

금속염용액의 분무열분해에 의한 TiC/Co 복합분말 제조

이길근 · 문창민 · 김병기*

부경대학교 공과대학 신소재공학부, *한국기계연구원

Synthesis of TiC/Co Composite Powder by the Spray Thermal Conversion of Metallic Salt Solution

Gil-Geun Lee, Chang-Min Moon and Byoung-Kee Kim*

Division of Materials Science and Engineering, College of Engineering, Pukyong National University,
San 100, Yongdang-dong, Nam-gu, Busan 608-739, Korea

*Korea Institute of Machinery and Materials, 66, Sangnam-dong, Changwon, Kyungnam 641-010, Korea

(Received 9 May 2003 ; Accepted form 18 June 2003)

Abstract In the present study, the focus is on the synthesis of titanium carbide/cobalt composite powder by the spray thermal conversion process using metallic salt solution as the raw materials. Two types of oxide powders of Ti-Co-O system were prepared by the spray drying of two types of metallic salt solutions : titanium chloride-cobalt nitrate and TiO₂ powder-cobalt nitrate solutions. These oxide powders were mixed with carbon black, and then these mixtures were carbothermal reduced under a flowing argon atmosphere. The changes in the phase structure and thermal gravity of the mixtures during carbothermal reduction were analysed using XRD and TG-DTA. In the case of using the titanium chloride-cobalt nitrate solution, it could not be obtained TiC/Co composite powder due to contamination of the impurities during the spray drying of the solution. However, in the case of using the TiO₂ powder-cobalt nitrate solution, TiC-15 wt.%Co composite powder could be synthesized by the spray thermal conversion process. The synthesized TiC-15 wt.%Co composite powder at 1200°C for 2 hours has an average particle size of 150 nm.

Keywords : Spray thermal conversion, Metallic salt, Carbothermal reduction, Titanium oxide, Titanium carbide

1. 서 론

분말야금공정에 의해 제조되고 있는 경질합금(hard metals)은 WC, TiC, TaC, TiCN 등의 경질상과 Co, Ni 등의 연질상이 혼합된 복합구조로서 각종 절삭공구와 금형 등의 원료 소재로서 이용되고 있다¹⁾. 이들 경질합금의 기계적성질은 구성상 및 구성상의 상 비율뿐만 아니라 합금의 미세조직에도 크게 의존한다. 즉 경질합금의 경도, 파괴인성, 마모특성 등은 경질 분산입자의 입자크기와 경질 분산 입자간의 거리에 의존하는 함수로서, 일반적으로 경질상의 입자크기가 작고 이들 입자간의 거리가 짧을수록 우수한 기계적성질을 나타내는 것으로 알려져 있다²⁾. 따라서

분말야금공정에 의해 고품위의 경질합금을 얻기 위해서는 우선적으로 미세한 입자크기를 가지는 경질 입자와 연질입자가 균일하게 혼합된 혼합분말을 제조하여야 한다. 현재 경질합금의 소결용 혼합분말 제조는 일반적으로 원료인 경질입자와 연질입자를 독립적으로 각각 제조한 후 제조된 이들 분말들을 일정 비율로 기계적으로 혼합하는 과정으로 이루어지고 있다³⁾. 따라서 현재의 일반적인 혼합분말 제조공정으로는 각각의 원료분말 제조시에 발생하는 동종(同種) 입자 상호간의 응집 및 기계적 혼합과정에 수반되는 혼합도의 한계성에 의해 제조된 혼합분말을 구성하는 입자들의 입자크기 감소와 혼합의 균일성 향상에는 한계가 있어 왔다⁴⁾.

