신열환원에 의한 나노 TiCN 분말 합성
(Synthesis of nanostructured TiCN powders by novel metallothermic reduction)

한국기계연구원 이동원*, 배정현, 백진호, 김병기

1. 서론 : TiCN 분말은 고강도 세라믹 공구 및 금형의 핵심 원료 분말로 사용되며, 원료분말의 입자 미세화는 최종 제품의 물성 향상에 크게 기여하므로, 더욱 미세한 분말 합성에 대한 연구가 활발히 진행되고 있다. 본 연구에서는 기화된 염화물($TiCl_4$+CCl_4) 가스를 질소 분위기로 보호된 액상 마그네슘과 반응시켜, 염화마그네슘의 형성으로 방출된 Ti 와 C 원자 그리고 질소 가스와의 반응에 의해 초미립 TiCN을 합성시키는 새로운 공정에 대해 소개한다.

2. 실험 방법 : $TiC_{0.5}N_{0.5}$를 목표조성으로 하여, $TiCl_4$ 와 $1/4C_2Cl_4$ 혼합 용액을, 850°C~950°C 의 온도 그리고 질소 분위기로 유지된 액상 마그네슘으로 주입하였다. 이때 용액의 공급 속도는 10~40 g/min. 로 변화 시켰다. 합성 반응 후에는 TiCN, $MgCl_2$ 및 잉여의 Mg 이 혼재 하며 이중 $MgCl_2$ 및 잉여 Mg는 기계식 진공 펌프로 약 900°C에서 3시간 진공 처리하여 제거하였으며, 얻어진 TiCN에서 미세조직, XRD, 성분을 분석하였고, 또한 반응 기구를 열역학 측면에서 고찰하였다.

3. 결과 및 고찰 : 반응 온도가 약 950°C 이상으로 높을수록 그리고 용액 공급속도가 20g/min. 이하로 작아질수록 요구한 최대의 화학양론($TiC_{\sim 0.50}N_{\sim 0.48}$)치를 얻을 수 있었으며, 이때 순도는 약 99%, 그리고 TiCN 입자 크기는 약 50 nm 이었다.

4, 결론 : 신 열환원 공정에 의해 50 nm 급 고순도 TiCN 분말의 합성에 성공하였다.
본 공정의 주요 장점은 ;

1) 이미 널리 상업화된 다공성 티타늄 생산공정을 일부 개량하여 더욱 고 부가가치 적이고 나노구조를 가지는 TiCN 분말을 합성할 수 있는 점,
5) 따라서 기존의 스폰지 티타늄과 유사한 가격과 생산 규모의 대량생산이 가능 한 점,
2) 유사 고융점 화합물 (예 TaC, VC, B_4C, Si_3N_4, WC 등)의 합성이 가능한 점,
4) 환원재로 Mg 합금을 사용해 균일한 초미립 TiC+Ni, Al 혹은 Co 및 WC/Co 등의 초미립 복합분말 합성이 가능한 점을 들 수 있다.