

화학기상응축법에 의한 나노크기 WC 분말 합성시 공정변수의 영향
(Effect of Synthesis Parameters for the Nanosized WC Powders prepared
by Chemical Vapor Condensation)

한국기계연구원 김진천, 하국현, 최철진, 김병기

최근 나노미터 크기의 결정립을 가지는 나노분말 및 나노복합분말의 제조와 특성에 관한 연구가 매우 활발하다. 이들 나노복합분말의 제조방법에는 기상증발후 응축법, 화학응축법, 기계적합금법등이 있으나, 고순도 및 균일한 크기분포의 분말과 응집되지 않은 분말의 제조 조건을 가장 잘 만족하는 방법은 화학기상응축법(Chemical Vapor Condensation; CVC)이다. 현재 본 연구그룹에서는 이 CVC방법으로 이용하여 공구/금형재료에 가장 많이 사용되는 WC/Co 합금의 결정립을 nm크기로 극미세화하고자하는 연구를 진행하고 있다. 본 연구에서는 이들 WC/Co합금제조시 가장 중요한 출발분말인 나노크기 WC 분말의 제조 시 반응공정변수의 영향을 조사하고자 하였다.

나노미터 WC분말을 제조하기 위한 전구체는 고상의 금속유기물인 Tungstenhexacarbonyl($W(CO)_6$)을 사용하였으며, 수송기체로는 CO 가스를 사용하였다. 반응기는 수평형의 관상로였으며, 반응온도를 500~1100℃로 변화시키면서 WC분말의 형태 및 크기변화를 조사하였다. 반응기 및 포집기 내부를 대기분위기, 상압의 Ar분위기, $\sim 2 \times 10^{-2}$ torr의 진공분위기로 변화시켜 압력 및 분위기의 영향을 조사하였다. 포집기는 상온 및 액체질소로 냉각한 Chiller을 사용하였다. 형성분말의 상분석은 XRD로 조사하였으며, 형태 및 결정립크기는 TEM로 분석하였다.

반응온도의 영향은 600~1000℃의 온도범위에서 균일한 크기의 분말이 제조되었다. XRD 분석의 결과로 제조된 분말은 상온에서 준안정상인 Hexagonal 구조의 ν -WC_{1-x} 상이었으며, TEM 분석결과 약 30nm이하의 크기를 가졌으며, 그 형태는 등근 4각형의 모양을 지녔다. 감압하에서 진행한 경우 결정립의 크기는 8nm이하를 가졌으며, XRD 주 peak는 매우 broad하게 나타났다.