

## 합성 조건이 분무열분해 공정에 의해 합성되는 $\text{Co}_3\text{O}_4$ 분말의 특성에 미치는 영향

김도엽 · 주서희 · 구혜영 · 홍승권 · 강운찬<sup>†</sup>

선남대학교 화학공학과, 서울특별시 광진구 화양동 1

## The Effect of Preparation Conditions on the Characteristics of $\text{Co}_3\text{O}_4$ Particles Prepared by Spray Pyrolysis

Do Youp Kim, Seo Hee Ju, Hye Young Koo, Seung Kwon Hong and Yun Chan Kang<sup>†</sup>

Department of Chemical Engineering, Konkuk University, 1 Hwayang-dong, Gwangjin-gu, Seoul 143-701, Korea

(2005년 8월 24일 접수, 2005년 12월 2일 최종수정본 접수)

**Abstract**  $\text{Co}_3\text{O}_4$  particles with non-aggregation characteristics were prepared by various conditions such as preparation temperature, flow rate of carrier gas, and concentration of spray solution using spray pyrolysis. The morphology and crystallinity of the preformed particles obtained by spray pyrolysis at various conditions affected the mean size and morphology of the post-treated  $\text{Co}_3\text{O}_4$  particles. The preformed particles with hollow and porous morphology obtained from spray solution with citric acid and ethylene glycol turned to  $\text{Co}_3\text{O}_4$  particles with nano size, regular morphology and non-aggregation characteristics after post-treatment at 800°C. On the other hand, the preformed particles obtained by the preparation conditions of short residence time of particles inside hot wall reactor and high reactor temperature turned to  $\text{Co}_3\text{O}_4$  particles with aggregated morphology after post-treatment. The mean crystallite size and particle size of the  $\text{Co}_3\text{O}_4$  particles prepared from optimum preparation conditions were 47 nm and 210 nm at post-treatment temperature of 800°C.

**Key words** cobalt oxide, spray pyrolysis, nano particles, black matrix.

### 1. 서 론

$\text{Co}_3\text{O}_4$  분말은 가스 센서, 촉매, 리튬 2차전지용 음극 및 양극 소재용으로 많이 연구되어 왔다. 또한 최근에는 평판 디스플레이용 블랙 매트릭스 소재로서 활발한 연구가 진행되고 있다.<sup>1-4)</sup> 블랙 매트릭스는 플라스틱 디스플레이 등에서 콘트라스트를 높이기 위해 활용된다. 이러한  $\text{Co}_3\text{O}_4$  소재의 응용 분야에 있어서 분말의 평균 입도, 입도분포, 형태 및 결정성 등의 특성 제어는 매우 중요하다. 나노 크기를 가지는 균일한 형태의  $\text{Co}_3\text{O}_4$  분말은 높은 반응성과 얇고 균일한 막의 형성이 가능하기 때문에 그 활용 가치가 높다.

나노 크기의  $\text{Co}_3\text{O}_4$  분말은 일반적으로 수열합성법, 솔-겔법, 침전법 등의 액상법에 의해 주로 연구되어 왔다.<sup>5-10)</sup> 수열합성법은 후열처리 과정을 거치지 않고 저온에서 나노 합성이 되기 때문에 입자들간의 응집을 최소화 할 수 있는 장점을 가지고 있으나 분말의 입도 및 형태 제어 등에 있어서는 단점을 가지고 있다. 반면에 솔

-겔법과 침전법과 같은 액상법은 후열처리 과정을 거쳐  $\text{Co}_3\text{O}_4$  분말을 얻게 된다. 액상법에 의해 얻어진 분말들은 수십 나노미터 크기의 미세한 크기를 가지지만  $\text{Co}_3\text{O}_4$  분말을 얻기 위한 후열처리 과정에서 분말들간의 응집이 발생하는 문제점을 가진다. 또한 분말들간의 응집을 최소화 하기 위해 후열처리 온도를 낮추어주는 경우에 있어서는 결정성이 우수한 소재의 합성이 어려워진다.

기상법에 의한 나노 크기 분말 합성에 있어서는 고온에서 합성이 가능하기 때문에 결정성이 우수한 소재의 합성이 가능한 장점을 가지고 있다.<sup>11-13)</sup> 기상법에 의한 나노 분말 소재 합성에는 기상응축법이 많이 활용 된다. 기상응축법은 수 나노미터에서 수십 나노미터 크기의 산화물 및 금속 분말 소재의 합성이 가능하기 때문에 많은 연구가 진행되고 있으며 다양한 소재 분야에서 많은 사업화가 이루어졌다. 반응 원료를 증기화 시키기 위해 레이저를 에너지원으로 하는 기상응축법에 의해 나노 크기의  $\text{Co}_3\text{O}_4$  분말 합성에 대한 보고도 있다.<sup>11)</sup> 기상응축법에 의해 합성된  $\text{Co}_3\text{O}_4$  분말은 수 나노미터 크기를 가지지만 합성 과정에서 분말들간의 응집이 많이 발생하기 때문에 프랙털(fractal) 구조를 가진다. 나노 분말들이 서

<sup>†</sup>E-Mail : yekang@konkuk.ac.kr

로 연결되어 3차원 구조를 가지는 프랙털 구조 소재는 치밀하고 균일한 박막의 형성에 어려움이 따르기 때문에 디스플레이와 같은 전자재료 분야의 적용에 한계를 가지고 있다.

기체한 액체를 분말 소재 합성에 활용하는 분부열분해법은 형광체나, 전극소재와 같은 전자재료용 서브마이크론 및 수 마이크로미터 크기의 구형 소재 합성에 많은 연구가 진행되어 왔다.<sup>12-15)</sup> 일반적인 분부열분해법에서는 수 마이크로미터 크기인 하나의 액체으로부터 하나의 분말이 합성되기 때문에 나노 소재 합성이 어렵다. 최근에 변형된 분부열분해법 기술을 이용한 나노 소재 합성에 대해 보고가 있다.<sup>12,13)</sup> 강 등은 지압 분부열분해법에 의해 합성되는 ZnO 등의 분말들이 나노 크기를 가짐을 보였다.<sup>12)</sup> 분부용액에 과량의 염을 첨가해 분부열분해 공정에서 전구체 분말을 얻고 세척에 의해 분말 내부에 존재하는 염을 제거해 줌으로써 나노 크기 분말을 얻는 공정도 개발되어 졌다.<sup>13)</sup> 본 연구그룹에서는 분해 시 다량의 분해 가스를 방출하는 유기물을 분부용액에 첨가해 주는 방법에 의해 나노 소재를 대량으로 합성하는 신기술을 소개하였다.<sup>14)</sup> 분부열분해 공정에서 매우 얇은 막 구조를 가지는 전구체 분말을 합성하고, 고온의 후열처리 과정을 거쳐 나노 소재로 분열이 일어나도록 하는 공정이다. 이러한 변형된 분부열분해 공정에서 의해 합성되는 나노 소재는 결정성이 우수하고 응집성이 적은 특성을 가지고 있어 다양한 소재 합성에 적용이 가능하다.

