

초임계 유체를 이용한 TiO₂ 초미립자 제조

Fabrication of TiO₂ ultrafine powders by Supercritical Fluid

송정환*, 임대영, 김종옥

배재대학교 공과대학 무기재료공학과

Jeong-Hwan Song*,

Dept. of Inorganic Materials Engineering

Dae-Young Lim, Jong-Ock Kim

College of Technology PaiChai University

◁ 서론 ▷

세라믹스 미분말을 얻기 위해서는 졸-겔법등의 습식화학법이 연구되어지고 있지만 이러한 방법에서는 용액반응이 갖는 여러 가지 문제점인 가수분해시 불균일하게 생성하는 분말의 조성이 불균일하고 제조된 분말이 비정질이어서 가열과정중 입성장 또는 부분 소결에 의한 응집현상의 문제점을 해결하기 위해서 가수분해를 초임계 상태에서 행하여 직접 미세한 결정질 분말을 얻고자 하였다.

전자재료등에 이용되는 TiO₂는 졸-겔

법의 경우 Ti(OC₂H₅)₄의 가수분해속도가 매우 빠르고 조절하기 어려운 단점이 있으므로 초임계 유체를 이용하여 문제점을 해결하였다.

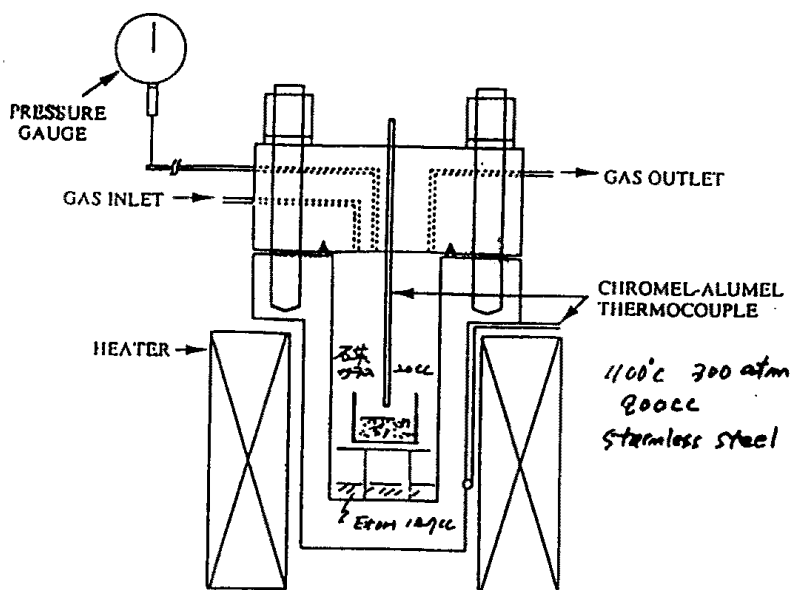


Fig.1 Schematic drawing of the autoclave for Supercritical treatment.

◁ 실험방법 ▷

이용도가 높은 TiO_2 분말을 Alkoxide 원료인 $Ti(OC_2H_5)_4$ 를 ethanol에 용해시키고 가수분해 억제제로 CH_3COOH 를 첨가한 후 Autoclave 안에서 ethanol를 용매로 하여 $273^\circ C$, $7.3MPa$ 의 초임계 조건하에서 2시간 유지시켰다. 용질의 농도의 양을 조절하여 생성된 분말의 특성을 살펴보고 다시 용액의 양을 조절하여 여러 가지 조건에서 제조된 물성을 살펴보고 그중 좋은 물성을 채택하여 다량의 분말을 제조하였다.

◁ 결과 및 고찰 ▷

Fig. 2는 용질의 농도 변화에 따른 초임계 유체법으로 얻어진 anatase 분말의 SEM 결과이다. 입자의 형상이 모두 구형이 농도가 증가함에 따라 입자의 크기가 증가하였다. 초임계 유체로 처리한 $Ti(OC_2H_5)_4$ 용액의 양의 조절에 따라 입자의 형상과 크기의 의존성을 나타낸 결과이다(Fig. 3). 60cc까지는 구형의 입자형태를 유지하나 80cc 이상에서는 다른 형태의 입자를 얻었다.

