정에서 WO<sub>3</sub>의 환원에 미치는 Cu의 영향에 대한 연구는 부족한 실정이다. 따라서 본 연구에서는 Cu가 WO<sub>3</sub>의 환원에 미치는 영향에 대해 고찰 하고자 하였다.

#### 2. 실험방법

본 실험에서는 WO<sub>3</sub>와 WO<sub>3</sub>-CuO의 혼합분말을 Attritor를 이용하여 400rpm으로 10시간, ethyl alcohol을 함께 장입해 습식으로 볼 밀링 하였다. 이때 볼과 chamber의 재질은 스테인리스 강 이었으며 볼과 분말의 무게 비는 16:1 이었다. 밀링 후 60°C에서 24시간동안 충분히 건조 시켰다. 볼 밀링 한 분말들은 수소 분위기에서 승온속도 10°C/min으로 1000°C까지 승온하며 환원거동을 분석하기 위해 각각 습도측정을 하였다. 또한 WO<sub>3</sub>분말 위에 Cu-wire를 올려 놓고 수소분위기에서 승온속도 10°C/min로 600°C~800°C까지 환원하면서 wire의 저항변화를 측정하였다. 이렇게 제조된 환원분말과 Cu-wire의 미세조직은 FE-SEM을 이용하여 관찰하였으며, 환원된 분말은 XRD를 이용하여 환원여부를 분석하였다.

#### 3. 실험결과 및 고찰

볼 밀링 한 WO<sub>3</sub>와 WO<sub>3</sub>-CuO 혼합분말은 50nm 크기의 미세한 입자로 응집체를 형성하고 있음을 확인 할 수 있었다. WO<sub>3</sub>의 환원거동을 관찰하기 위해 습도변화를 관찰한 결과 450°C 이상의 고온부에서 두개의 피크가 관찰되었는데, 이는 각각 WO<sub>3</sub>→WO<sub>2</sub>, WO<sub>2</sub>→W 과정이다. 여기서 첫 번째 피크는 WO<sub>3</sub>와 WO<sub>3</sub>-CuO 혼합분말 모두 같은 위치에서 발견된 반면, 두 번째 피크는 WO<sub>3</sub>-CuO 혼합분말의 경우 낮은 온도 쪽으로 이동 되었다. 이는 저온에서 먼저 환원된 Cu 상의 영향이라 판단된다.

WO<sub>3</sub>의 환원에 미치는 Cu영향은 WO<sub>3</sub> 분말 위에 Cu-wire를 올려놓고 환원하면서 저항을 측정한 결과에서도 확인 할 수 있었다. 600°C에서부터 wire의 표면에 W 입자들이 핵생성되어 증착된 것을 미세조직관찰에서 확인하였으며, 670°C이상에서는 표면에 증착된 W이 전류흐름의 저항으로 작용하여 환원과정 중 급격한 전기저항의 증가를 나타내었다. XRD 측정결과 WO<sub>3</sub>의 환원이 700°C에서부터 나타나는 것과 비교해 이러한 결과는 W 산화물의 환원과정에서 Cu가 W의 핵생성 자리로 제공되어 WO<sub>3</sub>의 환원을 촉진시켰기 때문이라 판단된다.