본 논문에서는 유기물을 첨가한 분부열분해 공정으로부터 나노 크기의  $\text{Co}_3\text{O}_4$  분말들의 합성에 관해 연구하고자 하였다. 분부열분해 공정에서 반응기 온도, 운반기체 유량 및 전구체의 농도 등이 합성되는  $\text{Co}_3\text{O}_4$  분말의 형태, 입도 및 결정성 등에 미치는 영향을 조사하였다.

## 2. 실험 방법

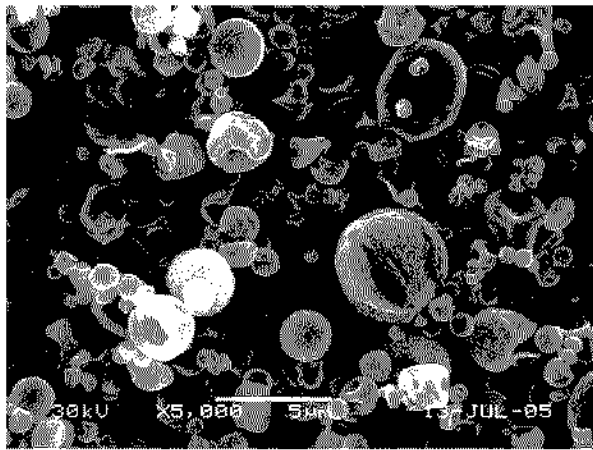
다양한 합성조건에서 분부열분해 공정에서 전구체를 합성하고 고온에서 후열처리 과정을 거쳐 나노 크기의  $\text{Co}_3\text{O}_4$  분말들을 합성하였다. 분부열분해공정은 액체 발생부, 생성된 액체가 고온의 에너지에 의하여 반응을 하는 반응부, 그리고 생성된 입자를 포집하는 백필터로 구분된다.<sup>15)</sup> 액체 발생부는 1.7 MHz의 진동수에서 작동하는 산업용 가습기를 사용하였다. 6개의 초음파 진동자에 의해 발생된 다량의 액체를 반응기 내부로 원활하게 운반시키기 위해 운반기체로서 공기를 사용하였으며, 유량을 5 l/min에서 40 l/min 까지 변화시켰다. 반응부는 길이 1000 mm, 내경 50 mm인 석영관을 사용하였다. 초음파 분부 장치에 의해 발생된 다량의 액체가 건조, 석출, 열분해 및 결정화가 일어나는 반응부의 온도는 500°C에서 1200°C로 변화시켰다. 분부용액은 증류수에 코발트 질

산염의 농도를 0.05 M에서 2 M까지 변화시켜 제조하였다.  $\text{Co}_3\text{O}_4$  분말의 형태 제어를 위해서 유기물로서 구연산(CA) 및 에틸렌 글리콜(EG)을 0.7 M씩 첨가하였다. 분부열분해 공정에 의해 얻어진 전구체 분말들은 결정성 증대를 위해 박스형 전기로에서 800°C에서 3시간 동안 후열처리 하였다. 하소를 통해 얻어진 분말들은 직경이 2 mm인 지르코니아 볼을 사용하여 에탄올상에서 불필기를 통해 24시간 동안 분쇄하였다.

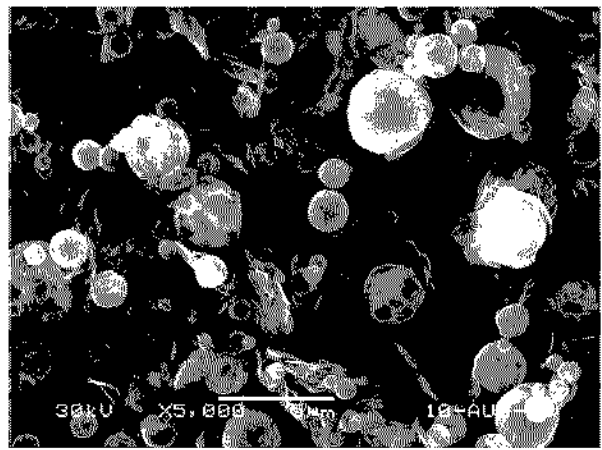
합성된  $\text{Co}_3\text{O}_4$  분말의 결정성은 X선 회절분석기(XRD, RIGAKU, D/MAX-RB)를 이용해 분석하였으며, 형상은 주사전자현미경(SEM, JEOL, JSM 6060)을 이용해 분석하였다. 입자들의 입도 분포는 입도분석기(PSA, Brookhaven, 90plus)를 활용하여 분석하였다.

