

플라즈마 가스의 유량이 제조되는 나노입자의 특성에 미치는 영향

조태진, 정민희, 김헌창*, 오창섭¹
 호서대학교 화학공학과, ¹한국과학기술정보원
 (heonchan@office.hoseo.ac.kr*)

Effects of Flow Rate of Plasma Gas on Properties of Manufactured Nano Particles

Tae-Jin Jo, Min-Hee Jeong, Heon Chang Kim*, and Chang Sup Oh¹
 *Department of Chemical Engineering, Hoseo University,
¹Korea Institute of Science and Technology Information
 (heonchan@office.hoseo.ac.kr*)

1. 서론

현재 PDP는 LCD나 FED와 같은 여러 분야의 평판형 디스플레이 중에서도 대형화에 적합한 많은 장점을 가지고 있다. 그러나 PDP의 수명은 LCD에 비하여 1/3수준으로^[1] PDP의 가장 큰 약점으로 지적되고 있다. 이러한 근본적인 이유는 PDP를 장기간 사용하게 되면 방전영역에서 플라즈마에 존재하는 양이온에 의해 불순가스가 발생되고 이렇게 발생된 불순 가스는 초기구동전력을 높게 하고, 효율을 떨어뜨리며, 궁극적으로 PDP 제품의 수명을 감소시키는 결정적인 역할을 한다. 이러한 단점을 극복하기 위해서는 PDP 셀 내부의 불순가스를 지속적으로 제거할 수 있는 게터의 장착이 필요하다. 게터는 증발형과 비증발형으로 구분되어 질 수 있으며 증발형 게터의 경우에는 쉽게 증발이 가능한 금속물질로 이루어져 있기 때문에^[2] 고온의 활성화 공정을 통하여 게터 물질을 증발시켜 증착시킬 수 있으므로 공정의 단순화를 이룰 수 있으나, 해상도의 향상을 위해 PDP의 셀이 작아질수록 게터의 박막 형성이 어렵고 증발된 게터로 인해 소자가 오염될 수 있으므로 PDP에서는 비증발형 게터의 적용이 요구된다.

불순 가스는 게터의 표면에서 van der Waals 힘에 의하여 물리적으로 흡착되어 해리한 후 화학적으로 흡착되어 제거되므로 높은 흡착특성을 갖도록 하기 위해서 고다공성 게터의 제조가 필요하며 입자의 크기가 작아질수록 표면적이 증가하여 흡착 특성이 증가하므로 게터 금속 분말을 나노 크기로 제조 하는 것이 중요하다. 또한 낮은 온도에서도 활성화가 가능하고 상온에서도 흡착특성이 뛰어난 복합금속 나노분말로의 제조도 필요하다.

나노입자를 제조하는 여러 가지 기술 중에서 열플라즈마는 일반적으로 얻을 수 없는 초고온($\sim 10^4$ [K])의 환경을 제공할 수 있으므로 비점이 높은 금속물질들을 빠른 속도로 증발·분해가 가능하고 급냉에 의하여 입자 성장이 억제될 수 있기 때문에 다양한 성분의 순도 높은 초미립자를 만들 수 있다는 장점을 가지고 있다.^[3] 또한 액상법에 비해 공정이 간단하고 연속공정이 가능하여 나노입자를 제조하는 방법으로 각광받고 있다.

본 연구에서는 열 플라즈마 장비를 이용하여 PDP 셀 내부에서 지속적으로 발생하는 불순 가스를 제거할 수 있는 비증발형 게터 개발을 위하여 복합성분의 금속나노분말을 제조하였으며 플라즈마 가스의 유량이 나노입자의 특성에 미치는 영향을 알아보았다.

