

SHS법에 의한 티타늄 수소화물 합성 및 티타늄 분말 제조에 관한 연구

하 호 · 박 승 수 · 이 희 철

인하대학교 공과대학 화학공학과
(1993년 9월 17일 접수, 1993년 12월 10일 채택)

A Study on the Synthesis of Titanium Hydride by SHS(Self-propagating High-temperature Synthesis) Method and the Preparation of Titanium Powder

Ho He, Seung-Soo Park, and Hee-Cheol Lee

Dept. of Chem. Eng., College of Engineering
Inha Univ., Incheon 402-751, Korea

(Received September 17, 1993, Accepted December 10, 1993)

요 약 : SHS법에 의해 Ti-sponge(99.67%)를 수소화반응시켜 티타늄 수소화물을 합성한 다음, 이 분말을 탈수소시켜 티타늄 금속 분말을 제조하였다. 티타늄 수소화물 합성과정에서는 티타늄에 흡장된 수소의 양에 따라 티타늄 수소화물의 입도가 변화하였으며, 수소의 압력이 높을수록, 연소와 전파 후 반응시간이 길수록 입도는 감소하였다. 탈수소 반응에서는 탈수소 시간이 길수록 탈수소된 티타늄 입자들이 소결 및 부분 용융되어 입도가 커지는 것으로 나타났다.

Abstract: Titanium powder prepared by dehydrogenating the titanium hydride which is synthesized by reacting Ti-sponge (99.67%) with hydrogen using the self-propagating high-temperature synthesis method. In the synthesis of titanium hydride, the particle size of the product was found dependent on the amount of hydrogen incorporated into the titanium such that the particle size of titanium hydride decreased with increasing hydrogen pressure and after-burn time. In the dehydrogenation process, as the dehydrogenation time increase, the particle size of titanium powder increased due to partial melting and sintering of titanium particles.

1. 서 론

가볍고 강하고 내산화성, 내식성이 뛰어난 티타늄과 티타늄 화합물은 항공기 동체 재료, 내마모 재료, 고강도 합금, 공구재료, 기능성 ceramics, 내열재료, 표면 coating 재료, 전기·전자 산업재료 및 촉매 등에 사용되고 있다. 이와 같이 여러 분야에서 이용되고 있고, 이용 가능성이 있는 티타늄 화합물을 합성하기 위해서는 먼저 순도가 높은 티타늄 금속 미분말을 다량으로 저렴하게 공급할 수 있는 기술개발이 선행되어야 하고, 이어 티타늄을 이용한 합금, 금속

간화합물, ceramics 등의 제조기술이 뒤따라야 할 것으로 생각된다.

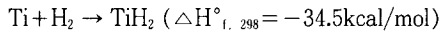
그러나 지금까지의 티타늄 분말 제조방법은 제조공정이 길고, 많은 에너지를 필요로 하기 때문에 생산성 향상을 이루기가 어려운 단점이 있다.

SHS(Self-propagating High-temperature Synthesis)법[1]은 반응물을 구성하는 원소간의 화학반응이 높은 발열반응이라는 점을 이용한 재료합성법으로 이 법은 값이 비싼 전기에너지 대신에 화학에너지를 이용할 뿐만 아니라 기존의 공정에 비하여 간단한 장치로 합성이 가능한 장점이 있다.

이 공정은 주어진 반응 분위기 하에서 전열 filament, 탄소리본과 같은 저항체와 arc같은 열원을 이용하여 반응물의 한 부위만 점화(반응)시키면 자체의 반응에 의해 발생된 높은 반응열에 의하여 형성된 연소파(combustion wave)[2, 3]가 반응이 진행됨에 따라 매우 빠른 속도(수초~수십초)로 반대쪽 표면까지 자발적으로 전파되어 연소파가 지나간 뒷부분에 생성물을 형성시키는 공정이다.

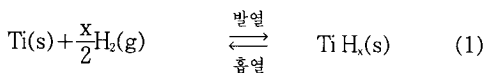
또한 SHS법은 반응이 진행되는 동안 주위에서 에너지를 공급하지 않기 때문에 발열반응의 효율을 극대화시킬 수 있어 반응물에서 생성물로의 전환율이 매우 높을 뿐만 아니라, 자발적으로 2000℃ 이상의 고온에서 반응이 이루어지기 때문에 반응물질에 잔류하고 있는 대부분의 불순물들이 증발하여 제거되고, 반응이 한쪽 끝에서 다른쪽 끝으로 반응층을 형성하면서 진행되기 때문에 Zone melting process 효과[4]가 있어 불순물을 자체 정제하여 반응물보다 생성물의 순도가 높은 고순도 물질을 제조할 수 있는 특징이 있다.

현재까지 SHS법에 의해 합성된 물질은 300여 종 이상[5]으로 알려져 있으며, 이 방법의 자체반응 가능성은 발열반응에 의한 생성열(ΔH)의 크기에 좌우되는데 본 연구에서 합성한 Titanium Hydride에 대한 화학반응식은 다음과 같다.



금속의 수소화반응에서 수소가 금속중으로 들어갈 때에는 수소 원자는 충분히 Proton의 형태로 금속중을 이동하며, 이 물질의 가장 위치하기 쉬운 곳에 정착하게 된다. 금속격자 사이에 위치하는 수소는 H⁺, H, H⁻ 중 어느 것도 가능하다.

수소의 흡장능력이 뛰어난 천이금속 중 특히, Ti의 경우에는 결정격자 사이에 작은 수소원자가 많이 들어갈 수 있다. 이때 수소의 양이 적으면 금속의 구조는 변하지 않고 약간의 부피팽창만 일어나지만, 수소의 양이 많으면 크게 부피팽창(TiH_{1.75}; 15.5% loss in density)[16]이 일어나 격자 결합과 원자 배열에 이상을 일으켜 금속을 파괴하게 된다.



<부피수축>

<부피팽창>

이와 같이 티타늄 금속은 가역적으로 수소를 흡수·

방출하면서 부피 팽창, 수축이 일어나 내부에 왜곡(strain)이 축적되어 변형될 뿐 아니라, 파괴되어 미분말화가 진행된다.