## 3. 결과 및 고찰

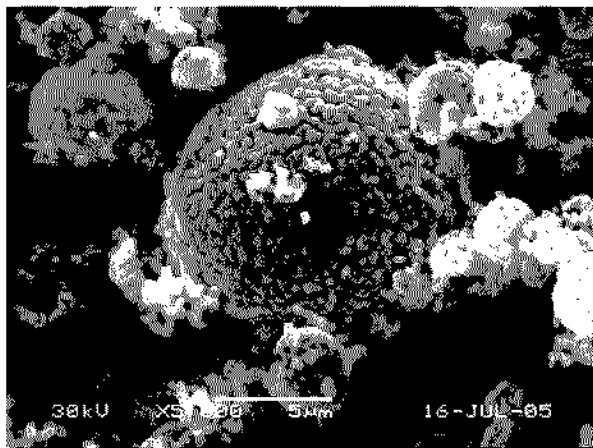
분부용액에 첨가된 구연산과 에틸렌 글리콜이 분부열분해 공정에서 의해 합성되는  $\text{Co}_3\text{O}_4$  분말의 형태 특성에 미치는 영향이 Fig. 1 및 Fig. 2에 나타내었다. Fig. 1 및 Fig. 2는 분부열분해 공정에서 의해 반응기 온도 700°C에서 운반기체의 유량이 40 l/min 일 때 0.7 M의 분부용액으로부터 얻어진 전구체 및 800°C에서 3시간 동안 후열처리 하여 얻어진 분말들의 전자현미경 사진들이다. Fig. 2에서 유기물로서 첨가된 구연산 및 에틸렌 글리콜의 첨가 농도는 각각 0.7 M씩이다. 유기물을 함유하지 않은 수용액으로부터 합성된  $\text{Co}_3\text{O}_4$  분말은 마이크로미터 크기의 구형 형상을 유지하고 있으며 수백 나노미터 크기의 일차 입자들로 강하게 응집된 형태를 가지는 나노 구조체를 형성하고 있다. 반면에 유기물을 첨가한 분부용액으로부터 합성된  $\text{Co}_3\text{O}_4$  분말은 미세하고 균일한 크기 분포를 가지고 있으며 입자들간의 응집이 많이 발생하지 않았다. 유기물을 첨가하지 않은 경우에 얻어진 전구체 분말들은 후열처리 후에도 구형의 형태를 유지하고 있다. 반면에 유기물이 첨가된 분부열분해 공정으로부터 얻어진 마이크로미터 크기의 전구체 분말들은 고온의 후열처리 과정에서 나노 크기의 균일한  $\text{Co}_3\text{O}_4$  분말로 분열이 일어났다. 분부열분해 공정에서 후열처리 과정을 거쳐 합성되는  $\text{Co}_3\text{O}_4$  분말의 특성이 분부용액의 종류에 많은 영향을 받는 이유는 전구체 분말들이 서로 다른 특성을 가지고 있기 때문이다. 유기물을 첨가하지 않은 분부용액으로부터 합성된 전구체 분말들은 속이 비어 있으면서 막이 두꺼운 구조를 가지고 있다. 전자현미경 사진에서 일부 입자들이 합쳐진 형태를 가지기 때문에 속이 찬 형태의 입자들은 얻어지지 않았음을 알 수 있다. 반면에 유기물을 함유하는 분부용액으로부터 합성된 전구체 분말들은 유기물들의 분해에 의해 발생하는 가스 때문에 부풀려져 얇은 막 구조를 가지며 다공성인 특성을 가지고



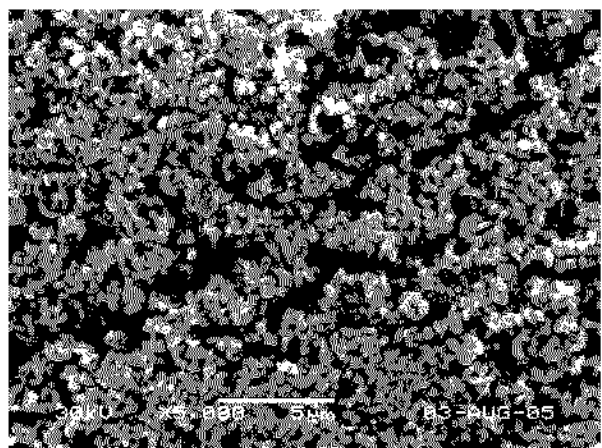
(a) as-prepared



(a) as-prepared



(b) post-treated



(b) post-treated

**Fig. 1.** SEM micrographs of as-prepared and post-treated Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> particles obtained by spray pyrolysis from spray solution without organic additives.

**Fig. 2.** SEM micrographs of as-prepared and post-treated Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> particles obtained by spray pyrolysis from spray solution with organic additives.

있다. Fig. 1(a) 및 Fig. 2(a)의 전자현미경 사진을 비교해보면 Fig. 2(a)에 나타난 분말들의 평균 크기가 Fig. 1(a)의 분말들보다 크다. 또한 Fig. 2(a)의 전자현미경 사진에 나타난 분말들은 팽창에 의해 분열이 일어나 얇은 막 구조를 가짐을 보여준다. 따라서 얇은 막 구조 및 다공성인 특성을 가지는 마이크로 크기의 구형 형상의 전구체 분말들이 후열처리 과정에서 균일한 형태의 나노 분말로 분열이 일어났다. 유기물을 첨가하여 얻어진 전구체 분말들을 후열처리 하는 경우에 있어서는 전구체 분말에 많이 남아있던 탄소 성분들이 분해가 되면서 결정 성장에 의해 얻어지는 일차 입자들간의 응집을 최소화시켜 주었다.

후열처리 과정을 거쳐 합성되는 Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> 분말들이 분무열분해 공정에 의해 얻어지는 전구체 분말들의 특성에 많은 영향을 받기 때문에 본 논문에서는 반응기 온도, 운반기체 유량, 분무용액의 농도를 변화시켜 최적의 나노

크기 Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> 분말 합성 조건을 설정하였다. Fig. 3은 분무열분해 공정의 반응기 온도에 따라 합성된 Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> 전구체 분말들의 전자현미경 사진들이다. 구연산과 에틸렌 글리콜이 첨가된 분무용액으로부터 운반기체 유량이 40 l/min인 조건하에서 전구체 분말들을 합성하였다. 반응기 온도가 500°C 일 때 얻어진 분말은 불균일하고 응집된 형태를 가지고 있다. 반응기 온도가 낮고 운반기체의 유량이 크기 때문에 반응기 온도 500°C에서 코발트 질산염의 완전한 분해가 일어나지 않기 때문에 얻어진 분말들이 응집된 형태를 가지고 있다. 반응기 온도 700°C 이상에서는 코발트 질산염의 분해가 완벽히 이루어지기 때문에 얻어진 전구체 분말들이 균일한 형태 특성을 가지고 있다. 하지만 모든 반응기 온도에서 얻어진 분말들은 전자현미경에서 확인이 되듯이 매우 속이 비고 다공성인 형태 특성을 가지고 있다. 일반적으로 하나의 액적으로부터 하나의 치밀한 분말이 얻어진다면 본 논문에서 적용

