

코발트 첨가가 WC-Co 복합 분말의 합성에 미치는 영향 (The Effect of Cobalt Addition on Synthesis of WC-Co Composite Powders)

울산대 기계부품 및 소재특성평가연구센터 권대환*, 김지순, 권영순
경상대 재료공학부 안인섭,
한국기계연구원 하국현, 김병기

1. 서론

일반적인 초경합금의 제조 방법은 APT(ammonium paratungstate)을 열분해시켜 WO_3 (산화텅스텐)을 얻은 후 수소 환원시켜 얻은 W분말과 탄소 분말을 혼합하여 수소분위기에서 고온($>1400^\circ C$)에서 장시간 동안에 제조한 후 Co분말을 첨가하여 기계적으로 혼합, 분쇄공정을 이용하여 WC/Co분말이 제조되므로, 입자미세화($0.1\mu m$)에 한계가 있고 불순물의 혼입의 가능성이 있어 새로운 제조 방법에 대한 연구가 진행되고 있다. 이러한 관점에서 새로이 개발된 화학적인 제조방법 중의 하나인 분무 건조법은 W와 Co원자들이 균일하게 분산, 혼합되어 있는 W와 Co용액을 이용하여 고순도의 미세한 시초분말을 제조할 수 있는 장점이 있다.

본 연구에서는 화학적인 방법으로 결합제인 Co를 첨가한 복합 분말에 가스 침탄법이 아닌 고체 탄소를 불밀링으로 혼합하여 Co 함량, 침탄 온도 및 침탄 시간에 따른 침탄 거동을 살펴보고, 최종적으로 WC/Co 복합 분말을 제조하고자 하였다.

2. 실험방법

W이 함유된 메타텅스텐산암모늄(AMT, $(NH_4)_6(H_2W_{12}O_{40}) \cdot 4H_2O$)와 Co가 함유된 코발트 질산염($Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$)을 이용하여 최종 조성이 WC-3wt.%Co, WC-10wt.%Co, WC-18wt.%Co가 되도록 칭량한 후 증류수에 용해하였다. 용해된 수용액은 원심분무 건조기로 분무 건조하여 W와 Co성분이 균일하게 혼합된 전구체 분말을 제조하였다. 분무 건조된 분말은 하소 및 환원하였다.

환원된 분말과 하소분말에 탄소를 첨가하여 각각 습식 및 건식 불밀링하였다. 침탄을 위해 사용된 탄소는 카본 블랙이며, 탄소 첨가량은 침탄과정에서 탄소의 손실을 감안하여 WC 화학양론치보다 더 많이 첨가하였다. 직경이 6mm인 WC-6%Co 초경볼을 사용하였고, 볼과 분말의 비를 20:1로 하여 24시간 동안 불밀링하였다. 산화 방지를 위하여 건식 불밀링과 습식 불밀링은 각각 Ar 가스와 n-헥산으로 채웠다.

환원 분말에 탄소를 첨가하여 불밀링한 분말을 수소 유량을 20cc/min하여 침탄하였고, 하소 분말에 탄소를 첨가하여 불밀링한 분말을 수소 유량을 200cc/min으로 하여 침탄 실험을 하였다. 환원 분말은 수소 유량이 크면 탈탄이 일어날 수 있으며, 하소 분말은 환원과 침탄을 동시에 시키기 위하여 수소 유량을 크게 하였다. 정확한 가스 유량을 제어하기 위하여 MKS사의 가스 유량 조절기를 사용하였으며, 관상로는 Inconel 재질의 관을 사용하였다. 침탄 온도는 $800^\circ C$ 에서 $900^\circ C$ 까지 하였으며, 침탄 시간은 6시간까지 변화시키면서 실험하였다.

3. 결과 및 고찰

환원 분말에 탄소를 혼합한 분말과 하소 분말에 탄소를 혼합한 분말을 침탄시켰을 때, Co 함량이 많을수록 침탄 반응의 촉매 효과가 증가로 인하여 $800^\circ C$ 에서 침탄이 완료되는 시간이 감소하는 것을 알 수 있었다. 또한 Co 함량에 관계없이 온도가 증가함에 따라 침탄이 빠르게 진행되는 것을 볼 수 있었다. 침탄 시간에 관계없이 기존의 고상 침탄 온도인 $1400^\circ C$ 보다 훨씬 낮은 온도인 $800^\circ C \sim 900^\circ C$ 에서 침탄이 이루어짐을 확인할 수 있었다.

하소 분말에 탄소를 첨가하여 불밀링한 분말을 침탄시켰을 경우에, Co 함량이 증가함에 따라 침탄된 분말의 입자 크기는 하소 분말의 입자 크기와 밀링 효과에 의한 영향이 복합적으로 작용하여 미세해지는 것을 알 수 있었다.