본 연구에서는 티타늄 분말의 제조원가를 절감하기 위해 비교적 가격이 저렴한 Ti-sponge를 SHS법으로 수소화반응시켜 티타늄 수소화물을 합성하고, 이 분말을 탈수소시켜 고순도 티타늄 금속 분말을 제조하였다. 티타늄의 수소화반응 과정에서는 수소가스의 압력, 연소파 전파 후의 반응시간 등에 따른 수소화반응 정도와 이에 따른 티타늄 수소화물의 입자 크기 변화 및 입도 분포를 관찰하였고, 탈수소 과정에서는 탈수소 시간에 따른 입도 변화를 고찰함으로써 티타늄 분말의 입도 조절의 가능성을 제시하고자 하였다.

2. 실험방법

2.1. 실험재료

본 실험에 사용한 실험재료는 Table 1과 같으며, H₂ gas는 99.99%의 고순도를 사용하였다.

Table 1. Starting Materials

Starting material	Purity	Manufacturing Co.
Ti-Sponge	99.67%	昭和電氣
Ti Powder	99.94%	Merck

2.2. 실험장치 및 방법

2.2.1. 티타늄 수소화를 합성과 티타늄 분말의 제조공정

티타늄 수소화물 합성과 티타늄 분말의 제조공정은 Fig. 1과 같다.

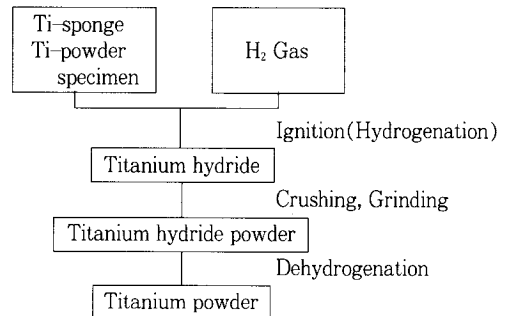


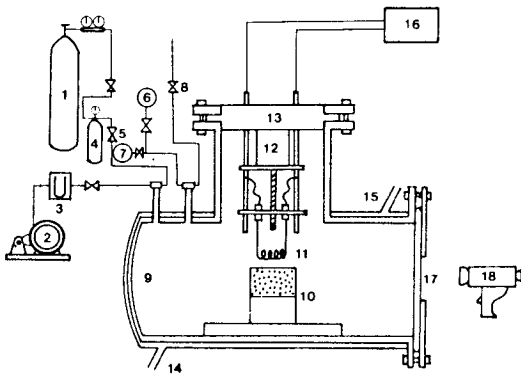
Fig. 1 Schematic diagram of titanium hydride synthesis and titanium powder preparation.

2.2.2. 티타늄 수소화물의 합성과 티타늄 분말 제조

(1) 티타늄 수소화물의 합성

티타늄 분말을 직경 20mm, 높이 30mm, 상대밀도 50%가 되게 만든 pellet형 시편이나 Ti-sponge를 Fig. 2의 반응기 안에 위치시켜 놓고, 반응기 안을 진공으로 한 후, 일정한 압력으로 수소가스를 주입한다. 다음, 발열체(tungsten coil)를 사용하여 반응물의 한쪽 끝에서 반응이 시작되게 하였다. 이때 수소가스의 압력은 반응이 끝날 때까지 일정하게 유지시켰다.

다음, 합성된 티타늄 수소화물을 mortar에서 충분히 분쇄하여 티타늄 수소화물 분말을 얻었다.



- | | |
|--------------------|--------------------------|
| 1. Gas cylinder | 10. Sample |
| 2. Vacuum pump | 11. Tungsten coil |
| 3. Manometer | 12. D. C Motor |
| 4. Bulb | 13. Bakelite |
| 5. Valve | 14. Cooling water inlet |
| 6. Pressure gauge | 15. Cooling water outlet |
| 7. Vacuum gauge | 16. Transformer |
| 8. Vent | 17. Glass |
| 9. Reactor chamber | 18. Optical Pyrometer |

Fig. 2. Schematic representation of the SHS reactor.

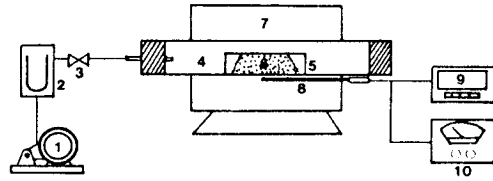
(2) 티타늄 분말 제조

수소화반응시켜 얻은 티타늄 수소화물 분말을 Fig. 3과 같은 진공 전기로에서 750℃로 가열하여 탈수소시켜 티타늄 분말을 제조하였다.

2.3. 측정 및 분석방법

2.3.1. 티타늄 수소화물(TiH_x)의 x값 측정

티타늄 수소화물(TiH_x)의 x값을 알아보기 위해 다음과 같은 실험을 행하였다. 일정량의 티타늄 분말



- | | |
|----------------|---------------------------|
| 1. Vacuum pump | 6. Sample |
| 2. Manometer | 7. Furnace |
| 3. Valve | 8. Thermocouple |
| 4. Quartz tube | 9. Temperature programmer |
| 5. Quartz tube | 10. Potentiometer |

Fig. 3. Schematic diagram of the dehydrogenation apparatus.

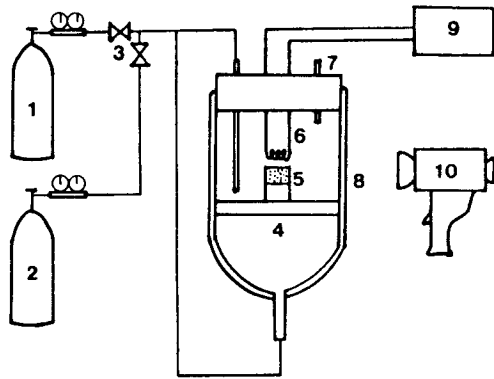
을 상대밀도 50%가 되도록 가압, 성형하여 Fig. 2의 반응기 안에 넣고, 반응기 내부를 진공으로 한 후, 수소가스를 일정 압력으로 주입시켰다. 그리고 반응기와 수소 Cylinder 중간에 연결된 Bulb에는 반응기 내부의 수소 압력보다 높게 수소가스를 채워놓고, 티타늄 시편이 수소화 반응을 진행하는 동안 줄어드는 수소의 양을 Bulb로부터 공급시켜 반응이 끝날 때까지 반응기 내부의 압력을 일정하게 유지시켰다. 반응 전후의 Bulb의 압력차를 이용하여 이상기체상태 방정식($PV=nRT$)으로부터 x값을 구하였다.

