P-171

간접중화법에 의해 큰 비표면적을 갖는 이산화티탄 분말 제조방법

Preparation Method of Titanium Dioxide Powder with Large Specific Surface Area using Indirect Neutralization

황두선, 이 강, 이남희, 김세기, 김선재
세종대학교 나노기술연구소/나노공학과

저온균일침전법으로 합성된 강산성의 TiO_2 침전체를 세척 또는 중화시킬 때 H_2O를 사용하면, 급격한 pH 변화를 정확하게 제어하지 못하므로 결국에는 해교 현상이 쉽게 발생하는 문제점 있어 분말제조에 어려움이 있었다. 또한, NaOH로 중화시킬 경우 TiO_2 분말표면에 Na^+ 이온이 흡착되는 현상이 일어났다 따라서, 본 연구에서는 이러한 문제점을 해결하기 위해 강산성의 침전체에 중화제로써 urea를 사용하여 $TiCl_4$ 양에 대해 2~3배(몰)의 urea 수용액을 넣고 20분 이상 교반 후 100°C의 온도로 승온하여 1 시간동안 유지하였다. 그리고 Cl^- 이온이 완전히 제거될 때 까지 세척하고 150°C 이하에서 12시간 건조하여 TiO_2 분말을 얻었다 이렇게 얻어진 분말은 해교 현상이 일어나지 않으면서 형상은 저온균일침전 접으로 합성한 분말과 마찬가지로 일차입자가 침상형이며, 이차입자의 크기는 380 nm 정도이었다 그리고, TiO_2 분말의 Na^+ 이온흡착 현상이 나타나지 않아서 pH 4~10 부근의 전 영역에서 −35 mV 이하를 가지는 안정한 ζ-potential 값을 가짐을 확인하였다. 또한, 비표면적은 약 30 m^2/g 더 향상되는 것으로 나타나 값싼 urea를 이용해서 중화함으로써 더욱더 고품질의 루틸상 TiO_2를 합성할 수 있었다

P-172

$5ZrSiO_4$−$xCaCO_3$ 혼합계에서 $CaCO_3$ 첨가량 및 pH에 따른 합성 및 열적 거동

Synthesizing and Thermal Behaviors with addition Amount of $CaCO_3$ and pH in $5ZrSiO_4$−$xCaCO_3$ Mixture System

김재원, 이재언, 이승수, 정연길, 조창용*
창원대학교 세라믹공학과
*한국기계연구원 내열재료그룹

본 연구에서는 수용성 매체에서 지르콘($ZrSiO_4$)과 칼슘 카보네이트($CaCO_3$)를 출발 물질로 하여 슬립을 제조하였으며 $CaCO_3$의 첨가량을 달리한 두 조성($5ZrSiO_4$-$xCaCO_3$(x=7, 19))을 이용하여 고온에서의 합성 및 열적 거동에 대해 고찰하였다 이때 혼합 슬립의 균일성과 $5ZrSiO_4$-$xCaCO_3$의 열적반응 속도를 증가시키기 위해서 HCl(hydrochloric acid)를 첨가하여 전체 슬립을 산성(pH≈4 0)으로 조절하였다 열 분석 결과에서는 첨가된 $CaCO_3$ 양의 증가에 따라 높은 중량 감소를 보여주었으며, $5ZrSiO_4$-$7CaCO_3$와 $5ZrSiO_4$-$19CaCO_3$의 탈카보네이트 반응은 각각 980°C 및 1160°C의 온도에서 완전히 종료되었다 X-선 회절 및 EDX를 통해서 고온에서 복합 결정화 유리상 내에 잔류 $CaCO_3$ 입자가 고립되어 있음을 관찰할 수 있었으며, 열처리 온도가 증가함에 따라 다른 복합상으로 발전하였다 결론적으로 $5ZrSiO_4$-$xCaCO_3$와 같이 출발 혼합 조성을 달리한 경우, 최종적으로 형성되는 주 결정상은 $5ZrSiO_4$-$7CaCO_3$계에서는 *m*-ZrO_2 결정상이 형성됨과 $5ZrSiO_4$-$19CaCO_3$계에서는 $CaZrO_3$ 결정상이 생성됨을 알 수 있었다