

습식 Planetary Mill에 의한 TiC의 기계화학적 합성

Mechanochemical Synthesis of TiC by Wet Grinding in a Planetary Mill

가야AMA(주) 이용희*, 박동규
한국기계연구원 김진천
경상대학교 재료공학부 안인섭

1. 서론

티타늄 카바이드는 경도(31.4GPa) 및 용융점(3065~3257℃)이 높고 전기 저항(60~250 $\mu\Omega$ cm)이 낮으며, 내마모성 및 내침식성이 우수한 재료로서 절삭공구와 내마모용 소재 및 연마재료로서 널리 이용되고 있다.

그중 티타늄 카바이드 공구재료는 초기 원료분말의 품질 및 미세도에 따라 최종 제품의 인성 및 내마모성 등 기계적 특성이 결정되므로 티타늄 카바이드분말을 더욱 미세하고, 경제적이고 품질적으로 제조하기 위한 연구가 활발히 진행되고 있다.

종래 티타늄 카바이드 분말제조 방법으로써, carbothermal, 자전 열반응 소결(self heated reactive sintering), 졸-겔 반응(sol-gel process) 및 가스반응법 등이 개발되었으나, 이들 모두 1800~2200℃의 높은 반응온도와 장시간의 후속 밀링공정이 요구되고, 생산속도가 극히 낮은 점 및 고가의 고순도 초기원료를 사용하는 단점을 가지고 있다.

따라서 본 연구는 이러한 종래의 단점을 극복하고, 극미세의 분말을 제조하기 위해 TiCl₄용액과 Carbon분말로 화학적방법과 기계적방법을 동시에 사용하는 기계화학적방법으로 티타늄 카바이드 분말의 제조하였다.

2. 실험방법

TiC 합성을 위해 고에너지 불밀인 Planetary mill을 이용하였으며, O-ring으로 실링 된 약 300ml의 공구장 용기속에 TiCl₄용액을 Ar분위기의 글로브 박스 안에서 장입하였다.

TiCl₄용액의 Cl기를 제거하기 위해 Mg분말을 환원제로 사용하였고, Carbon분말과 Mg분말은 생성물인 TiC 및 MgCl₂의 최종 합성 비에 맞게 칭량하여 볼과 함께 장입하고 3시간, 4시간 및 5시간동안 600rpm으로 합성하였다. 볼은 WC-Co 볼을 사용했으며, TiCl₄ 혼합물과 볼의 무게 비는 30:1 이었다. 합성된 분말은 무수알콜로 세척하고 거름종이에 거른 뒤 건조하여 최종 합성분말을 얻었다. 합성된 분말의 분석은 XRD와 FE-SEM 장비를 이용하였다.

3. 결과 및 고찰

XRD분석결과 Planetary mill을 이용하여 TiCl₄+C+2Mg 혼합용액을 3시간, 4시간 및 5시간 동안 습식 밀링을 진행함으로써 기계화학적 반응에 의해 티타늄 카바이드 분말을 제조할 수 있었다. 3시간동안 밀링을 진행한 경우 TiC 회절선 피크가 4시간 및 5시간동안 밀링 한 경우보다 상대적으로 intensity가 낮게 관찰되었다. 이러한 결과로부터 TiC합성 시점이 3시간의 밀링시간 부근에서 이루어진 것으로 생각된다. FE-SEM에서 미세형상을 관찰해본 결과 수십 나노크기의 TiC입자들이 agglomerate 되어있었다. 이것은 TiC가 합성되기 전까지 밀링 과정 중 Carbon분말이 분쇄된 상태에서 합성이 이루어져 아주 미세한 TiC입자로 합성되어진 것으로 생각되고, 또한 출발물질로 액상의 TiCl₄를 사용함으로써 얻어지는 결과로 생각되어진다.

4. 결론

Planetary mill을 이용하여 $TiCl_4 + C + Mg$ 혼합용액을 3시간, 4시간 및 5시간 동안 습식 밀링하여 다음과 같은 결론을 얻을 수 있었다.

- Planetary mill을 이용하여 기계화학적 반응에 의해 티타늄 카바이드 분말을 제조할 수 있었다.
- 밀링시간이 3시간 부근에서 합성반응이 시작된 것으로 생각된다.
- 합성된 TiC분말은 수십 나노크기의 입자들이 agglomerate 되어있는 상태였다.