2.3.2. 연소과 전과 후 반응시간에 따른 티타늄의 수소화 반응

연소과 전과 후 반응시간에 따른 티타늄의 수소화 반응을 알아보기 위해, 입도 35~42mesh(average particle size : 354 μm)의 티타늄 분말을 유압식 press를 이용하여 상대밀도 50% 지름 20mm의 pellet 상으로 만든 다음, Fig. 4와 같은 Pyrex로 제작된 반응기 안에 넣고, 수소가스를 흘리면서 앞에서와 같은 방법으로 반응을 시켰다. 이때 연소과가 시편 끝부분에 도달한 직후에 수소가스 공급을 중단하고 Ar가스를 주입시켜, 순식간에 반응기 내부에 차있던 수소를 치환 제거시켜 반응을 중지시켰다. 연소과가 시편 끝부분에 도달 후 10초, 20초, 30초가 경과했을 때도 같은 방법으로 각각 반응을 중지시켰다.

2.3.3. 연소온도

Minolta Co.제 Optical Pyrometer(Model, TR-630)를 반응 시편의 전방에 위치시켜 놓고 반응물이 연소할 때의 온도를 반응기의 view port를 통해서 측정하였다.



- 1. H₂ Cylinder
- 2. Ar Cylinder
- 3. Valve
- 4. Glass filter
- 5. Sample
- 6. Tungsten coil
- 7. Vent
- 8. Pyrex reactor
- 9. Transformer
- 10. Optical pyrometer

Fig. 4. Schematic representation of SHS reactor set up for finding the degree of hydrogenation Ti powder samples with after-burn time.

2. 3. 4. 연소파 속도

연소파 속도는 Fig. 5와 같이 자체 제작한 장치로 측정하였다. 시료의 상단부와 하단부에 일정한 거리를 두고 가는 금속선을 반 바퀴 감은 다음, 각각의 양선의 한쪽 끝에 12V의 전류를 흐르게 하고, 다른 쪽 끝의 양선을 각각 Start Relay와 Stop Relay에 연결시켰다. 또한 이 두 relay를 Timer(1/1000sec)에 연결시켰다.

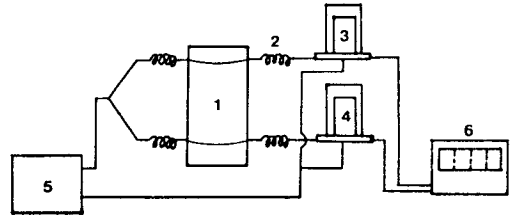
연소파가 전파되면서 화염이 상단부의 금속선에 도달하면 금속선이 끊어지면서 Start Relay에 의해 Timer를 작동시키고, 화염이 하단부의 금속선에 도달하면 하단부 금속선이 끊어지면서 Stop Relay에 의해 Timer의 작동을 멈추게 하였다. 이와 같이 일정한 거리를 연소파가 전파한 시간을 측정하여 연소파 속도를 구하였다.

2. 3. 5. X-선 회절 분석

반응 생성물의 조성을 조사하기 위해 X-Ray Diffractometer(Philips, PW1710)를 사용하여 반응 생성물을 분석하였다.

2. 3. 6. 주사전자현미경 관찰

Scanning Electron Microscope(Hitachi, X-650)를



- 1. Sample
- 2. Spring
- 3. Start relay
- 4. Stop relay
- 5. D. C Adaptor
- 6. Timer(1/1000 sec)

Fig. 5. Schematic measuring apparatus for the combustion wave velocity.

사용하였다. Ion Coater(Giko, IB-2)로 진공하에서 7mV로 3분간 반응 생성물 분말에 Au를 Coating시켜 입자의 형태 및 구조를 여러 배율로 관찰하였다.

2. 3. 7. 입도분석

Laser 방식의 Particle Size Analyzer(Malvern, System 3601)를 이용해 반응 생성물의 입자의 크기 및 누적분포를 측정하였다.

3. 결과 및 고찰

3. 1. 티타늄 수소화물의 합성과 티타늄 분말 제조

3. 1. 1. 티타늄 수소화물(TiHx) 합성

1) 티타늄 분말의 입도에 따른 x값의 변화

티타늄 분말의 입도가 각각 under 400mesh, 250~325mesh, 150~200mesh, 60~80mesh, 42~60mesh, 35~42mesh, 28~35mesh이고, 평균 입자 크기는 14.7 μ m, 53 μ m, 95 μ m, 210 μ m, 310 μ m, 354 μ m, 480 μ m인 분말을 사용하여 직경 20mm, 높이 30mm, 상대밀도 50%인 pellet형 시편을 만들어 수소의 압력을 5atm으로 고정하고 티타늄 수소화물(TiHx)을 합성하여, x값을 알아본 결과, Fig. 6과 같은 결과를 얻었다.

티타늄 수소화물(TiHx)의 x값은 티타늄 분말의 평균 입자 크기가 약 310 μ m일 때 가장 컸고, 이보다 입자가 작거나 큰 경우에는 x값은 감소하는 것으로 나타났다.

