

噴霧熱分解 工程에 의한 인듐 酸化物 나노 粉末 製造

俞裁根 · 朴施炫 · 孫晉君

湖西大學校 新素材工學 專攻, *浦項産業科學研究院

Preparation of Nano-Sized Indium Oxide Powder by Spray Pyrolysis Process.

Jae-Keun Yu, Si-Hyun Park and Jin-Gun Sohn

Department of Advanced Materials Engineering, Hoseo University, Korea

**Research Institute of Industrial Science and Technology, Pohang, Korea*

요 약

인듐 성분을 포함하는 원료용액을 분무열분해 시켜서 평균 입자크기 100 nm 이하의 인듐 산화물 나노 분말을 제조하였으며, 용액의 농도, nozzle tip 크기 및 공기의 유입속도 변화에 따른 생성된 분말들의 특성 변화를 파악하였다. 본 연구는 페 ITO로부터 나노 크기의 ITO 분말을 제조하기 위한 전 단계 연구로 수행되었다. 원료용액 내의 인듐 성분의 농도가 40 g/l로부터 350 g/l로 증가됨에 따라 생성된 분말의 평균 입자크기는 20~30 nm로부터 50~60 nm로 점점 증가하는 반면 입도분포는 더욱 불균일하게 나타나고 있었으며, XRD peak의 강도는 점점 증가하고 비표면적은 감소되었다. Nozzle tip의 크기가 1 mm로부터 5 mm로 증가함에 따라 분말들의 평균 입자크기는 40 nm 정도로부터 100 nm 정도까지 점점 증가하고 입도분포는 더욱 불균일하게 나타나고 있었으며, XRD peak 강도는 증가하는 반면 비표면적은 감소되었다. 반응로 내로 유입되는 공기의 압력이 0.1 kg/cm²로부터 0.5 kg/cm²로 증가되는 경우, 분말의 평균 입자크기는 90~100 nm로 현저한 변화를 나타내지 않았다. 반면 공기압력이 1 kg/cm² 및 3 kg/cm²로 증가하는 경우에는 평균 입자크기가 50~60 nm 정도까지 감소하였으며, XRD peak 강도는 감소하고 비표면적은 증가되었다.

주제어 : 분무열분해, 인듐 산화물, 나노 분말, 용액의 농도, nozzle tip 크기, 공기의 유입속도

Abstracts

In this study, nano-sized indium oxide powder with the average particle size below 100 nm is prepared from the indium chloride solution by the spray pyrolysis process. The effects of the concentration of raw material solution, the nozzle tip size and the air pressure on the properties of powder were studied. As the indium concentration of the raw material solution increased from 40 g/l to 350 g/l, the average particle size of the powder gradually increased from 20 nm to 60 nm, yet the particle size distribution appeared more irregular, the intensity of a XRD peak increased and specific surface area decreased. As the nozzle tip size increased from 1 mm to 5 mm, the average particle size of the powder increased from 40 nm to 100 nm, the particle size distribution was much more irregular, the intensity of a XRD peak increased and specific surface area decreased. As the air pressure increased from 0.1 kg/cm² to 0.5 kg/cm², the average particle size of the powder varies slightly upto 90~100 nm. As the air pressure increased from 1 kg/cm² to 3 kg/cm², the average particle size decreased upto 50~60 nm, the intensity of a XRD peak decreased and the specific surface area increased.

Key words : spray pyrolysis, indium oxide, nano-sized powder, concentration of solution, nozzle tip size, air pressure

* 2004년 11월 2일 접수, 2004년 12월 3일 수리

* E-mail: jkyou@office.hoseo.ac.kr

1. 서 론

미립의 금속산화물 분말을 제조하는 방법들 중 구성 성분들을 용액 상태에서 균일하게 혼합하여 원료 용액을 제조한 다음 고온의 반응로에서 고상화시키는 분무 열분해법¹⁻⁵⁾의 응용 범위가 최근에 크게 증가하고 있다. 이 방법은 고상 반응법에서 필수적인 과정들인 고상 분말들의 혼합과 하소에 의한 반응 및 분쇄 과정들을 생략시킬 수 있을 뿐 아니라 열분해 조건에 의해 입자 특성의 제어가 가능하고 불순물 혼입의 가능성이 적다는 공정상의 장점을 가지고 있다. 이에 따라 일본의 Scimarec, 독일의 Merck 및 미국의 SSC 등의 기업체에서는 분무열분해법에 의해 제조된 고성능성 ceramics 분말들을 판매하고 있다. 또한 최근에는 분무열분해법에 의한 초미립의 금속산화물 분말의 제조에 관한 연구가 더욱 활발하게 이루어지고 있으며 응용되는 범위도 크게 확대되고 있는 상황이다.

국내의 경우 분무열분해법에 의한 산화물 분말 제조는 포항제철 등에서 열연강판의 표면을 염산으로 산세 처리하는 과정에서 발생하는 폐산을 원료용액으로 사용하여 산화철 분말을 제조하는 공정에 응용되고 있다. 또한 폐동액으로부터 평균 입자크기 1 μm 이하의 CuO 분말 제조⁶⁻⁷⁾ 및 세도우마스크 제조공정에서 발생하는 폐액으로부터 평균 입자크기 100 nm 이하의 Ni-ferrite

분말 제조⁸⁻¹⁰⁾ 등의 연구가 일부 이루어지고 있는 상황이다. 반면 이들 분야를 제외한 다른 분야의 단일 산화물 분말 및 복합산화물 분말 제조에는 분무열분해법이 거의 적용되고 있지 못한 상황이다. 특히 최근에 디스플레이 분야 등에서 응용 범위가 급속하게 확대되고 있는 ITO 분말 및 인듐 산화물 분말에 대한 분무열분해 공정에 의한 제조는 거의 이루어지지 못하고 있으며 대부분 일본 등에서 수입되고 있는 실정이다.

본 연구는 폐 ITO로부터 나노 크기의 ITO 분말을 제조하기 위한 전 단계 연구로서 인듐 염화물 용액을 원료로 사용하여 분무열분해 공정에 의해 입도분포 및 조성이 균일하면서 평균 입자크기가 100 nm 이하인 인듐 산화물 나노 분말을 제조하고, 원료용액의 농도, nozzle tip 크기 및 분위기 기체의 유입속도 등의 반응 인자들의 변화에 따른 생성 분말들의 특성 변화를 파악하고자 한다.

