

분무열분해공정에 의한 니켈 페라이트 나노 분말 제조에 미치는 반응인자들의 영향

유재근 · 서상기 · 박시현 · 한정수*

호서대학교 신소재공학전공

*호서대학교 지역기술혁신센터

Effect of Reaction Factors on the Fabrication of Nano-Sized Ni-ferrite Powder by Spray Pyrolysis Process

Jae-Keun Yu, Sang-Kee Suh, Shi-Hyun Park and Jung-Soo Han*

Department of Advanced Materials Engineering, Hoseo University,
San 29-1, Sechul-Ri, Baebang-Myun, Asan-Si, ChungNam 336-795, Korea

*Technology Innovation Center, Hoseo University,
San 29-1, Sechul-Ri, Baebang-Myun, Asan-Si, ChungNam 336-795, Korea

(Received 6 April 2004 ; Accepted form 18 May 2004)

Abstract In this study, nano-sized powder of Ni-ferrite was fabricated by spray pyrolysis process using the Fe-Ni complex waste acid solution generated during the shadow mask processing. The average particle size of the produced powder was below 100 nm. The effects of the reaction temperature, the inlet speed of solution and the air pressure on the properties of powder were studied. As the reaction temperature increased from 800°C to 1100°C, the average particle size of the powder increased from 40 nm to 100 nm, the fraction of the Ni-ferrite phase was also on the rise, and the surface area of the powder was greatly reduced. As the inlet speed of solution increased from 2 cc/min. to 10 cc/min., the average particle size of the powder greatly increased, and the fraction of the Ni-ferrite phase was on the rise. As the inlet speed of solution increased to 100 cc/min., the average particle size of the powder decreased slightly and the distribution of the particle size appeared more irregular. Along with the increase of the inlet speed of solution more than 10 cc/min., the fraction of the Ni-ferrite phase was decreased. As the air pressure increased up to 1 kg/cm², the average particle size of the powder and the fraction of the Ni-ferrite phase was almost constant. In case of 3 kg/cm² air pressure, the average particle size of the powder and the fraction of the Ni-ferrite phase remarkably decreased.

Key words : Nano-sized powder, Spray pyrolysis process, Waste acid solution, Shadow mask processing, Average particle size

1. 서 론

국내의 경우 미립의 금속산화물 분말을 제조하는 방법들 중 고상반응법¹⁾은 제조 공정상의 경제성으로 인하여 대부분의 복합 분말의 제조에 널리 이용되고 있다. 그러나 이 방법은 혼합 등의 모든 과정이 고체 상태에서 이루어지기 때문에 정밀하고, 불순물 함량

이 엄격히 제한되는 고기능성 부품 제조에는 기술적 한계가 있다. 한편 공침법으로 대표되는 습식법²⁾은 원료 성분들을 포함하고 있는 원료 용액에 강알칼리를 첨가하여 금속 수산화물 형태로 침전 석출시킨 후 적당한 조건에서 열분해시킴으로써 목적하는 금속 산화물을 제조하는 방법이다. 이 방법에 의해 제조된 분말은 생성되는 분말이 대부분 수산화물 형태이기

때문에 산화물 분말을 제조하기 위해서는 별도의 열처리 과정이 수반 되어야 하므로 분말의 입도 조절이 곤란하며, 다른 방법에 비해 공정이 복잡하고 환경 오염 문제 등으로 인하여 광범위한 적용이 어려운 방법이다. 반면 분무열분해 공정^{3,6)}은 열분해 조건에 의해 입자 특성의 제어가 가능하고 불순물 혼입 가능성이 적을 뿐 아니라 고상 반응법에서는 필수적인 과정들인 고상 분말들의 혼합과 하소에 의한 반응 및 이의 분쇄를 통한 분말 제조 과정들을 생략시킬 수 있는 공정상의 장점을 가지고 있다. 이에 따라 일본의 Scimarec, 독일의 Merck 및 미국 SSC 등의 기업체에서는 분무열분해법에 의해 제조된 고기능성 세라믹 분말들을 판매하고 있다. 또한 최근에는 분무열분해법에 의한 초미립 금속 산화물 분말의 제조에 관한 연구가 더욱 활발하게 이루어지고 있으며 응용 범위도 급속하게 확대되고 있는 상황이다. 반면 이 방법은 다른 방법들에 비해 원료용액의 제조비용이 고가인 단점이 있다고 알려져 있다. 그러나 이러한 단점은 산업현장에서 발생하는 유가 금속을 함유한 폐액을 원료 용액으로 사용하는 경우에는 전혀 문제가 되지 않으며 오히려 고기능성의 금속 산화물 분말 제조 뿐 아니라 폐액의 효율적 재활용 측면에서도 매우 바람직한 공정으로 평가되고 있다.

