

플라즈마 아크 방전법에 의한 Fe 나노 분말 제조

(Synthesis of Fe Nano Powders by Plasma Arc Discharge Method)

경남대학교 재료공학과 박우영*, 오영우

한국기계연구원 나노 분말 재료 그룹 최철진, 유지훈, 김성덕, 윤철수

1. 서론

물리적 기상법 중의 하나인 플라즈마 아크 방전법(Plasma Arc Discharge Method)은 전기적 아크를 발생하여 삽입된 가스 운반자의 강제적 유동으로 금속 고체원료 증기의 농도를 감소시키고, 성장시간을 감소시켜 100nm이하의 입자 크기를 가진 금속, 합금, 질화물, 탄화물 등을 제조할 수 있어 합금 설계가 유리하다. 또한 기상법에서 문제가 되는 대량생산성은 양극인 금속봉을 연속적으로 공급함으로써 극복할 수 있다.

본 연구에서는 플라즈마 아크 방전법(Plasma arc discharge method)을 이용하여 공정 변수 최적화(챔버 압력, 입력전류, 수소가스 비율 변화)을 통한 Fe 나노 분말을 제조하고자 하였다.

2. 실험 방법

순철 Fe(99.9% 고순도화학, 일본) rod를 양극으로 사용하였고 텅스텐(2% 토륨 함유)막대를 음극으로 사용하였다. 대기 불순물 오염 방지를 위해 챔버 내 압력을 4×10^{-1} Pa까지 진공 배기 한 뒤, 아르곤을 챔버 내에 주입하여 아크를 발생하였고 이후 수소가스를 천천히 유입시켰다.

공정변수는 챔버 압력(200Torr, 400Torr, 760Torr), 입력 전류(100A, 200A, 300A) 그리고 분위기 가스 중 수소 함유량(10%, 30%, 50%) 변화로 크게 세부분으로 나누어 실험을 행하였다. Fe 나노 분말은 대기와 접촉 시 급격한 산화반응으로 폭발 위험성이 있으므로 이를 방지하기 위해 혼합가스(Ar+1%O₂)를 유입시켜 2시간 동안 안정화 처리를 하여 Fe 나노 분말 표면에 산화층을 생성시켰다.

제조된 나노 분말의 상분을 위해 X선 회절 분석기(XRD)을 이용하였고, 전체적인 분말의 크기와 형상은 Fe-SEM과 투과전자현미경(TEM)으로 분석하였고 표면 산화층 확인은 XPS로 분석하였다.

3. 실험 결과 및 고찰

공정변수를 통해 제조된 Fe 나노 분말의 상 분석 시 α -Fe와 소량의 Fe₃O₄를 얻을 수 있었고 TEM분석 결과 입자 형상은 거의 구형이며, 핵과 껍질층 구조로 확인되었다. 챔버 압력, 입력 전류 그리고 수소 함유량 변화 시 충돌-융합성장에 의하여 입자 크기는 증가하는 현상을 보였다.