한편 TiC는 고용점, 고경도, 고탄성계수, 저밀도의 특성을 가져 경질합금의 경질 분산상으로 광범위하게 사용되고 있다. TiC의 제조법으로는 티타늄산화물(TiO₂)의 환원/침탄법⁵⁾, 티타늄의 직접 침탄법⁶⁾, 티타늄염화물의 화학반응법⁷⁾, 고온 연소합성반응법⁸⁾ 등이 제안되고 있으며, 제조방법에 따라 서로 다른 분말입자 특성, 즉 입자크기 분포, 형상, 응집도, 화학순도, 화학당량을 가지는 TiC가 제조되는 것으로 보고되고 있다. TiC는 상업적으로 주로 티타늄산화물을 탄소에 의해 환원/침탄시키는 공정(carbothermal reduction process)^{5,9)}에 의해 제조되고 있으나, TiC 합성을 위해 일반적으로 1300°C 이상의 고온이 요구되어 합성된 TiC 입자 상호간의 응집이 발생하여 입자크기가 조대화되는 문제점을 가지고 있다. 그러나, 고온에서 안정한 제2상 입자가 티타늄산화물 입자와 균일 혼합된 혼합분말을 사용하여 환원/침탄시키면, 고온에서의 TiC 합성시 합성된 TiC 입자 상호간의 응집을 최소화할 수 있으리라 판단된다.

본 연구에서는 TiC 입자 상호간의 응집을 최소화시키는 제2상 입자로서 경질합금의 연질 상으로 사용하고 있는 코발트(Co)를 선정하여, 구성성분들의 원자, 분자 상태에서 혼합이 가능한 분무열분해 공정¹⁰⁾을 사용하여 티타늄(Ti)과 코발트(Co) 성분이 균일 혼합된 Ti-Co-O계 복합산화물 분말을 제조한 후, 이 복합산화물 분말의 환원/침탄(carbothermal reduction)에 의한 TiC/Co 복합분말의 제조 가능성을 검토하였다.

2. 실험 방법

티타늄과 코발트성분이 균일 혼합된 복합산화물 분말을 분무열분해법으로 제조하기 위한 초기원료로서 티타늄의 원료로는 titanium chloride(TiCl₃, Sigma-Aldrich Co.)와 TiO₂ 분말(Nanotech Co., Ltd)을, 코발트의 원료로는 cobalt nitrate(Co(NO₃)₃·6H₂O, Sigma-Aldrich Co.)를 각각 사용하였다. Titanium chloride와 cobalt nitrate는 각각 액체와 수용성의 고체 상태이며, TiO₂는 비수용성의 평균 입자크기 약 50 nm를 가지는 anatase 결정구조의 분말 상태이다. 티타늄의 원료로서 수용성의 금속염과 비수용성의 분말을 사용한 것은 초기 원료의 상태가 분무열분해공정에 미치는 영향을 알아보기 위해서이다. Titanium chloride와 cobalt nitrate를 환원, 침탄 후 최종 조성

이 TiC-15wt.%Co 조성이 되도록 1500 ml의 증류수에 녹인 후 이 수용액을 스테인레스제 회전식 노즐이 장착된 분무건조기를 이용하여 대기 분위기 중에서 분무건조하였다. 이 때 분무 열풍의 온도는 250°C, 노즐의 회전속도는 11,000 r.p.m., 용액의 유량은 20 cc/min로 일정하게 하였다. 분무건조 후 분무건조된 전구체 분말을 대기 분위기의 800°C로 가열하여 전구체 분말내의 염 성분을 제거하였으며, 염제거 후 불필을 이용하여 염이 제거된 분말과 carbon black (평균입자크기 : 0.5 μm)을 24시간 균일 혼합하여 혼합분말을 제조하였다. 이 때 carbon black 혼합비는 염제거 후에 생성된 상이 carbon에 의해 환원, 침탄되어 TiC-15 wt.%Co를 형성하는데 필요한 carbon 양의 100%로 하였다. 또한 cobalt nitrate가 녹아 있는 수용액에 환원, 침탄 후 최종 조성이 TiC-15 wt.%Co 조성이 되도록 TiO₂ 분말을 현탁시킨 후, 이 현탁액을 전술한 분무건조조건, 염제거 조건 및 혼합조건으로 각각 분무건조, 염제거, 혼합하여 carbon black이 혼합된 산화물 혼합분말을 제조하였다. 이와 같이 서로 다른 티타늄원료를 사용하여 각각 제조된 두 종류의 혼합분말을 각각 아르곤가스 분위기 중에서 1400°C까지 열처리하면서 승온에 따른 무게변화를 TGA를 이용하여 계속하였다. 또한 TGA의 결과를 바탕으로 하여 튜브 로를 이용하여 아르곤가스 분위기 중에서 소정의 온도(800~1200°C)에서 소정의 시간(30분~2시간) 열처리하였다. 이 때 아르곤가스의 유량은 200 cc/min로 일정하게 하였다. 열처리 후 XRD, XRF 분석 및 SEM 관찰하여 열처리에 따른 상(phase) 및 입자의 변화를 검토하였다.