국내의 산업현장에서는 새도우마스크 제조공정 등에서 많은 유가금속을 함유한 폐액이 다량으로 배출되고 있는 실정이다. 국내의 경우 폐액을 이용한 분무열분해법은 포항제철 등에서 열연강판의 산세 시 발생하는 폐산으로부터 미립의 산화철 분말을 제조하는데 적용되고 있는 정도이며, PCB 제조공정에서 생성되는 폐용액을 원료로 사용하여 미립의 CuO 분말을 제조하는 연구^{7,8)}가 일부 이루어지고 있는 상황이다. 이들 분야를 제외하고는 폐액으로부터 금속산화물 분말 제조에 대한 연구가 거의 이루어지지 못하였으며 특히 이들 폐산에 다른 성분들을 용해시킨 복합폐산을 원료용액으로 사용하여 고기능성의 복합산화물 분말을 제조하는 공정은 전혀 이루어지지 못하고 있으며 이에 대한 기반 기술도 매우 미약한 실정이다.

따라서 본 연구에서는 새도우마스크 제조공정에서 발생하는 Fe-Ni 계 폐산을 원료 용액으로 사용하여 분무열분해법에 의해 평균입도가 100 nm 이하인 Ni-ferrite 분말을 제조하였으며, 또한 반응온도, 원료용

액의 유입속도 및 공기압력의 반응조건의 변화에 따른 생성 분말의 특성변화를 파악하였다.

2. 실험방법

새도우 마스크 제조공정에서 발생하는 폐산 용액 내의 Fe 및 Ni 성분의 농도는 각각 200 g/l 및 11 g/l 이었으며, SiO₂, P, Ca, Cr 및 Cu 성분들이 100 ppm 이하로 존재하고 있었고 용액의 비중은 약 1.5를 나타내었다. 폐산 용액 내에 99% 순도의 NiCl₂·6H₂O를 첨가하여 분무열분해 후의 분말의 조성이 NiFe₂O₄에 해당되도록 복합 산용액을 제조하였으며, 이 용액을 여과지로 2회 여과시킨 후 분무열분해를 위한 원료 용액으로 사용하였다. 제조된 용액의 농도는 거의 포화농도에 가까웠다. 본 연구에서는 분무열분해 공정에 의해 입자형상 및 입도분포 등의 특성이 균일한 나노 분말을 제조하기 위하여 용액의 미립화 장치, 4단 열분해 반응로, bag filter 포집장치 및 유해 생성가스를 청정시킬 수 있는 scrubber 장치까지 포함하는 분무열분해 system을 제작⁶⁾하였다. 복합 산용액을 이류체 nozzle을 통하여 800~1100°C로 유지되는 반응로 내부로 미립화된 액적형태로 분무시킴으로써 평균입도 100 nm 이하인 니켈 페라이트 분말을 제조하였다. 복합 산용액을 정량 화학펌프를 통하여 2~100 cc/min의 유속으로 nozzle의 한쪽 입구를 통하여 공급하고, air compressor로부터 압축된 공기를 0.1~3 kg/cm²의 압력으로 nozzle의 다른 쪽 입구로 투입하여 용액을 미립화시킴으로써 반응온도, 원료 용액의 유입속도 및 공기압력의 반응조건 변화에 따른 생성분말의 특성변화를 파악하였다. 반응인자들의 변화에 따른 분말들의 특성 변화는 SEM(입도분포, 평균입도 및 입자형상의 변화), XRD 분석(분말의 상 및 조성의 변화) 및 비표면적 측정을 통하여 파악하였다.

3. 실험결과 및 고찰

3.1. 반응온도의 영향

Fig. 1은 반응로 내부로 유입되는 공기압력을 1 kg/cm²으로 유지하는 경우에 반응온도가 800°C로부터 1100°C로 변화함에 따라 나타나는 입자들의 특성변화를 SEM에 의해 나타난 결과이다. 반응온도 증

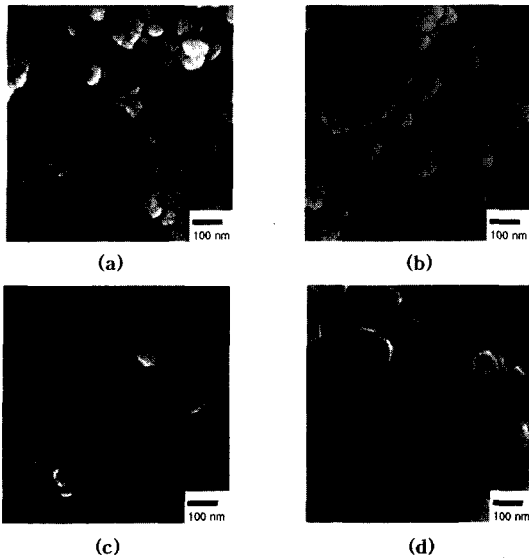


Fig. 1. SEM photographs of the produced powder with reaction temperature at air pressure of 1 kg/cm², inlet speed of solution of 10 cc/min. and raw material solution of 200g/l Fe.

