

# 융복합기술을 이용한 초고순도화 및 입자복합화 기술개발

글 \_ 조성백  
한국지질자원연구원 광물자원연구본부

## 1. 서언

전자, 자동차, 환경, 에너지 등 전산업의 다양화 및 급속한 발전으로 인하여 복합기능 구현 및 신기능을 창출하는 부품소재의 개발이 요구되고 있다. 종래 단일공정 혹은 단일 소재에 의해 구현되어 온 여러 가지 부품들의 미래 요구형 부품소재 메가트랜드는 점차적으로 부품의 경량화, 극박화(極薄化), 환경친화형 등으로 변화하고 있다. 특히 LCD 및 PDP 분야, 광학 및 반도체 등의 첨단 IT산업에서는 고순도의 초미립 분말이 요구되고 있으며, 경량화, 고성능화 및 전자파 흡수 등의 복합기능을 창출하는 신 부품소재개발을 통한 신산업 창출을 위해서는 금속/세라믹/유기계 재료의 고유 영역을 넘나드는 이종 입자간의 입자-입자 복합화 기술, 무기/무기 복합화 기술, 금속/무기 복합화 기술과 무기물/유기물 복합화 기술이 필요하다.

원료의 고순도화, 입자 복합화 기술은 공정 및 금속/세라믹/유기계 소재간의 융·복합기술의 개발을 통하여 극대화될 수 있으며, 21세기 신성장 동력으로서 기대되는 IT, NT 산업 등에 활용되는 핵심 소재를 생산할 수 있는 핵심 기술로서 Blue Ocean 창출이 가능한 분야라고 할 수 있다. 따라서 본 연구과제에서는 유무기 융·복합공정과 소재간의 입자 복합화에 의한 미래 IT산업용 초고순도 세라믹 나노입자 및 신산업 창출용 신기능 첨단 신소재 및 관련 원천기술을 개발하고자 하였다.

본 연구과제에서는 융·복합 기술을 소재공정의 융합 공정기술, 단일 소재나 이종 소재를 조합하여 물리적 또

는 화학적으로 복합화하는 입자 복합화 기술로 분류하였다. 먼저 융합공정기술은 공정을 두 가지 이상 융합하여 초고순도화 및 복합기능 입자를 제조하는 기술로서, Mechanochemistry/sonochemistry 융복합공정, preceramic polymer의 열처리 과정을 통한 기능성 입자합성 등의 신 개념의 유기/무기 융복합 공정기술을 중심으로 하고 있다.

한편, 입자 복합화기술은 각소재의 특성을 활용하여 새로운 기능과 성능을 동시에 구현하는 소재간의 복합화 기술로서, 금속/유기/무기 입자 복합화기술, 유기/무기 입자 복합화기술로 분류하였다. 금속/유기/무기 입자 복합화기술은 고강도 내마모형 금속/무기(세라믹) 입자 복합화, 전자파 흡수용 섬유형 고각형비 금속입자/유기물 복합화기술로 구성되어 있다. 유기/무기 입자 복합화기술은 Wide band-gap 나노입자와 Narrow band-gap 나노입자와의 융합, 광반도체 무기물과 홀전도성 유기물과의 복합화, 무기입자/유기물 복합화 복합 금속/유기물 복합화, 원자구조/미세구조제어에 의해 제조된 기능성 무기 나노입자와 나노반응기 등을 이용하여 합성된 유기 나노입자 자체의 복합화기술로 구성되어 있으며 세부과제에 대한 요약은 아래에 기술하였다.

## 2. 유무기 복합공정에 의한 Al-세라믹스 나노 입자 합성기술

현재 국내에서는 Al precursor를 제조하는 경우 단순 분쇄 후 알칼리 침출에 의해 제조하고 있는데 이 경우 수

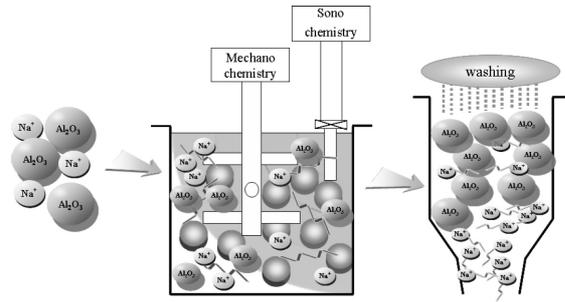


Fig. 1. Mechanochemistry/sonochemistry 융복합공정에 의한 고순도화 기술 개념도.

