

초음파 분무 열분해법에 의해 질산아연용액으로부터 구형의 ZnO 미분말 제조

이서영 · 김영도 · 신건철

강원대학교 재료공학과, 강원도 춘천시, 200-701

Spherical fine ZnO Particles prepared from zinc nitrate by Ultrasonic Spray Pyrolysis technique

Seo-Young Lee, Young-Do Kim, Kun-Chul Shin

Department of material Science and Engineering,

Kangweon National University, Kangweon, 200-701, Korea.

요 약

Zn(NO₃)₂ · 6H₂O를 사용하여 출발용액으로 Zn(NO₃)₂ · 6H₂O (aq.)용액을 각각 1M, 0.5M, 0.25M, 0.1M의 농도로 제조하여 초음파 진동자에 의해 액적을 발생시킨후, 2.3cm/sec의 유속으로 건조 및 열분해하여 ZnO분말을 합성하였다. 이때 건조 온도는 200°C, 열분해 온도는 600°C였다.

제조된 ZnO분말의 열적특성을 TG-DTA로 측정하였고, IR로 미분해물 및 흡착 가스의 성분을 조사하였다. 결정상 및 crystallite의 크기를 XRD로 분석하였고, 입자의 형태는 SEM과 TEM으로 관찰한 후 입자 크기와 입도분포를 SEM 사진으로부터 측정하였다. 합성 분말은 hexagonal의 결정구조를 갖는 Zinc oxide였다. 입자의 형태는 대부분 구형이고, 약 40nm크기의 일차입자로 구성된 이차입자였다. 평균 입자 크기는 0.28-0.61μm이고 입도 분포도 좁았다.

ABSTRACT

The synthesized ZnO powder was prepared by spray pyrolysis method using ultrasonic vibrator. The starting solutions were the aqueous solution of Zn(NO₃)₂ · 6H₂O. The concentration was prepared 1M, 0.5M, 0.25M, and 0.1M. The N₂ carrier gas was 2.3cm · sec⁻¹.

The prepared powder from the Zn(NO₃)₂ · 6H₂O aqueous solution was Zinc oxide with hexagonal structure. The shape of prepared powder was fine size, narrow size distribution, agglomerate-free, nearly sphere particle. Also, the particle size was about 0.28-0.61μm.

1. 서 론

최근 ZnO ceramics는 전기적, 열적, 광학, 촉매 특성이 우수하여 varister, gas sensor, photocopying, 내열 세라믹스 엔진 등으로 응용되고 있다[1-3]. 이러한 고신뢰성과 고기능성 세라믹스의 용도로 사용하기 위한 ZnO분말의 특성은 고순도이고, 응집이 없고, 일차입자가 작고, 균일한 분포의 구형입자이어야 한다.

종래에는 fine ceramics용 ZnO 미분말 제조를 위한 균일 침전법[4-5], Sol-Gel법[6], 기상 산화법[7,8], 2류체 노즐을 이용한 분무 열분해법[9,10] 등이 이용되어 왔다. 그러나, 균일 침전법은 입자의 크기는 작지만 대부분 판상과 봉상의 입자 형태를 갖으므로 구형의 입자를 얻기 어렵다. 그리고 Sol-gel법을 이용하여 Zinc chloride로부터 제조된 ZnO 분말은 pH와 온도 조건등이 까다롭고 대부분 입자의 형태가 응집되어 구형의 입자를 얻지 못하였다. 기상 산화법에 있어서도 약 50nm 크기의 초미립 분말 제조가 가능하지만, 대부분 입자의 형태가 침상 또는 판상이었다. 한편 분무열분해법은 금속염의 출발 물질로부터 제조한 양이온이 균일하게 분포된 출발 용액을 미세한 액적으로 분무하여 액적 표면에서 순간적으로 용매를 증발시키고, 연속적으로 열분해하게 되므로 미세한 구형의 입자를 얻을 수 있다. 또한 출발 용액으로 균일한 용액을 사용하므로 복산화물의 합성시 조성 제어가 용이하고, 용해도차에 의한 조성적 편석이 액적내로 제한된다. 따라서 분무열분해법에 의한 단일 산화물 및 복산화물의 분말 합성이 여러 연구자에 의하여 수행되어 왔다.

이류체 노즐을 이용한 분무 열분해법에 의해 Zinc nitrate로부터 합성된 ZnO분말은 입자의 형태가 구형이었지만 건조 과정중 표면이 고화된 액적내에서 기화된 용매의 빠른 확산이 방해되므로 대부분 hollow pattern과 미세한 일차입자가 shell-like 형태로 aggregate되었고 크

기가 불규칙하였으며 노즐의 마모 의한 불순물의 혼입으로 고순도의 분말제조가 어려웠다[11]. 또한 Kato[12]등은 초음파 진동자를 이용한 분무 열분해법에 의해 Zinc acetate로부터 제조된 ZnO 미분말은 hollow pattern이 없었으며 미세한 입자였음을 보고하였다. 그러므로 초음파 분무 열분해법을 이용하면 미세한 구형의 입자와 hollow pattern이 거의없는 고순도의 분말은 제조할 수 있다.

따라서 본 연구에서는 출발 용액으로 Zn(NO₃)₂·6H₂O를 사용하여 초음파 분무열분해법에 의해 ZnO 미분말의 제조하였다. 또한 농도변화와 열처리에 따른 합성 분말의 결정상, 형태, 입자 크기, 입도 분포 및 미분해물의 존재 유무등의 특성을 XRD, SEM, TG, DTA, IR 등을 이용하여 조사하였다.

2. 실험방법

2.1. 실험장치

본 실험에서 사용한 초음파 분무 열분해장치는 기능별로 나눌수 있다. 액적 발생부는 초음파 진동자와 출발 용액 용기로 구성되어있으며 용기 내에 용액이 일정하게 유지되도록 하였고 증류수를 매질로 한 초음파 진동을 이용하여 용기내의 출발용액을 미세한 액적으로 분무시켰다. 이때 분무된 미세 액적을 반응부로 공급하기 위하여 N₂ carrier gas를 사용하였다. 저온로(F₁)는 Ni-Cr선을 사용하여 액적 발생부로부터 석영관내로 송풍된 액적을 건조하였고, 고온로(F₂)는 Kanthal선을 사용하여 건조된 액적을 열분해하여 분말을 합성하였다. Thermocouple(D)는 J-type과 R-type를 이용하여 각각 저온로와 고온로의 온도 조절을 위하여 사용하였다. 분말 회수부(C)는 glass filter를 이용하여 합성된 분말을 회수하였다.