2. 실험

본 실험에서 사용된 나노입자 제조용 열 플라즈마 장치는 Fig. 1에 나타낸 바와 같이 Power Supply, Plasma Torch, Reaction Chamber, Cooling Tube, Collection Chamber, Scrubber, Vacuum Pump로 구성되어 있다. Power Supply는 3상으로 된 AC380V 전원을 사용하여 DC700V로 전환시켜 주며 Torch 작동시 시료와의 거리에 따라 전압이 재결정된다. 본 연구에서 사용한 Plasma Torch는 열음극형으로 수냉시킨 텅스텐 음극봉과 노즐출구가 5[mm]인 구리합금 양극으로 구성 되어 있고, 양전극을 시료홀더에 추가로 설치하여 이송식으로 전환할 경우 아크가 시료까지 직접 전달되어 열효율이 더욱 높일 수 있도록 구성하였다. Reaction Chamber와 Cooling Tube는 이중벽으로 이루어져 있으며, 이중벽 내부에는 장치가 고온으로부터 보호될 수 있도록 냉각 채널이 설치되었다. Collection Chamber 내부에는 Bag Filter를 설치하여 Collection Chamber 밑으로 나노분말 포집이 가능하게 하였고 Scrubber는 배출가스가 그대로 외부에 노출되지 않도록 3단계에 걸쳐 세정 작업이 이루어지며 Vacuum Pump는 나노입자들이 Bag Filter쪽으로 잘 흘러갈 수 있게 후단부를 감압시켜주는 역할을 한다.

플라즈마 가스로는 Ar을 사용하였으며 시료는 Zr-V-Fe을 57:36:7의 비율로 Arc Melting 법으로 제조된 Ingot을 사용하였으며 실험 조건은 Table 1.에 나타낸 것과 같이 플라즈마 가스 압력은 2[bar], 전류는 75[A], Plasma Input Power는 3[kW], 작동 시간은 20[min], 음극과 시료와의 거리는 20[mm]이며, 플라즈마 가스의 유량은 20~40[l/min]으로 변화시켰다. 합성된 나노 입자는 Reaction Chamber Wall에서 채집하여 SEM과 EDX로 분석하였다.

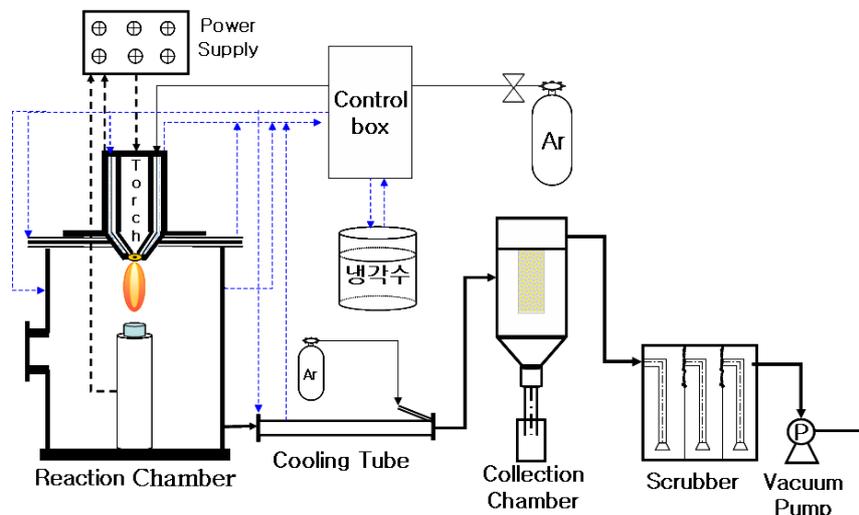


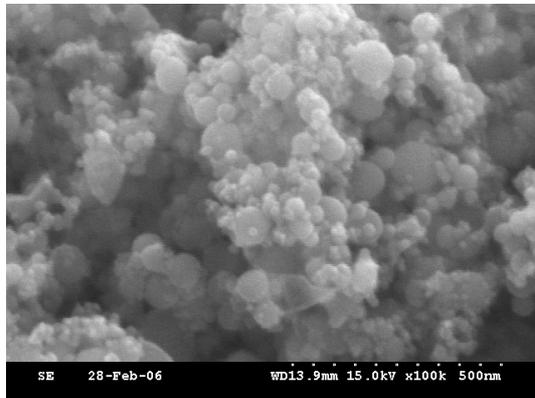
Fig. 1. Schematics Diagram of Experimental Apparatus

