습식공정으로 밀링된 $Dy(Gd)_2O_3$-TiO_2 산화물의 소결성에 관한 연구

Sinterability of $Dy(Gd)_2O_3$-TiO_2 Oxides milled by wet process

김정석, 정창용, 김한수, 김시형
한국원자력연구소 대전광역시 유성구 덕진동 150
cera4@lycos.co.kr

1. 서론

원자로의 출력을 조절, 제어하는 제어봉은 중성자의 흡수단면적이 큰 물질로 제조된다.

제어봉 물질은 핵적 특성 뿐만 아니라 적절한 물리적 특성과 원자로 내에서의 안정성이 요구된다. 또, 가격면에서도 경제성이 있어야 한다. 현재 여러가지 제어봉 재료가 사용되고 있는데 최근에는 V. D. Risovany 등이 dysprosium titanate 산화물을 추천한 바 있다.[1] 그리고, 원자로에서 express rea-ctivity와 핵물질의 poisoning, 감속재, 핵연료, 기타 core재료의 온도변화에 따른 re -activity loss를 보상하기 위해 가연성 흡수 물질을 사용한다.[2]

본 연구에서는 조절봉 재료와 가연성 흡수봉 재료로써의 $Dy(Gd)_2O_3$-TiO_2에 대한 습식밀링 후 소결성에 대해 조사하였다.

2. 실험방법

원료분말은 고순도의 $Dy(Gd)_2O_3$ (ALDRICH, 99.9%)분말과 TiO_2(ALDRICH, 99.9%)를 사용하였다. $Dy(Gd)_2O_3$와 TiO_2의 혼합비는 각각 1:1(DT, GT), 1:2(D2T, G2T)가 되도록 계량하였다. 계량된 분말은 turbula mixer에서 1시간 동안 혼합하였다.

습식밀링에 사용된 용매는 증류수와 알코올이다. 1:1로 혼합된 분말들을 증류수에서, 1:2로 혼합된 분말들은 알코올에서 planetary mill(zirconia crucible, ϕ10mm zirconnia ball)을 사용하여 300rpm으로 2시간동안 밀링하였다. 혼합분말들은 double actio -n hydraulic press에서 300Mpa로 압분하여 압분체를 만들었다. 소결은 air분위기에서 5℃/min의 가열속도로 1650℃에서 4시간 동안 유지하였다. 현미경을 이용하여 소결체들의 내부조직을 조사하였으며, XRD분석을 통해 각 소결체의 결정상을 조사하였다. XRD분석에 사용된 target은 Cu(Kα 1.5405 6Å)이며 sampling width는 0.0200 deg, scanning speed는 4.00 deg/min이었다.

3. 실험결과 및 고찰

3.1 혼합분말의 소결성

$Dy(Gd)_2O_3$와 TiO_2의 혼합비를 1:1, 1:2가 되도록 하여 각각 증류수와 알코올에서 밀링 후 1650℃에서 4시간 동안 소결을 하였다. 상태도에 의하면 조성비가 1:1일 경우에는 $Dy(G-d)_2TiO_5$가, 1:2는 $Dy(Gd)_2Ti_2O_7$가 생성된다. Table 1은 이론밀도와 소결체 밀도를 비교한 것으로 상당한 밀도차이를 보이고 있음을 알 수 있다. Fig 1은 각 소결체의 미세조직을 나타내고 있다.

	DT	D2T	GT	G2T
소결체밀도 (이론밀도)	6.31 (6.89)	6.02 (6.86)	6.02 (6.60)	5.80 (6.57)

Table 1. Comparison on densities of pellets sintered at 1650℃

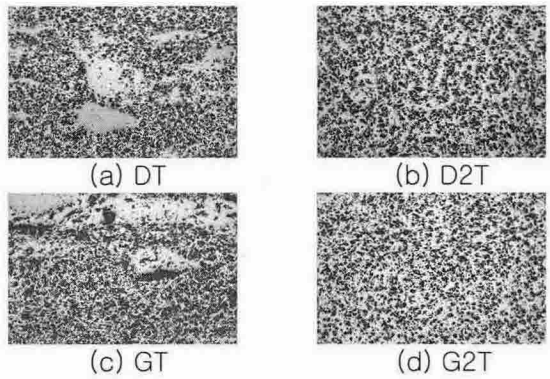

Fig. 1. Microstructure of $Dy(Gd)_2O_3$-TiO_2 sintered at 1650℃

밀도치와 미세조직 사진을 보면, 두가지 용매에서 분쇄된 분말의 소결성이 매우 떨어지는 것으로 나타났다. 특히 증류수의 경우에는 응집현상도 일어났다.

3.2 XRD 분석

상태도상에서 보면 $Dy(Gd)_2O_3$와 TiO_2의 혼합비가 1:1일때는 $Dy(Gd)_2TiO_5$, 1:2일때는 $Dy(Gd)_2Ti_2O_7$상이 전체적으로 나타난다.

Fig 2는 각 소결체의 XRD 분석결과를 나타내고 있다. DT시편에서는 예상과 달리 Dy_2TiO_5 Orthorhombic이 아닌 Hexagonal상이 검출되었으며 GT는 Gd_2TiO_5 뿐만아니라 Gd_2-Ti_2O_7도 함께 검출되었다. 그러나 D2T와 G2T는 예상대로

$Dy(Gd)_2Ti_2O_7$상이 검출되었다.

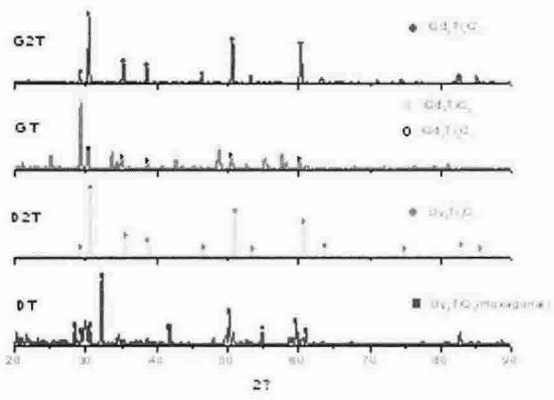

Fig. 2. XRD peaks of $Dy(Gd)_2O_3$–TiO_2 sintered at 1650℃

4. 결론

본 실험은 $Dy(Gd)_2O_3$–TiO_2의 습식밀링공정 후 압분체의 소결성에 대해 연구하였다.

소결체의 밀도치는 이론밀도값에 크게 못 미쳤으며, 미세조직 역시 많은 기공을 가지고 있었다. 특히 증류수의 경우에는 응집현상까지 일어났다. 이로 미루어 보아 습식공정에 사용된 두 용매(증류수, 알코올)에서는 소결성이 크게 떨어지는 것으로 나타났다. 그러나 XRD분석을 통해 분말의 혼합성에 대해서는 효과적인 것으로 나타났다.

Acknowledgemnet

본 연구는 과학기술부의 원자력 연구개발사업의 일환으로 수행되었음.

5. 참고문헌

[1] V. D. Risovany, E. E. Varlashova and D. N. Suslov, Dysprosium Titanate as an Absorber Material for Control Rod, J. Nucl. Mater, 281 84-9, 2000.
[2] Marielle Asou and Jacques Porta, Prospects for pois -oning reactor cores of the future, Nu clear Engineering and Design, 168 p.261, 1997