2.2. 분말의 제조

ZnO분말 합성을 위하여 출발 물질로는Zn

$(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (KATAYAMA Chemical KC 1 급)를 사용하였다. 출발용액으로는 상온에서 증류수를 첨가하여 $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}(\text{aq.})$ 수용액을 제조하였으며, 농도는 1M, 0.5M, 0.25M, 0.1M 용액으로 변화하였다. 액적은 1.67MHz의 초음파 진동자에 의하여 발생되었으며, N_2 carrier gas를 사용하여 $2.3\text{cm} \cdot \text{sec}^{-1}$ 의 유속으로 반응관내로 송풍하였다. 반응관내로 송풍된 액적은 연속적으로 200°C 에서 건조하고 600°C 에서 열분해하여 ZnO 분말을 합성하였다. 합성분말은 glass filter로 회수하였으며 출발용액의 농도변화에 따른 제조된 분말 특성과 500°C 에서 2시간 동안 열처리한 분말 특성을 조사하였다.

2.3. 특성조사

출발용액의 농도변화에 따른 제조된 분말과 열처리(500°C)후 분말의 결정상, crystallite 크기 및 격자상수를 구하기 위하여 X-선 회절

분석(XRD : Philips사 PW 1710)을 하였다. 또한 입자의 형태, 입도분포 및 크기를 관찰하기 위하여 SEM (Akashi사 SS-130), TEM (Philips사 PW 6060)분석을 하였다. 출발물질과 제조된 분말의 열적 특성을 TG-DTA(Rigaku사 PTC-10)로 분석하였고, 제조된 분말에 미반응물 및 흡착물의 존재등을 관찰하기 위하여 IR(Jas. 사)분석을 하였다.

3. 실험 결과 및 고찰

3.1. 분말의 합성

초음파 분무열분해법에 있어서 액적의 건조 및 열분해 온도는 최종 생성되는 분말의 크기 및 형태 등의 물리적, 화학적 성질에 직접적으로 영향을 미친다. 그러므로 건조온도 및 열분해온도를 결정하기 위해 출발 물질인 $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 의 열적거동을 조사하였으며, TG-

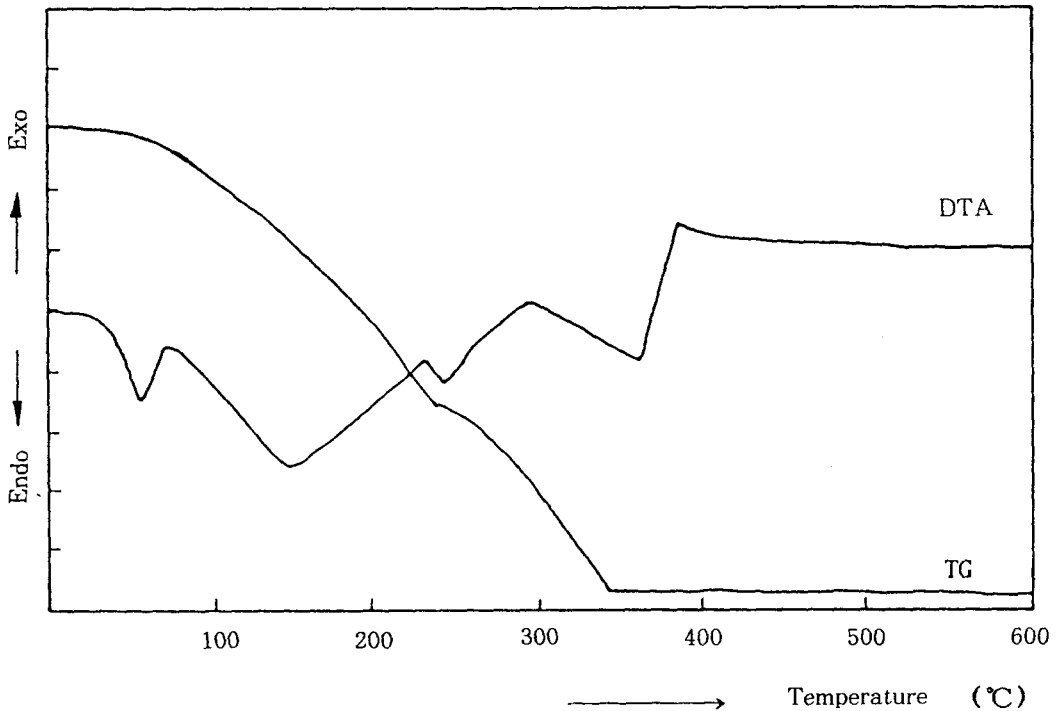


Fig. 1. TG-DTA curves of zinc nitrate as starting materials.

DTA curve를 Fig. 1에 나타내었다. TG의 경우 100°C 사이에서 240°C 사이에 약 45% 가량의 1차 중량감소가 있었고, 240°C부터 340°C 사이에서 약 30% 가량의 2차 중량감소가 발생하였다. DTA의 경우 65°C, 150°C, 240°C, 340°C 근방에서 각각의 흡열 피크와 380°C에서 발열 피크가 나타났다. DTA의 65°C 흡열반응은 Zn(NO₃)₂·6H₂O의 melting(m.p. 24°C)에 의한 것이고, TG의 1차 중량감소는 DTA의 150°C 근방 흡열로 보아 흡착수와 결정수의 탈수에 의한 것이라 사료되며 이는 Zn(NO₃)₂·6H₂O의 결정수에 해당하는 이론적인 값 36%와 약 9% 가량의 흡착수의 탈수에 기인된 것이다. 또한 T. J. Gardener[9]등에 의하면 질산염의 분해는 흡열 반응 단계를 통하여 산화물 분말을 생성한다고 보고하였다. 따라서 본 실험에서 약 30%의 2차 중량 감소는 240°C 와 340°C에서의 흡열 반응으로 보아 염의 분해 및 산화반응에 기인된 것으로 사료되며 이는 분해 및 산

화반응에 의한 27.4%의 이론적인 중량감소와 잘 일치한다. 또한, 380°C에서의 발열반응은 염의 결정화에 의한 것으로 적당하며 열분해 온도는 340°C 이상 유지되어야 한다. 그러므로 본 실험에서는 액적의 건조 온도는 200°C, 열분해 온도는 충분한 분해, 산화 및 결정화를 위해 600°C로 정하였다.