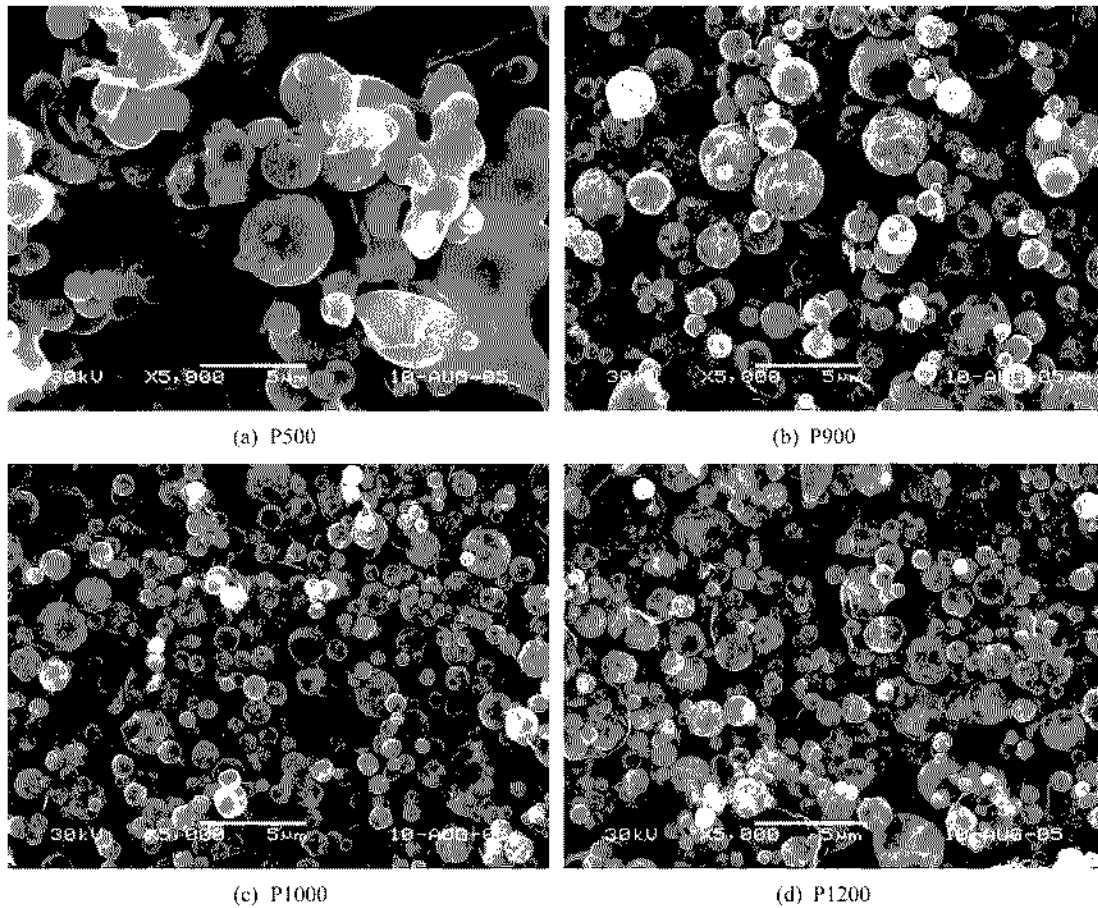


Fig. 3. SEM micrographs of as-prepared  $\text{Co}_3\text{O}_4$  particles obtained from spray solutions with organic additives at different preparation temperatures.

한 분무용액에서는 서브마이크론 크기의 분말들이 얻어져야 한다. 반면에 본 논문에서 반응기 온도변화에 따라 합성된 분말들은 수 마이크로 크기들을 가지고 있다. 합성된 분말들의 평균 크기는 반응기 온도가 상승할수록 감소하였다. 같은 농도의 분무용액으로부터 합성되었기 때문에 보다 큰 평균 크기를 가진다는 것은 분말들이 보다 속이 비고 다공성인 특성을 가진다는 것을 의미한다. Fig. 4는 반응기 온도별로 얻어진 Fig. 3의 전구체 분말들을  $800^\circ\text{C}$ 에서 3시간 동안 후열처리 과정을 거쳐 합성된  $\text{Co}_3\text{O}_4$  분말들의 전자현미경 사진들을 나타낸다. 반응기 온도가  $500^\circ\text{C}$  일 때 얻어진 전구체 분말들을 후열처리 하여 합성된  $\text{Co}_3\text{O}_4$  분말 (Fig. 4(a))은 불규칙한 형태 특성을 가지고 있다. 일부는 수백 나노미터 크기를 가지는 반면에 일부 분말들은 수백 나노미터 크기의 일차 입자들이 응집된 마이크로 크기의 구형 형태를 유지하고 있다. 반응기 온도  $700^\circ\text{C}$  및  $900^\circ\text{C}$ 에서 얻어진 전구체 분말들은 후열처리 후에 수백 나노미터 크기의 균일한 크기 분포를 가지면서 균일한 형태 특성을 가지고 있다. 반응기 온도가 높은  $1000^\circ\text{C}$  및  $1200^\circ\text{C}$ 에서 얻어진 분말

들은 반응기 온도  $700^\circ\text{C}$  및  $900^\circ\text{C}$ 에서 얻어진 분말들보다 후열처리 후에 보다 불규칙한 형태 특성을 가지고 있다. 고온에서 합성한 전구체 분말들은 후열처리 후에 일부 입자들이 전구체 분말들의 구형 형태를 그대로 유지하고 있다. 따라서 일부는 나노 크기의 분말로 분열이 일어나고 일부는 마이크로 크기의 나노 구조체를 형성하고 있다. 분무열분해 공정에서 반응기 온도가 높은 경우에 있어서는 전구체 분말들이 보다 치밀한 구조를 가지고 전구체를 구성하는 일차입자들이 보다 강하게 서로 결합이 되어 있기 때문에 후열처리 후에도 일부 입자들에서 구형의 형태를 유지하게 된다. 따라서 나노 크기의  $\text{Co}_3\text{O}_4$  분말 합성에 있어서는 분무열분해 공정의 반응기 온도가  $700^\circ\text{C}$ 에서  $900^\circ\text{C}$  사이가 적절한 것으로 판단된다.

