

분무열분해법에 의한 구리염화물 용액으로부터 CuO 분말의 제조
 (Manufacture of the CuO Powder from Copper Chloride
 Solution by Spray Pyrolysis Process)

호서대학교 유재근, 박희범

본 연구에서는 구리 염화물 용액을 원료로 하여 분무열분해 공정에 의해 평균 입도가 $1 \mu\text{m}$ 이하이면서 입도분포가 균일하고 치밀한 조직을 나타내는 구리 산화물 분말을 제조하기 위하여 생성되는 분말 특성에 영향을 미치는 반응온도, 원료용액의 유입속도, 분위기 기체(공기)의 유입속도, nozzle tip 크기 및 원료용액 농도 등의 반응인자들의 영향을 검토하였다.

원료용액의 Cu 농도를 포화농도에 가깝게 유지하는 경우에는 분무열분해 과정에서의 액적 분열 현상에 의해 반응온도의 증가에 따라 외관상으로는 생성된 분말들의 입도가 감소하였지만 매우 치밀한 조직을 나타내고 있었다. 반응온도가 800° 및 900°C 인 경우에는 생성된 주된 상은 CuCl 이었지만 $\text{CuCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 등의 상들이 일부 존재하고 있었으며, 반응온도 1000°C 및 1100°C 인 경우에는 모두 CuCl 상을 나타내고 있었다. 용액 내의 Cu 농도가 30 g/l 인 경우 반응온도의 증가에 따라 생성된 분말들은 더욱 치밀한 조직을 나타내면서 입도도 현저히 증가함을 알 수 있었으며 생성된 분말들의 입자형태는 구상과 침상이 혼재되어 있었다. 반응온도 800°C 에서는 CuO와 CuCl의 혼합상이 주된 상이었으며, 900°C 이상에서는 CuO가 주된 상을 이루고 있었다.

반응온도 1000°C 의 경우, 원료용액 내의 Cu 농도가 증가할수록 생성된 분말들의 입도가 현저히 증가하였다. 또한 용액의 농도가 높은 반응조건에서 형성된 분말들의 표면은 전반적으로 치밀하지 못한 다공질 형태의 조직을 나타내고 있었다. 또한 Cu 농도가 100 g/l 이상인 경우에는 생성된 분말들의 형상은 구형에 가까웠으며, CuCl이 주된 상을 이루고 있었다. Cu 농도가 30 g/l 이하인 경우에는 분말들의 입자형태는 구상과 침상이 혼재되어 있는 상태이었으며 농도 감소에 따라 침상 분말의 비율이 현저히 증가하였고, 분말들의 입도는 크게 감소하였다. 또한 생성된 분말들은 CuO가 주된 상을 나타내고 있었다. 한편 반응온도 1100°C 에서 원료용액의 농도가 포화상태에 근접한 경우 최종적으로 생성되는 분말들의 입도는 반응온도 1000°C 의 경우보다 작게 나타났으며, 반면 입자들은 전반적으로 매우 치밀한 상태를 나타내었다.

원료용액의 농도가 포화농도에 가까운 경우, 원료용액의 유입속도가 감소할수록 생성된 분말들의 입도는 감소하였으며, 반면 입자들의 표면은 점점 치밀한 상태를 나타내고 있었다. 또한 용액의 유입속도가 10 ml/min. 이상에서는 분무열분해 과정에서의 액적의 분열 현상으로 인하여 생성된 입자들의 표면이 전반적으로 치밀하지 못한 상태를 나타내고 있었다. 농도가 30 g/l 로 낮은 경우에는 원료용액의 유입속도의 증가에 따라 생성된 분말들의 입도는 증가하였으며, 유입속도 10 ml/min. 이상에서도 입자들의 표면은 비교적 치밀한 상태를 나타내고 있었다.

원료용액의 농도가 포화농도에 가까운 경우, nozzle tip 크기가 3 mm 까지는 tip 크기 증가에 따라 분무열분해에 의해 생성된 분말들의 입도는 증가하는 반면, 입자들의 표면은 심하게 분열된 상태를 나타내고 있었다. Tip의 크기가 5 mm 인 경우에는 액적의 심한 분열로 인하여 생성된 분말들의 입도는 오히려 tip 크기 3 mm 인 반응조건에 비해 현저히 감소되었다. 원료용액의 농도가 30 g/l 인 경우에도 nozzle tip 크기의 증가에 따라 최종적으로 생성된 분말 입도는 크게 증가되었으며, tip 크기가 5 mm 인 경우에도 생성된 분말들의 입도가 tip 크기 3 mm 의 경우에 비해 더욱 증가하였으며 일부 입자들은 입도가 $1 \mu\text{m}$ 정도로 크게 증가하였다.

Nozzle로 유입되는 공기압력의 증가에 따라 분무열분해에 의한 분말들의 평균 입도는 원료용액의 농도에 관계없이 감소하였으며, 이때 입도분포는 더욱 균일하였고, 입자들의 표면도 매우 치밀한 조직을 나타내었다. 원료용액의 농도가 포화농도에 가까운 경우, 공기압력 0.1 kg/cm^2 의 경우에는 입자들의 평균입도가 약 $0.7 \mu\text{m}$ 이상이었지만 공기압력 3 kg/cm^2 인 경우에는 약 $0.2 \sim 0.4 \mu\text{m}$ 로 현저히 감소하였다. 용액의 농도가 30 g/l 인 경우에는 공기압력 3 kg/cm^2 에서 입자들의 평균입도가 $0.1 \sim 0.2 \mu\text{m}$ 정도까지 감소하였다. 이때 구상과 침상형태가 혼재되어 있는 각각의 입자들은 심하게 응집되지 않고 분산상태가 양호함을 알 수 있었다.