2. 실험방법

본 연구에서는 25% HCl 용액에 350 g의 인듐 성분을 용해시킨 다음 이 용액을 여과지로 2회 여과시킨 후 분무열분해를 위한 원료 용액으로 사용하였다. 제조된 용액의 농도는 거의 포화농도에 가까웠으며, 이 용액을 증류수로 희석시킴에 의해, 최종 제조된 원료 용액 내

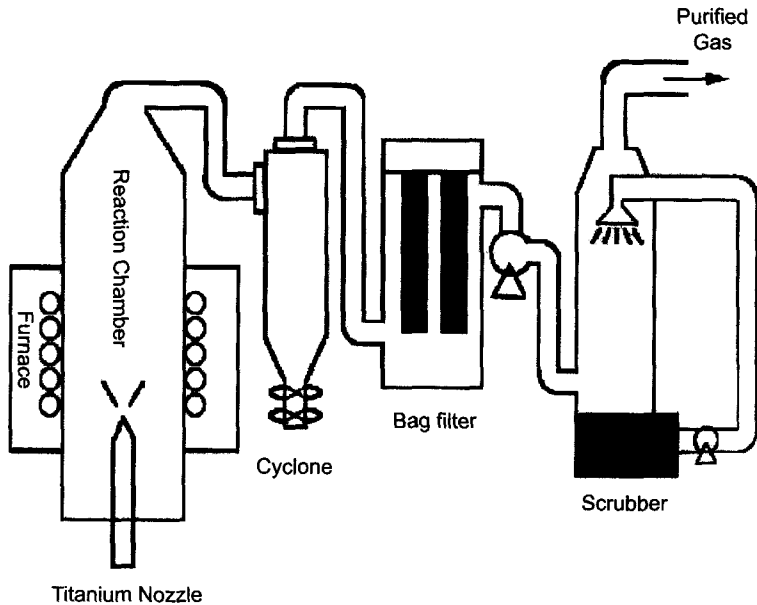


Fig. 1. Schematic diagram of spray pyrolysis system.

의 인듐 농도가 350, 200, 100 및 40 g/l 가 되도록 다양하게 조절하였다. 사용된 인듐의 원료는 99.99% 순도의 인듐 금속 칩(chip)이었다.

본 연구에서는 인듐 염화물 용액을 원료로 하여 분무 열분해 공정에 의해 입자형상 및 입도분포 등의 특성이 균일하며 평균 입자크기가 100 nm 이하인 인듐 산화물 나노 분말을 형성시키기 위하여 분무열분해 장치를 직

접 설계 및 제작하였다. 즉 원료 용액의 미립화 장치, 열분해 반응로, 생성된 분체의 포집장치 및 유해 생성 가스를 청정시킬 수 있는 scrubber 장치까지 포함하는 분무열분해 시스템을 제작하였으며, 이 시스템의 개략도를 Fig. 1에 나타내었다. 용액의 미립화 장치로 티타늄 재질의 nozzle을 사용하였으며 tip의 내경을 1, 2, 3 및 5 mm로 변화시킴으로써 미립화된 액적 크기의 변