Fig 5 및 Fig. 6은 반응기 온도 변화에 따라 합성된 전구체 및 후열처리 과정을 거친  $\text{Co}_3\text{O}_4$  분말들의 XRD 스펙트럼들을 나타낸다. 반응기 온도  $500^\circ\text{C}$ 에서 얻어진 전구체 분말은 낮은 온도 때문에 결정화가 이루어지지 않았다. 반면에 반응기 온도  $700^\circ\text{C}$  이상에서는 후열처리 전에도 순수한  $\text{Co}_3\text{O}_4$  결정 구조들을 가지고 있다. 반응기

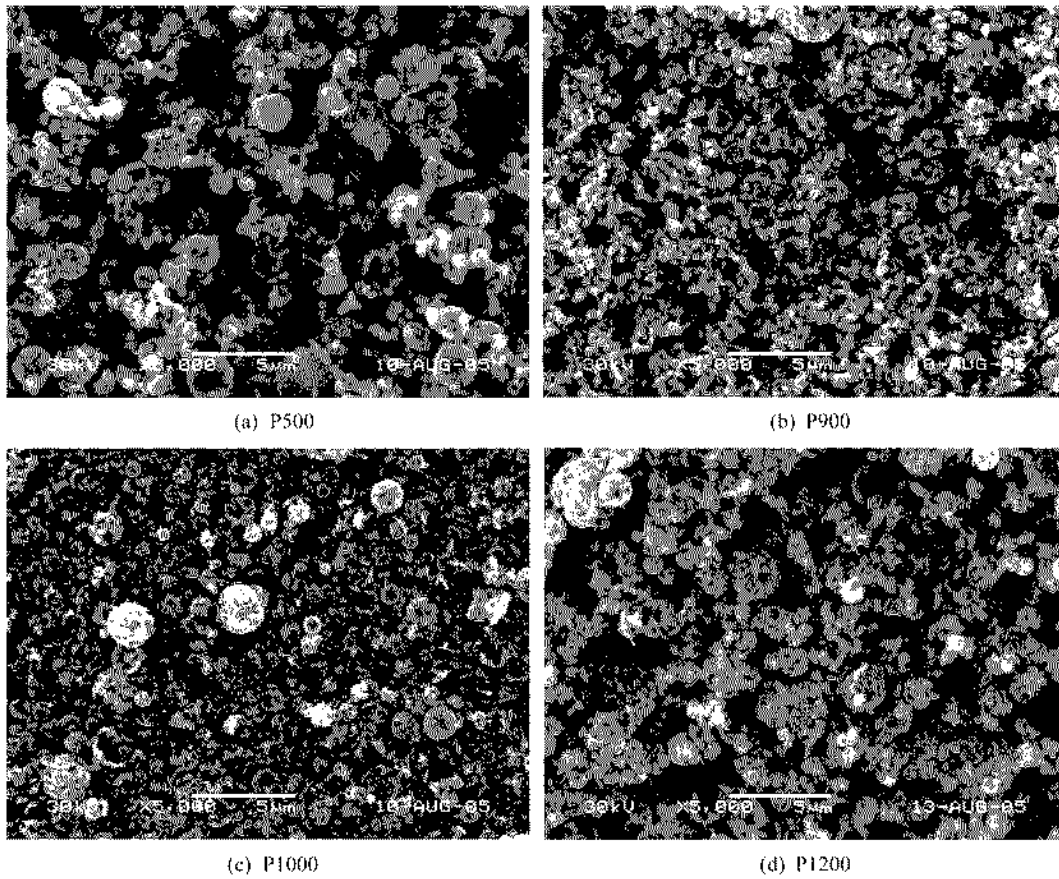


Fig. 4. SEM micrographs of post-treated  $\text{Co}_3\text{O}_4$  particles obtained from spray solutions with organic additives.

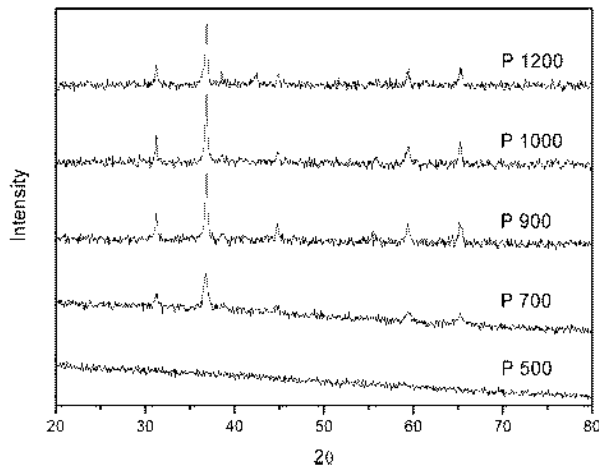


Fig. 5. XRD spectra of as-prepared  $\text{Co}_3\text{O}_4$  particles obtained from different preparation temperatures. (P: preparation temperature)

온도가 증가할수록 얻어지는  $\text{Co}_3\text{O}_4$  분말들의 결정성은 증가하고 있다. 반응기 온도  $700^\circ\text{C}$ 에서  $1200^\circ\text{C}$ 까지 변할 때 얻어진  $\text{Co}_3\text{O}_4$  분말들의 결정자 크기는 19 nm에서 33 nm 까지 증가하였다. 반면에  $800^\circ\text{C}$ 에서 3시간 동안 후 열처리 과정을 거친  $\text{Co}_3\text{O}_4$  분말들은 전구체 합성을 위

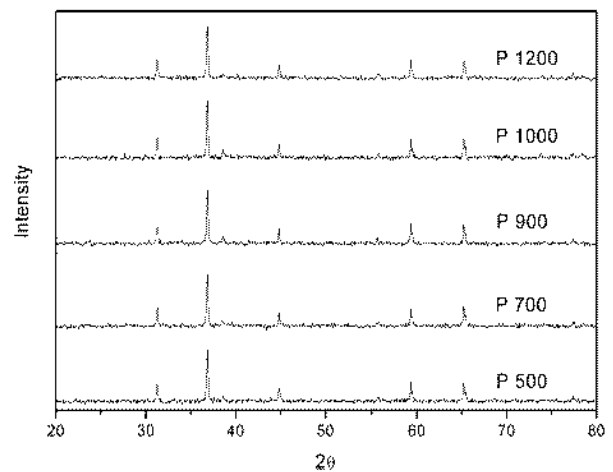


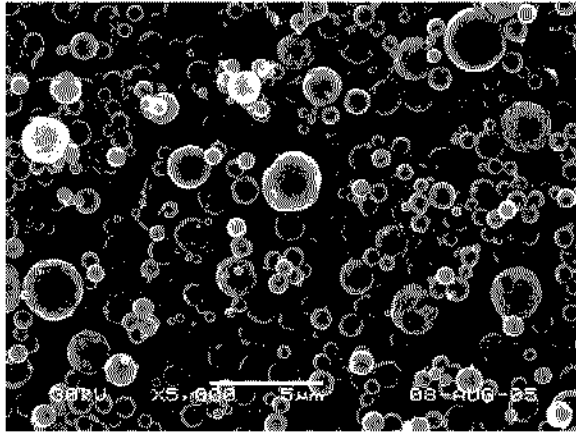
Fig. 6. XRD spectra of post-treated  $\text{Co}_3\text{O}_4$  particles obtained from different preparation temperatures.