(a) 800°C (b) 900°C (c) 1000°C (d) 1100°C

가에 따라 생성되는 분말들의 평균입도는 증가하고 있었으며 조직도 더욱 치밀화됨을 알 수 있었다. 반응온도 800°C에서는 비교적 낮은 온도에도 불구하고 용액의 높은 농도로 인하여 미립화된 액적은 반응로 내에서 심하게 분열되지만 미립의 고상분말을 충분히 성장시킬 만큼 반응온도가 높지 못하기 때문에 최종 생성된 분말의 평균입도는 40 nm 정도로 미세하게 나타났음을 알 수 있었다. 반응온도 900°C 경우에는 액적분열 현상이 더욱 심하게 일어나기 때문에 분말들의 입도분포는 800°C의 경우 보다 불규칙하게 나타나고 있지만 높은 온도로 인하여 초미립 입자들의 성장이 활발하게 진행되어 평균입도는 50 nm 정도로 증가하게 되고 더욱 치밀한 조직을 나타내고 있음을 알 수 있었다. 반응온도 1000°C의 경우에는 액적 분열현상이 더욱 심하게 나타나지만 높은 온도로 인하여 입자들 사이의 결합이 매우 빠르게 진행되기 때문에 평균입도는 60 nm 정도로 증가하게 되었으며 조직도 훨씬 치밀하게 나타나고 있었다. 한편 1100°C 경우에는 더욱 심한 액적 분열로 인하여 반

응초기에 형성된 고상 분말의 입도는 매우 작고 불규칙하게 나타나지만 성장이 매우 빠르게 진행되기 때문에 평균입도는 80~100 nm 정도로 크게 증가되었다. 또한 입자들의 형태도 구형 뿐 아니라 다각형 형태도 크게 증가하였음을 알 수 있었다. Fig. 2는 Fig. 1과 동일한 반응조건에서 각각의 반응온도 하에서 생성된 분말들의 상을 XRD 분석에 의해 나타낸 결과이다. 반응온도에 관계없이 NiFe₂O₄, Fe₂O₃ 및 NiO 상이 공존하고 있었다. 또한 반응온도의 증가에 따라 Fe₂O₃ 상의 비율은 점점 감소하는 반면 NiFe₂O₄ 상의 비율은 크게 증가하고 있으며 이 현상은 1000°C 이상에서 더욱 현저하게 나타나고 있었다. 이 결과는 반응온도가 낮은 경우에는 Fe₂O₃ 및 NiO 상의 비율이 증가하게 되지만 온도의 증가에 따라 이상들 사이에 Fe₂O₃ + NiO = NiFe₂O₄ 형태의 ferrite화 반응이 진행되어 NiFe₂O₄ 상의 비율이 더욱 증가하게 된 것에 기인한다고 판단된다. 한편 Fig. 3은 Fig. 1과 동일한 반응조건에서 반응온도의 변화에 따른 분말들의 비표면적의 변화를 나타낸 결과이다. 반

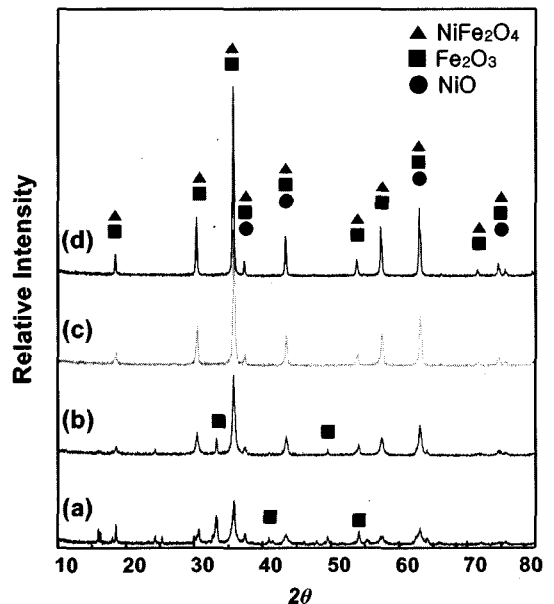


Fig. 2. XRD patterns of the produced powder with reaction temperature at air pressure of 1 kg/cm², inlet speed of solution of 10 cc/min. and raw material solution of 200g/l Fe.