출발용액의 농도를 0.1M, 0.25M, 0.5M, 1M 변화에 따른 제조된 분말의 결정상을 Fig. 2에 나타내었다. 제조된 분말은 농도 변화에 관계없이 모두 hexagonal구조의 ZnO였으며 제2상은 존재하지 않았다.

3.2. 분말의 특성

합성 분말에는 약 5%이하의 미반응물 및 또는 흡착물이 존재하므로 미반응 물질 및 흡착 물질의 존재 여부를 조사하기 위하여 0.25M의 Zn(NO₃)₂·6H₂O수용액을 이용하여 600°C의 열분해 온도와 2.3cm·sec⁻¹의 유속에서

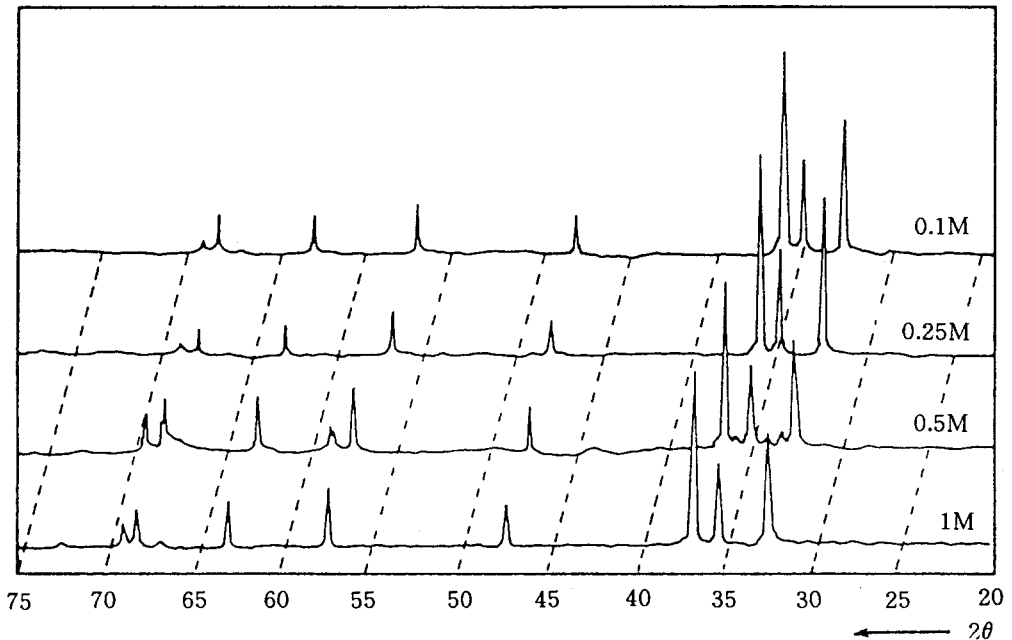


Fig. 2. XRD patterns of as prepared powders on various concentration.

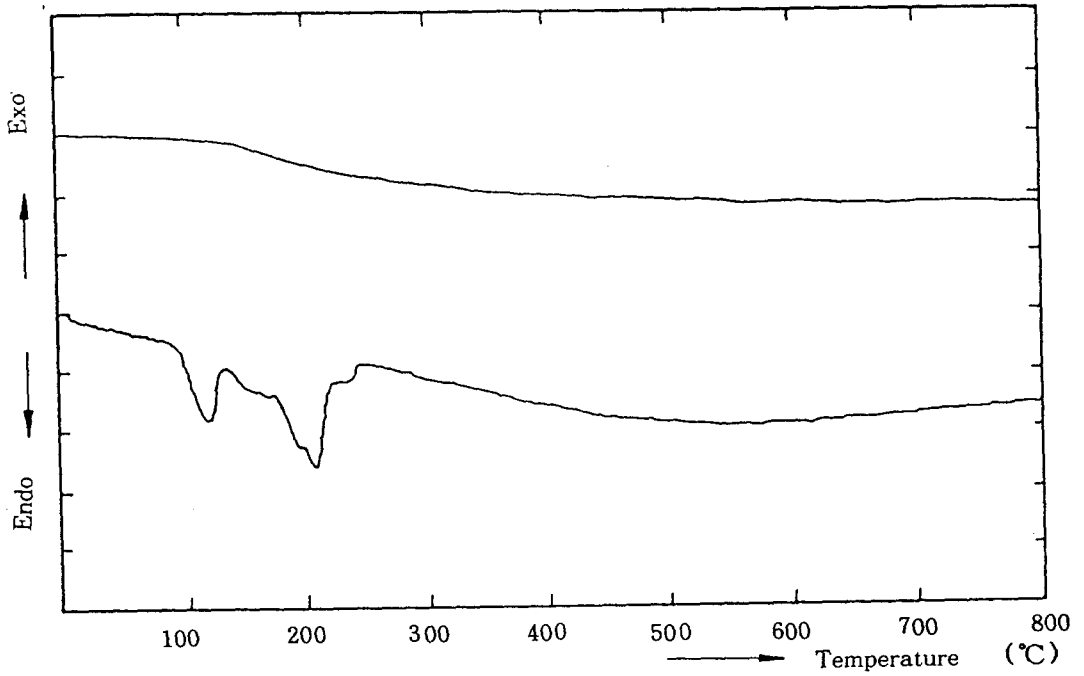


Fig. 3. TG-DTA curves of as-prepared powders.