산화알루미늄 재석출과정에서 입자사이에 Na 이온이 잔류하며 이들의 제거가 어렵다. Al-rich materials로부터 precursor를 제조 시 기계적인 에너지 또는 초음파 등의 에너지를 동시에 시료에 적용하게 하여 반응을 촉진시키거나, 불순물을 제거하기 쉬운 salt 등의 형태로 치환시켜 고순도의 precursor를 제조하고 이를 이용한 고순도의 Al 세라믹스를 제조하고자 하는 연구이며 그 개념도를 Fig. 1에 나타내었다.

### 3. 에어로졸 공정과 유기 템플레이트 융합 공정을 이용하여 나노구조 알루미늄 분말 제조 및 특성 제어 기술 개발

본 연구에서 시도하려는 합성법은 기존의 액상 합성법과 차별화된 에어로졸 기상 합성법이다. 전구체를 수화

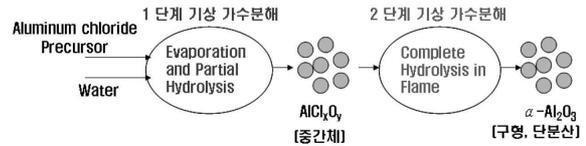


Fig. 2. 에어로졸 기상 합성법에 의한  $\alpha$ -알루미나 제조기술개념도.

시키고 여과, 세척, 건조, 하소 및 후 밀링 과정을 거쳐  $\alpha$ -알루미나를 제조하는 기존의 액상법 (Bayer, sol-gel)과는 달리 본 연구에서는 전구체를 기화시켜 기상에서 반응시켜 분말을 얻는 건식 합성법이다. 입자의 크기 및 분포를 제어하기 위한 독자적인 기술을 개발하는 것이 본 연구의 핵심으로 그 추진 전략은 Fig. 2와 같다. 즉, 기화된 알루미늄 염화염을 수증기와 반응시켜 1단계 가수분해된 중간체를 합성하고 이를 높은 온도의 flame 내에서 기상 가수분해 및 결정화시켜 구형의 나노  $\alpha$ -알루미나를 제조하고자 하는 것이다.

한편, 알루미늄 나노 구조체 제조를 위해서 선택한 합성법은 에어로졸 기상합성법으로 전구체 용액을 액적화하고 건조, 열분해 시켜 분말을 제조하는 ‘분무열분해법’이다. 본 연구의 핵심은 나노 구조의 알루미늄 분말을 제조 및 기공특성과 표면 특성을 조절할 수 있는 에어로졸 합성기술을 개발하는 것이다. 본 연구에서 적용하려는 합성법의 전체적인 공정도는 Fig. 3과 같다. 전구체로는 고순도 염화 알루미늄 혹은 질산염 전구체, 또는 고순도 알루미늄 나노 분말을 직접 활용할 수 있다. 이러한 전구

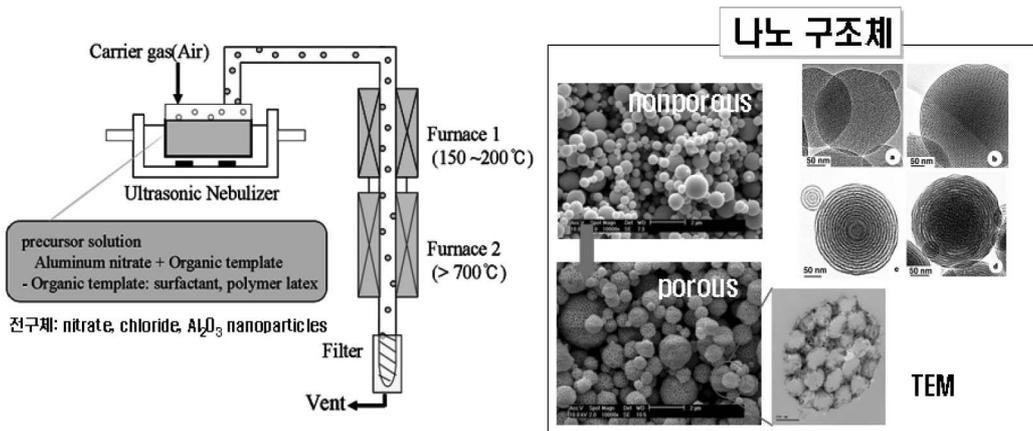


Fig. 3. 분무열분해법에 의한 알루미늄 나노 구조체 제조 기술 개념도.