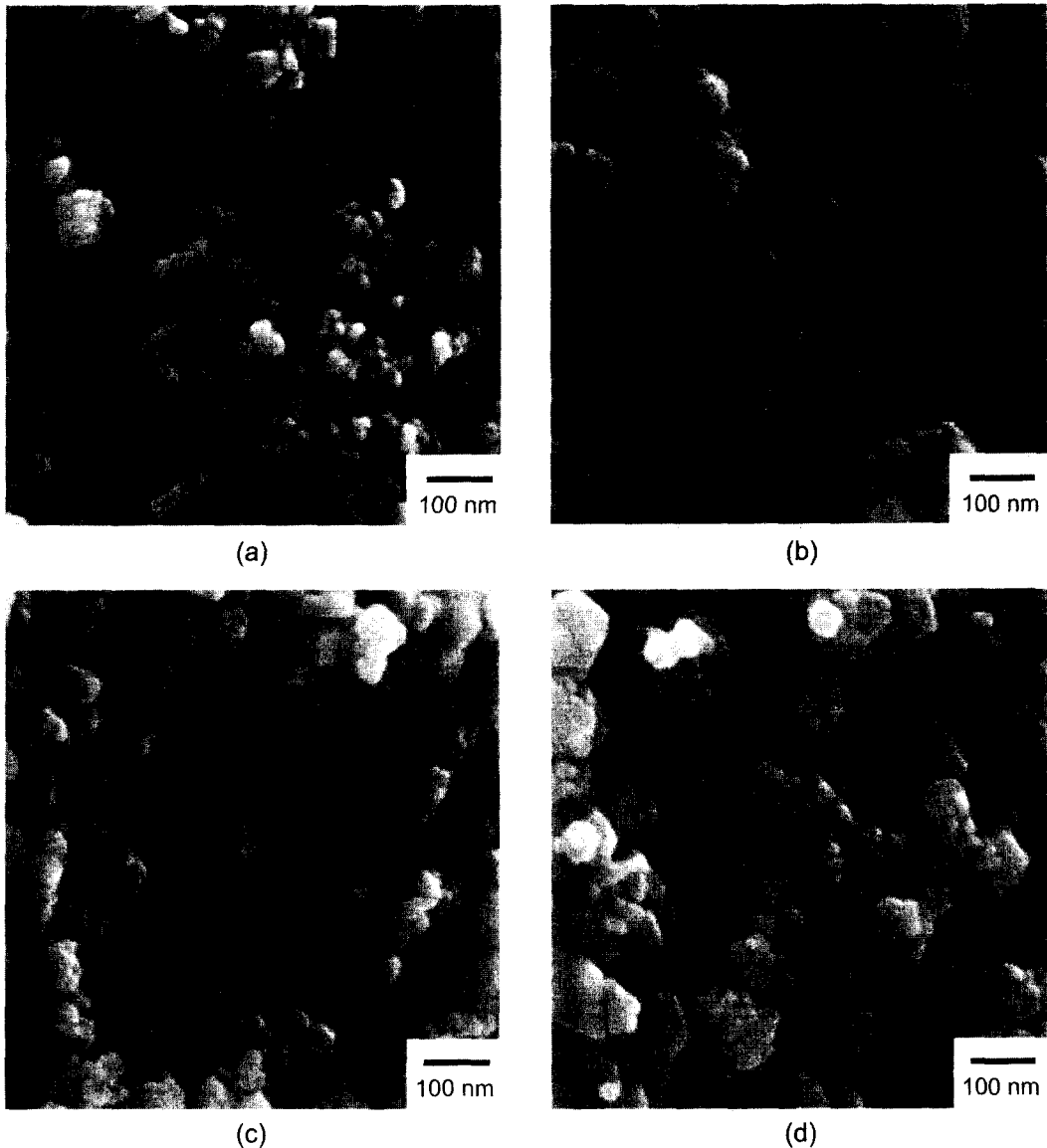


Fig. 2. SEM photographs of produced powder according to indium concentration of raw material solution at 900°C, 10 ml/min. inlet speed of solution, 2 mm nozzle tip size and 3 kg/cm² air pressure. (a) 40 g/l (b) 100 g/l (c) 200 g/l (d) 350 g/l

화에 따라 생성되는 분말의 특성변화를 파악할 수 있도록 하였다. 열분해 반응로는 온도분포를 균일하게 하기 위하여 4개의 로를 결합한 높이 150cm의 4 zone type의 원통형 수직관상로서 최고 1500°C에서 작동이 가능하게 제작되었다. 분말 포집장치는 내부 부피가 500 l 이고 6개의 bag을 설치한 bag filter를 사용하였다. 또한 Bag filter를 통과한 HCl 등의 생성기체는 이류체 방식의 nozzle을 사용한 scrubber 장치를 통과시킴으로써 HCl 용액 등으로 처리하였다.

본 연구에서는 원료용액을 10 ml/min.의 유속으로 nozzle의 한쪽 입구를 통하여 공급하고, 0.1~3 kg/cm²의 압력으로 압축된 공기를 nozzle의 다른 쪽 입구로 투입하여 용액을 미립화시킨 후 900°C로 유지된 반응로 내에서 열분해시킴으로써 각각의 반응조건에 따른 다양한 물리적, 화학적 특성을 나타내는 평균 입자크기 100 nm 이하인 인듐 산화물 나노 분말을 제조하였다. 반응인자들의 변화에 따라 생성된 분말들의 특성 변화는 SEM (입도분포, 평균 입자크기 및 입자형상의 변화), XRD 분석(분말의 상 및 조성의 변화) 및 비표면적 측정을 통하여 파악하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1. 생성 분말의 특성에 미치는 원료용액 농도의 영향

Fig. 2는 반응온도가 900°C, 용액의 유입속도는 10 ml/min., 노즐 tip 크기는 2 mm, 공기압력은 3 kg/cm²로 유지되는 경우에 원료용액 내의 인듐 성분의 농도 변화에 따른 열분해반응에 의해 생성된 분말들의 특성변화를 SEM에 의해 나타낸 결과이다. 인듐 성분의 농도가 40 g/l로부터 350 g/l로 증가됨에 따라 분말의 평균 입자크기는 점점 증가하는 반면 입도 분포는 더욱 불균일하게 나타남을 알 수 있었다. 농도가 40 g/l로 낮은 경우에는 용매 증발 후의 액적 크기가 매우 작게 될 뿐만 아니라 열분해 과정에서의 액적 분열현상도 현저히 감소하게 되므로 최종적으로 생성된 분말의 평균 입자크기는 20~30 nm 정도로 매우 작게 나타나는 반면 입도분포는 상당히 균일하게 나타남을 알 수 있었다. 또한 이들 나노 입자들은 낮은 농도로 인한 용매의 과도한 증발열로 인하여 입자들 사이의 소결이 충분히 일어나지 않고 서로 응집되는 경향이 매우 강함을 알 수 있었다. 농도가 100 g/l 및 200 g/l로 증가되는 경우에는 용매 증발 후의 액적 크기가 현저히 감소되지 않는 반면 액적 크기 증가에 따라 열분해 과정에서 액

적 분열현상이 심하게 되기 때문에 생성된 분말의 입자 크기는 40~50 nm로 증가하는 반면 입도분포는 현저히 불균일해지고 입자들 사이의 응집현상도 심하게 됨을 알 수 있었다. 한편 농도가 350 g/l로 증가되는 경우에는 열분해 반응의 초기단계에서부터 액적 표면에서의 용질의 과포화 현상이 일어나게 되어 액적 내의 용매의 증발에 따른 액적 크기의 감소는 거의 나타나지 않게 되기 때문에 액적 크기는 낮은 농도의 경우에 비해 크게 증가하는 반면 액적 크기의 증가에 따른 열분해과정에서의 액적 분열은 매우 심하게 일어나게 된다. 이에 따라 최종 생성된 분말의 입자크기는 50~60 nm 이상으로 크게 증가하는 반면 입도분포는 매우 불균일하게 나타나고 있음을 알 수 있었다. Fig. 3은 Fig. 2와 동일한 반응조건에서 각각의 원료용액의 농도 하에서 생성된 분말들의 상을 XRD 분석에 의해 나타낸 결과이다. 용액의 농도에 관계없이 In₂O₃ 상만이 존재하고 있음을 알 수 있었다. 용액의 농도가 낮을수록 반응로 내에서 액적 내의 용매의 증발이 증가하며 또한 증발에 상당한 시간이 소요될 뿐 아니라 용매의 증발열 증가로 인한 주위 온도의 감소 효과가 더욱 현저하게 나타나게 되지

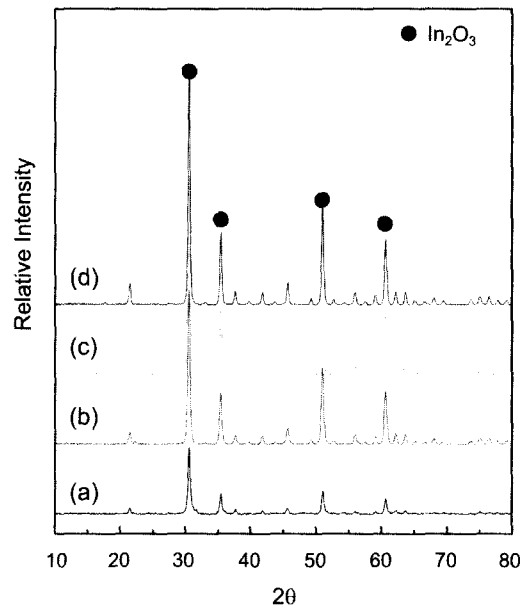


Fig. 3. XRD patterns of powder according to indium concentration of raw material solution at 900°C, 10 ml/min. inlet speed of solution, 2 mm nozzle tip size and 3 kg/cm² air pressure.
(a) 40 g/l (b) 100 g/l (c) 200 g/l (d) 350 g/l

