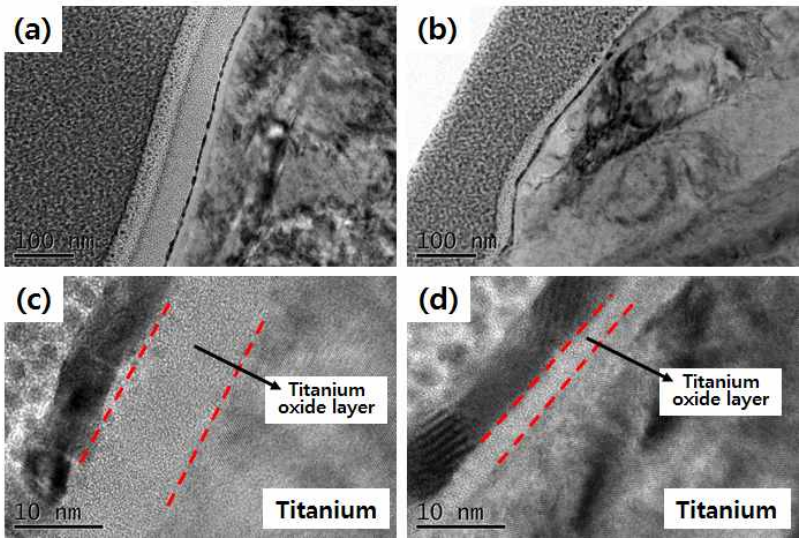


칼슘과의 반응에 의한 타이타늄 분말 표면의 산화층 제어 및 산소 저감
Oxygen reduction and control of surface oxide on titanium by calcium reductant

임재원*, 임노운, 홍천일, 오정민
 전북대학교 신소재공학부(E-mail: jwlim@jbnu.ac.kr)

초 록: 타이타늄에 있어서 주요 침입형 원소인 산소는 결합을 일으키는 원인으로 산소함량을 줄이는 연구가 활발히 진행되고 있다. 최근 가장 많이 이용되는 탈산 방법은 칼슘 및 칼슘염화물의 높은 산소 친화력을 이용하는 것이다. 칼슘염화물 플럭스를 사용하여 칼슘을 용해하고, 타이타늄과 반응한 탈산생성물인 칼슘산화물을 플럭스 내에 용해시키는 방법이다. 이러한 방법으로 타이타늄 와이어 및 시트 내 산소를 저감한 연구가 보고되었다. 타이타늄 탈산의 제일 큰 구동력은 타이타늄 내 산소원자의 확산이다. 타이타늄의 탈산온도가 1,155K 이상으로 증가하면 hcp에서 bcc 구조로 변태되는데 이러한 구조에서 산소의 확산은 더 활발해진다. 실제로 타이타늄의 변태온도 이전에서는 확산속도가 낮아서 큰 변화가 없지만, 1,273K 고온의 bcc 구조에서는 확산속도가 빨라서 그 이전에 비해 100배 이상 빠르게 원자 이동이 일어나는 것으로 알려져 있다. 하지만 이러한 탈산 방법은 타이타늄 원재료가 벌크 형태에서 주로 연구되었으며 타이타늄 분말에 대한 탈산 연구는 보고된 바가 많지 않다. 이는 높은 탈산온도에서 칼슘의 용해로 인한 분말의 건전한 회수가 어렵기 때문이다. 이러한 문제를 해결하기 위해 본 연구진은 칼슘 증기를 이용한 비접촉식 탈산 용기를 제작하여 타이타늄 분말을 변태온도 이상에서 탈산하여 1,000ppm 이하 저산소 타이타늄 분말을 회수하였다.

칼슘을 이용한 타이타늄 내 산소의 제거 메커니즘을 깁스자유에너지와 각각의 분압에 의해 설명하고 있다. 가장 일반적인 설명은 타이타늄 내 산소가 탈산온도에 따라 확산하게 되며 이러한 산소는 타이타늄의 표면에서 타이타늄 산화층을 형성한다. 이때 탈산제인 칼슘의 높은 산소 친화력으로 타이타늄 산화층은 분해되어 칼슘산화물을 형성한다. 이러한 과정으로 타이타늄 내 산소가 제거되는 것으로 알려져 있다. 하지만 많은 탈산 연구에도 불구하고 대부분의 연구 보고에서는 탈산 전후의 산소 농도 변화만 측정하였으며, 실제적으로 타이타늄 탈산 전후의 표면산화층의 변화, 타이타늄 내부의 산소농도 변화 및 격자 변형에 대한 연구는 보고된 바 없다.



따라서 본 연구는 1,000 ppm 이하 저산소 타이타늄 분말 제조에 있어서 탈산 전후 표면 산화층 및 내부 산소 농도 등을 분석하여 탈산 거동에 대해 관찰하였다. 본 연구에서 비접촉식 탈산용기를 이용하여 칼슘 증기에 의한 탈산에 의하여 1,000 ppm 이하 저산소 타이타늄 분말 제조하였고, 탈산된 분말을 타이타늄 원재료와 비교하여 표면 산화층, 격자 변형, 내부 산소 농도 등을 분석하여 탈산에 따른 산소 거동을 살펴보았다. 탈산된 타이타늄 분말의 표면 산화층은 원재료 대비 73% 제거되어 약 3nm로 줄었음을 확인하였고, 또한 표면 산화층 감소뿐만 아니라 타이타늄 분말 내부에서도 원재료보다 산소 농도가 감소하였음을 확인하였다.