(a) 800°C (b) 900°C (c) 1000°C (d) 1100°C

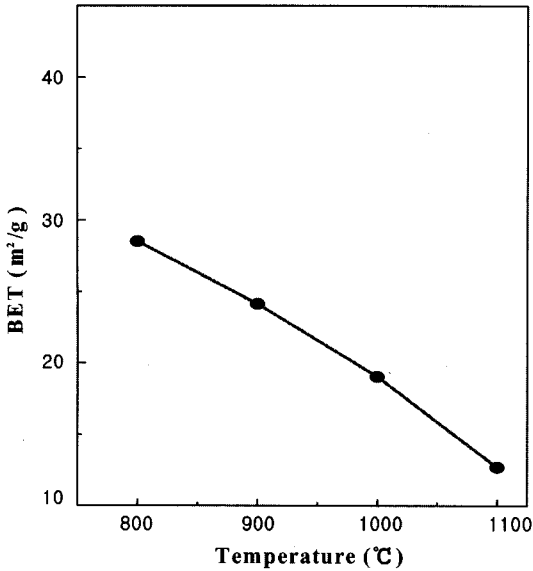


Fig. 3. Specific surface areas of the produced powder with reaction temperature at air pressure of 1 kg/cm², inlet speed of solution of 10 cc/min. and raw material solution of 200g/l Fe.

용온도의 증가에 따라 분말들의 비표면적은 감소하였으며 1100°C 경우는 800°C의 경우에 비해 비표면적이 2배 이상 감소함을 알 수 있었다. 이 결과는 Fig. 1에 나타낸 바와 같이 반응온도 증가에 따라 분말들의 입도가 2배 정도 크게 증가하고 조적도 더욱 치밀화됨에 기인하는 것으로 사료된다.

3.2. 용액 유입속도의 영향

Fig. 4는 공기압력이 1 kg/cm²이며 폐액 중의 Fe 농도가 200 g/l, 반응온도 1000°C의 조건에서 용액의 유입속도 변화에 따른 생성되는 분말들의 특성변화를 SEM에 의해 나타낸 결과이다. 용액의 유입속도가 2 cc/min.로 부터 10 cc/min.로 증가함에 따라 분말들의 평균입도는 약 40 nm에서 60 nm로 증가하는 반면 입도분포는 불규칙하게 됨을 알 수 있었다. 일반적으로 이류체 노즐에 의해 형성되는 액적들의 평균 입도는 다음 식(9)에 의해 나타낼 수 있다.

$$X = 585 \frac{\sqrt{\sigma}}{v\sqrt{\rho}} + 579 \left(\frac{\mu}{v\sqrt{\sigma\rho}} \right)^{0.45} \frac{1000Q_L^{1.5}}{Q_a} \quad (1)$$

여기서 X는 평균입도, σ는 용액의 표면장력, ρ는

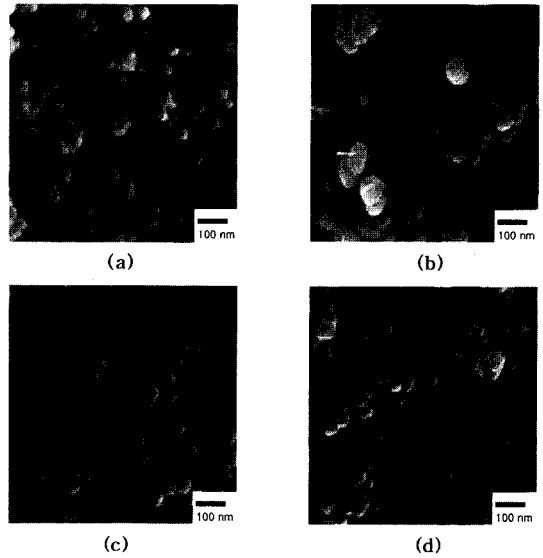


Fig. 4. SEM photographs of produced powder with inlet speed of solution at reaction temperature of 1000°C, air pressure of 1 kg/cm² and raw material solution of 200 g/l Fe.

(a) 2 cc/min. (b) 10 cc/min. (c) 20 cc/min. (d) 100 cc/min.

밀도, v는 용액의 분사속도, μ는 점도, Q_L은 용액의 양, Q_a는 공기량을 나타낸다. 따라서 식 (1)에 나타낸 바와 같이 용액의 유입속도가 증가함에 따라 액적 크기도 증가하는 반면 이에 따라 액적의 분열 현상도 더욱 심해지기 때문에 최종 생성되는 분말들의 평균입도는 증가하는 반면 입도분포는 더욱 불규칙하게 됨을 알 수 있었다. 한편 유입속도가 20 cc/min.로 증가하는 경우에는 분말들의 평균입도는 약간 감소하는 반면 입도분포는 거의 유사하게 나타남을 알 수 있었다. 이 결과는 용액의 유입속도가 증가함에 따라 미립화되는 액적 크기가 증가되고 액적 분열 현상이 더욱 증가되는 효과와 액적 내에 존재하는 용매의 증발열 증가로 인한 액적분열 현상의 감소 효과가 복합적으로 작용함으로써 나타나는 것으로 사료된다. 반면 용액의 유입속도가 100 cc/min.로 증가하는 경우에는 평균입도가 더욱 감소하면서 입도분포는 불규칙하게 됨을 알 수 있었다. 이 결과는 유입속도가 100 cc/min.로 증가하면 액적분열 현상이 더욱 심해지는 효과가 나타나는 반면, 액적 내의 용매의 증발열의 증가에 의해 액적의 분열 현상이 오히려 감소되는 효과 및 열분해에 의해 생성되는 입