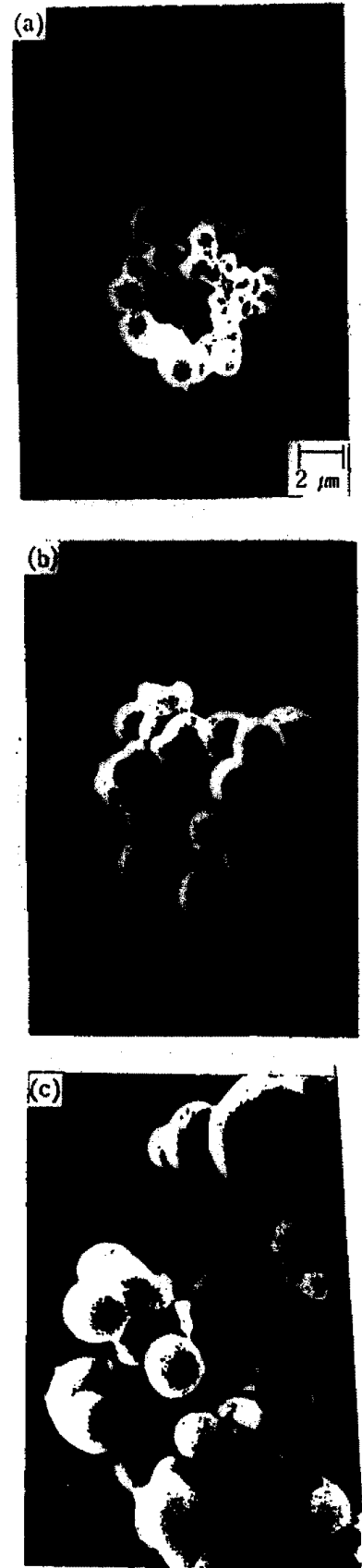


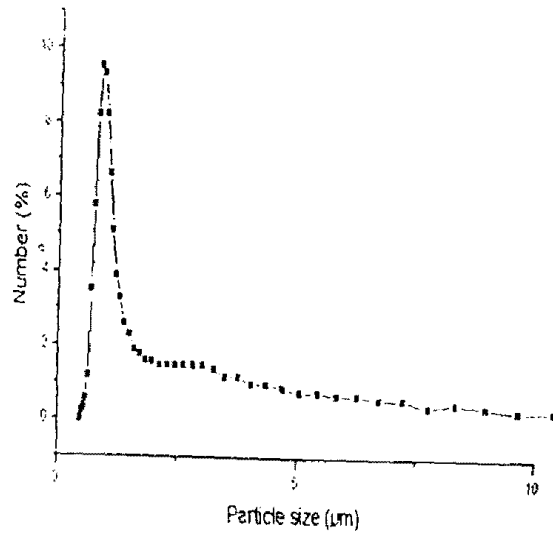
Fig.2 SEM micrographs of anatase particles obtained in ethanol Supercritical Fluid at the condition of $270^\circ C$, $7.3MPa$ for 2h from various Titanium(IV) ethoxide concentration (a) 0.230ml, (b) 0.920ml, (c) 1.840ml.



Fig.3 Dependence of particle shape and size on quantities of 0.230 ml/l Titanium(IV) ethoxide solution treated in ethanol Supercritical Fluid at the condition of 270°C, 7.3MPa for 2h.
(a) 40 cc, (b) 60 cc, (c) 80 cc.



(a)



(b)

Fig.4 SEM micrographs of TiO₂ particle (a) and particle size distribution (b) obtained in ethanol Supercritical Fluid at 275°C, 7.3MPa for 2h.
(0.230ml Ti(OC₂H₅)₄+16.42ml EtOH+0.12ml CH₃COOH, 40cc)

◁ 결론 ▷

화학적으로 균질하고 결정화된 powder를 얻었다. 구형이고 입도분포가 0.7~0.8 μm 의 응집체를 제조할 수 있었다. 용질의 농도를 조절하여 powder의 입도분포와 입자크기의 조절이 가능하였다. 분말의 물성을 변화시키지 않고 즉 구형의 입자 형태를 유지하면서 한번에 최대로 처리할 수 있는 용액의 양이 1회 60cc이었다.