

**자전연소 고온 반응법에 의한 TiO₂/Mg계 반응특성
(Reaction Characteristics of TiO₂/Mg System in
Self-propagating High-Temperature synthesis
Method)**

충남대학교 금속공학과 안중재 · 이종현 · 원창환

1서론:TiO₂분말은 그 자체로 세라믹원료, 연마제, 의약품, 백색안료등으로 사용되고 있다. 그러나 이 산화티탄에서 약간의 산소를 제거하여 생성된 새로운 산화티탄 (Ti_nO_{2n-1}, n= 1~10)은 그 전기적 성질과 색도 때문에 새로운 전자재료 및 화장품원료로서 각광받고 있다. 이미 Magneli phases titanium oxides로 명명되어 'Ebonex'라는 상업적 상품으로 제조되고 있다. 그러나 기존의 방법은 설비와 반응 시간 등 높은 경제성을 기대하기는 어렵기 때문에 본 연구에서는 기존의 제조 단점을 보완하기 위하여 자전연소 고온반응법을 이용하여 생성물을 제조하고자 하였다.

2실험방법:본 연구의 원료는 TiO₂(98.56%이상, <0.5 μ m,Korea Titanium Co, Korea), Mg(98%이상, 50~60mesh Duksan Pharm. Co., Korea, 140~200mesh)을 사용하였다. 위의 원료분말을 소정의 몰비로 칭량한 후 알루미늄이나 볼과 함께 Polyethylene bottle(H:120mm, Φ :200mm)에 넣고 볼 밑에서 140rpm으로 2~3시간 건식으로 혼합하였다. 혼합된 분말은 상온 균일 압축기(CIP, cold isostatic pressing)를 이용하여 지름 40mm, 높이 50~60mm의 원기둥형 펠렛으로 제조하였고, 성형압력의 변화에 대한 영향을 고찰하기 위해 성형압력을 120~300MPa로 변화시켜 예비성형체를 만들었다. 건조기에서 약 120℃에서 120분 이상 건조시켰다. 이 예비성형체를 그림 1의 자전연소 고온반응기내에 장착하여 내부를 진공상태로 유지한 다음, 아르곤 가스를 주입하여 압력을 1atm으로 한 후 텅스텐 필라멘트(직경 1mm, 220V, 60A)로 점화 시켰다. 또한 연소파가 통과시 연소온도 및 냉각온도 측정을 위해 예비성형체의 중앙부에 설치된 C type열전대를 삽입하여 연소온도를 측정하였다. 불순물을 제거하기 위해서 상온에서 침출을 행하였으며, 90℃온도로 10시간 진공 건조시켜 최종생성물의 특성을 평가하였다. X-RD를 이용하여 2 θ 값을 20에서 80의 범위를 주고 최종생성물의 결정구조를 분석하였고, 주사전자현미경으로 미세구조를 관찰하였고, EDS로 성분분석을 하였다.

3.실험결과 및 고찰: 1)최적의 Mg몰비는 2.5몰이었고, 그 이상에서는 미반응물이 나타났다. 2) 자전연소 고온반응에서 Mg입자크기가 작을수록, 성형압력이 증가할수록 미반응물이 감소되었다. Mg입자크기가 큰 50/60mesh일 경우에는 성형압력은 550MPa이었다. 140/200mesh일 경우에는 영향이 없었다. 3) 침출 반응에서는 입자크기, 반응온도, 교반속도, 반응시간이 증가할수록 침출효과는 증가최적조건은 침출온도 70℃, 입자크기 325mesh이하, 교반속도 320rpm, 침출시간 3시간, HCl농도 6.5M이었다.