이는 입도가 작은 경우에는 반응물에서 partial sintering이 일어나 수소의 침투를 방해하여 반응이 충분히 이루어지지 못했기 때문이고, 입도가 큰 경우

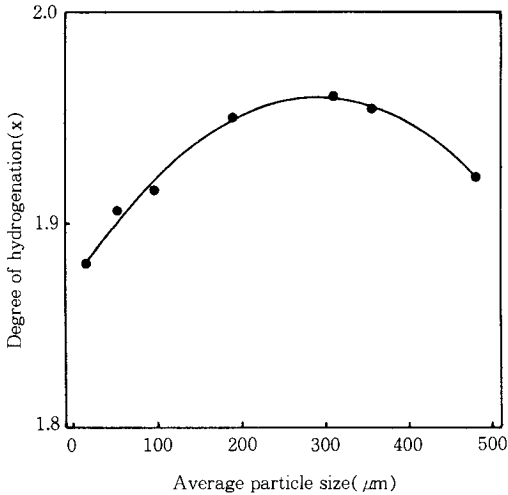


Fig. 6. Effect of the particle size of titanium powders on the hydrogenation of titanium powders.

에도 티타늄 입자 내부까지 수소 침투가 어려워 수소화반응이 충분히 진행되지 못했기 때문인 것으로 생각된다.

2) 수소 압력에 따른 x값의 변화

Under 400mesh(평균 입자크기: $14.7\mu\text{m}$)의 티타늄 분말을 사용하여 수소의 압력을 $0.5\sim 15\text{atm}$ 까지 변화시켜가며 티타늄 수소화물(TiH_x)을 합성하여 x값을 알아본 결과, Fig. 7과 같은 결과를 얻었다.

티타늄 수소화물의 최종 생성물의 x값은 수소의 압력에는 크게 영향을 받지 않았으나, 압력이 증가할수록 약 5atm 까지 증가를 보이다가 5atm 이상에서는 일정하게 나타났다.

$\text{M}-\text{H}_2$ 계에서 금속(M)과 수소(H_2)의 반응은 수소 기체 분자가 금속에 흡착되어 표면에서 $\text{H}_2 \rightarrow 2\text{H}$ 와 같이 원자 모양의 수소로 분해하여 고용체(MH_x)를 형성하는데, 고용체 중의 수소의 농도(x)는 수소의 압력이 낮은 경우에는 (2)식과 같이 Sievert법칙(7)에 따라 수소 기체 압력(P)의 제곱근에 비례한다.

$$x = K_A \sqrt{P} \quad (2)$$

K_A : Constant at a given temperature

고용체(MH_x)는 다시 (3)식과 같이 수소(H_2)와 반응하여 수소화물(MH_x)을 생성하는데

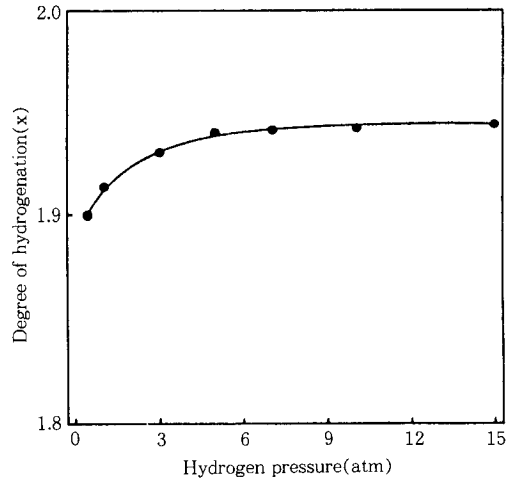
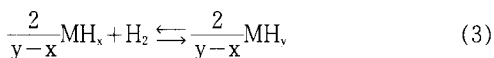


Fig. 7. Effect of hydrogen pressure on the hydrogenation of titanium powders.

이 반응은 Gibb의 법칙[8]에 따라 압력이 일정하면 일정한 온도에서 진행된다. 이와 같이 압력이 높으면 티타늄 입자 내부로 수소의 침투가 용이하게 되어 x값이 증가하지만, 수소의 흡수·방출의 평형을 좌우하는 인자는 Gibb의 법칙에서와 같이 온도, 압력, 조성이기 때문에 x값의 증가는 평형상태에서 더 이상 증가하지 않은 것으로 생각된다.

3) 수소의 압력에 따른 미세구조 변화 및 입도분포

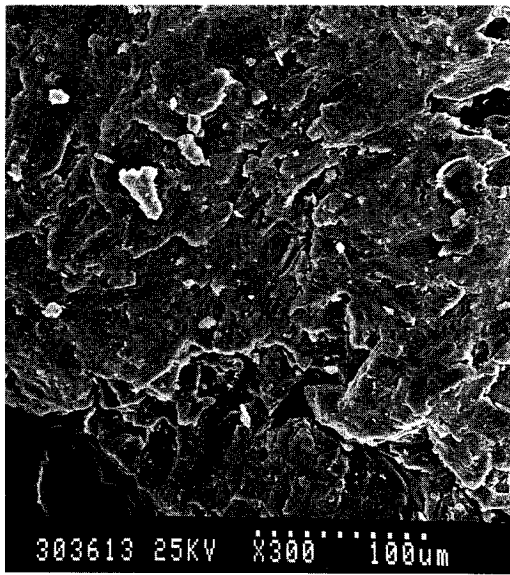
Fig. 8은 $35\sim 42\text{mesh}$ (평균 입자크기: $354\mu\text{m}$)인 티타늄 분말을 사용하여 수소의 압력을 변화시켜 가며 합성한 티타늄 수소화물의 미세구조 변화를 나타낸 것이고, Fig. 9는 Fig. 8의 (c)와 (d)를 Mortar에서 30분 정도 충분히 분쇄한 후, 입도 분석기로 조사한 분말의 입자크기 및 누적분포를 나타낸 것이다.

Fig. 8에서 수소의 압력이 높을수록 입자는 작게 균열된 것으로 나타났고, Fig. 9에서 (a)는 반응 생성물의 입도가 $3.89\mu\text{m}\sim 110\mu\text{m}$ 까지 넓게 분포하고, 입도의 평균 크기가 $34.11\mu\text{m}$ 로 나타난 반면, (b)는 입도의 범위가 $1.88\mu\text{m}\sim 39.8\mu\text{m}$ 로 비교적 좁게 분포하고, 입도의 크기는 $8.53\mu\text{m}$ 로 나타났다.