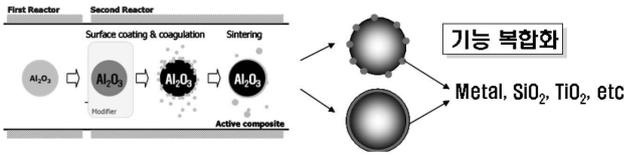


Fig. 4. 나노 구조 알루미나의 기능화 개념도.

체들을 유기 템플레이트와 함께 물에 녹여 액적으로 만든 후 반응기 내에서 천천히 건조시켜 자기조립을 유도 최종적으로 열분해시켜 다공성의 알루미나 분말을 제조할 것이다. 이러한 공정을 통해 얻고자 하는 것은 아래 Fig. 3의 오른쪽에 나타낸 것과 같이 비다공성의 구형 입자를 다공의 입자로 만들고자 하는 것이다.

한편 나노 구조의 알루미나를 기능화하기 위해서는 표면을 개질할 필요가 있다. 또한 이중의 성분으로 복합화하는 기술을 개발하고자 한다. 이를 위한 실험적 접근 방법은 Fig. 4와 같다. 금속 성분을 전구체와 직접 분무시켜 기공내에 금속 성분을 함침시킬 수 있고, 제 2종의 금속을 추가적으로 주입하여 표면을 코팅함으로써 최종적으로 고표면적화, 기능화(촉매적기능, 광화학적 특성 등)를 유도하려고 한다.

#### 4. 고순도, 고열전도성 AlN 원료분말 합성기술

본 연구에서는 기상반응 공정을 통하여 빠른 시간내에 상용화가 가능한 AlN 분말제조연구를 수행함과 동시에 소결성이 우수한 AlN 나노 분말을 제조하기 위하여 Fig. 5와 6에 나타낸 것과 같이 기상합성 및 Preceramic polymer를 통한 AlN 제조 원천연구를 동시에 수행하고자한다. 기존의 AlN 제조 방법은 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>를 카본 존재하에서 질소 또는 암모니아와 고온에서 반응시켜 얻어지므로 잔존 산소는 AlN의 특성 중 가장 주목되는 열전도율을 저하시키는 특성이 있다. 잔존 산소를 제거하기 위하여 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, CaO 등의 소결 조제 존재하에서 1800°C 이상의 고온에서 장기간 소결해야 하는 단점을 가지고 있다. 1990년대에 이르러 organometallic precursor를 이용한 저온 합성공정이 연구되기 시작하였으며 이러한 organometallic precursor를 출발물질로 하는 경우 Oxygen



Fig. 5. 기상합성공정.



Fig. 6. Preceramic polymer 전구체를 이용한 AlN nano powder 제조 공정.

Free AlN 제조가 가능하므로 고온에서 단시간 소결과정을 통하여 치밀체를 얻을 수 있다는 장점이 있다. 또한 organometallic precursor를 출발물질로 하는 경우 유기용매에 용해가 가능한 [(CH<sub>3</sub>)-Al-N-(H)]<sub>n</sub>, [(NH<sub>2</sub>)-Al-N-(H)]<sub>n</sub>, [(Cl)-Al-N-(H)]<sub>n</sub> 등의 Preceramic polymer의 제조가 가능하고 이러한 용해성 Preceramic polymer는 CVD 코팅을 저렴하게 대치할 수 있는 Spray, Spin, Dip 코팅 재료의 원료가 될 뿐만 아니라 고순도 나노 AlN 분말제조 원료로 사용이 가능하다. Preceramic polymer를 통한 세라믹 제조 기술은 유기하이브리드 precursor를 사용하여 저온에서 제조하기 때문에 기존의 고온 반응공정에 비하여 새로운 기능성 세라믹 제조 가능성이 매우 높은 소재 원천 연구라고 사료된다.