자들 사이의 결합 현상이 감소되는 효과들이 복합적으로 나타나기 때문에 판단된다. Fig. 5는 Fig. 4와 동일한 반응조건 하에서 XRD 분석에 의해 용액의 유입속도 변화에 따른 분말들의 상의 변화를 나타낸 결과이다. 용액의 유입속도에 관계없이 NiFe_2O_4 , Fe_2O_3 및 NiO 상이 공존하고 있음을 알 수 있었다. 반면 용액의 유입 속도가 2 cc/min.로부터 10 cc/min.로 증가하는 경우에는 Ni-ferrite의 생성비율이 크게 증가함을 알 수 있었다. 용액의 유입속도가 2 cc/min.로 낮은 경우에는 미립화되는 액적 크기가 매우 작기 때문에 액적으로부터의 증발열이 감소할 뿐만 아니라 액적 내의 용매의 증발이 매우 빠르게 완료되기 때문에 ferrite화 반응이 더욱 진행되는 효과가 나타나지만 열분해 과정에서 산소의 충분한 공급이 이루어지지 못하게 되기 때문에 Fe_2O_3 및 NiO 상의 생성속도 뿐 아니라 NiFe_2O_4 의 생성속도도 크게 감소되는 것으로 판단된다. 반면 용액의 유입속도가 10 cc/min.인 경우에는 유입속도 증가에 따른 액적 크기의 증가로 인하여 액적 내의 용매의 증발에 더 많은 시간이 소요되기 때문에 열분해 과정에서 더욱 충분한 산소공급이 이루어짐에 의해

NiFe_2O_4 의 생성 비율이 크게 증가되는 것으로 사료된다. 한편 유입속도가 10 cc/min. 이상에서는 유입속도 증가에 따라 Ni-ferrite의 생성비율이 점점 감소하고 있음을 알 수 있었다. 이 결과는 용액의 유입속도 증가에 따른 액적 크기의 증가로 인하여 열분해 과정에서 산소 공급이 증가되는 효과가 나타나지만 용매의 증발에 더 많은 시간이 소요되는 현상 및 용매의 증발열 증가로 인하여 주위 온도가 감소되는 효과가 더욱 크게 작용하여 결과적으로 Ni-ferrite의 생성비율이 점점 감소하게 된 것으로 판단된다. Fig. 6은 Fig. 4와 동일한 반응조건 하에서 용액의 유입속도 변화에 따른 분말의 비표면적의 변화를 나타내었다. 용액의 유입속도가 2 cc/min.로 부터 10 cc/min.로 증가함에 따라 분말들의 비표면적은 50% 정도 감소하고 있음을 알 수 있었다. 이 결과는 용액의 유입속도 증가에 따라 분말의 평균입도가 40 nm에서 60 nm로 증가된 결과에 기인하고 있다고 판단된다. 한편 용액의 유입속도가 20 cc/min.로 증가되는 경우에는 분말들의 비표면적이 유입속도 10 cc/min.의 경우에 비해 약간 증가하는 경향을 나타내고 있었다. 이 현상은 Fig. 4에 나타낸 바와 같이 유입속도가

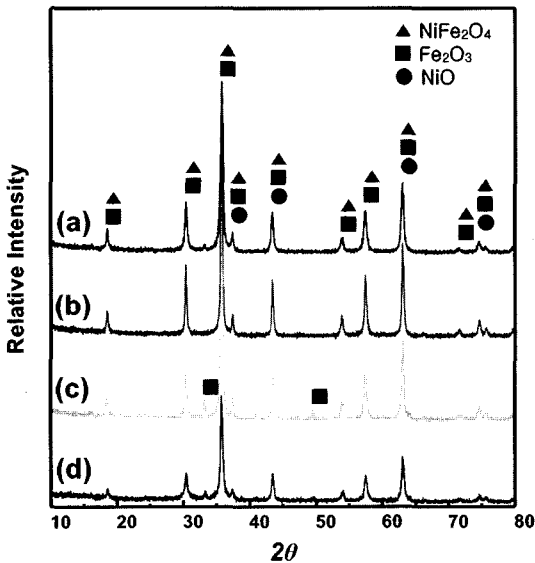


Fig. 5. XRD patterns of produced powder with inlet speed of solution at reaction temperature of 1000°C, air pressure of 1 kg/cm² and raw material solution of 200 g/l Fe.