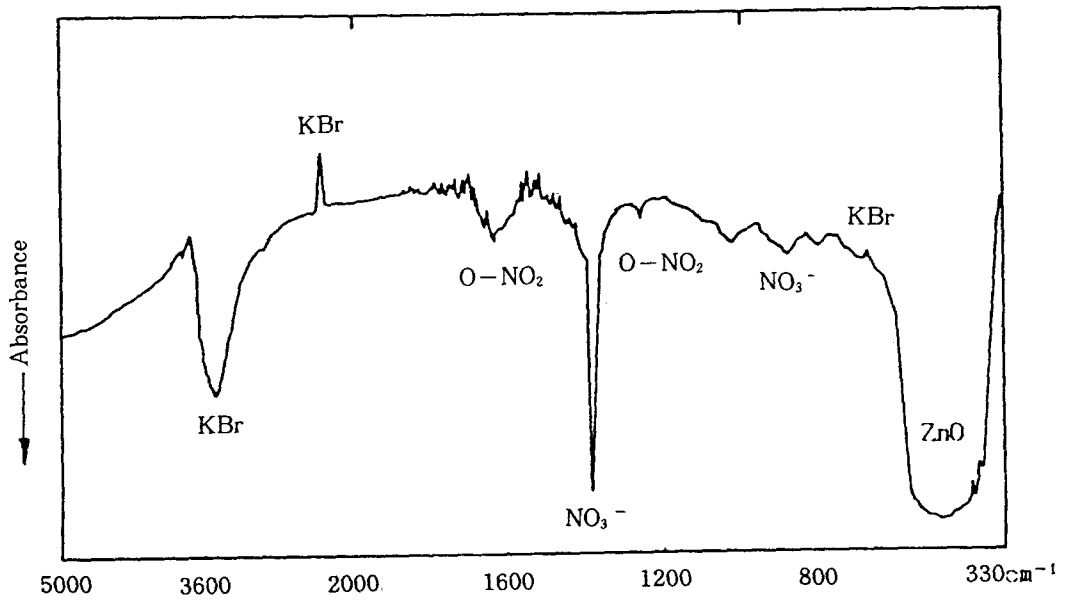


Fig. 4. IR spectra of as-prepared powder at 0.25M in KBr.

제조한 분말의 온도변화에 따른 열적거동을 Fig. 3에 나타내었다. TG의 경우 100-300°C사이에서 약 2%가량의 중량감소가 있었고, DTA의 경우 100-250°C사이에서 흡열반응이 있었다. 이런 중량감소와 흡열반응은 제조된 분말에 흡착된 수분의 증발과 미분해물 및 흡착가스의 분해에 기인된 것으로 사료된다. 따라서 제조된 분말에 흡착된 잔유물을 확인하기 위하여 적외선 흡광분석을 하였고 그 결과를 Fig. 4에 나타내었다. 폭이넓은 흡수 밴드가 600cm⁻¹에서 나타났고 1380cm⁻¹에서 강한 흡수밴드,

1600cm⁻¹에서 흡수밴드가 나타났다. 600cm⁻¹에서의 흡수밴드는 ZnO였으며, 1380cm⁻¹의 강한 흡수 밴드는 NO₃이고, 1600cm⁻¹의 흡수밴드는 O-NO₂였다. 또한 1000-1400cm⁻¹에서는 약간의 H₂O 존재라 사료된다.

제조된 분말의 미분해물과 흡착물을 제거하기 위하여 500°C에서 2시간 열처리 후 0.1M에서 1M의 XRD pattern을 Fig. 5에 나타내었다. 500°C 2시간 열처리후에도 hexagonal구조로 결정상의 변화는 없었으며 분해물과 흡착물을 제거할 수 있었다.

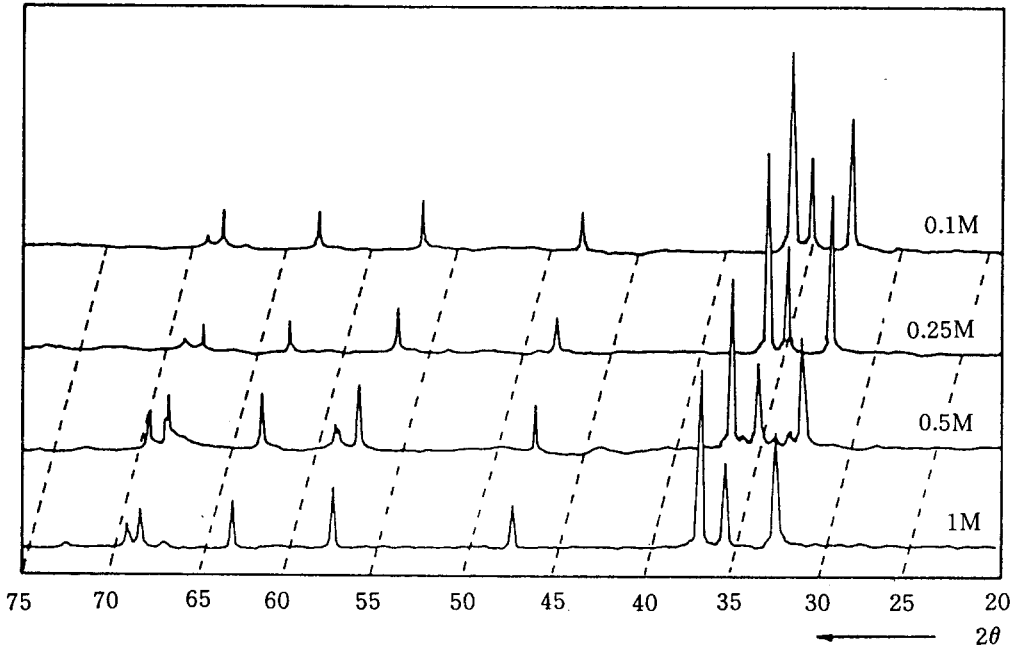


Fig. 5. XRD patterns of calcined powders on various concentration.

Table 1은 위의 XRD 결과로 부터 얻어진 농도변화에 따른 격자상수이다. 농도변화에 관계없이 a축은 약 3.249Å였으며, c/a의 축비도 1.60으로 JCPDS(No. 5-664)의 결과와 잘 일치함을 보여준다. 따라서, 합성된 ZnO 입자에는 미분해물 및 흡착물이 존재하였고 500°C에서 2시간 열처리하여 결정상의 변화없이 미분해물

및 흡착물을 제거할 수 있다.

Fig. 6는 출발용액의 농도변화에 따른 제조된 분말의 입자형태이다. 농도변화에 관계없이 대부분 구형이었고, hollow pattern은 없었으며 약간의 응집현상이 있었다. 제조된 분말이 대부분 구형인 것은 분부된 액적이 자유에너지를 최소화하기 위하여 표면적이 최소인 구형을 형

Table 1. Lattice parameters of ZnO powders.
(Space group P6₃MC)

	Lattice parameter (Å)	
	a	c
Measured value		
1M	3.2435	5.1929
0.5M	3.2385	5.1913
0.25M	3.2515	5.2062
0.1M	3.2490	5.2078
JCPDS (5-664)*	3.249	5.205

*Swanson and Fuyat, NBS Circular 539, 2(25) (1953).