#### 5. Preceramics 융합공정에 의한 기능성 나노 입자 합성기술

나노 입자 합성의 핵심은 화학적인 방법에 의한 미세 가공기술로서 preceramic을 이용하여 우리가 원하는 조성과 구조를 설계하고 재현해 내는 것이다. 성공적인 고순도의 나노 입자 합성을 위하여서는 우수한 특성을 갖는 preceramics가 확보되어야 한다. 현재 대부분의 preceramics는 외국에 의존하고 있고 이로 인한 소재 합성 기술의 확보에 어려움이 많다.

기상법을 이용하여 나노 입자를 합성하기 위하여서는 균일한 핵생성을 유도하기 위한 과포화 상태를 유도하여

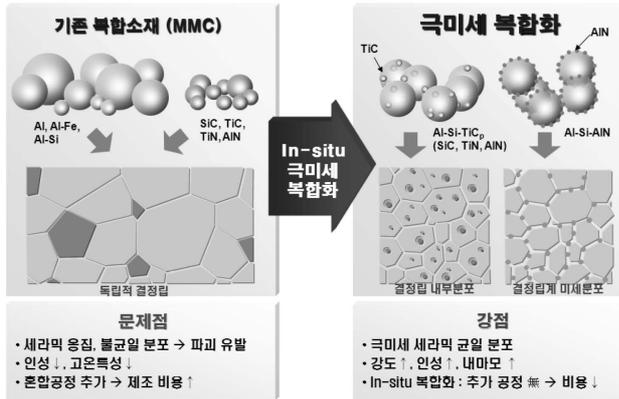


Fig. 7. 극미세 복합화 기술의 기본개념.

야 하는데 이를 위하여서 액상의 preceramic을 가열하거나 solvent 등과 혼합하기도 한다. 한번 핵형성이 일어나면 남아있는 과포화상태의 preceramics는 응축이나 증기상 분자들의 반응으로 입자성장이 일어난다. 그러므로 나노 크기의 입자 합성을 위하여서는 높은 핵형성 밀도를 유인하고 반응 기구를 더디게 하는 방법으로 입자의 크기를 제어할 수 있다.

본 과제에서 개발하고자 하는 출발원인 preceramics는 입자합성 출발물질로서 금속입자와 산소가 결합되어 있

는 이온결합성의 기본구조로서 이들이 복합되어 있거나 유기물이 부착되어 있는 형태의 물질을 통칭하며 이를 이용하여 합성하려는 대상원료는 세라믹스의 원료에서 기초적인 분야인 실리콘을 base로 한 원료 군으로 용복합 기술에 의해 SiO<sub>2</sub>, SiC, Si 등으로서 상기 부품소재 원료의 초고순도화 및 기능성 입자의 개발을 하고자 한다.

## 6. 극미세 금속 복합분말 경량 고강도화 기술

본 기술은 복합분말의 성형 및 고밀도 벌크화에 의한 고강도/내마모 Al-M-C 합금(M: Metal, C: Ceramic) 분말 소재를 개발하고자 하는 입자복합화 융합기술이다. Al 분말소재의 기계적 특성을 향상시키기 위해서 합금화는 필수불가결하다. 그 중 Al-Si 합금화 기술은 선진국인 미국, 일본, 독일에서도 최근에 시작되었으며, Al 기지 합금분말에 세라믹 강화상(SiC, TiC, AlN 등)을 형성시켜 강도와 내마모성을 증가시키는 기술은 태동기에 있다고 할 수 있다. 본 연구에서는 Fig. 7과 같이 Al 기지에 세라믹 강화상을 형성시키는 In-situ 공정을 개발하여 극미세 복합화를 통한 경량 고강도/내마모 Al 합금분말소재 제조기술을 개발 및 선점하고 전자, 자동차 재료에 응용할 수 있는 기반을 마련하고자 하는 것이다.