(a) 2 cc/min. (b) 10 cc/min. (c) 20 cc/min. (d) 100 cc/min.

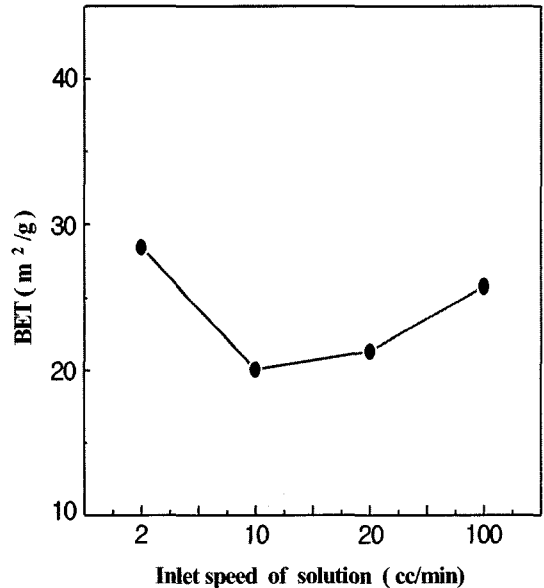


Fig. 6. Specific surface areas of produced powder with inlet speed of solution at reaction temperature of 1000°C, air pressure of 1 kg/cm² and raw material solution of 200 g/l Fe.

10 cc/min.로부터 20 cc/min.로 증가함에 따라 분말들의 평균입도가 약간 감소한 결과에 기인하는 것으로 사료된다. 또한 용액 유입속도가 100 cc/min.로 증가되는 경우에는 비표면적이 더욱 증가하였으며 이 결과도 Fig. 4에서 나타낸 평균입도의 변화의 결과와 경향이 거의 일치함을 알 수 있었다.

3.3. 공기압력의 영향

Fig. 7은 폐액 중의 Fe 농도가 200 g/l, 반응온도 1100°C의 조건에서 공기압력 변화에 따른 열분해 반응에 의해 생성되는 분말들의 특성변화를 SEM에 의해 나타낸 결과이다. 공기압력의 증가에 따라 분말들의 입도분포는 점점 균일해짐을 알 수 있었다. 공기압력이 1 kg/cm²까지는 분말들의 평균입도는 80~100 nm로 공기압력 증가에 따라 평균입도는 현저한 변화를 나타내지 않는 반면 공기압력이 3 kg/cm²로 증가하는 경우에는 평균입도가 50 nm 정도로 감소함을 알 수 있었다. 공기압력이 0.1 kg/cm²인 경우에는 nozzle에 의해 미립화되는 액적의 크기가 클 뿐 아니라 반응온도도 1100°C로 매우 높기 때문에 열분해 과정에서 심한 액적분열 현상이 나타나게 되어 평

균입도가 100 nm 이상되는 입자들과 50 nm 정도의 입자들이 공존하는 입도분포가 매우 불규칙한 형태를 나타내게 된 것으로 사료된다. 반면 생성된 분말들은 높은 반응온도로 인하여 입자 표면이 매우 치밀한 형태를 나타내었으며 상당 수의 입자들이 다각형의 형상을 나타내었으며 이에 따라 입자들 사이의 응집현상도 현저히 감소함을 알 수 있었다. 공기압력이 0.5 kg/cm² 및 1 kg/cm²로 증가되는 경우에는 액적 크기의 감소 및 열분해 과정에서의 액적 분열의 감소로 인하여 분말들의 입도분포는 점점 균일해지는 반면 평균입도는 80~100 nm로 공기압력 0.1 kg/cm²인 경우와 크게 차이가 나타나지 않음을 알 수 있었다. 공기압력이 3 kg/cm²로 감소하는 경우에는 액적크기가 감소할 뿐만 아니라 액적 분열현상도 감소하기 때문에 분말들의 입도분포는 매우 균일하게 되는 반면 평균입도는 약 50 nm로 감소함을 알 수 있었다. Fig. 8은 Fig. 7과 동일한 반응조건 하에서 공기의 유입속도 변화에 따른 분말들의 상의 변화를 XRD 분석에 의해 나타낸 결과이다. 공기압력 1 kg/cm²까지는 공기압력의 증가에 따라 생성된 상들의 생성 비율의 변화는 크게 나타나지 않는 반면

