P-30

수열합성법에 의한 반도성 $BaTiO_3$ 분말 합성 및 동시 도핑공정 연구

(A study on the synthesis and simultaneous doping process of semiconductive $BaTiO_3$ powder by hydrothermal process)

최용각, 양범석, 이종현*, 원창환

충남대학교 금속공학과

* 충남대학교 급속응고 신소재 연구소

1.서 론

전자산업이 급속히 발전함에 따라 부품의 소형화 고성능화가 요구되고 있다. 이에 다양한 분야에서 전자 세라믹소재가 응용되고 있는데, $BaTiO_3$와 같은 대부분의 전자 세라믹 소재는 상온에서 $10^{10}\Omega \cdot m$전후의 저항률을 가지는 부도체이나 La, Y등의 희토류원소 및 Nb, Sb등의 반도체화 첨가제를 미량 첨가하여 공기중에서 소결하면 상온 비저항이 $10 \sim 10^4\Omega \cdot m$의 값을 갖는 반도체 세라믹스를 제조할수 있다. 기존의 공법에서는 건식법이나 습식법에 의하여 이미 합성된 $BaTiO_3$와 반도체화 첨가제를 산화물 형태로 혼합, 소성하여 반도성 $BaTiO_3$를 제조하였으나, 반도체 특성을 얻기 위해서는 $BaTiO_3$의 순도가 99.99%이상이어야 하며, 혼합 과정에서도 불순물의 혼입 가능성이 있어 매우 고순도의 출발 원료가 필요하다.

따라서 본 연구에서는 초미립 세라믹 분말 제조시에 최근 활발하게 연구가 진행되고 있는 수열합성법을 이용하여 $BaTiO_3$분말 합성과 동시에 도핑이 이루어지도록 반도체화 첨가제를 첨가하여 수열조건에서의 도핑 특성을 조사하고, 제조된 소성체의 반도체화 여부는 PTCR특성을 통하여 검토하고자 한다.

2. 실험방법

본 실험에 사용된 주원료는 $Ba(OH)_2 \cdot 8H_2O$, TiO_2(anatase),이며, 반도체화 첨가제로는 $SbCl_3$를 사용하였고, pH 조절제로는 KOH가 사용되었다. 반응은 자체 제작된 autoclave속에서 200℃(최고온도), 2hr(유지시간), 470rpm(교반속도)으로 고정하여 실험하였다. 이때의 Ba/Ti 몰비는 1.1:1로 고정하였으며, $SbCl_3$는 0.1~0.4mol%로 변화시켜 도핑하고, pH는 13으로 고정하여 실험하였다. 제조된 분말은 XRD를 이용하여 결정구조를 분석하였으며, FESEM을 이용하여 입자크기 및 형상, 분산성 등을 관찰하였다. 또한 55~65Mpa의 성형압력으로 직경20mm의 원판형 펠렛을 성형한 뒤 공기중에서 900~1200℃의 온도로 1hr동안 소결하여 소성체 시편을 얻었으며, Ohmic contact를 형성하기 위해 은소부 처리를 행하여 저항측정기 및 온도측정기를 이용하여 PTCR특성을 검토하였다.

3. 결과 및 고찰

본 연구를 통하여 얻어진 분말 및 소결체의 특성평가 결과는 다음과 같다.

1) XRD 분석결과 얻어진 모든 분말은 $BaTiO_3$임을 확인할 수 있었으며, Sb_2O_3의 도핑여부는 매우 미량으로 확인이 불가능하였다.
2) FESEM 분석결과 분산성이 우수한 약 0.1~0.2㎛의 구형 초미세분말이 얻어졌음을 확인할 수 있었다.
3) ICP 분석결과 순도는 99.89%로 매우 높은 순도의 분말임을 알 수 있었다.
4) 소성체 시편의 PTCR특성 측정결과 모든 시편의 반도체화 여부를 확인할 수 있었으며, 0.3mol%의 Sb가 도핑된 시편의 경우에 PTCR특성이 가장 우수하게 나타났다.