A-7

분무열분해법에 의한 폐동액의 재활용에 대한 연구

(Study on the Recycling of Waste Copper Solution by Spray Pyrolysis Process)

호서대학교 유재근, 박희범, 최재권

1. 서 론

본 연구의 목적은 폐 구리염화물 용액을 원료로 사용하여 분무열분해 공정에 의해 고순도이면서 평균 입도가 1 ㎛ 이하이며 입도분포가 균일하고 치밀한 조직을 나타내는 미립의 구리산화물 분말을 제조하는데 있다. 또한 본 연구에서는 분무열분해 공정에 의해 생성되는 분말의 특성에 영향을 미치는 반응온도, 원료용액의 유입속도, 분위기 기체 및 공기의 유입속도, nozzle tip 크기 및 원료용액의 농도 등의 반응인자들의 영향을 검토하였다.

2. 실험방법

본 연구에서 사용된 원료용액은 PCB 기판의 제조과정에서 발생되는 폐동액을 사용하였으며, 자체 제작한 분무열분해 system을 사용하여 입도 1㎛ 이하의 고상분말을 제조하였다. 본 연구에서는 원료 용액의 농도(10 ~ 200g/ℓ), 반응온도(800 ~1100℃), nozzle로 유입되는 공기의 압력 (0.1 ~ 3 kg/cm^2) 및 nozzle tip 크기(1 ~ 5 mm) 등의 반응조건들의 변화에 따른 생성분말의 조성, 입도분포 및 입자형태 등의 특성변화를 XRD 분석 및 SEM 등에 의한 관찰들을 통하여 파악하였다.

3. 실험결과 및 고찰

폐 구리염화물 용액 내의 구리 성분의 함량이 100 g/l인 경우에는 반응온도 800℃, 900℃, 1000℃ 및 1100℃ 모두 생성분말이 CuCl 상만을 나타내고 있었다. 반응온도가 800℃인 경우에는 생성된 분말들의 입도는 반응온도가 더 높은 조건에서 보다 외관상 오히려 크게 나타나고 있으나 실제로는 대부분의 입자들이 심하게 분열되어 0.1~0.2㎛의 미립의 입자들로 이루어져 있었다. 이 현상은 nozzle에 의해 미립화된 액적이 분열된 후 낮은 반응온도로 인하여 충분히 치밀화되지 못한 것에 기인하는 것으로 사료된다. 반면 반응온도의 증가에 따라 입자들은 치밀한 상태를 나타내고 있었으며, 실제 분열된 입자들의 입도도 증가하고 있음을 알 수 있었다. 한편 폐동액 내의 Cu 농도가 30g/l 이상인 경우에는 생성되는 분말들의 상은 대부분 CuCl이었으며, 반면 Cu 농도가 30g/l 이하로 감소할수록 CuO의 생성비율이 증가하였다. Cu 농도가 100g/l 이하인 경우에는 농도의 감소에 따라 생성되는 분말들의 입도가 현저히 증가하였으며 이 사실은 농도의 감소에 따라 반응초기 액적의 분열이 심하게 나타나지 않은 것에 기인하는 것으로 사료된다. 반면 Cu 농도가 200 g/l인 경우에는 생성되는 분말들의 입도가 100g/l의 경우보다 더욱 증가하였으며 이는 Cu 농도의 증가에 따라 액적의 분열은 심하게 일어나지만 분열된 액적의 크기도 증가되기 때문으로 사료된다. 폐동액의 유입속도의 증가에 따라 생성된 분말들의 입도는 증가하는 반면 입자들의 조직은 치밀하지 못하고 액적의 분열된 형태를 나타내고 있었다. 이 현상은 유입속도가 2 cc/min.로 매우 낮은 경우에는 초기 액적의 크기도 작을 뿐 아니라 반응과정 동안에 액적의 분열 현상도 거의 나타나지 않기 때문에 생성된 분말들은 입도가 작고 치밀한 조직을 나타내는 것으로 사료된다. 반면 유입속도의 증가에 따라 초기 액적 크기가 증가하며 이에 따라 반응과정에서 액적의 분열 현상이 나타나기 때문에 입도는 크지만 분열된 형태의 분말들이 생성되는 것으로 사료된다. 폐동액을 미립화시키기 위한 nozzle tip의 크기는 1mm까지는 tip 크기의 증가에 따라 형성된 분말들의 입도도 증가하였다. 반면 2mm 크기 이상에서는 액적의 분열 현상에 의해 분말들의 입도 및 입자 형태는 현저하게 변화하지 않았으며 입도분포는 더욱 불규칙하게 나타났음을 알 수 있었다. 반응로 내부로 유입되는 공기압력의 증가에 따라 생성된 분말들의 입도는 현저하게 감소하였으며 반면 입도분포는 매우 균일하게 나타나고 있었다. 공기압력이 3kg/cm^{2}인 경우에는 생성 분말들의 조직이 매우 치밀하며 평균입도가 0.2~0.3㎛로 매우 미세하게 나타나는 반면, 공기압력이 0.1kg/cm^{2}인 경우에는 심한 액적의 분열현상으로 인하여 분말들의 조직이 치밀하지 못하며 입도분포도 매우 불규칙하게 나타남을 알 수 있었다.