

## 기계적 분쇄와 가스 환원법에 의한 극미세 WC/Co 혼합분말 제조 ( Fabrication of The Nanosize WC/Co Mixed Powder by Grinding and Gas Reduction)

한양대학교 김형욱\* , 이완재

### 1. 서론

WC-Co계 초경합금은 경도가 높은 WC입자에 연성이 좋은 Co를 결합함으로써 복합 재료로서 실은 및 고온경도가 우수하고 내마모성이 높아 각종 절삭공구, 내마모성공구 및 고온 고압용 부품등의 구조재료로 오랫동안 사용되어 왔다. 절삭공구와 내마모공구의 수명을 증가시키고 절삭성능과 내마모특성을 더욱 향상시키기 위한 방법으로, 첫째는 WC입자의 조대화를 억제하는 탄화물을 소량첨가하여 물성을 개선하는 방법이다. 둘째는 결합상을 Co대신 Ni나 Fe 등의 철족금속으로 대체하는 방법이다. 셋째는 중착법등으로 인성이 좋은 초경합금에 경질피막을 코팅하여 공구수명을 향상시키는 방법이다. 본 연구에서는 가스반응법에 의한 WC-Co분말을 제조하기 위하여 산화물인  $WO_3$ 와  $Co_3O_4$ 분말을 Ball mill로 혼합한후  $H_2$ 분위기에서 환원시켜 환원시 최적의 조건을 찾고자 하였다. 탄화시 입자성장을 억제하고 환원과 동시에 탄화시키기 위하여 흑연의 첨가량을 변화시켰으며 이때 얻어진 WC-Co분말의 특성을 조사 검토하고자 하였다.

### 2. 실험방법

혼합원료로는 블루W( $WO_3$ , 순도99.5%이상)과 Co산화물( $Co_3O_4$ , 순도99.5%이상)과 흑연을 사용하였다. 혼합은 환원후 WC-15wt%Co의 조성이 되도록  $WO_3$ 와  $Co_3O_4$ 를 칭량하였으며, 최종 분말 100g당 탄소를 0.82mol에서 3.2mol이 되도록 첨가하였다. 각각 유성볼밀기에서 150rpm의 속도로 3시간 동안 볼밀한후 24시간 동안 진공건조하였다. 환원은 관상로에서 30mm(W)×150mm(L)×20mm(H)크기의 stainless steel boat에 30g의 시료를 장입하여 20℃/min의 속도로 200℃까지 승온한 후 1시간 유지하고, 850℃까지는 15℃/min의 속도로 승온한 후 1시간 유지시켰다. 환원 분위기는 수소가스 (99.999%)이고 수소의 유속은 0.5 l/min을 유지하여 흘려보냈다. 이들 분말은 XRD로 환원과 침탄반응 여부를 확인하였다. 환원된 분말의 입자크기는 입도분석기(Fritsch, analysette 22)로 측정하였고, WC-Co의 혼합 상태와 입자의 모양을 SEM으로 확인하였다.

