

A-5

염수용액의 분무건조, 환원 및 침탄에 의한 TiC 및 TaC기 복합 분말제조 (Fabrication of TiC and TaC base composite powders by spray drying of metallic aqueous salts and reduction/carburization)

한국기계연구원 *홍성현, 하국현, 김병기
(주)나노테크 우용원
부경대 이길근

1. 서론

TiC 및 TaC 탄화물은 WC-Co계 절삭공구의 내마모성을 개선하고 steel 피삭재와의 반응성을 감소시키기 위한 첨가제로 사용되어 왔다. 일반적으로 TiC 분말은 TiO_2 를 탄소에 의하여 직접 환원시키는 방법이 상용화되어 있으나 반응온도가 높아서 제조장치의 투자비가 비싸며 초미립 TiC를 제조하기에는 어려움이 많다. 한편, TaC 분말의 제조시도 침탄시 반응온도가 높은 단점이 있다. 본 연구에서는 금속염 수용액의 분무 건조 및 염제거, 탄소에 의한 환원/침탄에 의하여 초미립 TiC, TaC계 복합탄화물을 제조하기 위하여 기초적인 연구를 수행하였다.

2. 실험 방법

$TiCl_3$ 계 수용액과 Co 질산염 수용액, $TaCl_5$ 염과 Co 질산염 수용액을 분무건조기를 이용하여 구형의 복합 염분말을 제조하였다. 복합 염분말을 분해 및 산화시켜 미세한 Ti과 Co계 복합 산화물이나 Ta와 Co계 복합 산화물의 미세조직을 조사하였다. 제조된 복합 산화물에 탄소를 혼합하여 아르곤 분위기하에서 $1400^\circ C$ 까지 가열하면서 무게감량을 조사하였고 환원/침탄온도를 달리하여 무게감량 및 XRD에 의한 탄화물 형성여부를 조사하였다.

3. 결과

Ti-Co를 함유한 염수용액의 분무건조후 전구체 분말을 대기중의 고온에서 염제거시 $700^\circ C$ 이상의 온도에서 완전히 염 성분이 제거됨을 알 수 있었다. 대기중의 동안 염제거된 전구체 분말은 약 10 내지 $50 \mu m$ 크기의 전구체의 형상을 유지하며 구형의 분말속에는 매우 작은 혼합 염 입자들이 무수히 존재하며 하나의 응집체 전구체를 이룬다. XRD 분석결과, $CoTiO_3$ 과 Co_2TiO_4 로 구성되어 있음을 알 수 있었다. 한편, Ta-Co 함유된 염수용액의 분무건조/염제거후 TaO_2 및 Ta_2O_5 의 peak들이 관찰되었다.

carbon black의 혼합도에 따른 환원/침탄거동의 차이를 알아보기 위하여, Ti-Co-O 계 조성의 염제거된 전구체분말을 carbon black과 혼합하여 불밀을 이용하여 밀링하였다. 밀링된 분말은 $1200^\circ C$ - $1250^\circ C$ 에서 무게감량이 포화를 나타냄을 알 수 있었다. 한편, Ta-Co-O계 복합산화물을 탄소에 의하여 환원/침탄시, $1100^\circ C$ 까지 Co의 환원이 주로 발생하며 $1200^\circ C$ 에서는 환원/침탄이 활발히 발생하여 분말의 무게 감소가 크며, 분말중의 TaC의 peak가 강하게 나타나며 코발트 및 일부 Ta_2O_5 상이 감지되었다. $1250^\circ C$ 이상의 온도에서는 환원/침탄이 완료되어 무게 변화가 거의 없으며 Co상과 TaC상으로 이루어진 분말이 얻어진다. $1250^\circ C$ 에서 환원/침탄된 분말은 약 30 nm에서 약 300 nm크기의 입자들로 구성되어 있음을 알 수 있었다.

4. 결론

염수용액의 분무건조, 환원 및 침탄에 의한 초미립 TiC 및 TaC기 복합 분말가 가능하였으며 이는 분무건조/염제거된 복합 산화물 분말 크기의 미세화 및 Co 함유에 의한 침탄 온도의 감소에 기인한 것으로 사료된다.

"본 연구는 과학기술부의 21세기 프론티어연구개발사업의 일환인 '차세대소재성형기술개발사업단'의 연구비 지원으로 수행되었습니다."