

## 나노 텅스텐 카바이드 분말의 합성에 미치는 CH<sub>4</sub> 가스의 영향 The Effect of CH<sub>4</sub> Gas on the Synthesis of Nano WC Powders

한국기계연구원 가미다\* · 하국현 · 김병기

### 1. 서 론

WC는 내마모성이 우수하고 고온 경도 및 강도가 뛰어나 절삭공구, 광산공구, 금형 및 롤 소재의 주요 원료로서 폭 넓게 사용되고 있는 재료로 입자 크기 및 조성에 의해 그 특성이 크게 좌우된다. 경질 입자인 WC는 입자 크기가 미세화될수록 경도는 향상되고 인성은 감소하는 경향이 있으나 최근 다른 연구자들의 연구 결과에 의하면 취성이 강한 재료도 입자가 수십 nm 정도로 감소하면 경도와 더불어 인성이 증가될 수 있음을 보고하고 있다.

기상반응법은 1) 원료 물질이 모두 기상 반응을 거쳐 분말이 합성되기 때문에 고순도의 분말을 얻을 수 있고 2) 수십 nm 이하의 분말을 비교적 응집이 적은 상태로 얻을 수 있는 장점이 있다.

본 연구에서는 기상반응법에 의해 나노 WC 분말을 제조하고자 하였으며 이 때 사용되는 CH<sub>4</sub> 가스의 영향에 대하여 고찰하였다.

### 2. 실험방법

실험에 사용된 Precursor는 W(CO)<sub>6</sub>로 별도의 기화부에서 기화시킨 후 Carrier 가스인 수소에 의해 알루미늄 튜브를 사용한 반응로 내부에 주입되었다. W(CO)<sub>6</sub>의 열분해에 의한 분말의 생성을 관찰하고자 불활성 분위기와 분위기 가스로 H<sub>2</sub>/CH<sub>4</sub>가스를 흘려 주었고 이 때 총 가스유량은 600cc/min에 고정시켰으며 CH<sub>4</sub>가스 유량을 15-100cc/min, 반응온도는 400-1400℃까지 변화시켰다.

합성된 분말의 상은 XRD로 분석하고 각각의 조건에 따른 탄소 함량은 LECO Carbon 분석기로 측정하였다. 합성된 분말의 형상과 크기는 FE-SEM과 TEM으로 관찰하였다.

### 3. 결과 및 고찰

불활성 분위기에서 W(CO)<sub>6</sub>이 열분해되면 800℃ 미만에서는 W<sub>2</sub>(C,O)가 생성되고 온도가 증가하면 W이 생성되며 분말의 크기는 약 10-20nm정도이다. W(CO)<sub>6</sub>의 열분해와 동시에 WC를 합성시키고자 반응가스로 H<sub>2</sub>/CH<sub>4</sub> 혼합가스를 흘려 주었다. H<sub>2</sub>는 W(CO)<sub>6</sub>분해시 생성될 수 있는 O와 반응하여 기상 반응시 W와 C의 충돌빈도수를 높일 수 있으며 일반적으로 침탄시 W내로 C의 확산을 촉진하는 것으로 알려져 있다. CH<sub>4</sub>가스는 약 400℃에서 분해가 시작되어 열분해된 기상 W와 반응할 수 있다.

그림 (1)은 CH<sub>4</sub>가스유량이 100sccm일 때, 반응온도가 800-1300℃로 증가됨에 따라서 분말내 카본함량과 XRD상의 WC, W<sub>2</sub>C의 상대강도를 표시한 그래프로써 온도가 높아지면 WC의 상대적인 양은 증가하지만 1200℃ 이상에서 카본함량이 20wt%로 높아지게 된다. 반응온도를 1300℃ 하에서 CH<sub>4</sub>가스 유량을 변화시키면 CH<sub>4</sub>유량이 25sccm일 때 카본함량은 9.31wt%정도이고 이 때 상은 W<sub>2</sub>C,WC로 이루어져 있었다.

이 분말을 1200℃, 2시간동안 헬륨을 흘리며 열처리를 하였더니 순수한 WC가 되었으며, 최종 분말크기는 약 10-20nm이었다(그림 2).

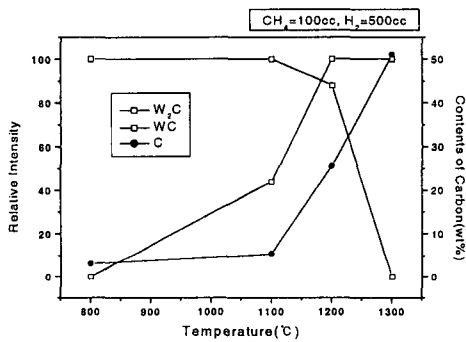


Fig. 1. The XRD relative intensity and carbon contents at CH<sub>4</sub>=12vol%, increasing temperature.

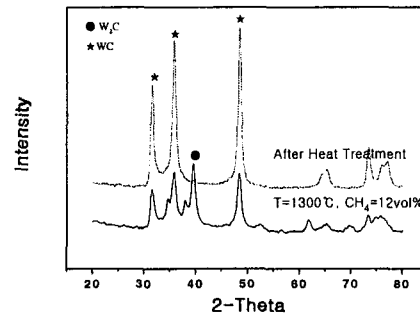


Fig. 2. XRD results shows the formation of pure WC phase after heat treatment.

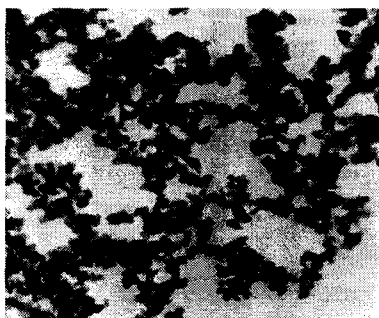


Fig. 3. TEM micrographs of the synthesized powders.