만, 본 연구의 반응조건에서는 가장 낮은 용액 농도인 40 g/l의 경우에서도 InCl_3 등의 염화물들은 나타나지 않았으며 $2\text{InCl}_3 + 3\text{H}_2\text{O} = \text{In}_2\text{O}_3 + 6\text{HCl}$ 열분해반응이 충분히 진행되었음을 알 수 있었다. 용액의 농도가 증가함에 따라 XRD peak의 강도는 점점 증가되고 있었으며 특히 농도가 40 g/l로부터 100 g/l로 증가할 때 peak의 강도는 현저히 증가되었다. 이 결과는 Fig. 2에서 나타낸 바와 같이 원료용액의 농도가 증가할수록 분말들의 평균 입자크기가 점점 증가되며 특히 농도가 40 g/l로부터 100 g/l로 증가할 때 분말들의 평균 입자크기가 현저히 증가됨에 주로 기인하는 것으로 판단된다. Fig. 4는 원료용액의 농도 변화에 따른 생성된 분말들의 비표면적의 변화를 나타낸 것이다. 용액의 농도 증가에 따라 비표면적은 점점 감소되고 있었으며 특히 농도가 40 g/l로부터 100 g/l로 증가되는 경우에 현저히 감소되고 있음을 알 수 있었다. Fig. 2에서 나타낸 바와 같이 용액의 농도 증가에 따라 생성된 분말의 입도가 증가함으로써 비표면적이 점점 감소되고 있으며 특히 농도가 40 g/l로부터 100 g/l로 증가되는 경우에는 분말의 입도가 2배 정도 증가됨으로써 비표면적이 현저하게 감소된 것으로 사료된다.

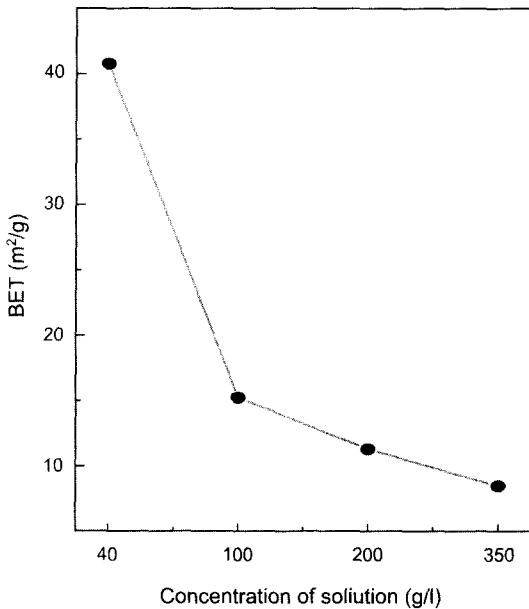


Fig. 4. Specific surface areas of powder according to indium concentration of raw material solution at 900°C, 10 ml/min. inlet speed of solution, 2 mm nozzle tip size and 3 kg/cm² air pressure.

3.2. 분말의 특성에 미치는 nozzle tip 크기의 영향

Fig. 5는 반응온도가 900°C, 원료용액 내의 인듐 성분의 농도가 350 g/l, 용액의 유입속도는 10 ml/min.이며 공기압력은 3 kg/cm²로 유지되는 경우에 nozzle의 tip 크기 변화에 따른 생성되는 분말들의 특성변화를 SEM에 의해 나타낸 결과이다. Nozzle tip의 크기 증가에 따라 분말들의 평균 입자크기는 점점 증가하는 반면 입도분포는 상당히 불균일하게 나타나는 것을 알 수 있었다. Tip 크기가 1 mm인 경우에는 미립화되는 액적 크기가 작고 액적 분열 현상도 감소되기 때문에 최종 생성되는 분말들의 입도분포는 다른 tip 크기의 경우보다 균일하면서 비교적 치밀한 조직의 형태이었으며 평균 입자크기는 30~50 nm의 초미립 형태를 나타내고 있었다. Tip 크기가 2 mm로 증가되는 경우에는 입자크기가 30 nm 정도인 입자들과 60~70 nm 이상인 입자들이 공존하며 tip 크기 1 mm의 경우보다 더욱 불균일한 입도분포를 나타내고 있었다. Tip 크기 증가에 따라 미립화되는 액적 크기는 증가하는 반면 액적 분열이 더욱 심하게 일어나게 되어 분말들의 입도분포는 불균일하게 나타나게 되는 반면 액적 크기의 증가 및 액적 내 용매의 증발속도 감소들의 영향에 의해 전체적으로 평균 입자크기는 약간 증가하게 된 것으로 사료된다. Tip 크기가 3 mm로 증가된 경우에는 입자크기가 30 nm 이하인 입자들과 80~100 nm 정도의 입자들이 공존하며 tip 크기 1 mm의 경우보다 더욱 불균일한 입도분포를 나타내고 있었다. 또한 조직은 tip 크기 1 mm나 2 mm의 경우보다 치밀하지 못한 상태를 나타내고 있었다. Tip 크기 증가에 따라 액적분열 현상이 더욱 현저하게 나타나게 되므로 분말들의 입도분포는 더욱 불균일하게 되고 입자크기가 작은 입자들은 tip 크기가 작은 경우보다 오히려 입자 크기가 감소하였지만 미립화되는 액적 크기의 증가에 의해 전체적으로는 평균 입자크기가 증가하는 경향을 나타내고 있음을 알 수 있었다. 또한 tip 크기 증가에 따라 열분해 과정에서의 용매의 증발열이 증가하기 때문에 입자들 사이의 소결현상이 감소되어 조직이 치밀하지 못한 상태를 나타내는 것으로 사료된다. 한편 tip 크기가 5 mm로 증가되는 경우에는 액적 분열이 더욱 현저해질 뿐 아니라 용매의 증발열이 크게 증가되어 열분해 반응에 의해 생성되는 입자들 사이의 소결현상이 현저히 감소되게 된다. 이에 따라 입도분포는 더욱 불균일하게 되고 조직이 치밀화되지 못하며 심하게 분열된 형태를 나타내는 반면 미립화되는 액적 크기의 현저한 증가에 의해 평균 입자크기는 증가하게 됨