한 분무열분해 공정의 반응기 온도 변화에 따라 45 nm에서 50 nm 사이의 비슷한 결정자 크기들을 가졌다.

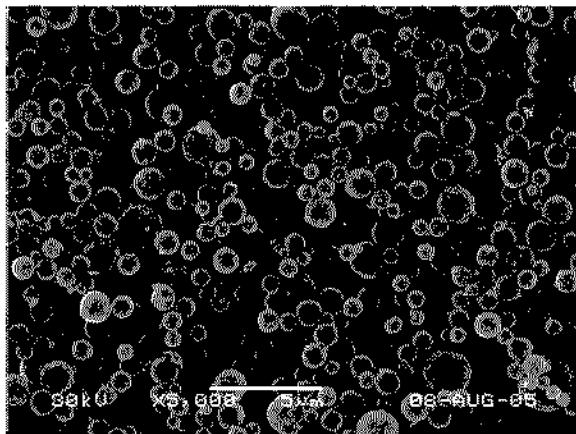
Fig. 7 및 Fig. 8은 분무열분해 공정에서 운반기체의 유량이 전구체 및 후열처리 후에 얻어지는  $\text{Co}_3\text{O}_4$  분말의 형태에 미치는 영향을 나타낸다. 유기물이 첨가된 분

무용액으로부터 반응기 온도 700°C에서 운반기체 유량 변화에 따라 얻어진 전구체 분말들을 800°C에서 후열처리 하였다. 반응기 온도 700°C에서 운반기체의 유량이 5 l/min에서 40 l/min로 증가할 때 분말들의 반응기내 체류 시간은 0.6초에서 0.1초로 감소된다. 같은 반응 온도에

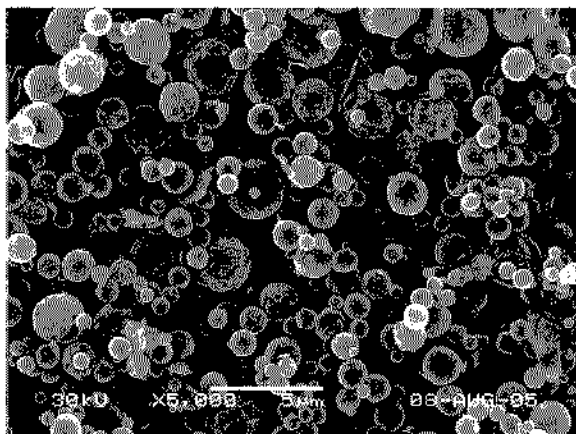
서 합성된 Fig. 7과 Fig. 2(a)의 전구체 분말들을 비교했을 때 운반기체의 유량이 작을 때 합성된 전구체 분말들이 보다 완벽한 구형 형상과 치밀한 구조를 가지고 있다. 운반기체의 유량이 큰 경우에 있어서는 액적들이 고온의 반응기 속으로 빠르게 주입 되기 때문에 액적의



(a) 5 l/min

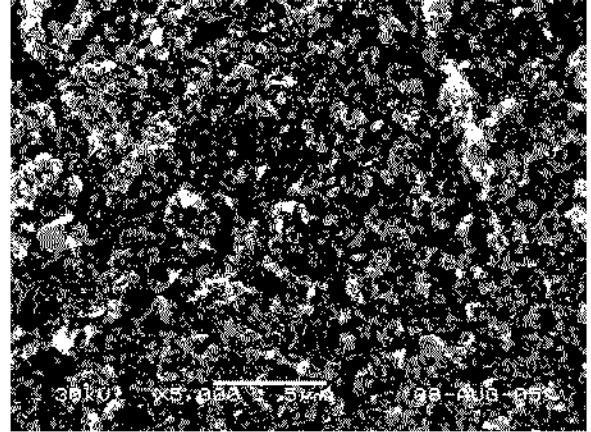


(b) 10 l/min

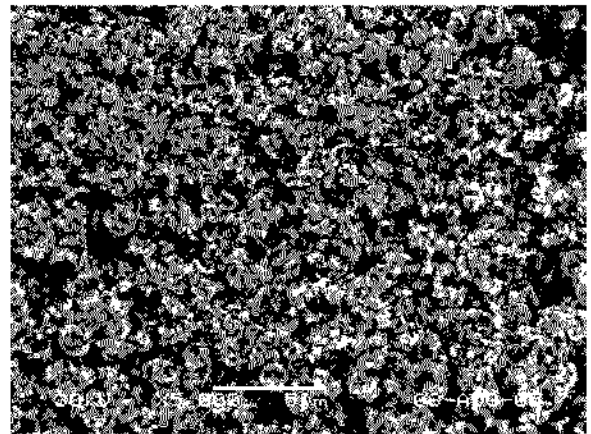


(c) 20 l/min

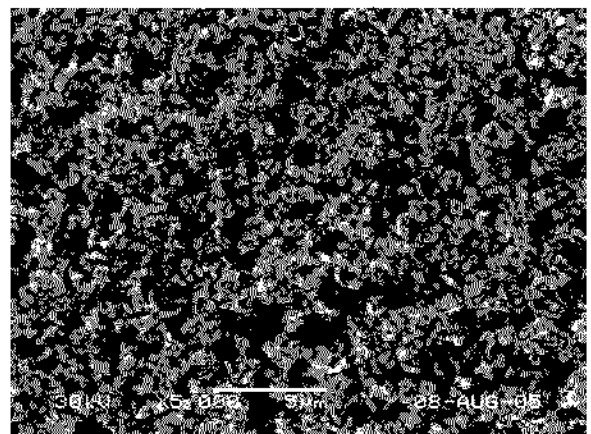
Fig. 7. SEM micrographs of as-prepared  $\text{Co}_3\text{O}_4$  particles obtained from different flow rates of carrier gas.



