

**수열합성법에 의한 초미립 BaTiO<sub>3</sub> 분말의 제조**  
(Preparation of Submicron BaTiO<sub>3</sub> powder by Hydrothermal synthesis)

최용각, 안중재, 이종현\*, 원창환

충남대학교 금속공학과

\* 충남대학교 금속공고 신소재 연구소

### 1. 서론

BaTiO<sub>3</sub>는 전형적인 perovskite 구조를 가지는 복합산화물로서 유전율이 커 콘덴서재료 등에 사용되어왔으며, 미량의 3가 내지 5가의 희토류 원소를 첨가하거나 환원분위에서 강제 환원시켜 반도체화하여 Degaussing 소자 및 각종 전자제품의 발열소자로 사용되며, 저항 온도계수(PTCR)소자 등에 많이 이용되고 있다. 특히 고순도, 초미분 BaTiO<sub>3</sub> 분말은 전자기기의 소형화와 집적화 추세에 따라 단층형에서 적층형(MLC)으로 전환되어 연구되고 있는 세라믹 캐패시터 분야에서 오랫동안 관심의 대상이 되어왔으며, 저온 소결성 재료로써도 각광을 받고 있다. 지금까지 널리 사용되고있는 강유전체 BaTiO<sub>3</sub> 분말의 제조방법으로써는 고상법과 액상법으로 대별되며, 이들에 대한 제조방법과 장단점이 표면화되어 있다. 이들 제법 중 수열합성법은 고온, 고압하의 수용액에서 두 종류 이상의 원료분말을 반응시켜 단 분산성 구형 초미립자들을 하소 공정없이 직접제조가 가능하다는 장점 때문에 고품질의 산화물 분말을 적은 비용으로 대량생산 가능하다. 본 연구실에서는 이미 수열합성법에 의한 BaTiO<sub>3</sub>분말의 제조에 관한 연구가 10 여년 전부터 진행되어 왔으며, 현재는 연속식 수열합성공정에 의하여 대량의 BaTiO<sub>3</sub> 분말 양산을 눈앞에 둔 실정이다. 이에 본 연구는 그동안의 축적된 연구결과를 바탕으로 precursor의 종류, 반응 몰비 및 pH 조절제에 따른 반응변수들을 한층 심도 있게 조사하여 분말의 입자크기 및 형태, 입도분포 등을 제어함으로써 보다 우수한 BaTiO<sub>3</sub> 분말이 제조되는데 기반이 되고자 한다.

### 2. 실험방법

본 실험에 사용된 출발원료는 Ba(OH)<sub>2</sub>·8H<sub>2</sub>O, TiCl<sub>4</sub>, TiO<sub>2</sub>(anatase), TiO<sub>2</sub>(rutile)이며, pH 조절제로는 KOH, NaOH, NH<sub>4</sub>OH 등이 사용되었다. 반응은 자체 제작된 autoclave속에서 200℃(최고온도), 2hr(유지시간), 470rpm(교반속도)으로 고정하여 실험하였다. 제조된 분말은 XRD를 이용하여 결정구조를 분석하였으며, FESEM을 이용하여 입자크기 및 형상, 분산성 등을 관찰하였다. 또한 분말의 순도는 ICP에 의한 화학분석을 통하여 구하였다.

### 3. 결과 및 고찰

본 연구를 통하여 얻어진 분말의 특성평가 결과는 다음과 같다.

- 1) precursor에 따른 영향을 살펴본 결과 TiCl<sub>4</sub>를 이용하여 합성된 분말이 가장 미세하였으며, TiO<sub>2</sub>(anatase), TiO<sub>2</sub>(rutile)순으로 입자크기가 증가하였다. 또한 얻어진 모든 분말은 분산성이 우수함을 확인할 수 있었다.
- 2) precursor를 TiO<sub>2</sub>(anatase)로 고정하고 pH 조절제에 따른 경향을 살펴본 결과 KOH를 pH 조절제로 사용한 경우가 다른 조건에 비하여 XRD 및 FESEM 분석결과가 우수하게 나타났다.
- 3) precursor를 TiO<sub>2</sub>(anatase)로 고정하고 Ba/Ti 반응 몰비에 따른 경향을 살펴본 결과 Ba/Ti의 몰비가 1:1인 경우에는 미반응 Ti 산화물이 다량으로 존재함을 볼수있었으며, 1:2인 경우에는 모든 Ti 산화물이 제거되었음을 XRD분석결과 관찰할 수 있었다.
- 4) precursor로 TiO<sub>2</sub>(anatase)로 사용되고, Ba/Ti 반응 몰비가 1:2인 경우에 제조된 분말을 ICP로 분석한 결과 순도 99.98%의 고순도 분말이 얻어졌음을 확인할 수 있었다.