

Diffusion Flame을 이용한 초미립 Ti 분말 합성 및 특성평가 (Synthesis and Characteristics of Ultrafine Ti Particles in Diffusion Flames)

한국원자력연구소 맹덕영*, 이창규, 박순동, 김홍희
충남대학교 금속응고신소재연구소 천병선

1. 서론

나노기술(NT)은 물질을 원자, 분자 단위 수준에서 분석, 조작하는 기술로 바이오기술(BT)과 정보기술(IT) 등 미래 유망기술발전의 촉매역할과 각종 산업의 수율경쟁, 조립생산, 물량위주 등 경쟁력의 한계를 극복할 수 있는 미래 핵심기술이다. 특히 초미립 나노 분말 제조기술 및 소재산업화 시도에 대한 관심이 각 분야에 걸쳐 중요한 기술로 대두되면서 국외뿐만 아니라 국내에서도 활발한 연구가 진행되고 있다. 이와 같은 초미립 분말에서 요구되는 성질로는 구형의 입자, 적은 수의 뭉침(agglomeration)현상 및 외부로부터의 오염방지 등이 중요하게 다루어지고 있다.

초미립 나노 입자를 제조하는 공정 중에는 기상법, 액상법, 고상법이 이용되는데 그 중에서도 Flame 확산에 의한 기상반응은 금속계, 산화물계, 탄화물계 등의 다양한 종류의 초미립 분말을 제조할 수 있다. 최근에는 다양한 재료의 응용분야에서 고순도, 무응집 결정상의 나노분말입자를 요구함에 따라 재료를 합성하는 최적의 공정으로 Sodium/halide flame encapsulation(SFE) 기술이 적용되고 있다. 이러한 공정은 금속분말을 Encapsulation시켜 응집을 억제하고 산화 및 폭발을 방지하는 우수한 기술로 크게 Counter flow 및 Coflow법에 의해 제조가 가능하다. 따라서 본 연구에서는 SFE 기술에 의한 분말 합성 및 최적의 연속공정 조건에 따른 초미립 분말의 특성을 평가하였다.

2. 실험방법

본 연구에서는 초미립 Ti 금속분말을 제조하기 위하여 SFE(Sodium/halide Flame and Encapsulation)원리에 의한 Counter flow 및 Coflow(Four concentric burner)법을 적용하여 실험하였다. Ti 분말 합성을 위한 Sodium은 액화 및 기화시켜 Ar에 의해서 반응영역까지 유도되게 하였다. $TiCl_4$ 용액은 140~200℃에서 기화시켜 기화된 Na(gas)와 반응하도록 하였다. Ar은 MFC(Mass Flow Controller)에 의해서 각 기체의 운반자 및 외부로부터의 산소를 차단하여 Flame의 형상과 세기를 제어하였다. $TiCl_4(g) + 4Na(g) = Ti(s) + 4NaCl(s)$ 의 화학반응에 의해 NaCl로 캡슐화된 Ti 분말의 NaCl를 제거하기 위하여 800℃에서 2시간 진공열처리를 하였다. 각 조건에서 제조된 분말의 물리적, 화학적 특성을 SEM, TEM, EDS, XRD, LPSA 등을 이용하여 비교 분석하였다.

3. 결과 및 고찰

합성된 분말을 주사전자현미경(SEM)으로 관찰한 결과 300~500nm 크기의 구형분말입을 확인하였다. 또한 입도분석기(LPSA)에 의해 얻어진 입도분포와 비교해 볼 때 비슷한 결과를 나타내었다. 제조된 분말을 SEM(-EDS), XRD로 분석한 결과 Ti와 NaCl로 구성된 분말임을 알 수 있었으며, 이는 NaCl에 의해서 Ti 분말이 Encapsulation되어 금속나노분말의 문제점으로 지적된 산화와 응집에 안정적으로 작용한다고 사료되어진다. 진공로에서 800℃, 2시간 열처리하여 NaCl을 제거한 후 TEM으로 관찰한 결과 50~100nm크기의 Ti 나노분말을 얻을 수 있었다. 고온 연속형 Coflow법에 의해 제조된 분말은 Counter flow법에 의해 제조된 분말에 비해 다량의 분말을 얻을 수 있었다. 또한 Ar flow rate 변화에 따라 Flame의 세기 및 온도가 제어되고 최대 9cm 높이의 Flame을 얻을 수 있었다.

4. 참고문헌

- 1) R. L. Axelbaum, Powder Metallurgy, 43, 4 (2000) 323.
- 2) H. D. Jang and S. K. Kim, Materials Research Bull., 36 (2001) 627.