

연소합성법을 이용한 Ni 계 나노금속분말의 합성 (Synthesis of the Nanocrystalline Ni Alloy Particles by a Combustion Synthesis Process)

신형철*, 정충환, 이희균, 윤순길*, 홍계원
한국원자력연구소 원자력재료기술개발팀, * 충남대학교 공과대학 재료공학과

1. 서론

연소합성공정(Combustion Synthesis Process)을 이용하여 Ni 계 나노금속분말을 합성하였다. 이 공정은 산화제인 금속염과 연료간의 자발적인 연소에 의해 발생하는 반응열 이용하여 Ni 계 나노금속분말을 얻는 방법으로 액상에서 분자간의 반응과 금속분말 합성시 발생하는 많은 양의 가스에 의해 생성분말이 미세하고, 반응시간이 짧으며, 금속분말을 얻기 위하여 복잡하고 거대한 반응기를 사용할 필요가 없기 때문에 시설비 감소 등의 장점이 있다.

본 연구에서는 Ni 질산염과 연료사이의 자발착화 연소합성 및 분무연소합성공정을 이용하여 Ni 계 나노금속분말을 합성하고 분말합성 조건 및 분말특성을 조사하였다.

2. 실험방법

Ni 및 다른 금속원소는 고순도 질산염을 사용하였고, 연료로는 glycine, urea 및 citric acid 를 사용하였다. 적당량의 증류수에 금속질산염과 연료를 충분히 교반하여 전구용액을 제조한 후, 외부에서 열을 가해 증류수를 증발시켜 자발착화가 되도록 하는 공정과 전구용액을 분무하여 연소시키는 공정을 이용하였다. 아민기만을 지니고 있는 urea, 카르복실기만을 지니고 있는 citric acid 및 아민기와 카르복실기를 모두 지니고 있는 glycine을 이용하여 연료 종류에 따른 반응 특성 및 합성시 첨가되는 연료의 양 변화에 따른 반응 특성에 대해서 실험하였다. 연소합성법으로 합성된 분말의 특성은 XRD에 의한 상분석과 peak의 결과로 입자크기를 계산하였고, 분말형상은 TEM과 SEM으로 관찰하였다.

3. 실험결과

Glycine 연료 양이 화학양론조성인 경우는 NiO상만이 합성되었으며, 연료 양이 화학양론적 조성으로부터 증가할 수록 Ni상과 NiO상이 함께 관찰되어졌다. 초기에 형성된 NiO가 과량으로 존재하는 연료의 연소시 NiO의 산소를 이용하기 때문에 과량의 연료를 연소시키기 위해서 NiO가 Ni로 환원된 것으로 생각된다. 과량의 연료(화학양론조성의 2배)를 사용하여 공기중에서 합성된 분말은 Ni상만 존재하였고, 일차입자의 크기는 20~30nm 이었다.

화학양론조성의 2배의 연료를 첨가한 경우, 아민기만 지닌 urea를 연료로 사용한 경우는 Ni상은 관찰되지 않았으며 NiO상만 관찰되었으며 심한 폭발성의 반응을 보였다. 카르복실산기만 지닌 citric을 연료로 사용한 경우는 Ni상과 NiO상이 관찰되었다. 그러나 거의 반응성이 없었으며 반응성이 있다해도 긴 반응 시간이 요구되었다.

분무연소합성법을 이용하여 합성된 Ni계 분말은 구형의 형상을 유지하였으며, 일차입자의 크기가 50nm 이었다.