성하려는 경향이 따라 구형의 액적이 생성된다 [13].

이 액적이 연속적으로 건조 및 열분해 과정을 거쳐 입자가 형성되기 때문이다. 또한 hollow pattern은 출발물질로 nitrate계 금속염 [14]을 사용했을때 건조 및 열분해 과정에서 생성된다. 액적의 건조 및 열분해 시 입자의 표면이 먼저 고화되고 온도가 증가하면서 액적 내부에 blow hole이 형성되며, blow hole이 고화된 액적 표면으로 방출한 경우 입자 표면에 hollow pattern이 존재하고 내부에 고립된 경우 속이 빈 입자가 형성된다. 그러나, 본 실험에서 hollow pattern이 존재하지 않는 것은 약 3 μ m 크기의 액적이 carrier gas의 유속이 비교적 저

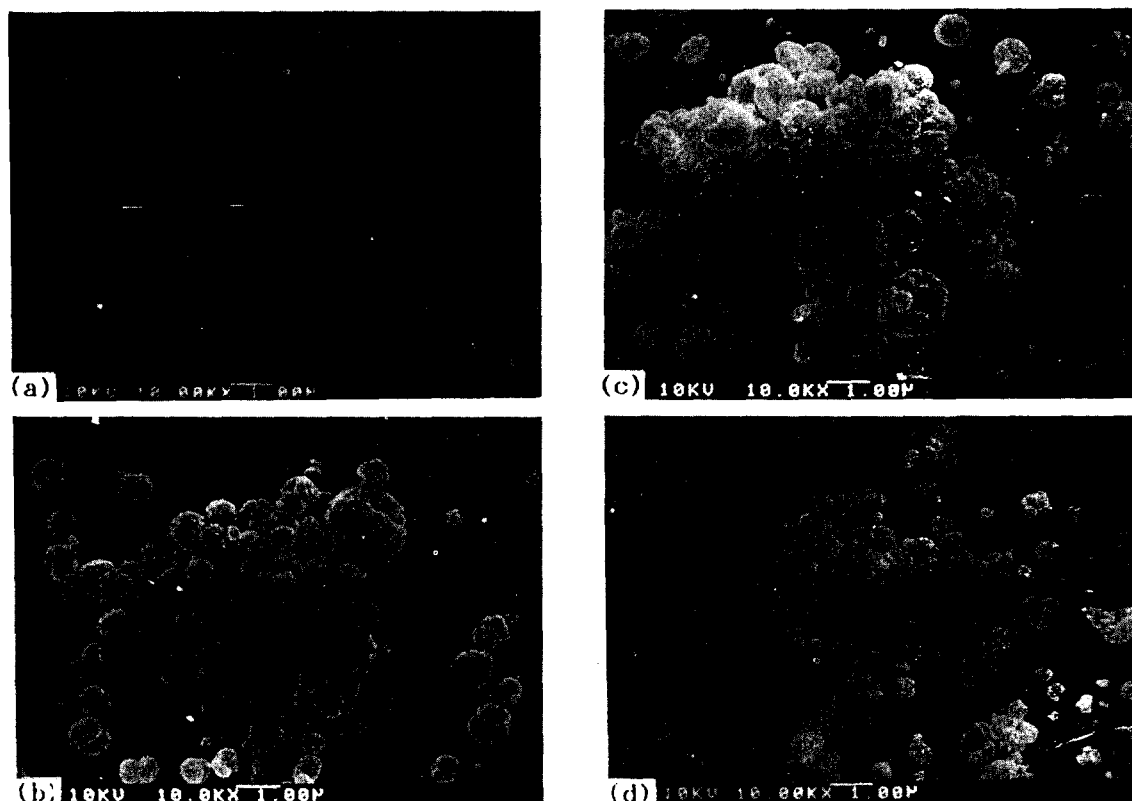


Fig. 6. SEM photographs of as-prepared ZnO powders on various concentration.

(a) 1M (b) 0.5M (c) 0.25M (d) 0.1M

속인 2.3cm/sec였으므로 건조과정시 충분히 염의 형태로 건조되고 서서히 열분해되어 hollow pattern이 생성이 억제된 것으로 사료된다. 또한, 약간의 응집이 발생한 것은 낮은 응점(m. p. 34°C)을 갖는 질산 아연이 건조 과정중 용매의 증발로 고화된 염의 형태로 석출된 후 표면의 일부가 melt되어 점성 높은 입자가 생성되고, 생성된 입자가 turbulent flow등의 기체 흐름으로 입자간의 상호 접촉에 의해 응집이 생성된 것으로 사료된다.

입자의 소결시 균일한 고밀도의 소결체를 제조하기 위해서 입자의 크기 및 형태가 매우 중요하다. 따라서 출발용액 0.25M로부터 제조된 분말의 형태를 관찰하기 위해 TEM 관찰을 하였고 Fig. 7에 나타내었다. 농도변화에 관계없이 대부분의 입자는 내부에 dense한 구형의 1

차 입자들로 구성되어 있는 약간 porous한 구형의 2차 입자였다. 또한 일부 2차 입자들이 응집(agglomerate)된 입자도 존재하였다. 제조된 분말이 약간 porous한 구형인 것은 액적이 건조되어 고화된 입자의 열분해시 입자의 표면으로부터 분해 및 산화반응이 진행된다. 이때 입자 표면으로부터 균일 핵생성에 의해 핵이 생성되고 성장하여 1차 입자를 구성하고 입자의 표면으로부터 점차적으로 내부로 반응이 진행된다. 또한 유속이 비교적 늦기 때문에 입자 내부로부터 발생된 분해가스가 1차 입자들 사이로 원활하게 빠져나오므로 hollow pattern의 생성은 없었다고 사료된다. 또한 응집된 입자는 액적의 건조 과정중 석출된 질산아연 입자의 표면에 melt가 생성된 고점성 입자들이 turbulent flow 등의 기체 흐름으로 인하여 상호 접촉에 의해 응집현상이 일어났다고 사료된다. 따라서, 생성된 입자의 형태는 구형이었으며, 1차 입자들이 응집된 2차 입자였다.

