

Ta-oxalate 용액을 이용한 나노구조 TaC계 분말 합성 (Synthesis of Nanostructured TaC powders using Ta-oxalate Solution)

한국기계연구원 나노분말재료그룹 *권대환, 홍성현, 김병기

1. 서론

TaC 분말은 초경합금의 내마모성과 내열성이 향상시키기 위한 첨가제, 입자 성장을 억제시키기 위한 입자 성장 억제제 및 장식용 원료로 사용되고 있다. 최근에 초미립 WC-Co계 초경합금이 개발이 되어 상용화되고 있으나, 나노 TaC가 첨가된 초경합금은 개발이 미흡한 실정이다. 또한, 기존의 방법은 고온에서 장시간 동안 제조되므로 TaC 입자 크기의 미세화에는 한계가 있다.

본 연구에서는 나노 TaC계 복합 분말을 제조하기 위하여 Ta 및 Co 염을 혼합한 후에 분무 건조/염제거하여 미세한 복합산화물을 제조하였다. 복합산화물에 고체 탄소를 첨가하여 습식 볼밀링한 후에 수소분위기에서 환원/침탄시켜 나노구조 TaC계 복합 분말을 제조하여 XRD, FE-SEM, TEM 등에 의하여 상변화 및 입자 크기를 분석하고자 하였다.

2. 실험방법

Tantalum oxalate 용액과 Co nitrate[Co(NO₃)₂ · 6H₂O]를 초기 원료로 사용하였다. 최종 조성이 순수한 TaC, 95%TaC-5%Co가 되도록 실험하였다. Tantalum oxalate 용액과 Co nitrate를 각각 칭량하여 증류수에 첨가하였다.

이렇게 준비된 염 수용액은 교반하면서 분무건조기에 용액을 공급하여 분무 건조하였다. 이때 용액의 공급량, 노즐의 회전속도 및 가열된 공기의 유입온도 및 배출구 온도는 각각 20 ml/min, 15,000 rpm, 250℃, 125℃이었다.

500℃에서 2시간 유지하여 염제거된 산화물 분말과 환원/침탄제로 탄소(carbon black)을 첨가하여 회전 속도 120 rpm으로 24시간 볼밀링을 실시한 후 건조하여 분말을 채취하였다.

분무 건조된 분말과 볼밀링된 혼합 분말은 염제거 온도 및 환원/침탄 온도를 설정하기 위하여 각각 TG-DTA 실험하였다.

알루미나 보트속에 밀링된 혼합 분말 9g을 장입하여 고순도 수소를 1000 cc/min의 유량으로 흘려주었다. 10℃/min의 가열속도로 900℃까지 가열하여 2시간 유지한 후에 7℃/min의 가열속도로 최종 환원/침탄온도(900℃~1350℃)까지 가열하여 일정한 시간 유지하여 냉각하였다. 열처리 후 분말의 상변화를 관찰하기 위하여 XRD 분석하였다, 입자 크기는 FE-SEM 및 TEM 분석을 실시하였다.

3. 결과 및 고찰

TaC-5Co 조성에서 900℃에서부터 TaC가 형성되기 시작하였지만, Ta₂O₅가 여전히 존재하였다. 온도가 증가함에 따라 Ta₂O₅는 점점 줄어들고 TaC가 증가하다가 1100℃에서 TaC만 형성되는 것을 관찰할 수 있었다.

“본 연구는 과학기술부의 21세기 프론티어 연구개발 사업의 일환인 ‘차세대소재성형기술개발사업단’의 연구비 지원으로 수행되었습니다.”