

화학기상응축법의 합성 조건에 따른 나노구조 WC, WC/Co 분말의 미세구조 변화

Microstructural Changes of Nanosized WC, WC/Co Powders with Process Parameters of Chemical Vapor Condensation Process

한국기계연구원 김진천* · 하국현 · 최철진 · 진미령 · 김병기

1. 서 론

공구/금형 소재에 가장 많이 사용되는 WC/Co 초경합금의 기계적 성질을 향상시키기 위하여 합금의 결정립을 nm 크기로 극미세화 하기 위한 연구가 매우 활발하다. WC/Co 합금은 경질입자인 WC 입자크기와 WC 입자사이의 Co 층의 두께에 따라 기계적 특성이 결정되는데, 특히 입자 크기가 100nm 이하로 극미세해지면 기계적 특성도 급격히 향상되는 것으로 알려져 있다. 나노분말의 제조방법에는 기상증발후 응축법, 화학기상 응축법, 기계적합금법등이 있으나, 고순도 및 균일한 크기분포의 분말과 응집되지 않은 분말의 제조 조건을 가장 잘 만족하는 방법은 화학기상응축법 (Chemical Vapor Condensation; CVC)이다. 본 연구에서는 CVC법을 이용하여 WC, WC/Co 분말을 제조 할때, 합성분말의 크기 및 형상에 미치는 합성온도와 합성분위기의 영향을 연구하고자 하였다.

2. 실험방법

나노미터 WC, WC/Co 분말을 제조하기 위한 텅스텐 전구체는 고상의 금속유기물인 Tungstenhexacarbonyl($W(CO)_6$)을 사용하였으며, Co 전구체는 액상인 Cobalt Carbonyl($Co_2(CO)_8$)을 사용하였다. 수평관상로를 반응기로 사용하였으며, 노내의 온도를 600~1100℃로 변화시키면서 분말을 합성하였다. 반응기 및 포집기 내부를 대기분위기 및 상압의 Ar 분위기, 이송가스를 Ar, CO, O₂가스로 변화시켜 분위기와 이송가스의 영향을 조사하였다. 제조된 분말의 상분석은 XRD로 조사하였으며, 비표면적은 BET 질소흡착법을 이용하여 측정하였으며, 형태 및 결정립크기는 FE-SEM, TEM로 분석하였다.

3. 결과 및 고찰

CO을 이송가스로 사용할 경우 반응온도 600~1000℃의 온도범위에서 검은색의 WC 분말이 제조되었으며, Ar를 이송가스를 사용하면 순수 W 분말을 제조할 수 있었다. BET, TEM 분석결과 WC 분말은 약 30nm, Co는 20nm 이하의 크기를 가졌다. WC 분말은 둥근 사각형의 모양을 지녔으며, Co는 일렬로 길게 결합된 모양을 가졌다.