3. 결과 및 고찰

그림 1에 초기원료로서 titanium chloride(TiCl₃)와 cobalt nitrate(Co(NO₃)₃·6H₂O)를 사용하여 분무건조된 전구체 분말과 초기원료로서 TiO₂ 분말과 cobalt nitrate를 사용하여 분무건조된 전구체 분말들의 분말내에 존재하는 염성분(N, Cl)을 제거하기 위하여 대기 중에서 열처리시 열처리 온도에 따른 전구체 분말의 무게분율의 변화를 각각 나타내었다. 무게분율은 초기의 분말무게에 대한 임의의 온도에서의 분말의 무게비를 나타낸다. 초기원료로서 titanium chloride와 cobalt nitrate를 사용하여 분무건조된 전구체 분

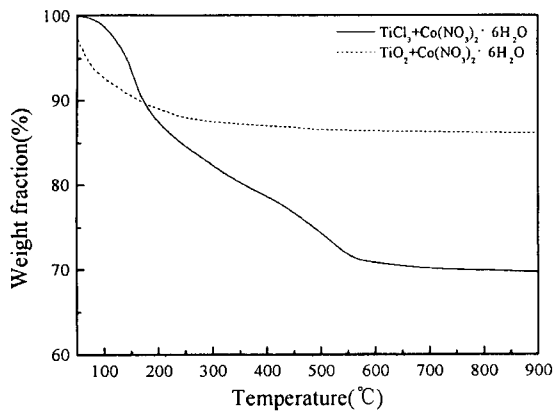


Fig. 1. Change in the weight fraction of the spray dried powder with temperature during desalting heat treatment in the air atmosphere.

말은 대기 중에 가열시 150~200°C 부근에서 급격한 무게 감소가 시작되어 약 600°C까지 무게 감소가 계속되고 600°C 이상에서는 무게 감소가 포화되는 것을 알 수 있다. 초기원료로서 TiO_2 분말과 cobalt nitrate를 사용한 경우에는 상온~250°C 사이에 급격한 무게 감소가 일어나고 약 450°C까지 무게가 약간 감소한 후 그 이상의 온도에서는 큰 무게변화가 없는 것을 알 수 있다. 이러한 무게분율의 변화는 분무건조공정 중에 전구체 분말 내에 포함되어 있는 염성분(Cl, N)과 수분성분의 휘발에 의한 무게감소 및 금속성분(Ti, Co)의 산화에 의한 무게증가를 모두 포함하는 것으로 무게분율의 변화가 포화를 나타내는 것은 이러한 반응들이 포화상태에 이른 것을 의미한다. 그림 1에서 알 수 있는 바와 같이 염제거 과정 중에 분말의 무게가 감소하는 것으로 보아 염과 수분성분의 휘발에 의한 무게감소가 금속성분의 산화에 의한 무게증가보다 현저함을 알 수 있다. 또한 초기 원료로서 TiO_2 분말과 cobalt nitrate를 사용한 경우에는 약 250°C 이상에서는 분말 무게에 큰 변화를 나타내지 않고, 초기원료로서 titanium chloride와 cobalt nitrate를 사용한 경우에는 약 600°C 이상에서 분말 무게에 큰 변화를 나타내지 않아, cobalt nitrate 중의 염성분(N)은 약 250°C 이하에서 제거가 되고 titanium chloride 중의 염성분(Cl)은 250~600°C 구간에서 제거가 되는 것으로 생각된다. 한편 분말 중에 Cl, N 등과 같은 염성분이 잔존하게 되면 후속되는 환원/침탄공정에 있어서의 환원, 침탄 분위기 형성에 좋지

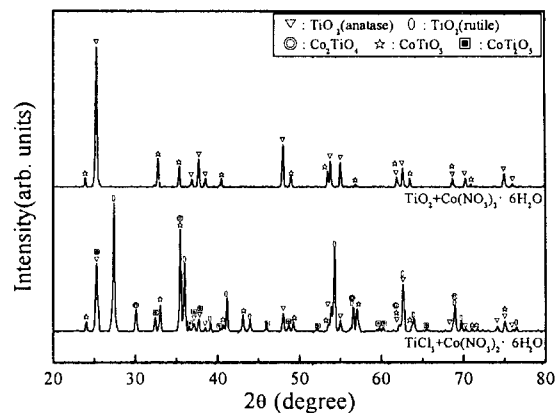


Fig. 2. X-ray diffraction patterns of the desalted powders for the various raw materials.

