

Reduction Procedure of TiO₂ in Carbothermal Reduction

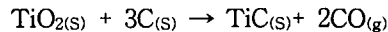
성균관대학교 우영철*, 김득중

1. 서 론

TiC는 고융점(3260℃)과 고강도(32.4Gpa)의 우수한 기계적 성질을 바탕으로 절삭공구용 재료로 많이 사용되고 있고, 또한 각종 기계재료의 코팅용으로도 많이 사용하고 있다. 따라서, 고강도, 내충격성등이 우수한 TiC세라믹스를 제조하기 위해서는 미세구조가 제어된 치밀한 소결체 기술의 확립이 필요하며, 이를 위해서 초미립의 고순도의 나노분체 합성기술 개발과 이를 이용한 초미립 입자들로 이루어진 소결체 개발이 필수적이다. 따라서 본 연구에서는 상업적으로 많이 사용되는 탄소환원(Carbothermal Reduction)법에 의한 TiC를 제조함에 있어, TiO₂와 Carbon의 몰비 및 반응 온도를 변화 시켜 분말을 제조하고, 그 반응과정과 생성물에 대한 물성을 파악하여 고순도의 균일한 나노크기의 TiC분말을 제조하는 연구를 목적으로 한다.

2. 실험방법

평균크기가 40~50nm의 TiO₂분말과 Carbom Resin을 출발 원료로 사용하였다. 원료 분말은 TiO₂와 Carbon을 몰 비율 1:3으로 칭량하여 용매로 메탄올을 사용하여 Si₃N₄ Ball과 함께 Engineering plastic jar에 넣고 Planetary Mill을 사용하여 2시간 동안 습식 혼합하였다. 밀링 후 Rotary Evaporator(70℃)를 이용하여 슬러리를 건조시킨 후 100-Mesh Sieve를 이용하여 Granulation 과정을 거쳐서 조성분말을 제조하였다. 조성분말을 Graphite Crucible에 넣고, 진공로에서 1400~1700℃에서의 온도구간을 시간을 달리하여 Ar 분위기에서 반응을 시켰다. 합성 반응식은 다음과 같이 나타낼수 있다.



제조된 분말은 X선회절분석기(XRD)를 이용하여 상분석을 하였고, 전자현미경(SEM)과 투과전자현미경(TEM)으로 전체적인 분말의 형상을 분석하였다. 그밖에 분말의 표면층의 성분 분석을 위해 X선광전자분광분석기(XPS)를 사용하여 분말의 표면층의 성분분석을 하였고, 레이저 입도분석기(PSD)로 합성된 분말의 입자크기를 측정 하였다.

3. 결과 및 고찰

합성반응을 살펴보면 전체적으로 3단계의 반응이 이루어지는 것을 알 수 있었다.

반응 초기단계에서는 입자들의 뭉침 형태(500nm~1um)를 관찰 할 수 있었고, 이러한 뭉친 입자들을 상분석을 통하여 TiC_xO_y상이 형성 됨을 알 수 있었다.

반응 중간단계에서는 탄소환원(Carbothermal Reduction)과정으로 인하여 크게 뭉쳐진 입자가 분리되는 것을 관찰 할 수 있었고, 비교적 균일한 Size(<150nm)의 TiC_{0.66}상이 형성됨을 알 수 있었다.

반응 최종단계에서는 중간에서 분리된 입자가 성장(>500nm)된 모습을 관찰 할 수 있었고, TiC_{1.0}상이 형성 됨을 알 수 있었다.