

수열합성법에 의한 지르코니아 및 부분안정화 지르코니아 분말의 제조  
(Preparation of Zirconia and PSZ powder by Hydrothermal synthesis)

김문환, 양범석, 이종현\*, 원창환

충남대학교 금속공학과

\*충남대학교 금속공고 신소재 연구소

1. 서론

고순도 지르코니아( $ZrO_2$ ) 및 부분안정화 지르코니아(PSZ)의 분말제조기술은 산업용 정밀기계 및 전자부품 소재용 기초원료로서 대부분의 양을 수입에 의존하고 있으며, 원료의 고순도화 및 미립화기술의 개발이 절실히 요구되는 분야이다. 특히 우수한 내열성, 단열성 및 내식성이 알려져 응용의 가능성이 더욱더 넓어지고 있는 추세이다. 일례로서 전기적인 응용으로는 보일러 등의 연소장치의 산소농도계측과 자동차의 공연비 검지용 산소센서로 실용되어 있으며, 또한 매우 강인한 고강도 세라믹스로서 기계적인 응용의 가능성이 전망되고 있다.

지르코니아 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 지르코니아 분말 제조조건을 찾고자 한다.

2. 실험방법

본 실험에 사용된 출발원료는  $Zr(OH)_4$ ,  $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ ,  $YCl_3 \cdot 6H_2O$ 이며, pH 조절제로는 KOH, NaOH,  $NH_4OH$  등이 사용되었다. 반응은 자체 제작된 autoclave속에서  $150 \sim 200^\circ C$ , 2hr~24hr유지시간, 470rpm(교반속도)으로 실험하였다. 제조된 분말은 XRD를 이용하여 결정구조를 분석하였으며, FESEM을 이용하여 입자크기 및 형상, 분산성 등을 관찰하였다. 또한 분말의 순도는 ICP-AES에 의한 화학분석을 통하여 구하였다.

3. 결과 및 고찰

수열합성법을 통하여 지르코니아 분말 및  $Y_2O_3$ 를 안정화제로 사용하여 부분안정화 지르코니아 분말을 제조하고 제조된 분말의 특성을 고찰한 결과 분말 제조시의 반응온도, 반응시간, pH 조절제의 첨가량에 따라 크게 영향을 받았다. 지르코니아 분말은 pH 13.8 이상에서 단사정계의 분말을 얻을 수 있었으며, 부분안정화 지르코니아는 pH 11정도에서 얻을 수 있었다.