

CVC공정으로 제조된 TiO₂ 나노분말특성에 미치는 속도론적 변수의 영향 (Effects of Kinetic Parameters on Characteristics of TiO₂ Nanopowder Synthesized by Chemical Vapor Condensation Process)

한양대학교 김신영*, 유지훈, 이재성

1. 서론

나노구조재료의 제조와 응용에 대한 관심이 높아지면서 이와 관련된 연구들이 선진각국에서 활발히 진행되고 있다. 특히 기상합성을 통한 분말제조 공정은 높은 순도의 분말을 효율적으로 합성할 수 있다는 점에서 연구가치가 매우 크다. 본 연구에는 금속, 세라믹, 유기물등 다양한 재료로의 적용이 용이하고, 비교적 높은 수율을 가지며 제작이 용이한 hotwall reactor-CVC방법을 사용하였다¹⁾. 그 동안의 연구에서는 분말합성과 특성평가에 치우쳐서 분말의 합성기구와 핵 생성/성장에 대한 조사는 없었다. 따라서 본 실험에서는 공정변수에 의해 변화되는 분말의 특성을 분석함으로써 체류시간, 충돌률, 과포화도등의 속도론적변수와 의 관계를 통해 분말합성 기구를 조사하고자 한다.

2. 실험방법

전구체로는 metal organic precursor인 TTIP(Ti(i-OC₃H₇)₄, 비등점:116°C, Sigma Aldrich Co. 99%)를 사용하였다³⁾. 마이크로 펌프를 통해 0.752ml/min의 일정한 속도로 주입된 전구체는 250°C온도에서 기화되어 He기체에 의해 반응관으로 주입/분해된다. 반응관에서는 O₂와 산화반응을 통해 안정한 TiO₂ 산화물 cluster를 형성하고, 성장을 통해 나노분말로 합성된다. 반응관의 온도는 1000°C, 압력은 10mbar를 유지하였다. 공정변수인 산소와 헬륨의 비율 0.5~3 : 1까지 변화시키며 실험하였다. thermophoretic force^{1)~2)}에 의해 관벽에 응축된 분말을 포집하여 LPA, XRD, BET 및 TEM을 이용하여 입도, 상변화, 응집도 및 미세구조를 분석하였다.

3. 실험결과 및 고찰

합성된 분말의 LPA분석으로 5~10nm 크기의 분말들을 확인하였다. XRD 상분석에서는 미량의 조대한 rutile상을 포함한 anatase상이 나타났다. BET에 의한 입자의 비표면적은 50~80m²/g 값을 나타내었다. 포집된 분말의 부위별 TEM 분석을 통해서도 수 나노부터 수십 나노에 이르는 입자들의 분포를 확인하였다. 2slm이상의 산소가 주입될 때 높은 수율이 얻어진 것으로부터 TiO₂ 입자생성에 필요한 반응기체 O₂의 적정 화학량을 구할 수 있었다. 또한 산소량 변화에 따른 특성변화가 뚜렷하지 않다는 사실은 반응기체의 양이 분말특성에 큰 영향을 미치지 않음을 보여준다.

4.참고문헌

- (1) F. Kirbir and H. Koyama : The Canadian Journal of Chemical Engineering 65 (1983) 759
- (2) D. M. Schleich and B. Walter : Nanostructured Materials 8 5 (1997) 579
- (3) D. C. Bradly : Chemical Rev. 89 (1989) 1317