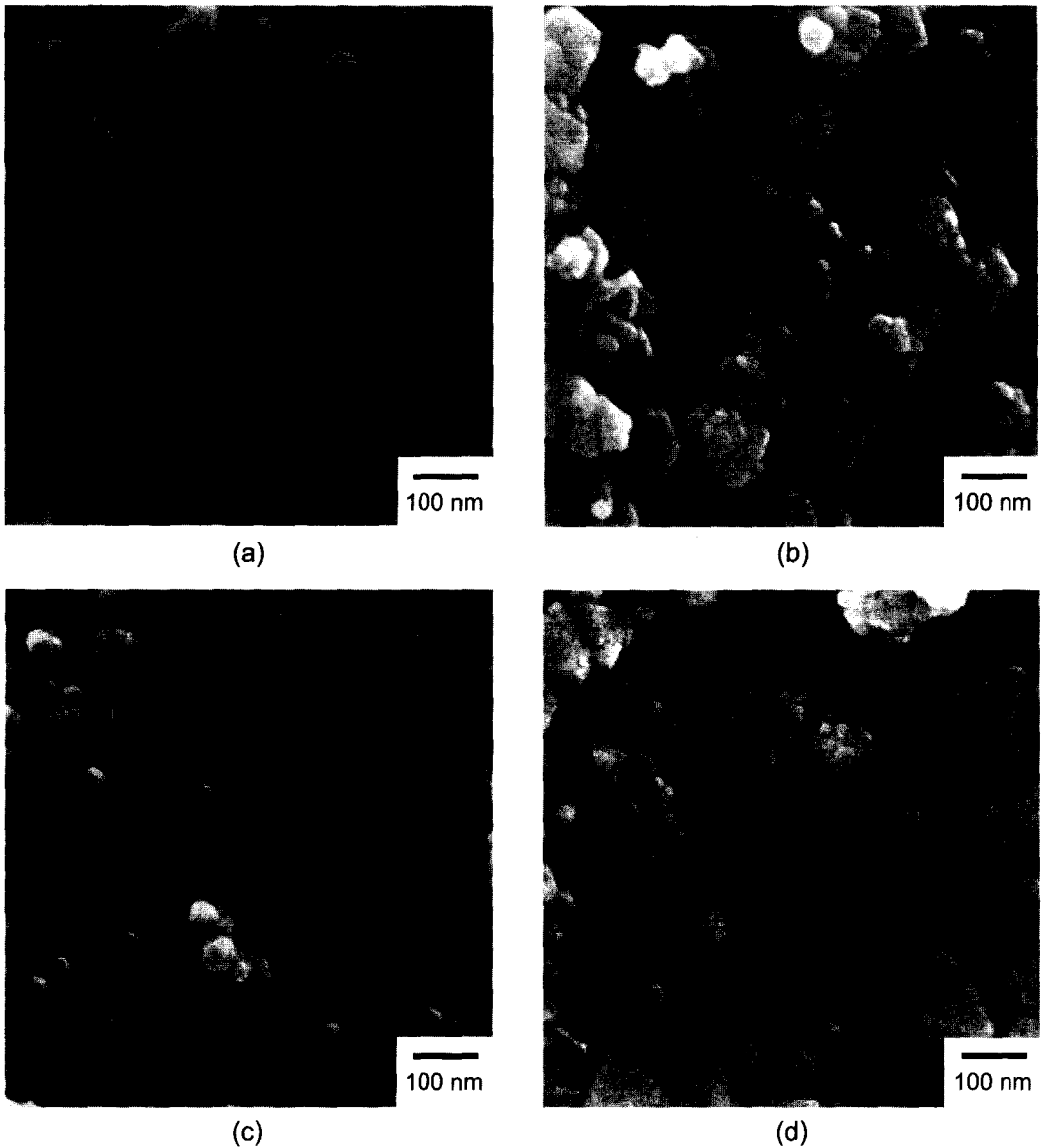


Fig. 5. SEM photographs of produced powder according to nozzle tip size at 900°C, raw material solution of 350 g/l In, 10 ml/min. inlet speed of solution and 3 kg/cm² air pressure. (a) 1 mm (b) 2 mm (c) 3 mm (d) 5 mm

을 알 수 있었다. Fig. 6은 Fig. 5와 동일한 반응조건 하에서 XRD 분석에 의해 nozzle의 tip 크기 변화에 따른 생성된 분말들의 상의 변화를 나타낸 결과이다. Nozzle tip 크기에 관계없이 In₂O₃ 상만이 존재하고 있음을 알 수 있었다. Tip 크기 증가에 따라 XRD peak의 강도는 점점 증가하고 있었으며 특히 tip 크기가 5 mm인 경우에도 현저히 증가함을 알 수 있었다. 이 결

과는 Fig. 5에서 나타낸 바와 같이 tip 크기가 증가함에 따라 분말들의 평균 입자크기가 점점 증가함에 기인하는 것으로 사료된다. 특히 tip 크기가 5 mm인 경우에는 위에서 언급한 바와 같이 미립화되는 액적 크기의 증가에 의해 액적 분열이 심하게 되고, 용매의 증발열이 크게 증가되기 때문에 입도분포는 매우 불균일하게 되고 조직의 치밀성도 저하되지만 열분해 반응에 의해

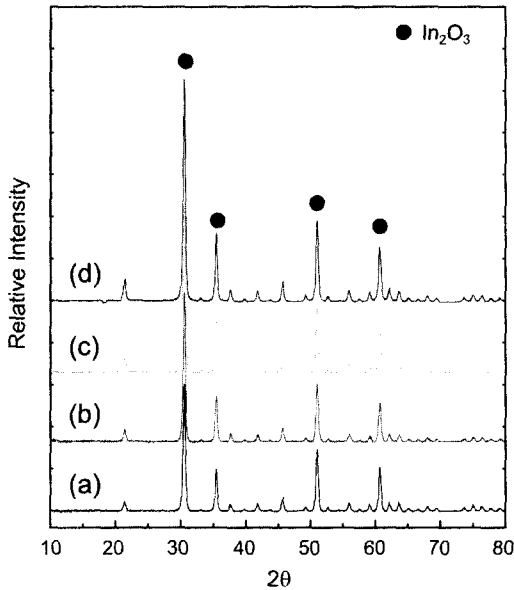


Fig. 6. XRD patterns of powder according to nozzle tip size at 900°C, raw material solution of 350 g/l In, 10 ml/min. inlet speed of solution and 3 kg/cm² air pressure. (a) 1 mm (b) 2 mm (c) 3 mm (d) 5 mm