않은 영향을 미칠 것으로 생각된다. 따라서 금속염을 사용하는 분무열분해공정에 의해 금속 혹은 탄화물 분말을 제조하는 경우에는 분무건조 후에 염성분을 충분히 제거해 주어야 할 것으로 판단되어, 본 연구에서는 대기 중에서 염제거시 무게분율 변화에 포화를 나타내기 시작하는 온도보다 높은 온도인 800°C를 염제거 온도로 선택하였다.

그럼 2에 분무건조 후 800°C에서 2시간 동안 염을 제거한 분말의 XRD 회절패턴을 나타내었다. 초기원료로서 titanium chloride와 cobalt nitrate를 사용한 경우에는 염제거 후에 rutile- TiO_2 , anatase- TiO_2 , Co_2TiO_4 , CoTiO_3 및 CoTi_2O_5 의 회절피크가 관찰되어, 원료 중의 티타늄성분은 주로 TiO_2 의 형태로 존재하고 코발트성분은 주로 티타늄과의 복합화물 형태로 존재함을 알 수 있다. 한편 초기원료로서 TiO_2 분말과 cobalt nitrate를 사용한 경우에는 염제거 후에 anatase- TiO_2 와 CoTiO_3 의 회절피크만이 관찰되어, 초기 원료로서 titanium chloride를 사용한 경우보다 단순한 구성성분간의 화학변화를 나타내었다. 특히 염제거 후의 TiO_2 결정구조가 초기원료인 TiO_2 의 결정구조와 같은 anatase 결정구조를 가지고 있어, 염제거 과정 중에 TiO_2 의 상변태 없이 TiO_2 의 일부가 Co와 반응하여 미량의 CoTiO_3 복합화물을 형성하는 것을 알 수 있다. 이와 같이 초기원료의 일부 혹은 전부를 금속염을 사용하여 분무건조된 전구체 분말은 대기 분위기에서의 염성분 제거과정을 거치는 동안 Ti-Co-O계 산화물 분말로 변환되는 것을 확인할 수 있었다.

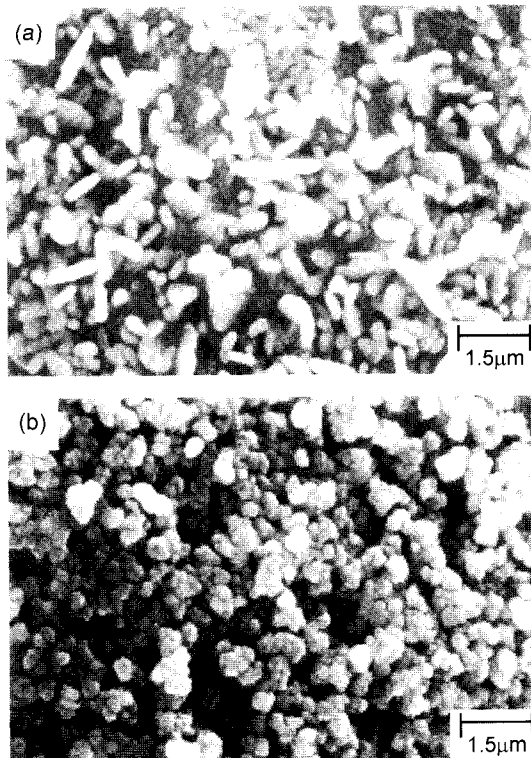
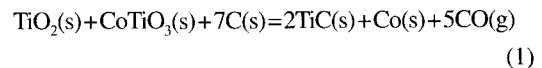


Fig. 3. SEM micrographs of the desalted powders prepared using the (a) $\text{TiCl}_3+\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ and (b) $\text{TiO}_2+\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ solutions.