(a) 5 l/min



(b) 10 l/min



(c) 20 l/min

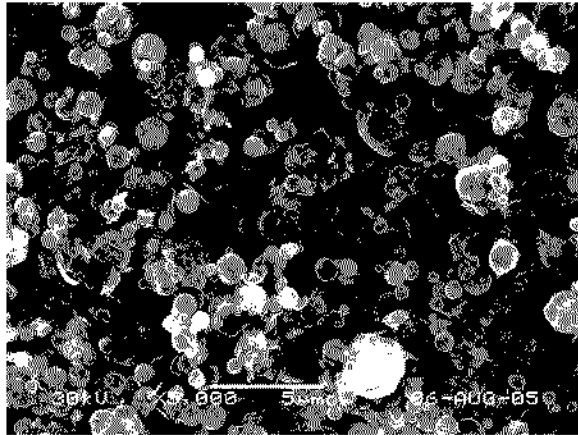
Fig. 8. SEM micrographs of post-treated  $\text{Co}_3\text{O}_4$  particles obtained from different flow rates of carrier gas.



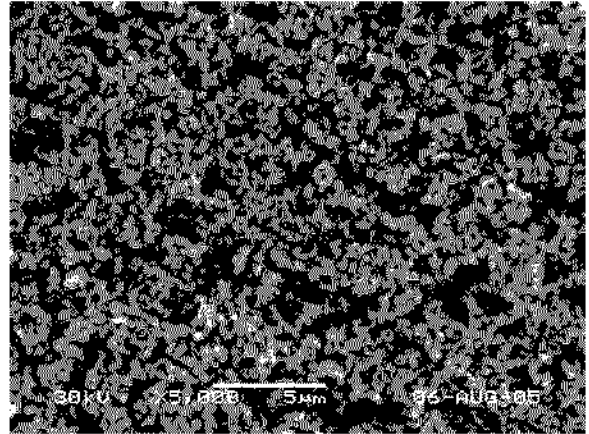
건조 속도가 빨라 보다 속이 비고 다공성인 형태의 전구체 분말들이 얻어졌다. 운반기체 유량의 변화는 후열처리 후에 얻어진  $\text{Co}_3\text{O}_4$  분말들의 형태에도 영향을 미쳤다. 운반기체의 유량이 작은 경우에 합성된 분말은 분열에 의해 대부분이 나노 크기를 가지지만 일부 분말들

이 응집된 형태를 가지고 있다. 반면에 운반기체 유량이 10 l/min 이상에서 얻어진 분말들은 후열처리 후에 전구체 분말의 구형 형상은 완전히 사라지고 균일한 나노 크기의 분말들로 전환되었다.

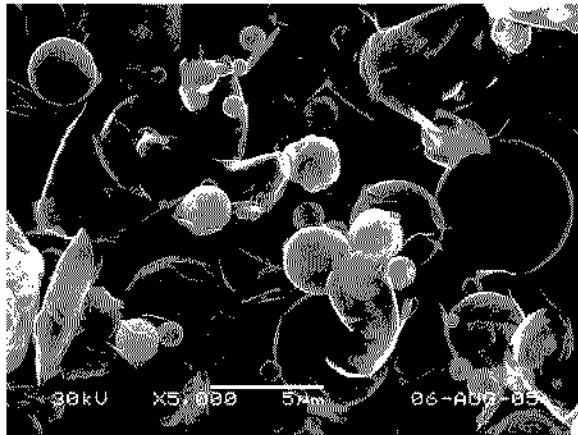
Fig 9 및 Fig. 10은 분무열분해 공정의 반응기온도



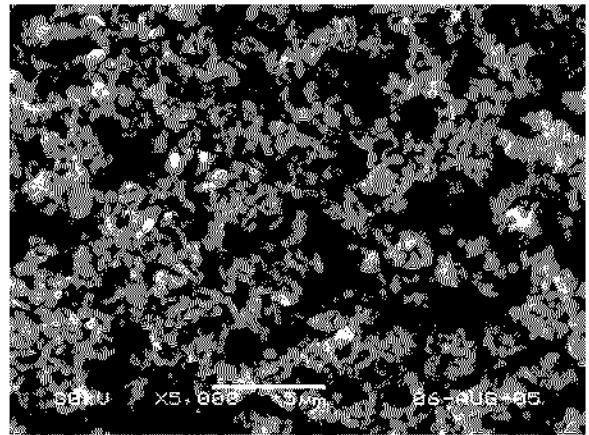
(a) 0.05 M



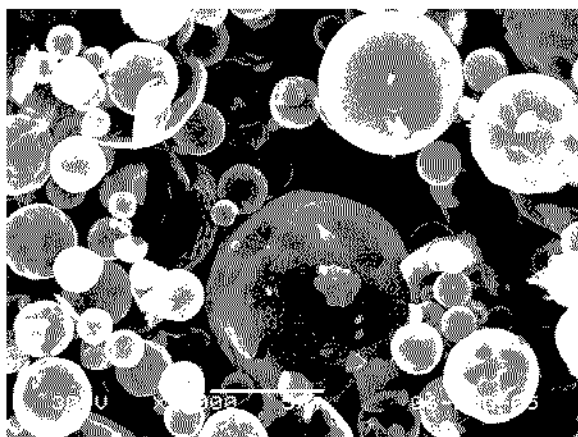
(a) 0.05 M



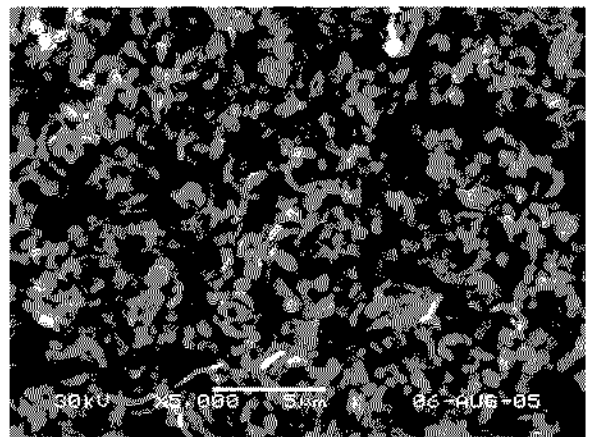
(b) 1 M



(b) 1 M



(c) 2 M



(c) 2 M

**Fig. 9.** SEM micrographs of as-prepared  $\text{Co}_3\text{O}_4$  particles obtained from different concentrations of cobalt nitrate.

**Fig. 10.** SEM micrographs of post-treated  $\text{Co}_3\text{O}_4$  particles obtained from different concentration of cobalt nitrate.