Fig. 8은 일차 입자의 크기와 형태를 관찰하기 위한 TEM사진이다. 일차 입자의 크기는 농

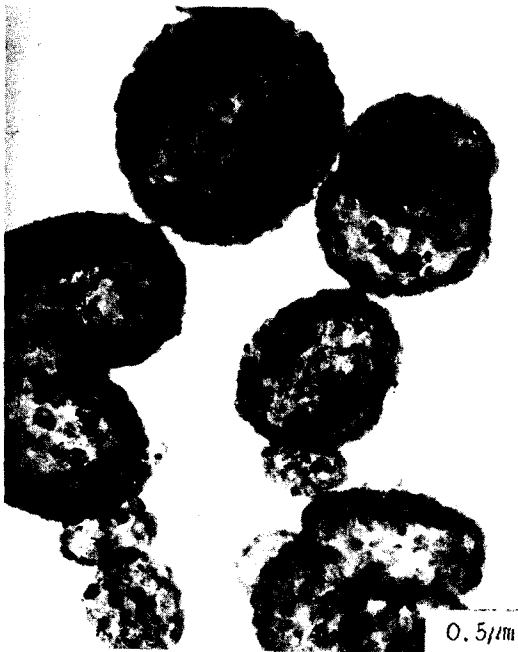


Fig. 7. TEM morphology of ZnO particles.(0.1M)



Fig. 8. TEM morphology of ZnO particles for crystallite size. (0.25M)

도변화와 무관하게 약 40nm의 크기를 갖고 거의 구형이었다. 또한 XRD line broadening[15, 16]에 의한 crystallite의 크기는 30-33nm였다. 이것은 일차입자와 crystallite의 크기가 유사함을 보여주고 있다. 또한 균일 핵생성에 의해 1차입자가 형성되고 짧은 시간동안 성장하므로 Tanaka등이 보고한 C축 우선 성장이 거의 없었기 때문에 크기가 균일한 약 40nm의 거의 구형인 일차 입자가 생성된다고 사료된다.

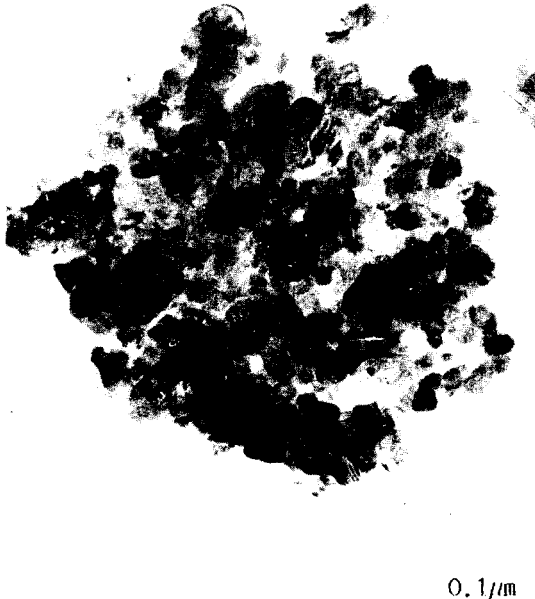


Fig. 9. TEM morphology of calcined ZnO particle. (0.25M)

Fig. 9은 500°C에서 2시간 동안 열처리에 따른 입자의 형태이다. 입자내의 crystallite는 매우 선명한 형태를 갖고 합성된 입자는 열처리 전보다 porous 하거나 입자들의 깨짐 현상이 나타났다. 입자의 형태는 미분해물이 완전하게 분해하여 좀더 porous하게 되고 각각의 1차 입자들은 미결정화물의 결정화에 의해 crystallite는 더욱 명확하게 나타났다. 또한 열처리에 의

해 각각의 1차 입자들이 성장하여 hexagonal의 축이방성에 의하여 2차 입자내에 strain이 축적되어 작용하므로 입자의 깨짐현상이 나타났다고 사료된다. 따라서, 일차 입자는 약 40nm 크기를 갖고 crystallite의 크기와 유사하였으며, 열처리후 분말은 1차 입자의 C축 우선 성장으로 2차 입자가 porous해 지거나 깨짐현상이 나타난다.

Fig. 10는 0.25M 용액으로부터 제조된 분말의 입도 분포로서 SEM사진으로부터 계산된 결과이다. 대부분 0.1-1.3μm의 분포를 갖는 입도분포를 얻었다. 이러한 입도분포를 갖는 이유는 초음파 진동자에 의해 출발 용액으로부터 미세하고 균일한 입도분포를 갖는 이유와 초음파 진동자에 의해 출발 용액으로부터 미세하고 균일한 크기의 액적이 생성되어 연속적으로 건조 및 열분해되므로 비교적 입도 분포가 좁은 입자를 얻을 수 있다.

Fig. 11은 출발용액의 농도 변화에 따른 평균 입자크기를 나타내었다. 출발용액의 농도가 0.1M에서 1M로 증가함에 따라 0.28μm에서 0.61μm로 점차 증가하였다. 일반적으로 초음파 분무열분해법에서 초음파 진동자에 의해 제조된 액적은 lang[17]이 제안한 이론 액적 크기에서 농도가 증가하면 용액의 표면 장력과 밀도가 증가하므로 생성된 액적의 크기는 커진다. 또한 액적의 크기는 농도변화에 관계없이 일정하다고 가정했을때, 농도가 0.1M에서 1M로 증가함에 따라 용질의 양도 약 10배가량 많아짐으로 최종 생성되는 입자가 dense 하다면 입자의 크기는 농도가 높을수록 커진다.

따라서 생성된 분말은 좁은 입도분포의 입자를 얻었고, 입자 크기는 농도가 증가함에 따라 점차 증가한다.

