

화학기상응축법에 의한 TiO₂ 나노분말의 합성 (Synthesis of TiO₂ Nano Powder by Chemical Vapor Condensation)

한양대 유지훈*, 김신영, 이재성

1. 서론

기상을 통한 나노분말 합성공정은 고순도의 무응집화된 분말을 대량으로 제조할 수 있다는 점에서 경제적·산업적 적용가능성이 크다¹⁾. 특히, 화학기상응축(chemical vapor condensation, CVC)법²⁾은 전구체(precursor)를 기상에서 분해·응축시켜 수 나노미터 이하의 분말을 합성하는 방법으로서, 단일성분 뿐만아니라 복합계의 금속, 세라믹, 고분자 등에 이르기까지 다양한 재료에 대해 적용할 수 있으며, 다른 기상응축법에 비해 수율이 높은 장점이 있다.

본 연구는 알콕사이드계 전구체를 사용하여 CVC공정으로 합성된 TiO₂ 나노분말의 특성에 관한 연구로서, CVC 공정에 대한 개념의 이해와 합성된 분말의 특성에 대해 중점적으로 조사하였다.

2. 실험방법

전구체인 Titanium(IV) isopropoxide[Ti(OC₃H₇)₄, 융점 116℃]를 250℃에서 기화시켜, carrier gas(He, 99.999%, 1slm), oxidant(O₂, 99.999%, 1~2slm)와 함께 반응관(hot wall reactor, 30Φ 석영관) 내로 0.376~0.742 ml/min. 속도로 주입하였다. 반응관을 통과하면서 열분해된 기체는 산화와 동시에 TiO₂ cluster를 형성하고, 이어 핵생성/성장과정을 통하여 나노입자를 형성한다. 이때 반응관 내부의 온도는 1000℃였으며, 압력은 10 mbar를 유지하도록 하였다. 합성된 TiO₂ 분말은 반응관과 길게 연결된 석영관 내부에서 응축되었다. 응축관 길이에 따라 부위별로 분말을 포집하였고, 포집분말의 특성은 LPA, BET, XRD 및 TEM을 이용하여 입도, 상변화 및 미세구조 등을 관찰하였다.

3. 실험결과 및 토론

합성된 TiO₂ 분말을 XRD로 상분석한 결과, 미량의 rutile이 혼합된 anatase로 이루어져 있었다. LPA와 BET, XRD를 이용한 입도분석에서는 분석방법에 따라 서로 다른 입도를 나타내었으나, 이들 결과들을 종합·분석해 보면 10~20nm 정도의 평균크기를 갖는 TiO₂ 분말들이 아주 약하게 결합된 응집체를 이루고 있었다. 응축부위별로 분석한 입도는 뚜렷한 차이를 보이고 있지 않았다. TEM을 이용하여 관찰한 미세구조는 수~20nm 크기의 각진 TiO₂ 분말들이 서로 느슨하게 연결되어 있었다.

4. 결론

Titanium(IV) isopropoxide를 전구체로 하여 CVC 공정으로 합성된 TiO₂ 분말은 고온안정상인 rutile을 미량 함유한 anatase로 이루어져 있었다. 입도분석방법에 따른 평균입도로부터 10~20nm의 평균크기를 갖는 미세한 분말들이 약하게 결합된 응집체를 형성하고 있음을 알 수 있었다. 기화/반응조건 및 냉각조건에 따른 분말특성과 이들에 대한 속도론적 분석은 차후 수행될 주요 연구내용으로 남아있다.

5. 참고문헌

- 1) M. L. Trudeau and J. Y. Ying, *NanoStructured Materials*, 7 1/2 (1996) 245
- 2) W. Chang, G. Skandan, S. C. Danforth, B. H. Kear, and H. Hahn, *NanoStructured Materials*, 4 5 (1994) 507