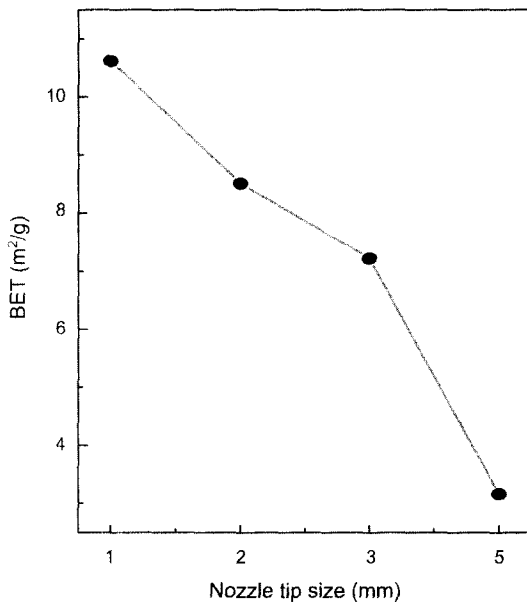


Fig. 7. Specific surface areas of powder according to nozzle tip size at 900°C, raw material solution of 350 g/l In, 10 ml/min. inlet speed of solution and 3 kg/cm² air pressure.

생성된 분말들의 평균 입자크기의 현저한 증가에 의해 XRD peak의 강도는 더욱 증가된 것으로 사료된다. Fig. 7은 Fig. 5와 동일한 반응조건 하에서 nozzle tip 크기에 따른 분말들의 비표면적의 변화를 나타내었다. Tip 크기 증가에 따라 비표면적이 점점 감소됨을 알 수 있었다. 이 결과는 Fig. 5에서 나타낸 바와 같이 tip 크기가 증가함에 따라 액적분열 증가 효과 및 용매의 증발열 증가 효과들로 인하여 분말들의 입도분포는 매우 불균일하고 조직의 치밀성도 감소되는 경향을 나타내지만 전체적으로는 평균 입자크기가 크게 증가됨으로써 분말들의 비표면적이 증가된 것으로 사료된다.

3.3. 분말의 특성에 미치는 공기 압력의 영향

Fig. 8은 반응온도가 900°C, 원료용액 내의 인듐 성분의 농도는 350 g/l, 용액의 유입속도는 10 ml/min.이며 nozzle tip의 크기가 2 mm로 유지되는 경우에 반응로 내로 유입되는 공기압력의 변화에 따른 생성되는 분말들의 특성변화를 SEM에 의해 나타낸 결과이다. 공기압력의 증가에 따라 분말들의 평균 입자크기는 점점 감소하였으며, 입도분포는 전체적으로 불균일한 형태를 나타내고 있었다. 공기압력이 0.1 kg/cm²인 경우에는 nozzle에 의해 미립화되는 액적 크기가 클 뿐 아니라 용액의 농도도 매우 높기 때문에 열분해 과정에서 매우 심한 액적 분열 현상이 나타나게 되어 입도분포가 매우 불균일한 형태로 되지만 미립화된 액적 크기의 현저한 증가로 인하여 생성된 분말들의 평균 입자크기는 90~100 nm 정도로 매우 크게 나타남을 알 수 있었다. 공기압력이 0.5 kg/cm²으로 증가되는 경우에는 액적 크기의 감소 및 열분해 과정에서의 액적 분열의 감소로 인하여 분말들의 입도분포는 상대적으로 균일해짐으로써 큰 입자크기의 입자들은 0.1 kg/cm²의 경우에 비해 상대적으로 작게 되지만 평균 입자크기는 현저한 변화를 나타내지 않은 것으로 사료된다. 공기압력이 1 kg/cm²으로 증가되는 경우에는 액적 크기의 감소 및 액적 분열의 감소로 인하여 분말들의 입도분포는 더욱 균일해지는 반면 공기압력 증가에 의한 액적 크기의 감소 효과가 더욱 크게 작용하여 평균 입자크기는 60~70 nm 이하로 감소되고 있음을 알 수 있었다. 또한 액적 크기의 감소로 인하여 액적 내 용매의 증발이 용이하게 되지만 공기압력 증가에 의한 주위 온도 감소 효과가 복합적으로 작용하여 조직은 치밀화되지 못한 것으로 사료된다. 한편 공기압력이 3 kg/cm²로 증가하는 경우에는 액적 크기의 현저한 감소에 의하여 분말들의 평균