3.3. 분말의 형성과정

초음파 분무기로 질산아연 수용액을 분무하여 2.3cm/sec의 유속으로 200°C에서 건조하고 600°C열분해 할때의 ZnO분말의 형성 과정을

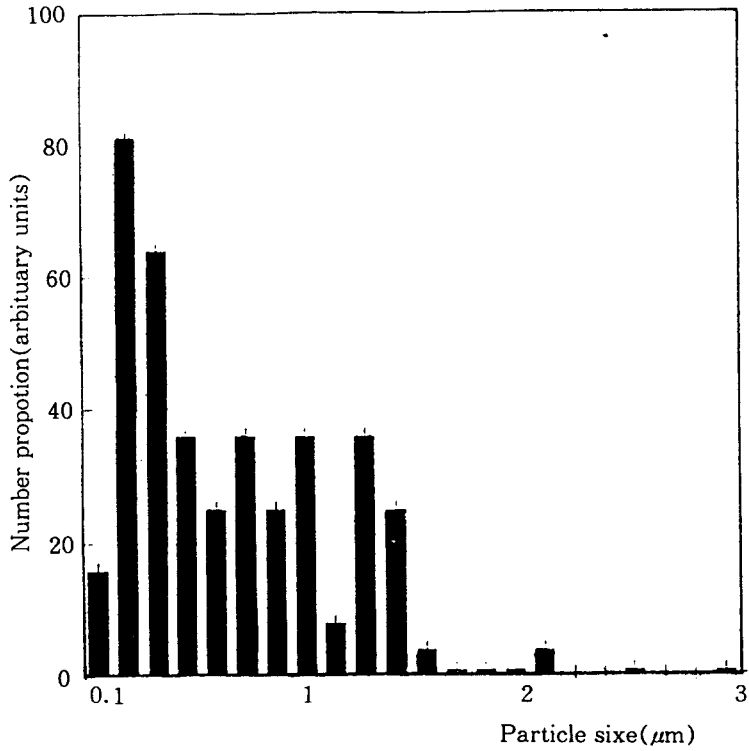


Fig. 10. Particle size distribution of as-prepared ZnO powders at 0.25M

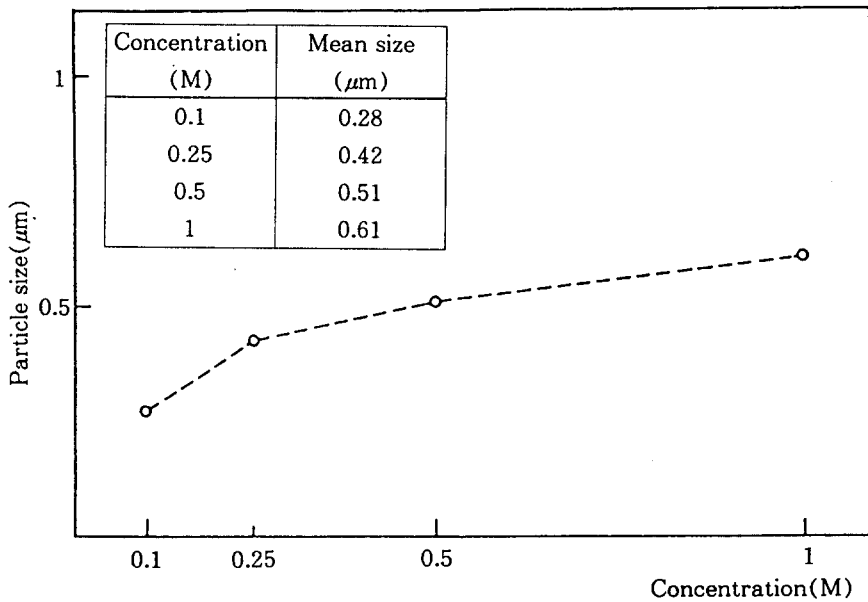


Fig. 11. Relation between concentration and particle size from SEM photographs.

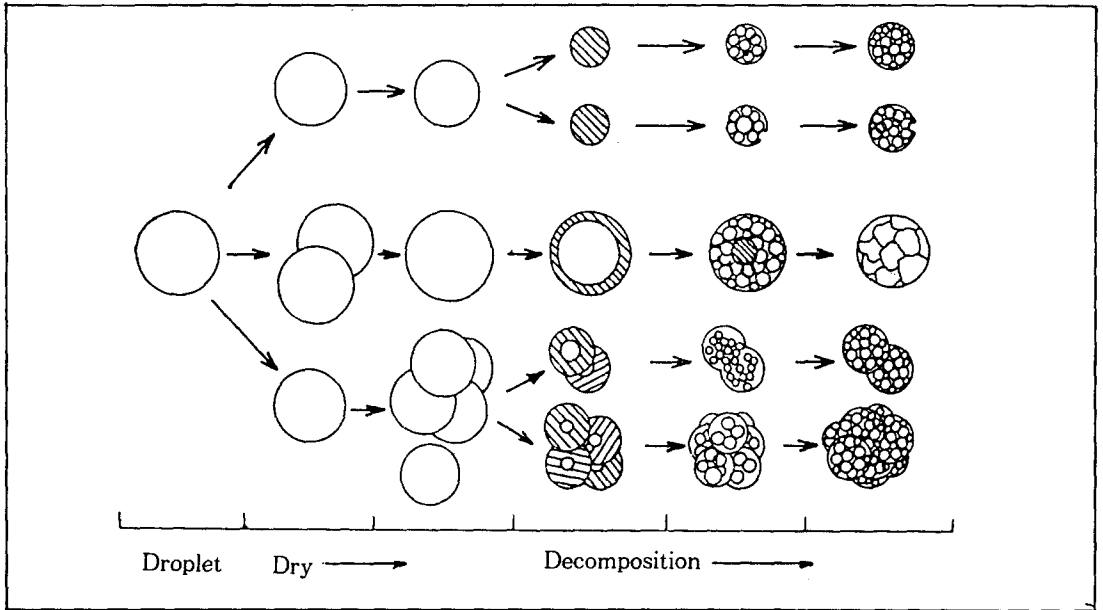


Fig. 12. Schematic diagram for formation procedure.

Fig. 12에 나타내었다. 질산아연의 이론적 액적 크기는 약 $3\mu\text{m}$ 으로 매우 미세하고 균일하다. 이 액적들은 크게 세 경우에 의해 최종의 입자가 생성된다.

첫째, 대부분의 액적은 액적간의 충돌과 상호 접촉 없이 저온으로 송풍된다. 이때 액적은 liquid-gas계에서 액적의 표면적인 매우 넓기 때문에 용매인 물은 쉽게 휘발하고 질산아연염으로 건조되어 고화된 입자를 형성한다. 이 입자는 최종 열분해된 입자 크기에 가까운 입자를 형성한 후 고온에서 건조 입자들이 분해 및 산화되어 ZnO 입자를 형성한다. 또한 이들 입자들은 균일 핵생성에 의해 입자내에 초미립의 1차 입자가 생성되고 성장한다. 이때 1차 입자들의 핵생성이 빠르게 진행되는 경우, 즉 열분해 온도가 높거나 유속이 매우 느린 경우, 1차 입자들은 C축 우선 성장을 하므로 2차 입자 내의 1차 입자간에 응력이 축적되어 깨짐현상이 발생된다. 따라서 최종 생성되는 입자는

구형의 매우 미세한 입자와 일부 일차 입자가 떨어져나간 입자가 합성된다.