### 3.결과 및 고찰

Fig.1은 온도와 수소유량에 따른 XRD Pattren을 비교하여 나타내었다. 표를 보면 혼합분말의 환원에 영향을 주는 변수로 환원온도와 수소가스의 유량이 된다. 850℃이상의 온도에서도 수소의 유량이 0.5 l/min 미만인 경우 일부  $WO_{2.9}$ 상들이 출현하는 것으로 보아 두 가지 변수 중 더 큰 영향을 주는 것은 수소의 유량으로 고려된다. 환원시킨 분말에서 온도가 낮고 수소유량이 적을 경우  $WO_{2.9}$ 상들이 나타나고 있다.  $WO_{2.9}$  이외의 상은 존재하지 않으며 850℃이상의 온도에서 0.5 l/min의 수소유량의 조건으로, 환원시킨 분말은 WC와 Co상만이 존재한다. 탄소함량이 적을 경우 W상의 피크들이 많이 나타나고, 동일 조건에서 탄소량이 많을 경우 환원이 더 쉽게 일어난다고 생각된다. 흑연의 첨가량이 다를 경우에도 유사한 입도분석 결과를 나타내었으며, 측정된 평균입도는 약 1.87 $\mu$ m으로 조대하게 나타났고, 전형적인 가우시안 분포를 갖고 있다. 환원된 분말의 평균입도가 조대하게 나타난 것은 환원분말의 특성상 응집체를 이루기 때문이라고 생각된다. WC-Co의 혼합상태와 입자의 모양을 SEM으로 관찰한 결과, 2.8mol, 3.0mol, 3.2mol의 흑연을 첨가시킨 경우 각기 유사한 경향을 나타내고 있다. 약 150nm정도의 입자들이 서로 접촉하고 있는 응집체를 형성하고 있다. 이러한 응집체는 Co상들이 WC입자 사이에 연결 고

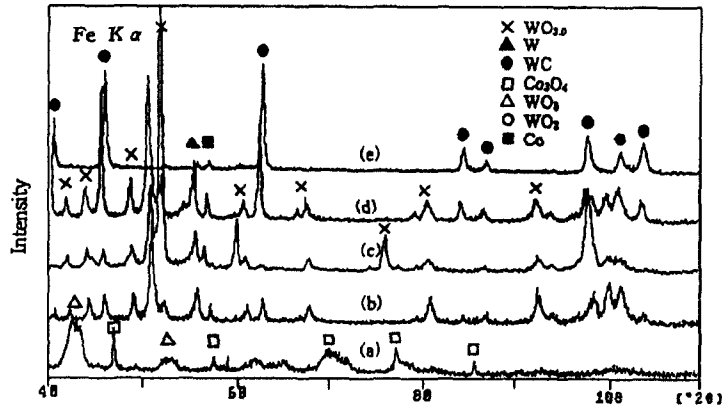


Fig. 1. X-ray diffraction pattern of variant reduction temperature and flux of  $H_2$ .  
 (a) powder mixture  $WO_3-Co_3O_4-C$ , (b) 0.1 t/min at 800°C,  
 (c) 0.3 t/min at 800°C, (d) 0.3 t/min at 850°C, (e) 0.5 t/min at 850°C.

리처럼 존재하기 때문이라고 생각한다. WC입자가 다소 조대하게 성장한 원인은 환원 온도가 높았기 때문에 입자가 성장한 것으로 생각된다. 따라서 입자의 성장을 억제할 원소를 첨가하면 이를 효과적으로 방지할 수 있다고 생각된다.

#### 4.결론

가스반응법에 의해  $WO_3-Co_3O_4$  분말을 환원 및 탄화시켜 얻어진 WC-15wt%Co분말의 특성을 조사 검토하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

- (1) 환원에 영향을 주는 인자는 온도와 수소의 유량으로 850°C에서 수소 유량 0.5/min인 것이 최적조건이고, 수소의 유량이 환원에 더 큰 영향을 미친다.
- (2) WC-15wt%Co 조성이 되도록 W의 탄화는 2.8mol의 흑연을 첨가한 것이 합금중 5.41wt%의 탄소량으로 WC의 5.21wt%에 가장 유사한 값을 보였으며, 탄소가 환원에 영향을 미친다.
- (3) 환원된 분말의 평균 입자 크기는 약 150nm이었다.

#### 5.참고문헌

- 1) Wubeshet Sahle and Sven Berglund : Journal of the Less-Common Metal, 79 (1981) 271-280
- 2) Pekka Rautala and John T. Norton : Journal of Metals, (10) (1952) 1045-1050
- 3) 김태형, 변준, 이재성 : 대한금속학회지, 30(2) (1992) 203
- 4) B. Meredith and D. R. Miler : Powder Metallurgy, 1 (1976) 28-45