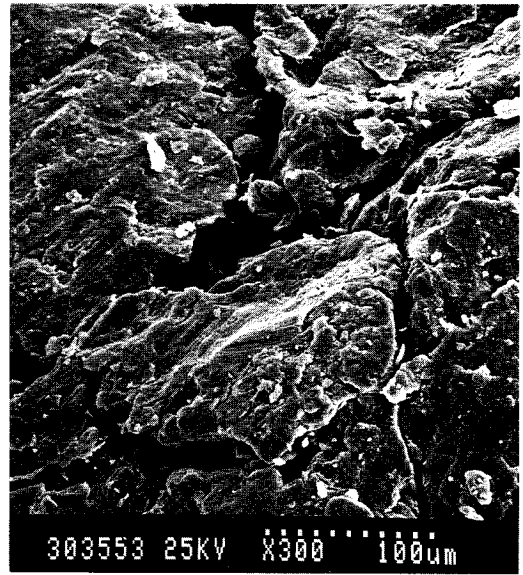
이와 같은 현상은 수소의 압력이 높으면 티타늄에 흡장된 수소의 농도(x)가 높게 되어 입자가 작게 균열된 것으로 생각된다.

4) 연소과 전과 후 반응시간에 따른 미세구조 변화 및 입도분포

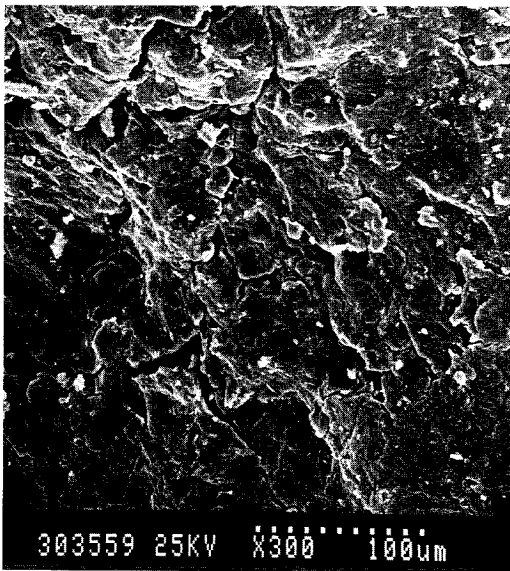
Fig. 10은 $35\sim 42\text{mesh}$ (평균 입자크기: $354\mu\text{m}$)



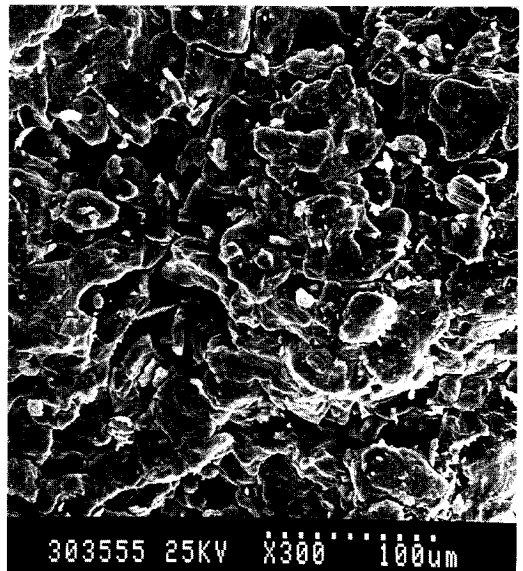
(a)



(b)



(c)



(d)

Fig. 8. Scanning electron micrographs of the surface structure of titanium particle and the fracture structure of the particle of the synthesized titanium hydrides.

(a) Titanium powder

(b) Titanium hydride(P_{H_2} : 0.5atm)

(c) Titanium hydride(P_{H_2} : 1atm)

(d) Titanium hydride(P_{H_2} : 5atm)

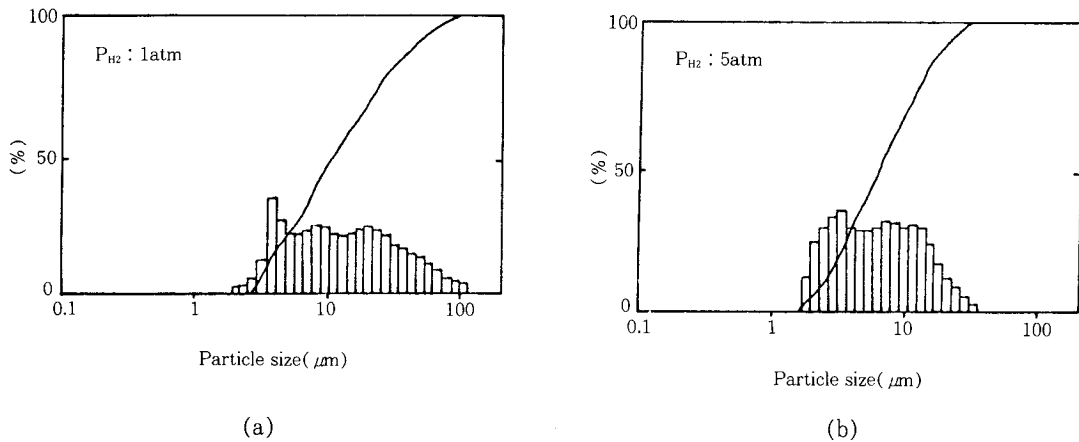


Fig. 9. Size and cumulative distribution of the synthesized titanium hydride powders.

인 티타늄 분말을 사용하여 연소 후 반응시간에 따른 미세구조 변화를 나타낸 것이고, Fig. 11은 Fig. 10의 (a)와 (d)를 분쇄한 후, 분말의 입자크기 및 누적분포를 나타낸 것이다.

Fig. 10에서 연소 후 반응시간이 오래 지속될수록 입자는 작게 균열된 것으로 나타났고, Fig. 11에서는 (a), (b) 모두 입도분포는 넓게 분포한 반면, 입자의 평균크기는 (a)는 $40.99 \mu\text{m}$ 이고, (b)는 $34.11 \mu\text{m}$ 로 연소 후 반응시간이 오래 지속될수록 분말의 입도는 더 작게 나타났다.

