

**Hot-Wall Reactor 화학기상응축법을 이용한
TiO₂ 나노분말의 합성에 관한 모사실험
(Computer Simulation for Formation of Nanosized TiO₂ Powder
by Hot-Wall Reactor Chemical Vapor Condensation)**

한양대학교 유지훈*, 김신영, 이재성, 안강호

1. 서론

최근 고순도·무응집상태의 나노분말을 기상으로부터 합성하여 공업적으로 응용하려는 연구가 전세계적으로 활발히 진행되고 있다. 그 중, 화학기상응축법 (chemical vapor condensation)은 수~수십나노미터의 크기를 갖는 다양한 종류의 극미세한 분말을 대량으로 합성할 수 있다는 장점이 있다. 그러나 현재까지의 보고들은 나노분말의 형성과정과 속도론적인 분석을 간과한 분말특성에만 치중되어 있는 실정이다. 본 연구에서는 hot-wall 형 화학기상응축 반응기 내부에서의 나노분말 형성과정을 컴퓨터 모사를 통하여 예측하였고, 이를 실험결과와 비교함으로써 분말형성기구를 조사하고자 하였다.

2. 실험방법

정상적 유체흐름이란 가정하에, SIMPLE (semi-implicit method for pressure-linked equations) 연산¹⁾을 이용하여 반응기 내부의 온도 및 유체속도분포를 구하였다. 이때, 직경 3cm, 길이 100cm의 이차원 원통형 반응관에 대해 유체흐름방향으로 102 grids, 반지름 방향으로 17 grids가 적용되었다. 입자성장엔 coagulation 모델을 이용하여 성장과정을 조사하였다. 모사실험결과를 실제로 합성한 분말특성과 비교하기 위하여 모사에 적용된 동일한 조건에서 분말을 합성하였다. 반응압력 10 mbar, 반응온도 1000°C로 유지된 반응관내에서 TTIP(Titanium-tetra isopropoxide, SIGMA-ALDRICH Co., 99.999%) 전구체를 분당 0.372 ml의 속도로 주입하였고, 운반기체인 헬륨은 1 slm, 반응기체인 산소는 1~2 slm의 속도로 변화시키며 주입하였다. 생성되는 분말들을 직접적으로 관찰하기 위하여 반응관 내부에 응축용 석영관을 장입하였고, 장입봉의 각 부위별로 포집된 분말들에 대해 XRD를 이용하여 분말의 입도를 분석하였다.

3. 결과 및 고찰

Coagulation 모델을 기본으로 한 본 모사실험 결과에서는 높은 과포화도로 인해 초기에 7 nm 크기를 갖는 입자들이 급격히 형성된 후, 시간이 지날수록 parabolic 하게 성장하여 최종 17~20 nm 크기의 분말들이 형성되었다. 또한 산소유량이 증가할수록 생성된 분말의 크기는 감소하는 것으로 나타났는데, 이는 산소유량이 증가할수록 전체 기체유량이 증가함으로써 체류시간이 감소하기 때문인 것으로 판단된다. 실제로 반응관 내부에서 합성된 TiO₂ 분말을 XRD로 분석한 결정입도의 결과에서 반응기 끝쪽 부위에서는 약 20 nm 크기를 갖는 아나타제상 분말을 얻었다. 이는 컴퓨터를 이용한 모사실험 결과와 거의 일치하는 결과이다. 그러나 반응기 내부의 고온부에서는 40 nm 크기의 루타일상 분말이 형성되었는데, 이는 응착된 분말이 고온부에서 입자성장이 일어남에 따라 미세한 아나타제상에서 조대한 루타일상으로 상변태가 일어났기 때문으로 판단된다²⁾. 본 연구결과들로부터는 정확한 분말합성기구를 제시할 수 없으나, 앞으로 진행될 연구에서 여러 가지 다른 모델기구들에 대한 모사실험이 추가된다면 CVC 반응기 내에서의 정확한 분말합성기구에 대해 언급할 수 있으리라 판단된다.

4. 참고문헌

- 1) S.V. Patanker, *Numerical Heat Transfer and Fluid Flow*, McGraw-Hill, NewYork (1980)
- 2) A.A. Gribb and J.F. Banfield, *American Mineralogist*, 82 (1997) 717.