

졸겔법에 의한 나노알루미나 휘스커 제조 (Synthesis of Nano Alumina Whiskers by Sol-Gel Process)

한국원자력연구소 박중학*, 이창규, 김경호, 이민규, 김홍희

1. 서론

최근 나노크기의 재료에 대한 연구가 활발히 진행되고 있다. 기존의 제조방법들에 비하여 전기폭발법은 에너지 소비효율이 높고 제조시 다른 부산물이 없기 때문에 환경 친화적이다. 나노 Al_2O_3 휘스커는 비표면적이 수백 m^2/g 으로 매우 크기 때문에 흡착제 및 촉매제 등으로 사용할 수 있다. 또한 더 낮은 온도에서 소결이 되기 때문에 소결체로도 사용이 가능하다. 본 연구에서는 전기폭발법으로 나노 Al 분말을 제조한 후 이를 졸겔법을 이용하여 나노크기의 Al_2O_3 휘스커를 제조하였다.

2. 실험방법

전기폭발법을 이용하여 나노 Al 분말을 제조하였다. 챔버 내부를 진공 빼기 후 고순도 (99.99%) 아르곤 가스를 채워서 4bar의 압력으로 유지하였다. 직경 0.45mm, 순도 99.9%의 Al wire를 연속적으로 주입하면서 폭발을 시켰으며, 1회 폭발에 사용된 wire의 길이는 88mm이었고 부가한 전압은 26kV이었다. 분말은 분급 장치를 통하여 cyclone과 mechanic filter에서 포집하였다. 분말안정화 기술로써 Al 분말에 산화막(Al_2O_3)을 코팅하는 passivation을 하였다. 제조된 Al 분말은 초순수와 이에 NH_3 를 첨가하여 pH를 각각 5, 6, 7, 10으로 변화시켜 일정시간동안 수화반응을 시킨 후 건조하여 중간생성물인 bayerite ($Al(OH)_3$)를 제조하였다. 이렇게 제조된 bayerite를 열처리조건을 변화시켜 Al_2O_3 휘스커를 제조하였다. 제조된 분말 및 휘스커의 형상 및 크기를 관찰하기 위하여 주사전자현미경(SEM) 및 투과전자현미경(TEM) 관찰을 하였고, 정확한 상분석을 위하여 X-선 회절(XRD)시험을 하였으며, 비표면적을 측정하기 위하여 BET surface area 측정을 하였다.

3. 결과 및 고찰

전기폭발법으로 제조한 Al 분말의 SEM 및 TEM 관찰결과, 그 크기가 80~120nm에 달하는 구형입자라는 것을 알 수 있다. 분말의 정확한 상분석을 위하여 XRD 시험 결과 순수한 금속 Al 피크가 관찰되고, TEM 회절패턴에서도 동일한 결과가 나타난다. 수화반응시킨 bayerite는 XRD 시험결과, 결정구조는 monoclinic이고 열처리 후에는 결정구조가 cubic인 γ Al_2O_3 이다. 이러한 경향은 pH농도와는 관계없이 동일한 것을 알 수 있다. 하지만 pH가 증가할수록 중간생성물인 bayerite 변태에 소요되는 시간은 상당히 감소한다. 열처리 후 Al_2O_3 의 TEM 관찰결과 직경이 2~4nm이고 길이가 20~80nm인 휘스커들이 서로 엉켜있는 것을 알 수 있고, BET 비표면적을 측정한 결과 436.1 m^2/g 로써 Al 분말의 경우는 20 m^2/g 인 것에 비하여 약 20배가 증가한다. 열처리 온도에 따른 Al_2O_3 휘스커의 비표면적을 측정한 결과, 비표면적은 250℃에서 147 m^2/g 이었던 것이 열처리 온도가 증가함에 따라 계속 증가하여 350℃에서는 436 m^2/g 로써 최대값을 나타내지만 온도가 더욱 증가함에 따라 비표면적은 오히려 감소한다. pH 농도가 따른 비표면적값을 측정한 결과, 최대 비표면적값을 나타내는 온도를 기준으로 pH 농도가 증가할수록 436 m^2/g 에서 413 m^2/g , 366 m^2/g , 363 m^2/g 으로 감소한다.

4. 결론

- 1) 직경이 2~4nm이고 길이가 20~80nm인 Al_2O_3 휘스커를 제조하였다.
- 2) pH 농도가 증가할수록 비표면적값은 감소하였고, 가장 큰 비표면적값을 갖는 최적 열처리 온도는 350℃이다.