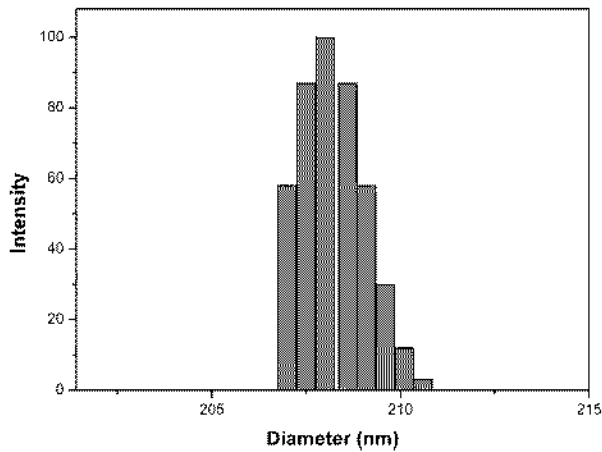


Fig. 11. Size distribution of post-treated  $\text{Co}_3\text{O}_4$  particles obtained by spray pyrolysis from spray solution with organic additives.

700°C에서 운반기체의 유량이 40 l/min일 때 분무용액의 농도 변화에 따라서 합성된 전구체 및 후열처리 후에 얻어진  $\text{Co}_3\text{O}_4$  분말들의 전자현미경 사진들이다. Fig. 9 및 Fig. 2 (a)에서 분무용액의 농도가 증가할수록 얻어지는 전구체 입자들의 크기가 증가하고 보다 속이 빈 형태를 가짐을 알 수 있다. 800°C에서 후열처리 과정을 거친  $\text{Co}_3\text{O}_4$  분말들은 반응 용액의 농도에 따라 서로 다른 특성을 가지고 있다. 분무 용액의 농도에 무관하게 후열처리 후에 전구체 분말의 구형 형상은 사라지고 비 응집성의 나노 분말들이 얻어졌으나 고농도에서 얻어진 분말들의 형태가 보다 불균일한 특성을 가진다. 또한 분무용액의 농도가 증가할수록 후열처리 후에 얻어진  $\text{Co}_3\text{O}_4$  분말들의 평균 크기는 증가하였다.

분무열분해 공정에 의해 합성된 나노 크기의  $\text{Co}_3\text{O}_4$  분말들의 평균 크기를 측정하기 위해 에탄올 용매를 사용하여 불 밀링기를 활용하여 분쇄시켰다. Fig. 11은 Fig. 2(b)에 나타나 있는 분말들을 불 밀링하고 입도분석기로 측정된 입자들의 입도 분포를 나타낸다. 평균 크기는 210 nm로 매우 균일한 분포를 가지고 있다.

#### 4. 결 론

분무열분해 공정에 의해 얻어지는 전구체 분말들의 특성이 후열처리 후에 합성되는 나노 크기의  $\text{Co}_3\text{O}_4$  분말들의 특성에 미치는 영향을 조사하였다. 구연산 및 에틸렌 글리콜을 함유하는 분무용액으로부터 합성되는 전구체 분말들은 반응기 온도, 운반기체의 유량 및 분무용액의 농도에 따라 형태 특성이 변화하였으며, 후열처리 후에 합성되는  $\text{Co}_3\text{O}_4$  분말들의 형태 및 평균 크기에도 영향

을 미쳤다. 분무열분해 공정에서 반응기 온도가 1000°C 이상으로 높거나 운반기체 유량이 5 l/min 이하로 낮은 경우에 얻어진 전구체 분말들은 후열처리 후에 응집성을 갖는  $\text{Co}_3\text{O}_4$  분말들이 합성되었다. 반면에 적절한 반응기 온도 및 운반기체 유량으로부터 합성된 구형 형상의 마이크로 크기의 전구체 분말들은 후열처리 후에 비응집성의 수백 나노미터 크기의 미세한  $\text{Co}_3\text{O}_4$  분말로 전환되었다. 분무용액의 농도 변화에 있어서는 용액의 농도 변화에 무관하게 얻어진 구형 형상의 마이크로 크기 전구체 분말들이 후열처리 후에 미세한  $\text{Co}_3\text{O}_4$  분말들로 전환이 되었으나 용액의 농도가 증가할수록 합성되는 분말들의 평균 입도는 증가하였다.

#### 감사의 글

본 논문은 차세대전지 성장동력 사업단의 연구비(과제 번호: 10016439)에 의해 지원되었으며 이에 감사드립니다.

#### 참 고 문 헌

1. E. M. Logothesis, R. Park, A. H. Meitzler and K. K. Laud, *Appl. Phys. Lett.*, **26**, 209 (1975).
2. H. Kim, D. W. Park and H. C. Woo, J. S. Chung, *Appl. Catal. B*, **19**, 233 (1998).
3. E. Antolini, *Mater. Res. Bull.*, **32**, 9 (1997).
4. W. Estrada, M. C. A. Fantini, S. C. de Castro, C. N. Polo da Foseca and A. Gorenstein, *J. Appl. Phys.*, **74**, 5835 (1993).
5. Y. Jiang, Y. Wu, B. Xie, Y. Xie and Y. Qian, *Mater. Chem. Phys.*, **74**, 234 (2002).
6. G. Furlanetto and L. Formaro, *J. Colloid Interf. Sci.*, **170**, 169 (1995).
7. Z. Yuan, F. Huang, C. Feng, J. Sun and Y. Zhou, *Mater. Chem. Phys.*, **79**, 1 (2004).
8. T. Nakamura and A. Kajiyama, *Solid State Ionics*, **123**, 95 (1999).
9. H. Yang, Y. Hu, X. Zhang and G. Qiu, *Mater. Lett.*, **58**, 387 (2004).
10. J. Jiu, Y. Ge, X. Li and L. Nie, *Mater. Lett.*, **54**, 260 (2002).
11. N. Koshizaki, A. Narazaki and T. Sasaki, *Scripta Mater.*, **44**, 1925 (2001).
12. Y. C. Kang and S. B. Park, *J. Mater. Sci. Lett.*, **16**, 131 (1997).
13. B. Xia, I. W. Lenggoro and K. Okuyama, *Adv. Mater.*, **13**, 1744 (2003).
14. H. S. Kang, J. R. Sohn, Y. C. Kang, K. Y. Jung and S. B. Park, *J. Alloy, Compd.*, **398**, 240 (2005).
15. J. R. Sohn, Y. C. Kang and H. D. Park, *Jpn. J. Appl. Phys.*, **41**, 3006 (2002).