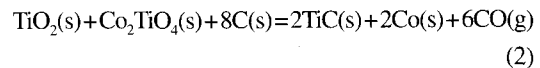
그림 3에 초기원료를 달리하여 분무건조한 후 800 °C에서 2시간 동안 염을 제거한 분말의 SEM 사진을 나타내었다. 초기원료로서 titanium chloride와 cobalt nitrate를 사용한 경우(그림 3a)에는 평균 입자크기 약 300 nm를 가지는 입자들이 형성되어 있고, 초기원료로서 TiO_2 분말과 cobalt nitrate를 사용한 경우(그림 3b)에는 평균 입자크기 약 300 nm의 입자들이 약한 응집체를 형성하고 있는 것을 알 수 있다. 초기원료로서 titanium chloride와 cobalt nitrate를 사용하여 액체-액체 혼합 상태에서 출발한 경우가 초기원료로서 TiO_2 분말과 cobalt nitrate를 사용하여 고체-액체 혼합 상태에서 출발한 경우보다 구성 성분간의 미세 균일 혼합이 가능하여 염제거 후에 보다 미세한 산화물 입자의 형성이 가능하리라 생각 하였으나, 염제거 후에 형성되는 산화물 입자의 크기는 예상과 달리 초기원료의 상태에 크게 의존하지 않는 경향을 나타내었다. 이것은 본 실험에서 사용한 고체 TiO_2 분말의 평균 입자크기가 약 50 nm로서, 일반적으로 염

용액의 분무열분해 공정에 의해 제조되는 전구체 분말의 1차 입자크기⁽¹¹⁾ 보다 작은 크기를 가졌기 때문으로 판단된다.

초기원료로서 titanium chloride와 cobalt nitrate를 사용한 경우에는 염제거 후에 TiO_2 , Co_2TiO_4 , CoTiO_3 , CoTi_2O_5 상이 관찰되고, 초기원료로서 TiO_2 와 cobalt nitrate를 사용한 경우에는 TiO_2 와 CoTiO_3 상이 관찰되었다. 이와 같이 두 종류 이상의 산화물로 구성된 혼합산화물의 환원, 침탄 반응에 필요한 carbon양을 산출하기 위해서는 혼합산화물을 구성하는 각 산화물들의 정확한 혼합비를 알아야 한다. 초기원료로서 TiO_2 분말과 cobalt nitrate를 사용한 경우에는 첨가한 Co가 모두 CoTiO_3 형태로만 존재하여, 혼합산화물을 구성하는 TiO_2 와 CoTiO_3 의 혼합비를 추산하여 환원, 침탄에 필요한 carbon 양을 산출할 수 있다. 즉 혼합산화물 내에는 환원, 침탄 후 최종 목적 조성이 $\text{TiC}-15 \text{ wt.}\% \text{Co}$ 가 되도록 Ti과 Co가 존재하므로, 혼합산화물은 Ti, Co 및 O로만 이루어져 있다고 가정하면 이러한 Ti과 Co의 존재 양으로 부터 일정한 양의 혼합산화물을 구성하는 TiO_2 와 CoTiO_3 의 구성비를 추산할 수 있다. 따라서 추산된 일정한 양의 혼합분말내의 TiO_2 와 CoTiO_3 의 구성비로부터 식 (1)의 환원, 침탄 반응식을 이용하여 환원, 침탄에 필요한 carbon 양을 산출할 수 있다.



그러나 초기원료로 titanium chloride와 cobalt nitrate를 사용한 경우에는 Co가 Co_2TiO_4 , CoTiO_3 , CoTi_2O_5 로 존재하여 전술 한 것과 같은 방법으로는 환원, 침탄에 필요한 carbon 양을 단순히 산출하기는 곤란하다. 따라서 이 경우에는 Co는 XRD 회절피크(그림 2)에서 Co와 관련하여 가장 높은 상대 강도비를 나타낸 Co_2TiO_4 의 형태로만 존재한다고 가정하고, 전술한 방법과 같은 방법으로 식 (2)을 사용하여 환원, 침탄에 필요한 carbon 양을 산출하였다.



