

수열합성법에 의한 PZT 분말의 제조
(Preparation of PZT powder by Hydrothermal synthesis)

김문환, 배장호, 이종현*, 원창환

충남대학교 금속공학과

* 충남대학교 금속응고 신소재 연구소

1. 서 론

기계적에너지를 전기적에너지로 또는 그 역으로 변환시켜 주는 압전재료는 가스라이터의 착화소재나 압전부저(buzzer) 등에 이용되며, 그 외에 공진자(resonator), 압전필터 등의 전자제품에 사용된다. 이러한 압전성을 나타내는 재료 중 가장 널리 이용되는 것이 페롭스카이트 구조를 갖는 PZT계 세라믹스이다. PZT계 세라믹스의 전기적 성질은 출발물질의 특성 및 제조 조건에 많은 영향을 받으며, 조성의 변화에 의하여 물성이 크게 변한다. 특히 최대의 유전 및 압전 특성을 가지고 있는 $Zr/Ti=52/48$ 인 $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ 세라믹(PZT)은 $BaTiO_3$ 보다 큰 압전성을 나타내며 퀴리온도가 300°C 이상으로 열에 대한 안정성이 뛰어나 상업적으로 널리 사용되고 있다. 현재 PZT 분말의 제법으로써는 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 생산 가능하다. 이에 본 연구는 precursor의 종류, 반응 몰비 및 pH 조절제에 따른 반응변수들을 조절하여 분말의 입자크기 및 형태, 입도분포 등을 관찰하여 수열합성에 의한 최적의 PZT 분말 제조조건을 찾고자 한다.

2. 실험방법

본 실험에 사용된 출발원료는 $Pb(OH)_2$, $Pb(NO_3)_2$, $Zr(OH)_4$, $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$, $TiCl_4$, TiO_2 (anatase)이며, pH 조절제로는 KOH를 사용되었다. 반응은 자체 제작된 autoclave 속에서 $150^{\circ}\text{C} \sim 200^{\circ}\text{C}$, 0.5hr~2hr(유지시간), 470rpm(교반속도)으로 실현하였다. 제조된 분말은 XRD를 이용하여 결정구조를 분석하였으며, SEM을 이용하여 입자크기 및 형상, 분산성 등을 관찰하였다. 또한 분말의 순도는 ICP-AES에 의한 화학분석을 통하여 구하였다.

3. 결과 및 고찰

수열합성법을 통하여 PZT분말 제조시 출발물질의 조합, 반응온도, 반응시간, pH 조절제의 첨가량에 따라 크게 영향을 받았다. 특히 출발물질은 종류에 따라 입자의 크기 및 형태가 큰 차이를 나타내었다. 이는 출발물질의 알칼리에 의한 활성도가 다르기 때문이라 사료된다.