

초음파 분무 열분해법에 의한 $ZrTiO_4$ 구형 미분말의 합성
(Preparation of spherical $ZrTiO_4$ powders
by ultrasonic spray pyrolysis)

서울대학교 무기재료공학과 조서용, 이종훈, 박순자

[서론] $ZrTiO_4$ 는 높은 유전상수와 낮은 유전손실을 갖고 온도에 따른 특성변화가 작은 물질로서 microwave filter 와 이동통신 장치의 dielectric resonator 로 쓰이고 있다. 한편 초음파 분무 열분해법은 초음파 진동자에 의해 원료용액을 미세한 액적으로 만든 후 고온의 반응기내에서 열분해시켜 분말을 합성하는 방법으로서 분말의 생성기구가 동일할 경우 원료용액의 농도변화를 통해 크기가 다른 구형의 미분말을 재현성있게 제조할 수 있으며 복잡한 조성의 고순도 화합물을 비교적 용이하게 얻을 수 있다는 장점이 있다.

본 연구에서는 초음파 분무 열분해법을 이용하여 $ZrTiO_4$ 미분말을 제조하였으며 원료용액의 농도, 반응온도 등의 실험변수가 분말특성에 미치는 영향을 고찰하였고 이 분말로 소결체를 만들어 미세구조를 관찰하였다.

[실험방법] 원료용액으로는 $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ 와 $TiCl_4$ 의 혼합 수용액을 사용하였으며 이 원료용액을 초음파 진동자 (공진주파수 1.67MHz) 로 무화시킨 다음 고순도 질소를 수송가스로 하여 고온의 반응로에서 열분해시켰다. 수송가스의 유량은 0.8 l/min 으로 고정하였다. 위의 분말로 성형체를 만든 후 1100-1400℃에서 3시간 소결하였다. (승온속도 10℃/min)

[결과] 원료용액의 농도 ($[Zr^{4+}] = [Ti^{4+}]$) 0.4M, 반응온도 800℃에서 구형의 $ZrTiO_4$ 분말을 얻었고 600℃에서는 $ZrTiO_4$ 와 함께 미반응물이 나왔다. 따라서 $ZrTiO_4$ 단일상의 분말을 얻기 위해서는 800℃ 이상에서 반응시켜야 할 것으로 판단된다. 또한, 입자는 표면에 균열이 많이 생기고 껍질이 벗겨진 형상을 갖고 있으며 농도 변화에 따라 입자의 크기를 조절할 수 있었다.

위의 분말로 만든 성형체를 열처리한 결과 1100℃ 이하에서는 치밀화가 거의 진행되지 않았으며 1300℃부터 치밀화가 급격히 진행되었다.