둘째, 일부 액적은 액적 송풍 과정에서 turbulent flow 등의 불규칙한 기체흐름으로 2개 이상의 액적 사이에 상호 충돌로 한개의 액적으로 생성되며 이 액적은 건조에 의해 질산아연이 액적 표면에 석출되기 때문에 표면이 고화된 액적을 형성한다. 이 액적은 열분해 초기 단계에서 점차적으로 액적의 내부로 고화가 진행되면서 액적 내부로부터 용매가 휘발된다. 이때 휘발되는 용매가 고화된 액적 표면을 뚫고 나옴 때문에 입자 표면에凹凸 모양의 입자가 생성된다. 이렇게 완전 고화된 입자는 표면에서부터 열분해가 진행되어 분해 가스의 방출이 첫째의 경우보다 많이 생성되어 입자가 크고 스폰지 형태로 생성된다. 이 입자들은 열분해 단계에서 미분해물질들이 열분해되면서 핵생성이 진행된다. 그러므로 최종 생성되는 분말은 입자 표면이凹凸 모양이고 스폰지 형

태인 큰 입자가 생성된다.

셋째, 액적은 저온로에서 건조되어 질산아연 염의 입자를 생성한다. 질산아연($Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$)의 경우 $34^\circ C$ 의 낮은 melting point를 갖기 때문에 석출된 입자의 표면이 melt되고, 일부의 입자들이 turbalant flow 등에 의하여 응집된다. 이렇게 응집된 입자들은 저온로 통과 후 입자의 결정수는 대부분 탈수되어 고온로에서 열분해되고 입자 내부에 핵이 생성되어 최종의 입자가 생성된다. 따라서 입자들은 두개 혹은 여러개의 액적이 응집된 형태가 되고 입자는 비교적 큰편이었다.

4. 결 론

1. 출발 물질로 $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ 를 사용하여 초음파 분무 열분해 경우 건조온도는 $200^\circ C$ 열분해온도는 $600^\circ C$ 이상이 필요하다.
2. 제조된 분말은 모두 Hexagonal구조를 갖는 ZnO였으며 미량의 NO_3^- , $O-NO_2$ 등의 미분해물이 존재하였다.
3. 입자의 형태는 대부분 구형이었으며 약 40nm크기의 1차 입자로 구성된 2차 입자였다. 또한 제조된 분말을 $500^\circ C$ 에서 2시간동안 하소하였을때 입자는 Porous하거나 입자의 깨짐 현상이 나타났다.
4. 제조된 분말의 입도분포는 좁았으며 입자 크기는 농도가 0.1M에서 1M로 증가함에 따라 $0.28\mu m$ 에서 $0.61\mu m$ 로 증가하였다.

감사의 글

본 연구는 1990년도 문교부 신소재 분야 연구 지원에 의해 이루어졌으므로 이에 감사드립니다.

참 고 문 헌

[1] Allen s. pearl, "Zinc Oxide", Ceramics

Bull., 69[5], (1990) 887.

- [2] Zinc Oxide, Ceramic industry, [1], (1986) 135.
- [3] M. B. Bever, Encyclopedia of Materials Science and Engineering, Vol. 7, Pergman press, Oxford, (1986) 5528.
- [4] S. Hishita, Y. Yao and S. Shrasaki, "Zinc Oxide varistors Made from Powders Prepared by Amine Processing". J. Am. Ceram. Soc., 72[2], (1989) 338.
- [5] K. Fujita, S. Akagawa, M.Kojima and I. Kayama, "Effect of Hexamethylenetetraamine concentration on the Particle Shape of Zinc Oxide Prepared by the Homogeneous Precipitation Method.", Yogyo-Kyokai-shi, 94[10], (1986) 1116.
- [6] R. J. Lauf and W. D. Bond, "Fabrication of high-field Zinc Oxide Varistors by Sol-Gel Processing", Ceram. Bull., 63[2], (1983) 1715.
- [7] 謙田喜一郎, 松本茂樹, 大津賀望, "亞鉛アセチルアセトナト-錯米分と水蒸氣を用いた氣相反應により合成きねた酸化亞鉛微粉體", 日本化學會誌, [2], (1983) 1715.
- [8] y. Suyama, Y. Tomokuyo, T. Manabe and E. Tanaka, "Shape and Structure of Zinc Oxide Particles Prepared by Vapour Phase Oxidation of Zine Vapor", J. Am. Ceram. Soc., 71[5], (1988) 391.
- [9] D. W. Sproson, G.L. Messing and T.J. Gardener, "Powder synthesis for Electronic Ceramics by Evaporative Decomposition of Solutions", Ceramurgia Int. 12[1], (1969) 617.
- [10] S. J. Lukasiewicz, "Spray-Drying Ceramic Powders". J. Am. Ceram. Soc., 72[4], (1989) 617.
- [11] 남달우, "요업 원료의 스프레이 건조 (2)", 요업회보, 13[3], (1988) 47.

- [12] T. Liu, O. Sakurai, N. Mizutani and M. Kato, "Preparation of spherical fine ZnO Particles by the spray pyrolysis method using ultrasonic atomization techniques", J. Mater. sci., 21, (1986) 3698.
- [13] R. A. Swalin, "Thermodynamics of Solids", (Wiley, 1961) 219.
- [14] D. H. Charlesworth and W. R. Marshall, Jr., "Evaporation from Drops Containing Dissolved Solids", J. Am. Inst. Chem. Eng., 6[1](1960) 9.
- [15] B. D. Cullity, Element of X - ray Diffraction, (Addison Wesley, 1984)98.
- [16] D.Louer, R. Vargas and J. Auffredic, "Morphological Analysis and Growth of Crystallites Ouring Annealing of ZnO," J. Am. Ceram. Soc., 67[2], (1984) 136.
- [17] R. T. Lang, J. Acoustical Soc. Amer., 34, (1962) 6.