

## 볼밀된 W-Cu 산화 복합분말의 환원 기구에 관한 연구

(A Study on the Reduction Behavior of Ball-milled W-Cu Oxide Powder)

국방과학 연구소 소재 개발부 이 성\*, 홍 문희, 노 준웅

### 1. 서 론

우수한 소결성을 얻기 위해서는 미세하고 균질한 W-Cu 복합분말이 필요하며, 이러한 복합분말 제조를 위한 방안으로 고 에너지 볼 밀법 (기계적 혼합법) 등이 유용한 방법이라고 연구되고 있다<sup>1-2)</sup>. 금속 원소의 밀도 차이 (W ; 19.3g/cm<sup>3</sup>, Cu ; 8.93g/cm<sup>3</sup>)에 비해 상호 밀도가 유사한 산화물 (WO<sub>3</sub> ; 7.160g/cm<sup>3</sup>, CuO ; 6.315g/cm<sup>3</sup>, Cu<sub>2</sub>O ; 6.000g/cm<sup>3</sup>)을 이용한 고 에너지 볼 밀법은 기계적 혼합화 조건(회전속도, 시간 등)의 완화에 의한 생산성 향상뿐 만 아니라, 보다 우수한 혼합 효과와 미세한 W-Cu 복합분말을 제조할 수 있는 이점이 있다. 이미 제안<sup>2)</sup>된 nano 복합분말의 환원기구는 최종적으로 얻어지는 복합분말의 상태가 Walkden 등<sup>3)</sup>이 보고한 상호용해도가 없는 계에서의 환원은 상호 독립적으로 거동한다는 결과와 copper tungstate로 환원 거동을 관찰한 Basu와 Sale<sup>4)</sup>의 결과로부터 볼 밀에 의해 미세하게 W, Cu 산화물이 혼합된 초기 분말 상태가 상호 독립적으로 환원하여 초기 혼합 그대로의 상태로 환원된다는 기구이다. 또한 지금까지 기계적 혼합된 산화 복합분말의 제조 및 복합분말의 환원거동에 미치는 기계적 혼합화 시간에 따른 영향 등은 전혀 연구되어 있지 않다. 따라서, 본 연구에서는 고 에너지 볼 밀된 산화 복합분말을 이용하여 TG(Thermal gravimetry) 분석과 저온 측에서의 단계별 환원에 의한 미세구조 관찰 등을 통하여 복합분말의 환원 거동을 상세히 이해하고, 볼 밀 시간에 따른 W-Cu 산화 복합분말의 변화 및 환원거동을 TG, XRD, SEM 등을 통하여 연구하였다.

### 2. 실험 방법

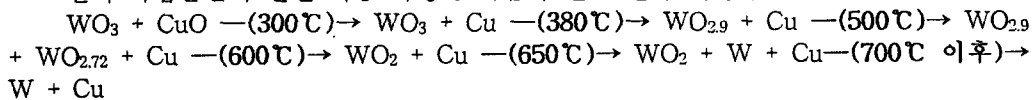
본 실험에서는 입도가 약 15~25 $\mu$ m인 대한중석의 WO<sub>3</sub> 분말과 약 10 $\mu$ m인 일본 고순도 화학(주)의 CuO 분말을 이용하여 볼 밀을 행하였다. 분말은 환원후 조성이 W와 Cu의 무게비가 75 : 25가 되게 산화분말을 준비한 후 스테인레스 jar( $\phi$ 25cm X l 30cm)에 WC ball과 powder를 32 : 1(WC ball : powder = 20 kg : 629g)이 되게 제조하였다. 볼 밀된 W-Cu 산화 복합분말의 TG 분석을 하고, 환원 온도에 따른 복합분말의 환원 거동을 관찰하기 위해 환원 온도를 300, 380, 500, 600, 650 $^{\circ}$ C으로 정하여 고찰하였다. 환원 단계에 따른 복합분말의 미세조직은 SEM (Philips XL30)의 back scattering electron image를 이용하여 관찰하였다.

### 3. 결과 및 논의

W-Cu 환원 복합분말은 환원된 Cu의 분리 및 성장을 거쳐 Cu 표면에서 W의 핵생성과 성장의 단계로 진행되는 환원 기구를 가진다는 것을 처음 밝혔다.

환원된 복합분말의 형상은 중앙에 Cu가 위치하고 주위에 W 입자가 성장한 core 형 환원 복합분말 구조임을 밝혔다.

산화 복합분말의 환원 거동 과정은 다음과 같은 진행 과정을 갖는다.



### 4. 참고문헌

- 1) 이 성, 홍 문희, 김 은표, 송 홍섭, 노 준웅, 김 영우 : 대한금속학회지, 31 (1993) 234.
- 2) 김태형 : W-Cu 나노 복합분말의 합성과 치밀화에 관한 연구, 한양대학교 박사학위논문 (1995).
- 3) P. Walkden, J. N. Albiston and F. R. Sale : Powder Metall., 28 (1985) 36.
- 4) A. K. Basu and F. R. Sale : J. Mat. Sci., 13 (1978) 2703.