산출 결과 식 (1)의 반응을 완전히 만족시키기 위해서는 산화물 분말 1 g 당 0.4091 g의 carbon이 필요하고 식 (2)의 반응을 완전히 만족시키기 위해서는

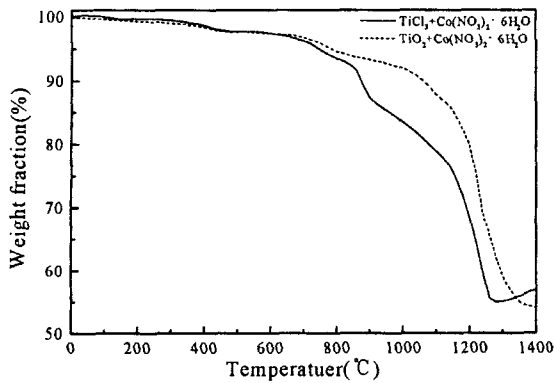


Fig. 4. Change in the weight fraction of the mixtures of desalted powder and carbon black with temperature during carbothermal reduction.

산화물 분말 1 g 당 0.4097 g이 필요할 것으로 추산되었다. 본 실험에서는 혼합과 열처리에 있어서의 carbon 성분의 손실을 무시하고 식 (1)과 식 (2) 반응을 만족시키는데 필요한 carbon양에 해당하는 carbon black을 염이 제거된 산화물 분말과 각각 혼합하였다.

그림 4에 서로 다른 초기원료를 사용하여 제조된 두 종류의 Ti-Co-O계 산화물 분말과 carbon black을 전술한 혼합비에 기초하여 각각 혼합한 혼합분말을 아르곤 가스 분위기 중에서 열처리시 열처리 온도에 따른 각각의 혼합분말의 무게분율의 변화를 나타내었다. carbon black이 혼합된 혼합분말이 식 (1)과 식 (2)에 따라 환원/침탄이 완료되면 초기원료로서 titanium chloride와 cobalt nitrate를 사용한 경우에는 무게분율이 53.57%, 초기원료로서 TiO_2 분말과 cobalt nitrate를 사용한 경우에는 무게분율이 53.59%를 각각 나타내어야 한다. 그러나 그림 4에서 알 수 있는 바와 같이 1400°C까지의 환원/침탄시 최소 무게분율은 초기원료로서 titanium chloride와 cobalt nitrate를 사용한 경우에는 약 57.11%, 초기원료로서 TiO_2 분말과 cobalt nitrate를 사용한 경우에는 약 54.04%를 나타내어, 1400°C까지의 단순 승온 열처리 과정에서는 산화물 분말들의 환원/침탄이 완료되지 않을 것으로 추정된다. 한편 사용한 초기원료에 따라 환원/침탄시의 무게분율의 변화경향에는 조금의 차이는 있으나, 두 가지의 경우 모두 약 900°C와 1150°C 부근에서 혼합분말의 현저한 무게감소 현상이 관찰되어, 이 온도 부근에서 현저한 환원/침탄

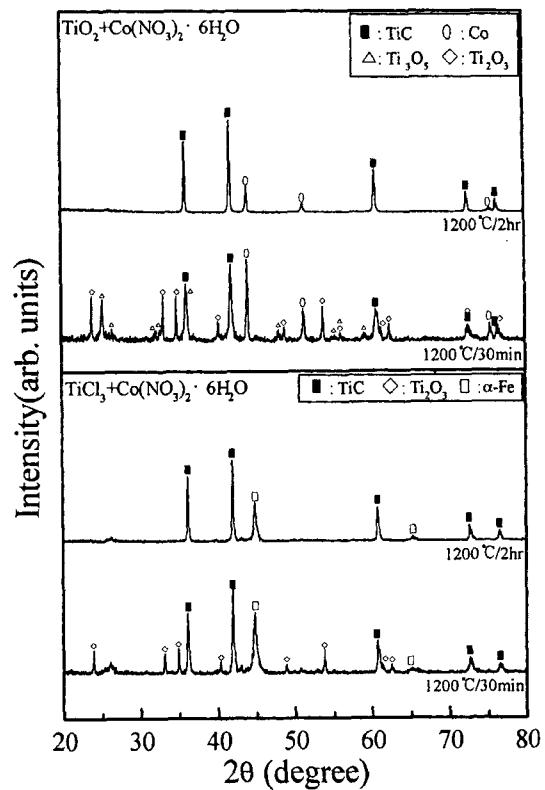


Fig. 5. X-ray diffraction patterns of the carbothermal reduced powder for the various raw materials.

