

## 폴리머 용액을 이용한 초미세 $TiO_2$ 와 $CaTiO_3$ 분말의 합성

### Fabrication of Ultra-Fine $TiO_2$ and $CaTiO_3$ Powders using Polymer Solution

이상진, 이충효, 김광석

국립목포대학교 신소재공학과

#### 서론

분말의 특성을 조절하면서 안정한 산화물 세라믹 분말을 합성하기 위한 화학적인 합성 방법 중에서 폴리머-금속 양이온의 복합체를 이용한 방법은 특수한 목적의 특성화 된 세라믹 분말을 제조할 수 있어서 널리 연구되어 지고 있다 [1,2]. 본 연구에서는 액상의 ethylene glycol을 금속염의 용매로 사용하여 steric entrapment route를 통해 금속 양이온을 분산시키고, 물리적인 작용에 의하여 고착시킴으로써 precursor의 균질성을 높이고, 응집을 줄여 고순도, 초미립의 산화물 세라믹 분말, 특히 titanate 분말을 합성하는 방법에 대하여 고찰한다 [3]. 이러한 연구를 통해 값싼 폴리머의 이용과 분말의 수율을 향상시킴으로써, 화학적 합성으로 얻어지는 고순도 titanate 분말의 제조 단가를 낮출 수 있으며, 물에 용해성이 없는 titanium source를 ethylene glycol에 직접 용해시킴으로써, 용이한 방법에 의해 많은 종류의 titanate 분말의 합성이 가능해 질 수 있다는 장점이 있다.

#### 실험방법

합성하고자하는 titanate 분말의 화학 양론적인 조성에 의하여 액상의 ethylene glycol에 titanium isopropoxide와 nitrate 형태의 금속 양이온 salt를 용해시킨다. 이때 용해성을 높이기 위하여 약  $80\text{ }^{\circ}\text{C}$  정도의 열을 가해준다. 건조과정을 거쳐 겔 형태의 precursor를 제조한 후, 이를 하소한다. 하소 후 다공성의 분말을 planetary 불밀 공정을 거쳐 초미세화 한다.

Ethylene glycol의 혼합량에 따라 영향을 받는 하소온도, 결정화 거동, 분말의 형태 그리고 밀링 공정에 따른 분말의 분쇄거동 등을 XRD 분석, SEM 관찰, 열분석 실험, 비표면적 측정 등을 통하여 고찰한다.

#### 실험결과

$TiO_2$  분말 합성의 경우 사용된 ethylene glycol의 양이 1:3-1:5 (양이온 source로부터 계산된 금속 이온의 무게에 따른 ethylene glycol의 무게비) 일 경우 약  $500\text{ }^{\circ}\text{C}$  부터 rutile상이 관찰되었으며, 밀링 공정 후  $100\text{ nm}$  이하의 초미세 분말을 얻을 수 있었다. 2성분계 titanate 분말인  $CaTiO_3$ 의 경우 1:2의 ethylene glycol 혼합량에서 가장 낮은 결정화 온도를 보였으며, 높은 비 표면적을 갖는 다공성의 분말형상을 보였다 (Fig.1). Planetary 불밀에 의한 분쇄 효과도 우수하여 초미세 분말을 얻을 수 있었다. 3성분계 titanate 분말 (PZT)의 합성에도 본 연구의 방법을 적용할 계획이다.

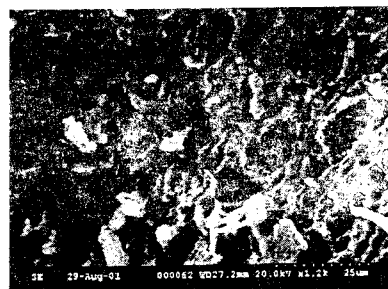


Fig. 1. SEM micrograph of calcined  $CaTiO_3$  powder.

#### 참고문헌

- 1). M.P.Pechini, U.S. Patent No. 3 330 697 (1967).
- 2). M.A.Gulgun, M.H.Nguyen and W.M.Kriven, *J. Am. Ceram. Soc.*, **82** (1999) 556.
- 3). S.J.Lee, M.D.Biegalski and W.M.Kriven, *J. Mater. Res.*, **14** (1999) 3001.