이와 같은 현상은 연소파가 지나간 직후에는 반응 생성물의 온도가 높기 때문에 (1)식에서 보는 바와 같이 티타늄에 흡장된 수소의 농도는 낮게 되고, 이어서 반응 생성물이 식으면서 (1)식에서 가역반응이 오른쪽으로 진행되어 티타늄에 흡장된 수소의 농도는 높아지기 때문인 것으로 생각된다.

5) 수소압력에 따른 연소온도와 연소파속도

Fig. 12에서 수소의 압력이 높을수록, 입도가 작을수록 연소온도와 연소파속도 곡선이 증가하는 것은 앞에서 언급한 바와 같이 수소의 압력이 높고, 티타늄 분말의 입자가 작으면 티타늄 입자 내부까지 수소침투가 용이하여 연소대에서 반응하는 양이 상대적으로 많아져 연소온도가 높아지고, 연소파 속도가 빨라지는 것으로 생각된다.

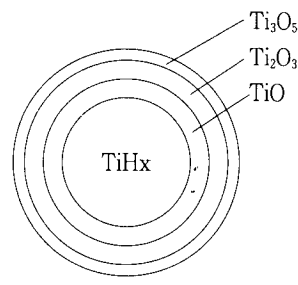
3. 1. 2. 티타늄 분말 제조

1) 탈수소반응

Fig. 13의 (a)와 (b)는 Ti-sponge를 사용하여 P_{H_2}

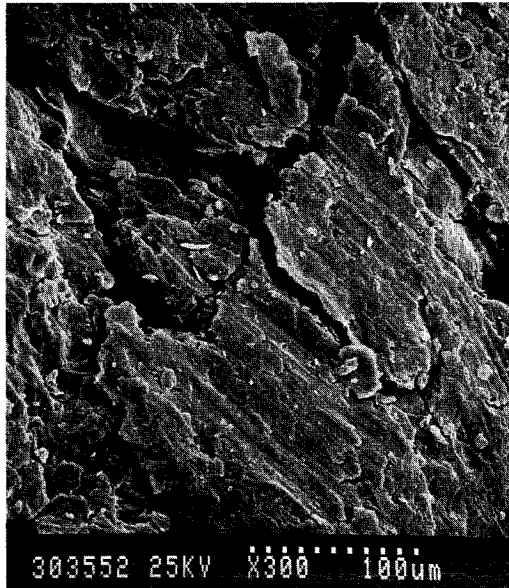
$=3\text{atm}$ 에서 합성한 티타늄 수소화물과 이 티타늄 수소화물을 탈수소시켜 얻은 티타늄 분말을 X-선회절분석하여 얻은 결과이다.

합성된 티타늄 수소화물은 표면쪽으로부터 bluish-black, violet, golden-yellow의 얇은 3가지 색깔층이 외각에서만 나타났는데, Fig. 13의 (a)에서 보는 바와 같이 XRD로 분석한 결과, bluish-black의 색을 띠는 것은 titanium pentoxide(Ti_5O_5), violet색을 띠는 것은 titanium sesquioxide(Ti_2O_3), golden yellow의 색을 띠는 것은 titanium monoxide(TiO)로 확인되었다.

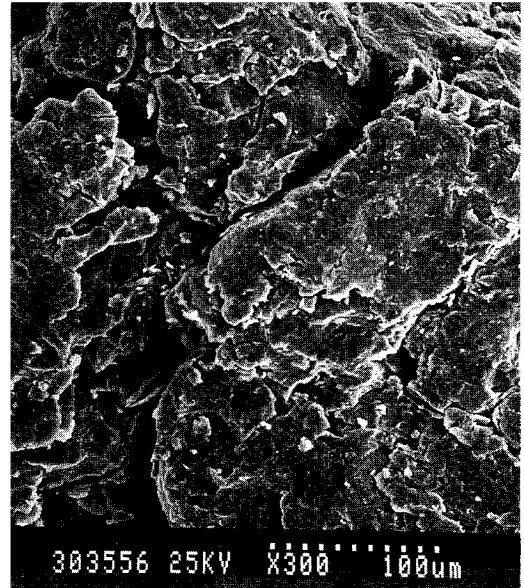


이와 같이 산화물층이 표면쪽으로 갈수록 O/Ti의 원자비가 커지는 것은 Ti-sponge의 수소화반응 과정에서 표면쪽이 열손실에 의해 내부보다 온도가 낮기 때문에 수소가 충분히 산화물을 환원시키지 못했기 때문으로 생각된다.

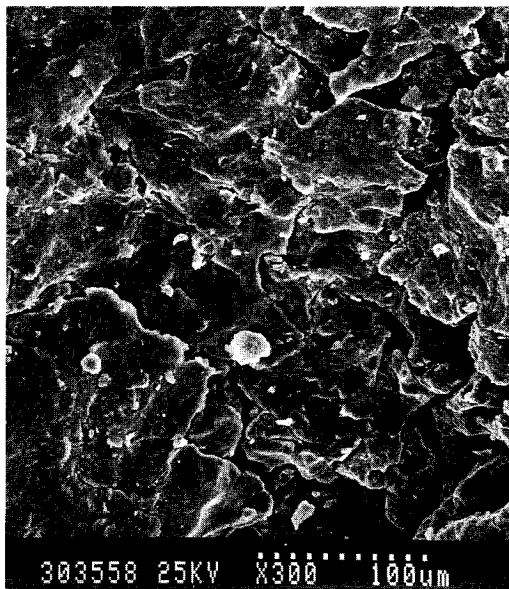
또한 이 수소화물을 탈수소시켜 얻은 티타늄 분말을 XRD로 분석한 결과를 Fig. 13의 (b)에 나타내었다. (a)와 비교하여 (b)에서는 산화티타늄 peak가