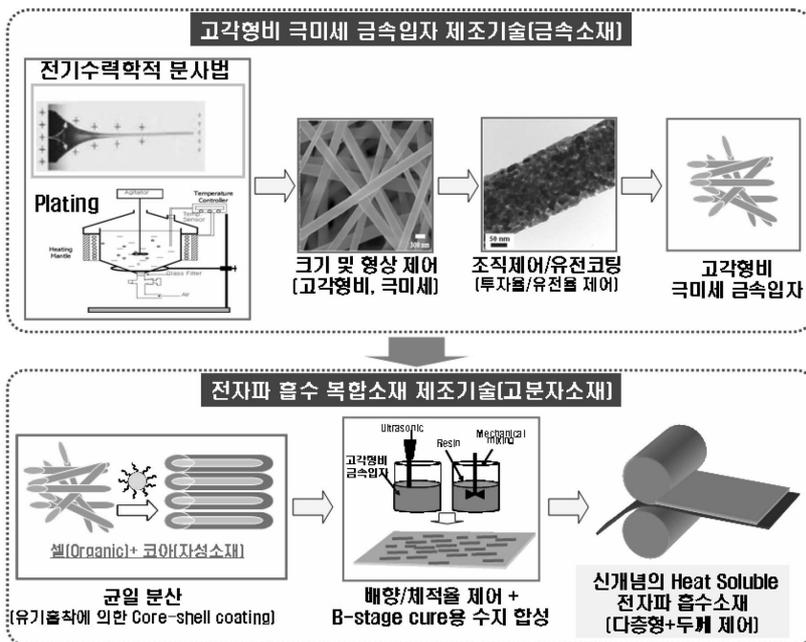


Fig. 8. 전자파 흡수 고각형비 극미세 금속입자 복합화 기술 개념도.

## 7. 전자파 흡수 고각형비 극미세 금속입자 복합화 기술

본 연구에서는 Fig. 8에 나타난 것과 같이 자성금속입자의 각형비, 형상 등을 제어하여 새로운 형태의 고각형비 극미세 금속입자를 제조하고, 금속입자의 유기 코팅을 통한 균일분산, 입자 배향 및 체적을 제어하여 전자파 흡수능력이 우수한 극박의 전자파 흡수소재를 제조하는 금속 및 고분자 소재간의 융합기술

을 개발하고자 한다.

### 8. 입자-입자 복합화 및 구조제어를 이용한 고기능성 나노입자 제조 기술

본 연구에서는 Fig. 9에 나타낸 것과 같이 원자구조/미세구조제어에 의해 제조된 기능성 무기나노입자와 나노반응기 등을 이용하여 합성된 유기 나노입자 자체의 복합기능화 및 이를 guest 입자로 사용하여 host 입자와의 건식 입자-입자 복합화 기술을 이용한 기능구축형 복합입자 제조기술로서 무기, 유기 등의 이종 소재간의 융합 및 소재설계·모델링기술, 기계화학적 결합기술, 물리화학적 표면제어기술, 입자배열기술 등의 상이한 공정들의 융합기술을 개발하고자 한다.

### 9. 무기입자/유기물 복합체의 3차원 구조, 전자 특성 및 계면제어 기술

포토디텍터(photodetector)는 오늘날 사용되지 않는 부분이 거의 없을 정도로 다양한 분야에 적용되고 있으며, 가장 대표적인 것이 CCD(Charge Coupled Device) 어레이를 이용한 디지털 카메라용 이미지 센서이다. 현재 자외선에서 적외선까지 다양한 파장대의 광을 감지하

는 포토디텍터 제조가 가능하지만 거의 모두 HgCdTe, InGaAs, Si 등 고가의 장비를 이용하여 물리적으로 제조한 재료로부터 제조되고 있다. 그런데 최근에 광반도체 나노입자와 홀 전도성 유기물을 융합화한 소재로부터 저가이며, 특성이 우수한 광감지소재/소자의 제조 가능성이 보고되고 있다. 국내의 광기능성 나노입자, 유기물 합성 기술은 선진국과 비교하여 거의 차이가 없을 정도로 급격히 발전하고 있지만, 전하 쌍 분리, 전하 이동 특성 등 광전 메커니즘에 관한 기초 연구를 바탕으로 응용성에 기반 한 입자 형태 제어, 3차원 구조, 계면 제어 등 핵심 기술 개발에서는 아직 연구가 진행되지 못하고 있는 실정이다. 본 연구에서는 Fig. 10에 나타낸 것과 같이

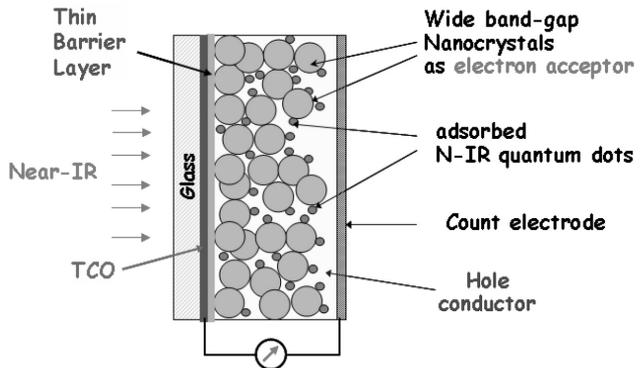


Fig. 10. 근적외선 감지기능 소재원천기술개발 개념도.