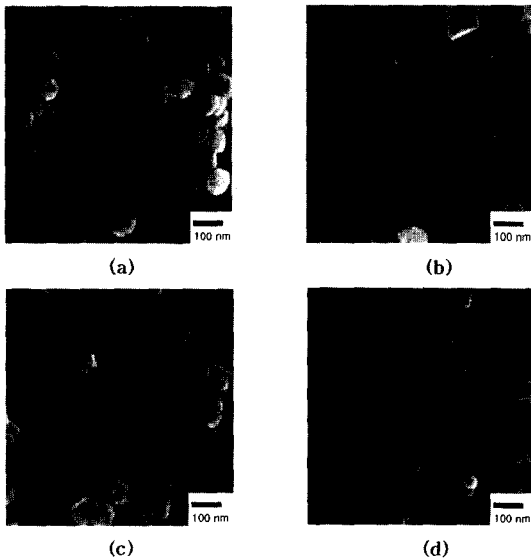


Fig. 7. SEM photographs of produced powder with air pressure at reaction temperature of 1100°C, inlet speed of solution of 10 cc/min. and raw material solution of 200 g/l Fe.

(a) 0.1kg/cm² (b) 0.5kg/cm² (c) 1kg/cm² (d) 3kg/cm²

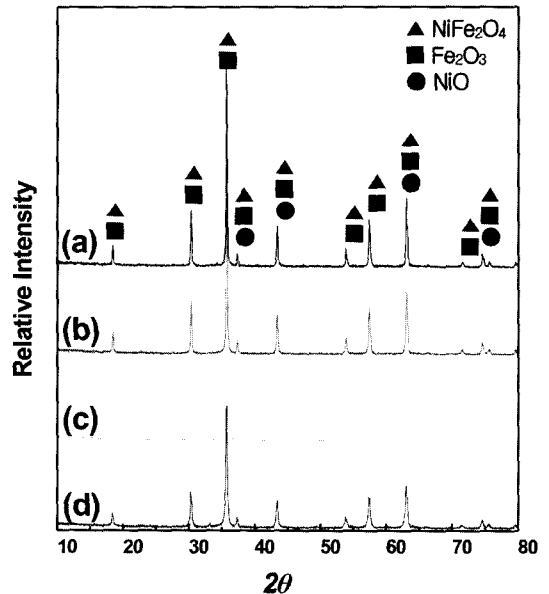


Fig. 8. XRD patterns of produced powder with air pressure at reaction temperature of 1100°C, inlet speed of solution of 10 cc/min. and raw material solution of 200 g/l Fe.

(a) 0.1kg/cm² (b) 0.5kg/cm² (c) 1kg/cm² (d) 3kg/cm²

공기압력 3 kg/cm²에서는 NiFe₂O₄의 생성비율이 크게 감소함을 알 수 있었다. 공기압력이 0.1 kg/cm²로 낮은 경우에는 액적 크기가 증가하여 액적 내의 용매의 증발에 더 많은 시간이 소요되기 때문에 NiFe₂O₄의 생성 비율이 감소하는 효과가 나타나지만 이와 함께 열분해 과정에서 더욱 충분한 산소공급이 이루어짐에 의해 ferrite화 반응이 더욱 촉진되는 효과가 복합적으로 나타나는 것으로 사료된다. 반면 공기압력이 0.5 kg/cm² 및 1 kg/cm²로 증가되는 경우에는 공기압력의 증가에 따라 산소 공급이 증대될 뿐 아니라 액적 크기 감소에 따라 액적 내의 용매의 증발이 빠르게 진행됨에 의해 NiFe₂O₄의 생성 비율이 증가하는 효과가 나타나지만 이와 함께 액적 크기 감소에 따른 용매의 빠른 증발로 인하여 충분한 산소공급이 이루어지지 못하는 효과가 복합적으로 작용함으로써 공기압력 증가에 따라 상들의 생성 비율에 거의 변화가 나타나지 않은 것으로 사료된다. 한편 공기압력이 3 kg/cm²인 경우에는 액적 크기 및 액적 분열현상이 감소하여 액적 내부까지 열분해반응이 용이하게 진행될 뿐만 아니라 공기압력의 증가에 따른 산소 공급의 증대에 의해 ferrite화 반응이 증가될 것으로 예상되지만 공기압력 증가에 따른 주위의 온도

감소 효과가 더욱 현저하게 나타나게 되어 오히려 NiFe₂O₄ 상의 생성 비율이 감소된 것으로 사료된다. Fig. 9에서는 Fig. 7과 동일한 반응조건 하에서 공기의 유입속도 변화에 따른 분말들의 비표면적의 변화를 나타내었다. 공기압력이 1 kg/cm²까지는 공기압력 변화에 따라 비표면적의 변화는 거의 나타나지 않음을 알 수 있었다. 이 결과는 공기압력이 0.1 kg/cm²인 경우에는 입도가 100 nm 이상인 입자들과 50 nm 정도의 입자들이 공존하는 입도분포가 매우 불규칙한 형태를 나타내고 있지만 전체적인 평균입도는 입도분포가 더 균일한 공기압력 0.5 kg/cm² 및 1 kg/cm²의 경우와 거의 차이가 나타나지 않음에 기인하는 것으로 사료된다. 한편 공기압력이 3 kg/cm²로 증가되는 경우에는 비표면적이 2배 정도 증가하였으며 이 결과는 분말들의 평균입도가 2배 정도 감소되는 현상에 기인하는 것으로 사료된다.

