A-11

복합 폐산용액으로부터 분무열분해법에 의한 나노 크기의 Ni-ferrite 및 복합산화물 분말 제조

(Manufacture of the Ni-Ferrite and Complex Oxide Powder of Nano Size by Spray Pyrolysis Process from Complex Waste Acid Solution)

호서대학교 유재근, 충북대학교 김용수, 최재하

1. 서 론

본 연구에서는 산업현장에서 발생되는 Fe-Ni 계 폐산에 Ni 성분들을 용해시킨 복합 폐산용액을 원료용액으로 사용하여 분무열분해법에 의해 입도분포 및 조성이 균일하며, 입도가 100nm 이하인 초미립의 Ni-ferrite 분말 및 Fe_2O_3 + NiO 복합산화물 분말을 제조하며 반응온도, 원료용액의 농도, 원료용액의 유입속도, 공기압력 및 nozzle의 tip 크기 등의 주요 반응조건의 변화에 따른 생성분말의 특성변화를 파악하는데 그 목적이 있다.

2. 실험방법

본 연구에서는 새도우 마스크 제조 공정에서 발생되는 폐산을 정제하여 분무열분해를 위한 원료용액으로 사용하였다. 이 폐산용액 내에 $NiFe_2O_4$ 조성에 해당되는 Ni 성분을 첨가하여 복합산용액을 제조하였다. 이 용액을 nozzle을 통하여 열분해로 내부로 액적형태로 분무시킴으로써 입도가 100 nm 이하인 Ni-ferrite 분말 및 Fe_2O_3 + NiO 복합산화물 분말을 제조하였으며 반응조건 변화에 따른 생성분말의 특성 변화를 파악하였다. 반응인자들의 변화에 따른 분말들의 특성 변화는 SEM(입도분포, 평균입도 및 입자형태 등의 변화), XRD 분석(분말의 상 및 조성의 변화) 및 비표면적의 측정을 통하여 파악하였다.

3. 실험결과 및 고찰

반응온도가 800~1100℃로 증가함에 따라 생성된 분말들의 평균입도는 증가하였으며, Ni-ferrite의 생성비율이 크게 증가하였다. 또한 분말들의 조직도 점점 치밀하게 되었으며, 평균입도는 30~100 nm로 초미립의 입도분포를 나타내고 있었다. 용액의 농도가 증가함에 따라 분말들의 평균입도는 증가하는 반면 농도증가에 따른 액적의 분열로 인하여 그 효과는 현저하게 나타나지 않았다. 농도 감소에 따라 입도분포는 더욱 균일하게 나타났으며 조직도 치밀하게 나타남을 알 수 있었다. 원료용액의 유입속도 증가에 따라 입자들의 평균입도는 현저히 증가하였다. 특히 유입속도가 150 ㎖/min인 경우는 2 ㎖/min의 경우에 비해 평균입도가 3배 이상 증가함을 알 수 있었다. Nozzle tip 크기가 1 mm에서 2 mm로 증가함에 따라 분말의 입도는 감소하였으며, 3 mm에서는 약간 증가하는 반면 5mm에서는 다시 감소함을 알 수 있었다. 또한 tip 크기 감소에 따라 입도분포는 더욱 균일하며 조직도 치밀하게 나타남을 알 수 있었다. 공기압력이 0.1 kg/cm^{2}으로 부터 1 kg/cm^{2}으로 증가함에 따라 입도 변화는 현저하게 나타나지 않는 반면 3 kg/cm^{2}에서는 현저하게 감소하였으며 비표면적도 크게 감소함을 알 수 있었다.