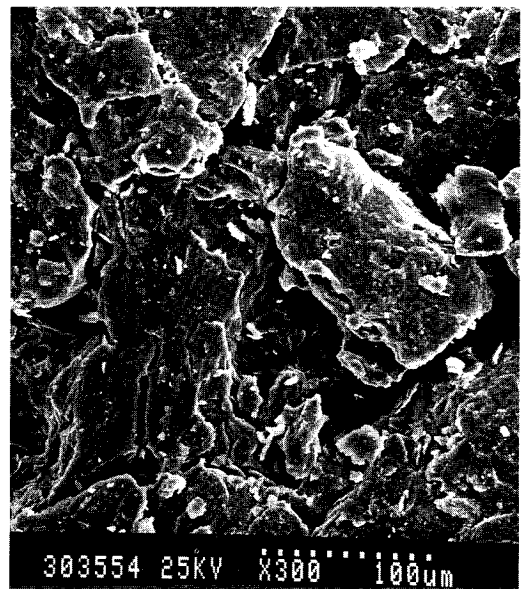
(a)



(b)



(c)



(d)

Fig. 10. Scanning electron micrographs of the fracture structure of titanium hydrides combusted under 1 atm hydrogen pressure.

(a) just after propagation

(c) after-burn for 20 sec

(b) after-burn for 10 sec

(d) after-burn for 30 sec

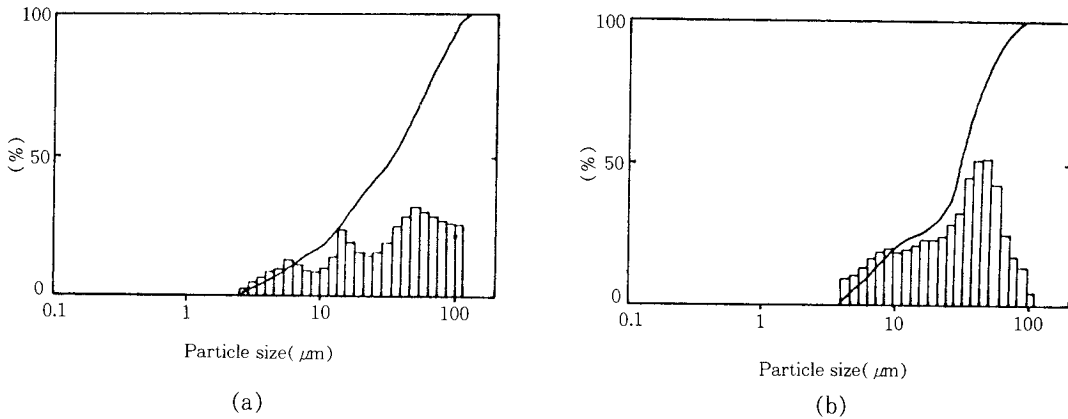


Fig. 11. Size and cumulative distribution of the synthesized titanium hydride powders.

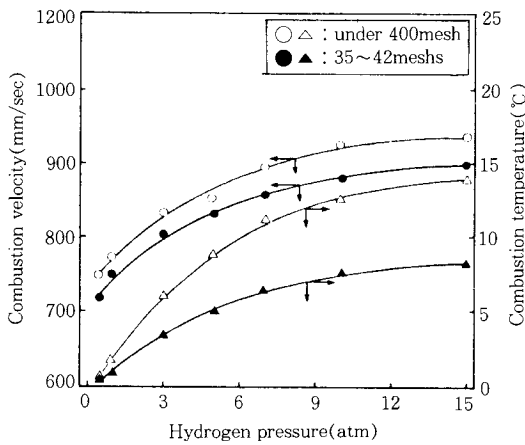


Fig. 12. Effect of hydrogen pressure on the combustion temperature and combustion wave velocity in the combustion reaction of titanium powders.

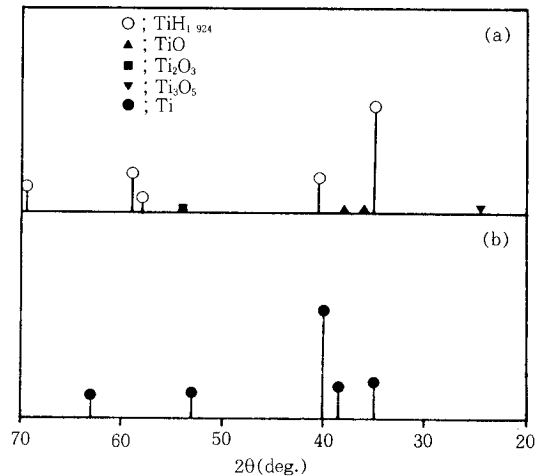


Fig. 13. X-ray diffraction patterns for the synthesized titanium hydride(a) and titanium powder dehydrogenated at 750°C for 4hrs under vacuum(b).

나타나지 않은 것은 티타늄 수소화물을 탈수소시키는 과정에서 해리되어 나오는 활성 수소가 산화티타늄을 환원시켰기 때문인 것으로 생각된다.

2) 티타늄 분말 제조

Fig. 14는 under 400mesh인 티타늄 수소화물 분말을 진공 전기로를 이용하여 750°C에서 시간을 변화시켜 가며, 탈수소시킨 결과를 나타낸 것으로 탈수소시간이 길수록 티타늄 분말의 입도가 점점 커지는 결과를 보였다.

이와 같은 현상은 흡열반응으로 수소가 해리되면서 티타늄 수소화물 분말이 티타늄 분말로 되기 때

문에 어느 정도 탈수소반응이 진행된 후에는 이미 탈수소된 티타늄 분말이 Fig. 15에서 보는 바와 같이 소결 및 부분용융되어 티타늄 분말의 입도가 커지는 것으로 생각된다. 따라서 탈수소 공정을 적절히 제어 하면 용도에 맞는 티타늄 분말의 입자크기 조절이 가능할 것으로 생각된다.

4. 결 론

본 연구를 통하여 얻은 결론은 다음과 같다.