4. 결 론

새도우마스크 제조 공정 중 발생하는 폐액의 분무 열분해 반응에 의해 평균입도 100 nm 이하의 Ni-ferrite 분말을 제조하였으며 반응온도, 원료용액의 유입속도 및 공기의 유입속도 변화에 따른 생성된 분말의 특성변화를 파악하였다.

1) 반응온도가 800°C로부터 1100°C로 변화함에 따라 분말의 평균입도는 40 nm로부터 100 nm 정도까지 증가하고 있었으며 조지도 점점 치밀화되는 반면 입도분포는 불규칙하게 됨을 알 수 있었다. 반응온도의 증가에 따라 NiFe₂O₄ 상의 생성비율이 현저히 증가하고 있었으며, 분말들의 비표면적은 2배 이상 감소하고 있었다.

2) 용액의 유입속도가 2 cc/min.로 부터 10 cc/min로 증가함에 따라 분말들의 평균입도는 현저히 증가하는 반면 입도분포는 불규칙하였으며, Ni-ferrite의 생성비율이 크게 증가 하였다. 유입속도가 100 cc/min로 증가하는 경우에는 평균입도는 감소하는 반면 입도 분포는 매우 불규칙하게 나타나고 있었다. 유입속도가 10 cc/min.이상에서는 유입속도 증가에 따라 Ni-ferrite의 생성비율이 점점 감소하고 있었다.

3) 공기압력이 1 kg/cm²까지는 분말의 평균입도는 80~100 nm로 공기압력의 증가에 따라 분말들의 평균입도는 거의 변화를 나타나지 않는 반면 입도분포는

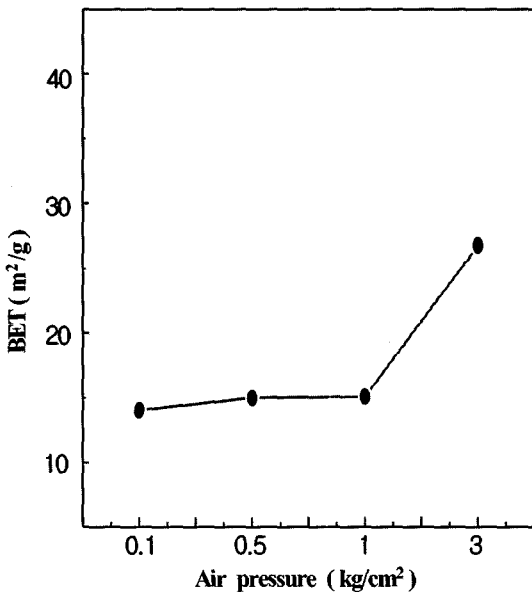


Fig. 9. Specific surface areas of powder with air pressure at reaction temperature of 1100°C, inlet speed of solution of 10 cc/min. and raw material solution of 200 g/l Fe.

균일해짐을 알 수 있었다. 공기압력이 3 kg/cm²로 증가하는 경우에는 평균입도가 약 50 nm로 감소하였고 입도분포도 더욱 균일해짐을 알 수 있었다. 공기압력이 1 kg/cm²까지는 공기압력의 변화에 따라 각각의 상들의 생성 비율의 변화는 거의 나타나지 않은 반면 공기압력 3 kg/cm²에서는 NiFe₂O₄의 생성 비율이 감소하였다.

참고문헌

1. T. Nakamura and Y. Okano: Proceeding of the ICF 7, (1996) C1-101.
2. Y. Yamamoto, A. Makino and T. Nikaidou: Proceeding of the ICF 7, (1996) C1-121.
3. T. C. Pluym, S. W. Lyons, Q. H. A. S. Powell and T. Kudas: Mat. Res. Bull., **28** (1993) 369.
4. T. Kudas, and A. Datye: J. Appl. Phys., **65** (1989) 2149.
5. A.R. Pebler, J. Mater. Res., **5** (1990) 680.
6. J. K. Yu, S. K. Suh, S. G. Kang, J. Y. Kim, S. H. Park, Y. S. Kim, J. H. Choi and J. G. Sohn: J. of Korean Inst. of Resources Recycling, **12** (2003) 20.
7. J. K. Yu and H. B. Park: Korean Journal Materials Research, **12** (2002) 58.
8. J. K. Yu, S. K. Suh, J. H. Choi and J. G. Sohn, Geosystem Engineering, **5** (2002) 13.
9. 徳永文博, 陶山容子, 加藤昭夫: 粉體および粉沫冶金, **24** (1977) 43.