반응이 일어남을 알 수 있다. 특히 1150°C 부근에서는 무게 감소가 급격하게 일어나, 1150°C 부근에서 급격한 환원/침탄반응이 일어날 것으로 판단된다.

그림 5에 급격한 환원/침탄반응이 시작될 것으로 판단된 1150°C 보다 조금 높은 온도인 1200°C에서 30분, 2시간 동안 각각 열처리한 분말의 XRD 회절 패턴을 나타내었다. 초기원료로서 titanium chloride와 cobalt nitrate를 사용한 경우에는 1200°C에서 30분 열처리한 후에는 TiC, Ti_2O_3 , α -Fe에 해당하는 회절 피크가 관찰되고, 1200°C에서 2시간 열처리한 후에는 TiC와 α -Fe의 회절피크가 관찰되었다. 초기원료로서 TiO_2 분말과 cobalt nitrate를 사용한 경우에는 1200°C에서 30분 열처리한 후에는 TiC, Ti_3O_5 , Ti_2O_3 , Co의 회절피크가 관찰되고, 1200°C에서 2시간 열처리한 후에는 TiC와 Co의 회절피크만이 관찰되었다. 티타늄의 원료로서 titanium chloride를 사용한 경우에 Co에 해당하는 회절피크 대신에 α -Fe에 해당하는 회절피크가 관찰되는 것은 분말 제조과정 중의 불순물

혼입에 의한 것으로 판단되어, 각 제조공정 단계에서 제조된 분말의 성분을 XRF를 이용하여 분석하였다. 그 결과 분무건조 후에 약 10 wt.%Fe, 3 wt.%Cr, 1 wt.%Ni에 해당하는 불순물이 검출되어, 티타늄의 원료로서 titanium chloride를 사용하는 경우에는 금속염 수용액의 분무건조 단계에서 다량의 불순물이 혼입되는 것을 알 수 있었다. 분무건조단계에서의 이러한 불순물의 혼입은 분무건조된 분말에서 37.9 wt.%에 해당하는 Cl이 검출되어 titanium chloride 수용액 중의 염소(Cl)성분에 의한 분무건조기의 스테인레스제 노즐의 부식에 기인하는 것으로 판단된다. 염소(Cl)성분의 부식작용에 의해 혼입된 불순물 Fe는 그림 2의 XRD 분석 결과에서는 관찰되지 않았으나, 염제거 후에 산화물상태로 염이 제거된 분말내에 존재하게 되고 환원/침탄과정에서 환원되어 Co와 고용체를 형성¹²⁾하게 되어 XRD 회절 패턴에는 Co 대신에 α -Fe의 회절 피크가 관찰되어 지는 것으로 판단된다. 한편 티타늄의 원료로서 TiO_2 분말을 사용한 경우의 분무건조된 분말에서는 XRF를 이용한 분석 범위내에서는 Fe 불순물이 검출되지 않았다. 따라서, titanium chloride를 티타늄의 원료로 사용하는 경우에는 금속염 중의 염소(Cl) 성분에 의한 공정 장비의 부식에 수반되는 불순물 혼입문제를 해결하여야 할 것으로 생각된다. 한편 티타늄의 원료로서 TiO_2 분말을 사용한 경우에는 1200°C에서 2시간 환원, 침탄시킴으로서 목적으로 하는 TiC/Co 복합분말을 얻을 수 있었다. TiC 회절피크로부터 계산된 TiC의 격자정수는 약 4.3182 Å로 이론값¹³⁾인 4.3274 Å

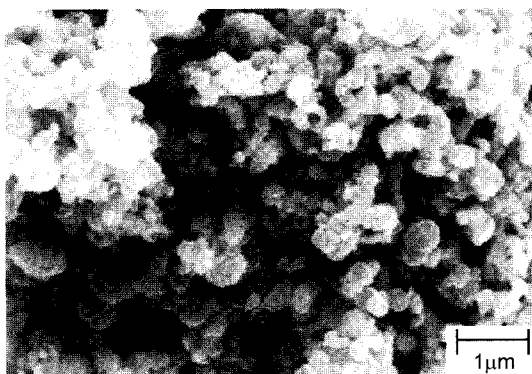


Fig. 6. SEM micrograph of a TiC-15 wt.%Co composite powder synthesized by the spray thermal conversion process.

