

전기-수력학적 분사를 이용한 furnace 내 TEOS 직접분사에 의한 비용집,
초미세 SiO₂입자의 합성과 특성

Characteristics and synthesis of ultrafine SiO₂ particles by direct injection of TEOS using Electro-hydrodynamic spraying in furnace

한양대학교 대학원 기계공학과 윤진욱, 양태훈

한양대학교 기계공학과 안강호*

서울대학교 기계항공우주공학과 최만수

1. 서론

초미세 입자(ultrafine particle)의 합성은 다른 재료에서는 볼 수 없는 뛰어난 특성 때문에 여러 산업분야에서 널리 응용되고 있으며, 입자사이의 결합이 없는 균일한 나노크기의 구형입자를 발생시키기 위해 최근에 많은 연구가 진행되고 있다. 입자의 직경이 나노미터(nm)크기 수준으로 작아질수록 재료의 기계적, 화학적, 광학적 성질이 향상되어 전기, 전자재료(electrical and electronic material), 반도체 재료(semiconductor), 자성재료(magnetic material), 초전도 재료(superconductor), 촉매재(catalyst) 및 세라믹(ceramic)등의 재료에 응용되고 있다. 고순도이고 나노크기의 파우더를 생산하기 위해 CVD나 화염 합성법과 같이 기상의 전구체(precursor)를 반응시키는 기상 공정(vapor processing)이나 분무 열분해법과 같이 액상의 전구체를 미립화(atomization) 시켜 반응시키는 에어로졸 공정(aerosol processing)이 사용되고 있다. 기상의 TEOS(Tetraethyl Orthosilicate)를 전구체로 한 실리카(silica) 발생입자는 전구체의 농도, 반응기체의 유량 그리고 반응온도에 따라 수십 nm에서 수백 nm의 무정형(amorphous) 실리카 입자가 발생된다고 보고된 바 있다. 하지만 이러한 기상 공정은 서로 다른 전구체의 수증기압(vapor pressure)에 의해 다성분 재료(multicomponent material)를 생산하기가 어렵고, 고농도의 전구체를 반응로 내에 주입시키지 못하므로 대량생산이 불가능하며, 발생 입자간의 강한 결합(hard agglomerate)에 의해 고순도의 파우더를 생산할 수 없다. 따라서 앞에서 언급했듯이 액상의 TEOS를 미립화 한 후, 반응시켜 입자를 발생시키는 에어로졸 공정이 시도되고 있으며, 생산효율이 우수하며, 고순도의 입자를 발생시킬 수 있고, 공정이 간단하다는 장점이 있다. 아직 반응로 내에서 입자의 발생원리나 그 특성이 밝혀지지 않은 상태이다. 본 연구에서는 전기-수력학적 방법(electro-hydrodynamic spray)에 의해 전구체인 액상의 TEOS를 미립화 시켜 직접 반응로에 주입한 후, 증발(evaporation), 열적분해(thermal decomposition), 화학반응(chemical reaction), 핵화(nucleation) 그리고 성장(growth)을 거쳐 발생된 실리카 입자의 특성을 알아보기 위해 크기분포(particle size distribution), 형상(morphology) 그리고 하전정도(charging fraction)을 관찰하였다. 또한 액상의 전구체를 증발기(evaporator)로 기화 시킨 후, 반응로에 주입하여 발생된 입자와 그 형상을 비교하였다.

2. 실험

본 연구를 위한 실험장치로는 전기-수력학적 방법에 의해 액상의 전구체인 TEOS를 미세 입자로 발생시키는 electro-spray 장치, 미립화 된 TEOS입자가 증발, 열적 분해 및 화학반응에 의해 실리카 입자가 생성되는 반응장치 그리고 발생된 입자의 특성(morphology, 크기분포 그리고 하전정도)을 관찰하는 계측장비인 collector, SMPS(Scanning Mobility Particle Sizer) 전기집진기로 구성되어 있다.

3. 결론

전구체인 TEOS를 전기-수력학적 방법에 의해 반응로에 주입시킨 후 형성된 실리카 입자의 특성에 관한 연구의 결론은 다음과 같다.

- (1) 액상의 TEOS를 전기수력학적 방법에 의해 미립화 하여 반응로에 주입시킨 결과, 구형이며 나노크기(68 ~ 120nm)의 실리카 입자를 합성하였다
- (2) Electro-spray 노즐에 의해 발생된 TEOS입자는 높은 하전을 띠고 있어 반응 후, 생성된 입자들이 서로 결합하지 않았다.
- (3) 발생된 입자의 평균직경은 TEOS의 농도와 반응온도에 비례하였고, 반응기체의 유량에 반비례하였다.
- (4) 발생입자의 90%이상이 하전 되었으며, 반응기체의 유량이 증가함에 따라 하전정도가 감소하였다.
- (5) 증발기로 기상의 TEOS를 반응시켜 발생된 실리카 입자와 그 특성을 비교하였을 때 electro-spray에 의해 발생된 입자는 대부분 응집되지 않았다.
- (6) 전기-수력학적 방법을 이용한 구형의 서로 결합되지 않은 나노크기의 입자를 합성하기 위한 장치를 개발하였다.