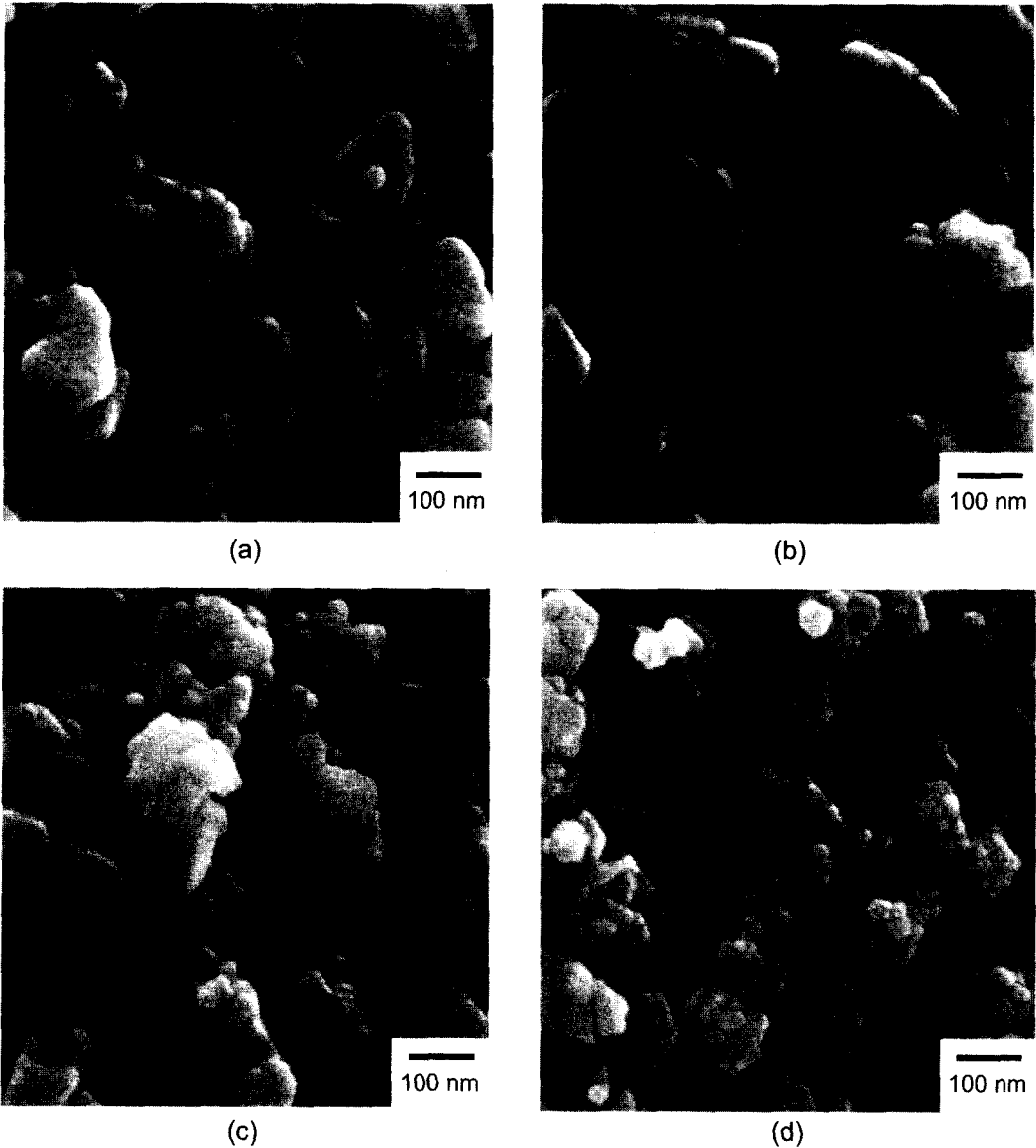


Fig. 8. SEM photographs of produced powder according to air pressure at 900°C, raw material solution of 350 g/l In, 10 ml/min. inlet speed of solution and 2 mm nozzle tip size. (a) 0.1 kg/cm² (b) 0.5 kg/cm² (c) 1 kg/cm² (d) 3 kg/cm²

입자크기는 더욱 감소함을 알 수 있었다. 또한 공기압력의 증가에 의한 주위 온도의 감소효과가 더욱 크게 작용함으로써 입자들 사이의 소결 현상이 감소되어 입도 분포가 불균일하며 치밀화되지 못한 조직을 나타내는 것으로 사료된다. Fig. 9는 Fig. 8과 동일한 반응조건 하에서 XRD 분석에 의해 공기압력의 변화에 따른 분말들의 상의 변화를 나타낸 결과이다. 공기압력의 변

화에 관계없이 In₂O₃ 상만이 존재하고 있음을 알 수 있었다. 공기압력의 증가에 따라 XRD peak의 강도는 점점 감소하였으며 특히 공기압력이 0.5 kg/cm² 이상인 경우에 현저하게 감소하였다. Fig. 8에서 나타낸 바와 같이 공기압력이 0.1 kg/cm²으로 낮은 경우에는 미립화되는 액적 크기가 크고 액적 분열이 심하게 되어 최종 생성된 분말들의 입도분포가 매우 불균일하게 나타나는

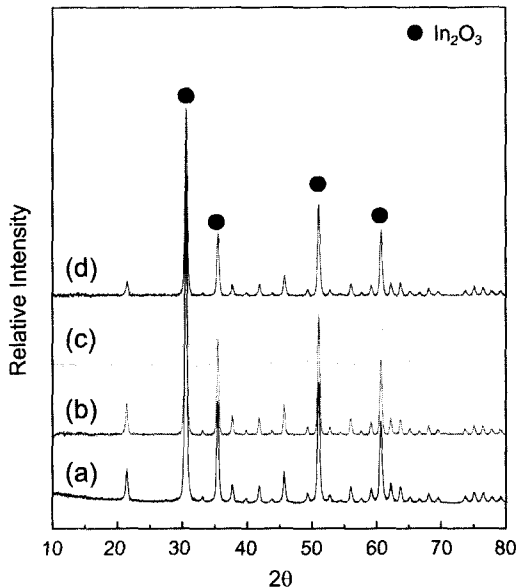


Fig. 9. XRD patterns of produced powder according to air pressure at 900°C, raw material solution of 350 g/l In, 10 ml/min. inlet speed of solution and 2 mm nozzle tip size.
(a) 0.1 kg/cm² (b) 0.5 kg/cm² (c) 1 kg/cm² (d) 3 kg/cm²

반면 공기압력이 0.5 kg/cm²으로 증가된 경우에는 최종 생성된 분말들의 입도분포가 상대적으로 더욱 균일하게 나타나지만 분말들의 평균 입자크기는 현저한 변화를 나타내지 않게 됨으로써 공기압력이 0.1 kg/cm²로부터 0.5 kg/cm²로 증가하여도 XRD peak는 큰 변화를 나타내지 않은 것으로 사료된다. 공기 압력이 1 kg/cm² 및 3 kg/cm²로 증가되는 경우에는 분말들의 평균 입자크기의 지속적인 감소로 인하여 XRD peak의 강도도 감소된 것으로 사료된다. Fig. 10 에서는 공기의 유입속도 변화에 따른 분말들의 비표면적 변화를 나타내었다. 공기압력이 0.5 kg/cm²까지는 공기압력의 변화에 따라 비표면적의 변화는 크게 나타나지 않았다. 이 결과는 Fig. 8에서 나타난 바와 같이 공기압력 증가에 따라 평균 입자크기가 현저한 변화를 나타내지 않은 사실에 기인하는 것으로 사료된다. 공기압력이 1 kg/cm²인 경우에는 공기압력 증가에 따른 액적 크기의 감소 효과가 크게 작용하여 분말들의 평균 입자크기가 감소하기 때문에 비표면적이 증가하게 됨을 알 수 있었다. 반면 공기압력이 3 kg/cm²인 경우에는 공기압력의 증가에 따라 액적 크기가 크게 감소하기 때문에 액적 분열의 감소 효과에도 불구하고 평균 입자크기가 현저하게 감소함으로써 비표면적이 크

