

불밀링한 WO₃-CuO 나노복합분말의 조성에 따른 수소환원 거동

The Effect of Composition on Hydrogen Reduction Behavior of Ball-milled WO₃-CuO Nanocomposite Powders

한양대학교 정성수*, 강윤성, 이재성

1. 서론

W-Cu 복합재료는 높은 열전도도와 함께 고출력 집적회로의 기판재료와 상용하는 열팽창률을 가진다는 점에서, 최근 첨단전자산업의 급속한 발전과 함께 고출력 집적회로의 방열재료로서 각광을 받고 있다[1]. 방열재료에 사용되기 위해서는 높은 열전도도와 치수의 안정성 그리고 microwave 흡수성을 만족해야 하고, 이를 위해서는 완전치밀화, 균일한 미세구조 그리고 입자의 미세화가 필요하다. 따라서, 이와 같은 조건을 만족하는 W-Cu 나노복합분말을 얻기 위하여 최근 Lee 등은 기계적 합금화 공정과 수소환원 공정을 통해 W-Cu 나노복합분말을 합성하였다[2].

수소환원 공정에 있어서 Kim 등은 산화물 입자의 미세구조가 환원분말의 특성에 영향을 준다고 보고하였고, 수소환원 과정은 산화물의 초기 미세구조뿐만 아니라 먼저 환원된 금속 입자의 미세구조에 크게 의존하게 된다[3].

본 연구에서는 WO₃-CuO 나노복합분말의 환원거동을 hygrometry를 이용하여 정량적으로 해석하였고, CuO의 첨가량에 따른 WO₃ 환원거동을 속도론적 관점에서 조사하였다.

2. 실험방법

원료분말인 WO₃(99.6%, <75 μm)와 CuO(99.9%, 1 μm) 분말을 300 r.p.m.의 회전속도로 1 시간 동안 불밀링을 실시하였다. 불밀링한 WO₃-CuO 나노복합분말은 5~12°C/min의 승온속도로 900°C까지 승온하여 TG를 이용하여 수소분위기에서 환원을 실시하였다. 환원거동은 hygrometry를 이용하여 환원시 발생하는 수증기를 실시간으로 측정하였고, WO₃의 환원에 대하여 Kissinger method를 이용하여 활성화 에너지를 구하였다.

3. 결과 및 고찰

각각의 불밀링한 WO₃-CuO 분말의 경우, 20~50 nm의 미세한 입자로 구성된 ~10 μm 크기의 응집체를 형성하였다. 환원시 환원량(α)에 해당하는 hygrometry curve의 면적으로부터 각 환원량(α)에 상응하는 온도를 구한 후, Kissinger method를 이용하여 활성화 에너지를 구하였다.

환원량이 40%까지 증가할 때, 순수한 WO₃의 환원시 활성화 에너지는 129~139 kJ/mol이었으며, Cu가 5wt% 첨가된 경우에는 WO₃의 환원시 활성화 에너지가 150~160 kJ/mol에 나타났다. Cu가 5wt% 첨가된 경우, 먼저 환원된 Cu 입자들의 소결이 진행되고, 이로 인해 WO₃의 환원시 H₂O의 방출경로를 막게 된다. 따라서 WO₃의 환원시 활성화 에너지가 증가한 것으로 예상된다.

3. 참고문헌

1. C. G. Goetzel, Treatise on Powder Metallurgy Vol. II, Interscience Publisher Inc., New York (1950).
2. J. S. Lee and T. H. Kim, Solid State Phenomena, 25&26 (1992) 143.
3. T. H. Kim, J. H. Yu and J. S. Lee, Nanostruct. Mater., 9 (1997) 213.