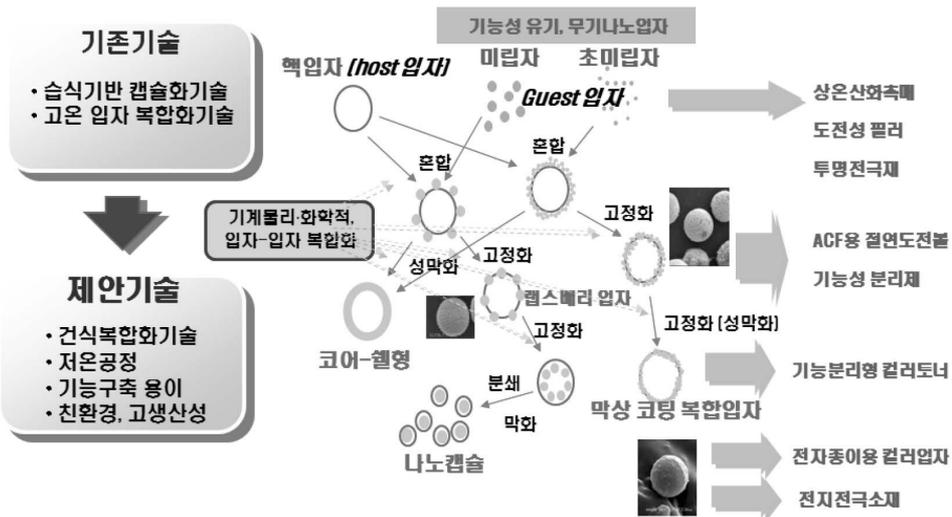


Fig. 9. 입자입자 복합화 및 구조제어를 이용한 고기능성 나노입자 제조기술 개념도.



사진 1. 융복합기술을 이용한 초고순도화 및 입자복합화 기술개발 연구팀.

Wide band-gap 나노입자와 Narrow band-gap 나노입자와의 융합 및 광반도체 무기물과 홀전도성 유기물과의 복합화에 의한 신개념의 근적외선 감지기능 소재원천기술을 개발하고자 하였다.

## 10. 맺는말

융합기술은 시장 리스크가 높고, 산업화에도 장기간 소요되나 성공 시에는 무한한 가치 창출과 미래시장 선점이 가능한 분야이다. 본 연구팀(사진 1)의 연구목표인 융복합기술을 이용한 초고순도화 및 입자복합화 기술개발을 위하여 세라믹, 화학 및 금속분야의 선도기술을 담

당하고 있는 한국지질자원연구원, 한국세라믹기술원, 재료연구소, 한국과학기술연구원, 한국화학연구원, 생산기술연구원 등의 전문연구기관을 중심으로 과제를 수행하고자 하였으며 관련요소기술의 심화 위탁연구를 위해 10개 국내대학의 전문연구팀이 합류하여 연구를 수행하고 있다. 특히 본 연구팀은 도전적 신개념의 연구를 적극 추진함으로써 신기능 창출 기술개발을 지향하고 세계적 리딩연구팀과의 정보교환 및 기술협력을 통해 세계 일류 융복합 원천기술을 개발하는 연구팀으로 자리매김할 수 있도록 할 것이다.

## 감사의 글

본 연구는 지식경제부 소재원천기술개발사업으로 진행중이며, 이에 감사드립니다.

### ●● 조성백



- 1995년 일본 경도대 공학박사
- 1995년~1997년 일본 무기재료연구소
- 1997년~현재 한국지질자원연구원
- 현재 한국지질자원연구원 광물자원연구본부 비금속활용연구실 실장 책임연구원 (e-mail: sbcho@kigam.re.kr)