티타늄 수소화물(TiHx)의 합성과정에서는 티타늄

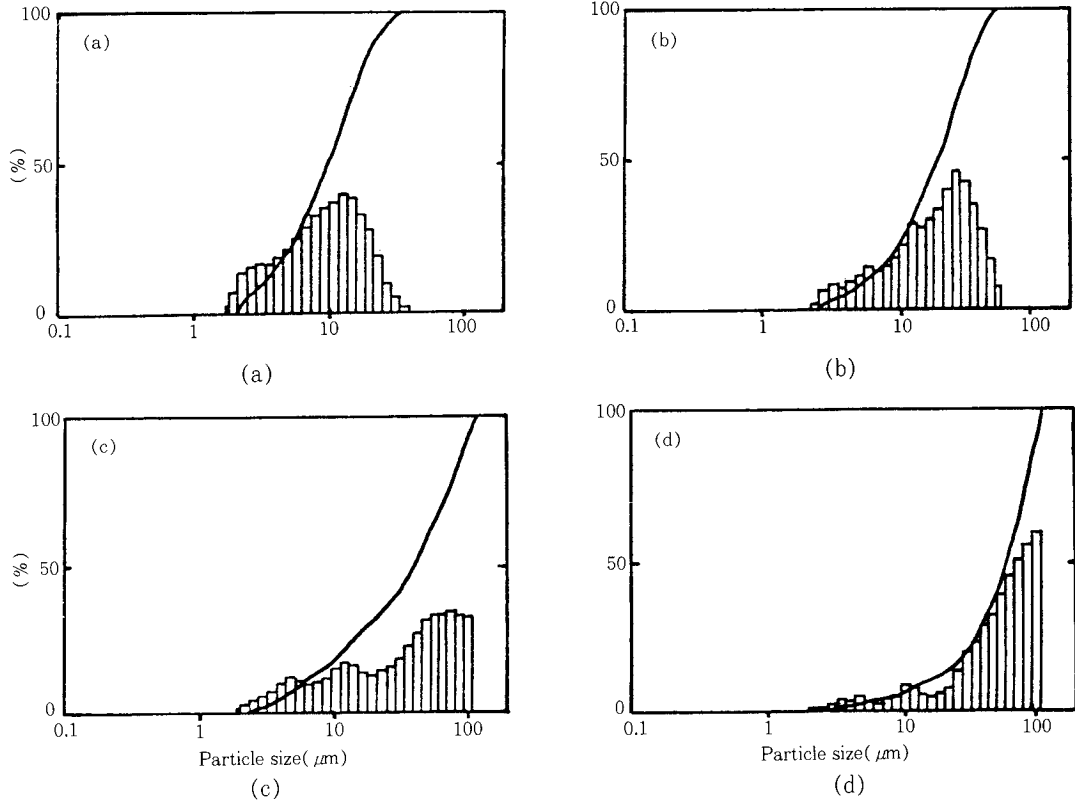


Fig. 14. Size and cumulative distribution of titanium hydride powder(a) and titanium powders dehydrogenated at 750°C for 2 hrs(b), 3hrs(c) and 4 hrs(d) under vacuum.

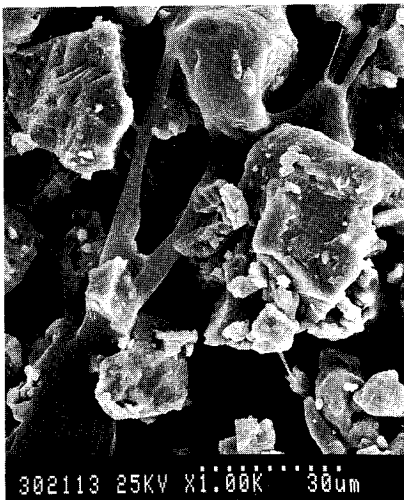


Fig. 15. Scanning electron micrograph of titanium powder dehydrogenated at 750°C for 4hrs under vacuum.

에 흡장된 수소의 농도(x)가 높을수록 티타늄 수소화물의 입도는 작았으며, 탈수소 반응에서는 탈수소 반응시간이 길수록 티타늄 분말의 입도는 증가하였다. 따라서 탈수소 공정을 적절히 제어하면 용도에 맞는 티타늄 분말의 입도 조절이 가능할 것으로 생각되었다.

1. 티타늄 분말의 입도에 따른 수소의 농도(x)는 평균 입자 크기가 약 310 μm일 때 가장 컸고, 이보다 입자 크기가 작거나 큰 경우에는 x값이 작았다.

2. 수소의 압력과 연소과 전과 후 반응시간에 따른 티타늄 수소화물(TiHx)의 x값과 입도분포는 수소의 압력이 높았을 때 x값은 증가하였고, 연소과 전과 후 반응시간이 길었을 때 입도는 작아졌다.

3. 티타늄 수소화물에 포함된 미량의 티타늄 산화물은 탈수소 과정에서 해리되는 활성수소에 의해 환원·제거되었다.

4. 티타늄 분말은 티타늄 수소화물을 진공 탈수소시키는 시간이 길수록 티타늄 입자들이 소결 및 부

분 응용되어 입도가 증가하였다.

감 사

본 연구의 수행을 위하여 연구비를 지원하여 주신 산학협동재단에 감사를 드립니다.

참고문헌

1. J. F. Crider, *Proc. Ceramic Eng. Sci.*, **4**(1983).
2. 이희철, “연소합성의 화학-재료합성·가공의 순간 프로세스-”, p. 19, 반도출판사(1993).
3. A. G. Merzhanov, *Moscow Vestnik Akademi Nauk SSSR*, **10**, 76(1976).
4. A. R. West, “Solid State Chemistry and its Applications”, p. 37, John Wiley & Sons, New York (1984).
5. Z. A. Munir, *Am. Ceram. Bull.*, **67**[2], 342 (1988).
6. D. T. Hurd, “An Introduction to Chemistry of the Hydrides”, p. 181, John Wiley & Sons, New York(1952).
7. B. A. Kolachev, “Hydrogen Embrittlement of Nonferrous Metals”, p. 4, Wiener Bindery, Jerusalem(1966).
8. T. R. P. Gibb, Jr., “Progress in Inorganic Chemistry” p. 317, III, Interscience Publishers Inc., New York, N. Y(1962).