

B-19

FeO, TiH₂, Carbon 원료분말을 이용한 Fe-TiC 나노 복합분말 제조 및 소결

안기봉, 김지순^{1,†}(주)지아이엘, ¹울산대학교 첨단소재공학부
(jskim@ulsan.ac.kr[†])

Fe계 TiC 합금은 미량의 합금원소를 첨가시켜 경화능, 내식성, 내마모성 성질을 개선한 특수 공구용 재료로서 현재 절삭, 내마모성, 광산, 금형재료 등의 분야에 널리 사용되고 있다. 금속과 세라믹의 복합재료인 초경합금은 비열처리용 공구강으로 WC, TiC 등의 4, 5, 6족 금속탄화물에 Co, Ni, Fe등의 철족이 결합금속으로 소결한 복합재료로 WC-Co계 초경합금이 주종을 이루고 있으나, 전략 소재로서 고가인 Co 원료를 대체하기 위한 재료로서 초경재료의 고경도와 공구강의 경제성 및 가공성의 장점을 이용한 Fe-TiC계 초경합금의 연구가 다양하게 진행되고 있다. 본 연구에서는 Fe기지에 서브마이크론 크기의 미세한 TiC 입자가 균일하게 분산된 Fe-TiC 복합분말을 경제적으로 제조하기 위해 순수한 Fe, Ti 원료분말에 비해 단가가 낮고 미세 분쇄가 용이한 FeO, TiH₂ 분말을 고에너지 밀링 후 반응열처리 시키는 유사 기계화학적 공정을 시도하였다. 조성비 Fe-30wt%TiC 복합분말을 제조하기 위해 마이크론(micron) 크기의 FeO, TiH₂, C 분말을 사용하였고, 1단계로 FeO와 C를 고에너지 밀링으로 혼합 후 반응시켜 환원시키는 공정과 2단계로 이렇게 환원된 분말과 TiH₂를 고에너지 밀링으로 다시 혼합, 분쇄한 후 반응열처리 하는 두 단계 공정을 사용하였다. FeO의 환원 단계에서는 700~1,000°C 온도 범위에서 1시간 유지하였고, 고에너지 밀링 시 밀링시간, 회전속도를 변수로 두고 실험하였다. 환원된 분말은 수평관상로를 이용해 아르곤분위기에서 1,000~1300°C까지 1시간 유지하여 반응열처리시켜 Fe-TiC 복합분말을 제조하였다. 준비된 복합분말을 XRD와 FE-SEM, EDS, 입도분석기(LPSA) 등을 이용해 분말의 형태와 특성, 상, 조성, 입도, 분산도 등을 조사하였다. 제조된 Fe-TiC 나노복합분말을 방전플라즈마소결(SPS) 과 상압소결 실험을 진행하였다. Fe-TiC 복합분말 제조공정의 첫 번째 단계인 FeO의 환원반응은 800°C 이상의 온도에서 Fe로 환원이 진행됨을 확인하였다. 두 번째 단계인 반응열처리공정에서는 1,000°C 이상에서 TiC가 형성됨을 XRD 상분석을 통해 확인할 수 있었고, 1,100°C 이상의 온도에서 반응열처리를 했을 때 XRD 분석결과와 산소 조성 분석 결과로부터 반응의 완결성과 온도에서 최적 온도 조건임을 확인하였다. 온도를 1,300°C로 증가시킬 경우 반응의 완결성에 큰 변화가 없는 반면 분말입자간의 목형성이 일어나 가소결 되는 것을 FE-SEM을 통해 관찰하였다. 또한 최적조건으로 제조된 Fe-TiC 복합분말의 입도분석과 FE-SEM/EDS 관찰/분석을 시행한 결과 평균 입도 0.6 μm의 미세한 Fe-TiC 복합분말 내에 Fe분말 주변과 내부에 나노크기의 TiC입자가 균일하게 분산되어 존재하는 것을 확인하였다.

Keywords: FeO, TiH₂, Fe-TiC, 고에너지밀링, 방전플라즈마소결