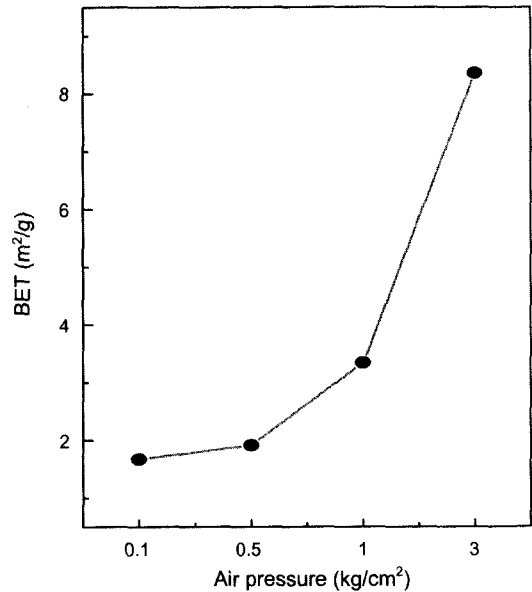


Fig. 10. Specific surface areas of powder according to air pressure at 900°C, raw material solution of 350 g/l In, 10 ml/min. inlet speed of solution and 2 mm nozzle tip size.

게 증가하게 된 것으로 사료된다.

4. 결 론

인듐 성분을 포함하는 원료용액으로부터 분무열분해 반응에 의해 평균 입자크기 100 nm 이하의 In₂O₃ 나노 분말을 제조하였으며 원료용액의 농도, nozzle tip 크기 및 공기의 유입속도 변화에 따른 생성된 분말들의 특성 변화를 파악하였다.

1. 원료용액 내의 In 성분의 농도가 40 g/l로부터 350 g/l로 증가됨에 따라 생성된 분말의 평균 입자크기는 20~30 nm로부터 50~60 nm로 점점 증가하는 반면 입도분포는 더욱 불균일하였으며, XRD peak의 강도는 점점 증가되고 있었다. 용액의 농도 증가에 따라 분말들의 비표면적은 점점 감소하고 있었으며 농도가 350 g/l인 경우는 40 g/l의 경우에 비하여 비표면적이 1/5 정도로 현저히 감소되었다.

2. Nozzle tip의 크기가 1 mm로부터 5 mm로 증가함에 따라 분말들의 평균 입자크기는 40 nm 정도로부터 100 nm 정도까지 점점 증가하고 입도분포는 더욱 불균일하게 나타나고 있었으며, XRD peak의 강도는 증가

하는 반면 분말들의 비표면적은 감소되었다.

3. 공기압력이 0.1 kg/cm²로부터 0.5 kg/cm²로 증가 되는 경우, 분말의 평균 입자크기는 90~100 nm로 현저한 변화를 나타내지 않았으며, XRD peak의 강도 및 비표면적도 현저한 변화를 나타내지 않았다. 공기압력이 1 kg/cm² 및 3 kg/cm²로 증가하는 경우, 평균 입자 크기는 50~60 nm 정도까지 감소되었으며, XRD peak의 강도는 감소되는 반면 분말들의 비표면적은 증가되었다.

참고문헌

1. Majumdar, D., Shefelbine, T. A., and Kodas, T. T., 1996 : "Copper(I) Oxide Powder Generation by Spray Pyrolysis", J. Mater. Res., **11**(11), pp. 2861-2868.
2. Pluym, T. C., and Kodas, T. T., 1995 : "Silver-Palladium Alloy Particle Production by Spray Pyrolysis", J. Mater. Res., **10**(7), pp. 1661-1673.
3. Zhang, S. C., and Messing, G. L., 1990 : "Synthesis of Solid, Spherical Zirconia Particle by Spray Pyrolysis", J. Am. Ceram. Soc., **73**(1), pp. 61-67.
4. Pebler, A. R., 1990 : "Preparation of Small Particle Stabilized Zirconia by Aerosol Pyrolysis", J. Mater. Res., **5**(4), pp. 680-682.
5. Elmasry, M. A. A., Gaber, A., and Khater, E. M. H., 1997 : "Preparation of Nickel Ferrite Using the Aerosolization Technique", Powder Technology, **90**, pp. 165-168.

朴 施 炫

- 2001년 호서대학교 재료공학과 학사
- 현재 호서대학교 재료공학과 대학원 재학
- 본 학회지 제 12권 4호 참조

6. Yu, J. K., and Park, H. B., 2002 : "A Study on the Manufacture of the CuO Powder from Copper Chloride Solution by Spray Pyrolysis Process", Korean Journal Materials Research, **12**(1), pp. 58-67.
7. Yu, J. K., Suh, S. K., Choi, J. H., and Sohn, J. G., 2002 : "Manufacture of Ultra Fine CuO Powder from Waste Copper Chloride Solution by Spray Pyrolysis Process", Geosystem Engineering, **5**(1), pp. 13-19.
8. Yu, J. K., 2003 : "Fabrication of Nano-Sized Complex Oxide Powder from Waste Solution Produced during Shadow Mask Processing by Spray Pyrolysis Process", J. of Korean Inst. of Resources Recycling, **12**(6), pp. 38-46.
9. Yu, J. K., and Suh, S. K., 2003 : "Fabrication of Nano-Sized Ni-Ferrite Powder from Waste Solution Produced by Shadow Mask Processing", Journal of Korean Powder Metallurgy Institute, **10**(4), pp. 262-269.
10. Yu, J. K., and Suh, S. K., Park, S. H. and Han, J. S., 2004 : "Effect of Reaction Factors on the Fabrication of Nano-Sized Ni-ferrite Powder by Spray Pyrolysis Process", Journal of Korean Powder Metallurgy Institute, **11**(3), pp. 202-209.

俞 栽 根

- 현재 호서대학교 신소재공학전공 교수
- 본 학회지 제9권 4호 참조

孫 晉 君

- 현재 포항산업과학연구원 기획팀장
- 본 학회지 제9권 4호 참조