

졸-겔법에 의한 $ZrSiO_4$ 분말 합성

(Preparation of $ZrSiO_4$ Powders by Sol-Gel Process)

강원대학교 재료공학과 최성일, 신 대용, 한 상목

1. 서론

지르콘 소결체는 높은 기계적 강도, 전기·자기적 절연성 및 내열충격성이 우수하고 내식성이 강하기 때문에 고압·고주파용 절연체, 저항용 기판, 화학기기, 열교환기 및 고급내화물에 응용이 기대되고 있다. 그러나 천연 지르콘의 경우 여러가지 불순물을 함유하고 있기 때문에 우수한 성질을 충분히 발휘할 수 없으며 1450°C ~ 1550°C 에서 열분해하여 열적, 기계적 및 화학적 성질을 저하시킨다. 지르콘을 합성하는 방법에는 고상반응법, 수열합성법, 졸-겔법 및 졸-겔법과 수열합성법을 혼합한 방법이 있는데, 졸-겔법은 특별한 장치를 필요로 하지 않으며 다른 방법에 비해 비교적 저온에서 고순도의 지르콘분말을 얻을 수 있는 장점이 있다. 그러나 $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ 는 $Si(OC_2H_5)_4$ 보다 가수분해 속도가 빠르기 때문에 균질한 지르콘 전구체를 제조하기 어렵다. 따라서 본 연구에서는 $Si(OC_2H_5)_4$ 를 부분 가수분해 시킨 용액에 $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ 를 첨가하여 균질한 지르콘 전구체를 제조하였으며, milling 후 열처리하여 지르콘 생성기구를 살펴봄으로서 비교적 저온에서 순도가 높은 지르콘을 합성하려 하였다.

2. 실험방법

출발원료로서 $Si(OC_2H_5)_4$ 및 $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ 를 사용하였다. $Si(OC_2H_5)_4$ 를 부분 가수분해시킨 용액에 $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ 를 첨가하여 균질혼합을 하였으며, 제조된 지르콘 전구체겔을 분쇄한 후, 박스형 고온로에서 열처리하여 XRD로 지르콘의 생성 및 생성량을 조사하였다.

3. 실험 결과 및 고찰

순도가 높은 지르콘을 비교적 저온에서 생성하기 위해 시판되는 지르콘을 종자결정으로 첨가하여 지르콘의 생성온도 및 생성기구를 관찰하였다. 또한 재열처리하여 얻은 지르콘 분말을 시료분말에 첨가하여 지르콘 생성온도를 약 200℃ 정도 낮추었으며 거의 단상의 지르콘(>96%)을 합성하였다.

4. REFERENCE

- 1) Y.Kanno, "Formation Mechanism of Zircon by Sol-Gel Method"; pp. 35-41 in Zircon -Science and Engineering, 宗官重行, Uchida Rokakuho, Tokyo, Japan, 1989.
- 2) H.Kobayashi, T.Takano, T.Mori, H.Yamamura and T.Mitamura, "Preparation of ZrSiO₄ Powder Using Sol-Gel Process(I)," 日本窯業協會誌, 98[6], 567-572 (1990).
- 3) Y.Kadogawa and T.Yamate, "Synthesis of Zircon by the Sol-Gel Method," 日本窯業協會誌, 93[6], 338-340 (1985).
- 4) T.Mori, H.Hoshino, Y.Ishikawa, T.Yamaguchi, H.Yamamura, H.Kobayashi and T.Mitamura, "Preparation of ZrSiO₄ Powder Using Sol-Gel Process(IV)," 日本窯業協會誌, 99[30], 227-232 (1991).
- 5) S.Komarneni and R.Roy, "Synthesis of Zircon"; pp. 289-298 in Zircon -Science and Engineering, 宗官重行, Uchida Rokakuho, Tokyo, Japan, 1989.