Table 1. Experimental Conditions

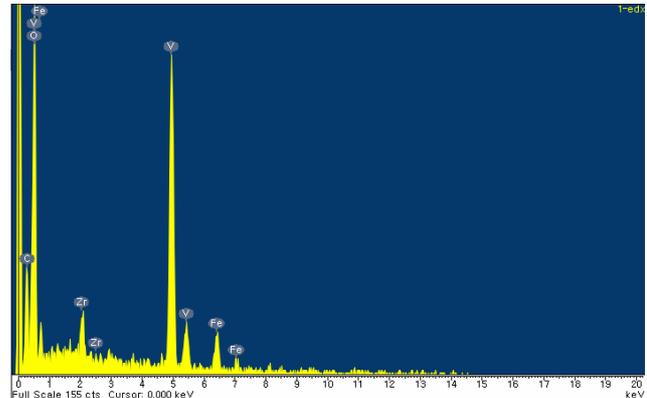
Plasma Gas	Ar	Distance between Cathode and Raw Material	20[mm]
Plasma Input Current	75[A],	Operating Time	20[min]
Plasma Input Power	3[kW]	Plasma Gas Flow Rate	20~40[l/min]
Plasma Gas Pressure	2[bar]		

3. 결과 및 고찰

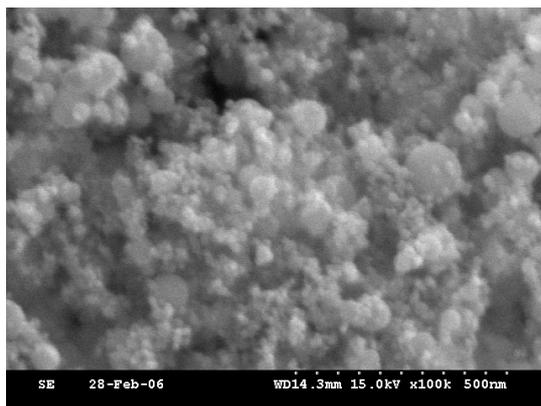
플라즈마 가스 유량을 20[l/min], 30[l/min], 40[l/min]으로 증가시키며 생성되는 입자의 SEM 사진을 Fig. 2.에 나타내었다. 입자의 크기는 약 20[mm]에서 100[mm]까지가 관찰 되었으며 유량을 증가시킴에 따라 고온의 플라즈마 영역이 축소되고 생성되는 입자가 플라즈마 불꽃에 머무르는 체류 시간이 감소하여 크게 성장하지 못하므로 입자의 크



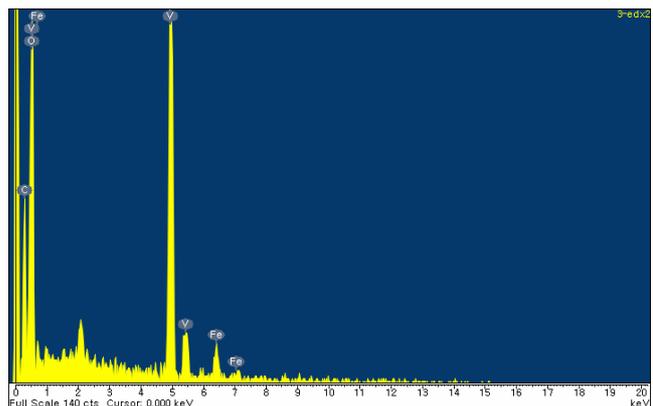
(a)



