

## 극저온 밀링과 탄화환원법을 이용한 나노 크기의 (Ti,W)(CN)-Ni 분말의 합성

### (Synthesis of nano-sized (Ti,W)(CN)-Ni powder by milling at low temperature and carbothermal reduction)

서울대학교 권한중\*, 강영재, 정진관, 강신후

#### 서론

최근에 많은 연구자들은 기계적 물성이 향상될 수 있는 나노 소결체에 대해 큰 관심을 보이고 있다. 나노 분말 제조 방법으로는 여러 가지가 있으나 분말을 대량 생산하는 데에는 기계적인 방법이 장점이 있고 그 중에서 액화 질소를 이용한 극저온 밀링은 나노 분말을 만드는데 새롭고 아주 효과적이라고 할 수 있다. 절삭공구로 쓰이고 있는 써메트는 Ti(CN)이 기본이 되고 거기에 WC, Mo<sub>2</sub>C, NbC, VC 등의 제 이 탄화물이 첨가된 재료이다. 제 이 탄화물을 넣는 것은 Ti(CN)과 금속상 간 적심성을 높여 소결성을 좋게하고 인성, 열충격에 대한 내성 등의 물성이 향상되는 것을 위한 것이다. 미세조직을 관찰하면 소결 시 WC가 금속상에 녹았다가 다시 석출될 때 녹지 않고 남은 Ti(CN) 주변에 (Ti,W)(CN)의 고용상을 만들면서 둘러싸는 링조적이 형성이 된다. 이런 링조적이 인성을 향상시키는 역할을 하는 것이다. 본 연구에서는 소결 전 분말 상태에서 미리 전체적으로 (Ti,W)(CN)-Ni 고용상 분말을 만들고 이를 극저온 밀링 방법을 통해 나노 크기로 제조하여 물성이 향상된 써메트 소결체를 얻는 것을 목적으로 하였다.

#### 실험방법

(Ti,W)(CN)-Ni 고용상 분말을 만들기 위해서 출발물질로 TiO<sub>2</sub>, WO<sub>3</sub>, graphite, NiO를 사용하였다. 산화물과 graphite를 planetary ball milling으로 기계적 활성화를 통해 활성화에너지를 낮추고 그 뒤에 액화질소를 통한 극저온 밀링을 하여 분말 크기를 작게 만들었다. 모든 밀링 과정이 끝난 후 분말을 컴팩션을 하고 진공로에서 탄화환원과정을 거쳤다. 분말이 합성되었는지는 XRD(M18XHF-SRA, MAC Science Co.) 분석을 통해서 확인하였고 확인 후에는 1510°C에서 1시간동안 소결하여 FE-SEM(JSM-6330F, JEOL)을 통해서 미세조직을 관찰하였다.

#### 실험결과

기계적 활성화 및 극저온 밀링을 통해 초미립 (Ti,W)(CN)-Ni 고용상 분말이 만들어졌다. 극저온 밀링만으로는 완전한 초미립 (Ti,W)(CN)-Ni 분말이 합성되지 않았으며, Planetary ball milling을 통해 기계적 활성화를 거친 후 극저온 밀링을 했을 때 분말이 합성되었다. 극저온 밀링을 통해 기존의 방법에 비해 더 미세한 분말을 만들 수 있었다. Free carbon을 넣지 않고 밀링한 경우에 합성을 완전히 되었으며 1510°C 소결을 통해 소결성을 확인하였다.