과 비슷한 값을 나타내었다.

그림 6에 초기원료로서 TiO_2 분말과 cobalt nitrate를 사용하여 제조된 산화물 분말을 1200°C에서 2시간 환원, 침탄하여 제조된 TiC/Co 복합분말의 SEM 사진을 나타내었다. 사진에서 알 수 있는 바와 같이 평균 입자크기 약 150 nm의 입자들이 약하게 응집되어 있는 것을 알 수 있다. 이와 같이 초기원료로서 TiO_2 분말과 cobalt nitrate를 사용하여 분무열분해공정에 의해 평균 입자크기 약 150 nm를 가지는 TiC/Co 복합분말을 제조할 수 있음을 알 수 있다.

4. 결 론

금속염용액을 초기원료로 사용하는 분무열분해공정을 이용한 TiC/Co 복합분말의 제조 가능성을 검토하여 다음과 같은 결론을 얻을 수 있었다.

- 1) 초기원료로서 titanium chloride와 cobalt nitrate를 사용한 경우에는 스테인레스제 노즐을 사용한 분무건조 단계에서 titanium chloride 중의 염소(Cl)성분의 부식 작용에 의해 Fe, Cr 등의 다량의 불순물이 혼입되어 목적으로 하는 TiC/Co 복합분말을 얻을 수 없었다.
- 2) 초기원료로서 TiO_2 분말과 cobalt nitrate를 사용한 경우에는 TiO_2 와 $CoTiO_3$ 가 혼재된 복합 산화물을 제조할 수 있었으며, 이 복합 산화물을 carbon black을 이용하여 환원/침탄 시킴으로서 목적으로 하는 TiC-15 wt.%Co 복합분말을 얻을 수 있었다.
- 3) 초기원료로서 TiO_2 분말과 cobalt nitrate를 사용하여 분무열분해공정에 의해 1200°C에서 2시간 동안 환원/침탄되어 제조된 TiC-15 wt.%Co 복합분말은 약 150 nm의 평균 입자크기를 가지고 있었으며, 제조된 TiC의 격자 상수는 약 4.3182 Å를 나타내었다.

감사의 글

본 연구는 과학기술부의 21세기 프론티어연구개발 사업의 일환인 “차세대소재성형기술개발사업단”의 연구비 지원으로 수행되었습니다.

참고 문헌

1. M. H. Kong, S. K. Hwang and W. L. Park: J. of the

- Korean Inst. of Met. & Mater., **34** (1996) 270.
2. I. Kiyokata, I. Hiraomi, S. Takeshi and K. Katsuya: J. of the Japan Society of Powder and Powder Metallurgy, **47** (2000) 1247.
 3. K. J. A. Brookes: *World Directory and Handbook of Hardmetals and Hard Materials* 6th ed., International Carbide Data, Hertfordshire (1996) 21.
 4. K. J. A. Brookes: *ibid.*, 37.
 5. R. Koc and J. S. Folmer: J. Mater. Sci., **32** (1997) 3102.
 6. R. Pampuch and L. Stobierski: Ceramics International **17** (1991) 71.
 7. R. Koc: J. Mater. Sci., **33** (1997) 1049.
 8. B. S. Kang, C. W. Won and B. S. Chen: J. of the Korean Inst. of Met. & Mater., **31** (1993) 1309.
 9. R. Koc: J. of European Ceramic Society, **17** (1997) 1309.
 10. H. S. Nalwa: *Handbook of Nanostructured Materials and Nanotechnology*, Vol. 1, Academic Press, San Diego (2000) 23.
 11. G. G. Lee, G. H. Ha and B. K. Kim: Powder Metallurgy, **43** (2000) 79.
 12. T. B. Massalski: *Binary Alloy Phase Diagrams*, Vol. 1, American Society for Metals, Ohio (1986) 764.
 13. Y. Gotoh, K. Fujimura, M. Koike, Y. Ohkoshi, M. Nagura, K. Akamatsu and S. Deki: Materials Reserch Bulletin, **36** (2001) 2273.