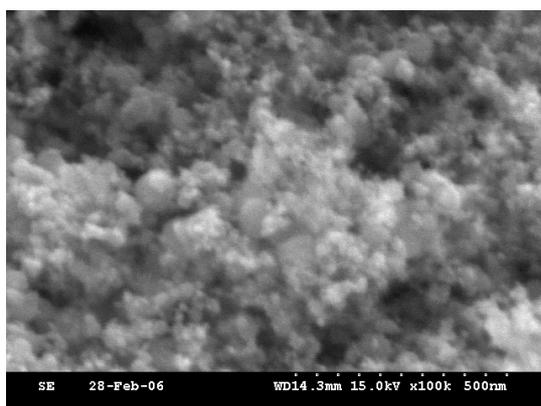
(a)



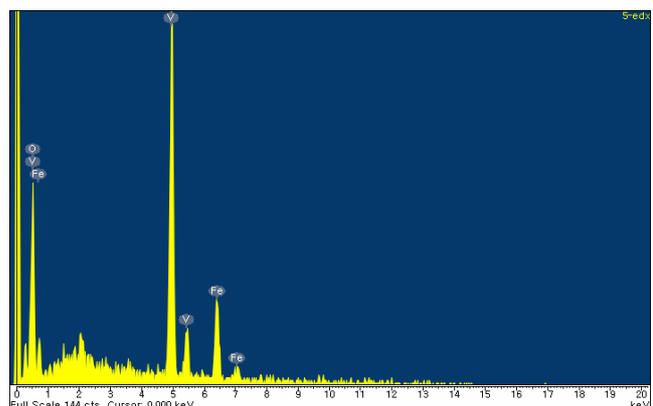
(b)



(b)



(c)



(c)

Fig. 2. SEM photographs of the powder synthesized with the Ar flow rate of (a) 20l/min, (b) 30l/min, (c) 40l/min

Fig. 3. EDX analysis of the powder synthesized with the Ar flow rate of (a) 20l/min, (b) 30l/min, (c) 40l/min

기가 감소하였다. 본 실험에서 제조된 입자의 성분은 Fig 3.에 나타낸 바와 같이 플라즈마 가스의 유량에 따라 정도의 차이는 있지만 EDX 분석에서 Zr, V, Fe 모두 관찰되었으며 시료의 조성(Zr:V:Fe=57:36:7)과는 다르게 V가 가장 많이 함유되어 있는 것으로 확인되었다. 특히 유량을 증가시키기에 따라 시료에 전달되는 열효율이 감소하여 비점이 상대적으로 높은 Zr의 peak는 감소하는 반면에 비점이 상대적으로 낮은 Fe의 peak는 증가하였다. 따라서 플라즈마 가스의 유량은 입자의 크기에도 영향을 주지만 제조되는 입자의 조성에도 중요한 영향을 미친다는 것을 알 수 있다. 또한 제조된 입자의 양을 비교해보면 유량을 증가시킬수록 생성된 입자의 양은 감소하였으며 이 역시 유량이 플라즈마 영역의 온도분포와 시료에 전달되는 열효율에 영향을 미쳐 나노입자제조에서 있어서 생산량에 중요한 변수가 됨을 알 수 있다. 또한 Fig 3.에서 관찰된 산소의 peak는 제조된 금속 분말을 포집할 때 대기에 노출되며 산화되었기 때문인 것으로 보이며 시간이 지남에 따라 포집된 입자의 색이 변화되는 것으로 보아 대기 중의 특정 성분을 흡착하였을 가능성이 있으며 추후에 ICP 분석을 통하여 확인할 예정이다.

4. 감사의 글

본 연구는 교육인적자원부와 산업자원부의 출연금 및 보조금으로 수행한 산학협력 중심대학 육성사업의 일환으로 수행되었습니다.

5. 참고문헌

- [1] 한창석, 이광원 공저 “반도체 디스플레이 공정안전공학” 충남산학협력중심대학육성사업단, 2006, pp. 165
- [2] D. J. Lee, K. B. Kim, S. R. In J. Y. Lim and W. B. Kim "study on the measurement of activation temperature of Non-Evaporable Getter" Journal of the korean vacuum society Vol. 14, No. 1, 2005, pp. 1~6
- [3] D. H. Park, S. M. Oh “Thermal plasma processing with applications”, Inha Univ. 2004, pp.124~125