

초음파 분무 열분해법에 의해 제조된  $(\text{Ti}_{0.5}\text{Sn}_{0.5})\text{O}_2$  구형미분말의  
열처리에 따른 미세구조 변화  
(Microstructural evolution during the heat treatment of  $(\text{Ti}_{0.5}\text{Sn}_{0.5})\text{O}_2$   
spherical powders prepared by ultrasonic spray pyrolysis)

이종훈, 박순자  
서울대학교 무기재료공학과

【서론】 초음파 분무 열분해법은 원료용액을 미세한 액적으로 만든 후 고온의 반응로에서 열분해시켜 미분말을 얻는 방법으로, 원료용액의 농도조절에 의한 입자의 크기조절 용이, 연속적인 공정, 구형의 모양등의 관점에서 우수한 분말제조법이다. 그리고 일반적인 경우 각각의 액적이 반응용기역활을 하므로 다성분계 미분말을 제조할 때 조성의 불균일성이 입자 크기이내로 국한된다는 장점을 가지고 있기도 하다. 한편 rutile구조를 가진다고 알려져 있는  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{SnO}_2$ 의 고용체인  $(\text{Ti}_x, \text{Sn}_{1-x})\text{O}_2$ 는 안정한 습도센서로 사용될 수 있는 물질이며, 약  $1400^\circ\text{C}$ 이하의 온도에서 spinodal decomposition이 일어난다고 알려져 있다. 본 연구자는 초음파 분무 열분해법을 사용하여  $(\text{Ti}_{0.5}\text{Sn}_{0.5})\text{O}_2$  구형의 미분말을 제조한 바 있는데,<sup>1)</sup> 원료용액의 농도변화에 의해 거의 같은 모양의 정규화입도분포를 갖는 분말을 여러가지 크기로 제조할 수 있었다. 그러므로 본 연구에서는 초음파 분무 열분해법으로 제조된  $(\text{Ti}_{0.5}\text{Sn}_{0.5})\text{O}_2$  구형입자의 열처리에 따른 미세구조변화에 대해서 알아보려고하였다. 그리고 분무 열분해법으로 제조된 입자의 크기 차이가 spinodal decomposition의 양상에 미치는 영향도 살펴보았다.

【실험방법】 공진주파수 1.67MHz의 초음파 진동자로 원하는 농도의  $\text{TiCl}_4$ 와  $\text{SnCl}_4$  혼합수용액을 무화시켰으며 로의 반응온도는  $800^\circ\text{C}$ 로 고정하였다. 위의 방법으로 제조된 분말을 건식 성형한 후 다시 100Mpa의 압력으로 정수압 성형하였다. 소결은  $1100\text{-}1400^\circ\text{C}$ 에서 3시간동안 행하였으며, 소결온도까지의 승온속도는  $10^\circ\text{C}/\text{min}$ 으로 고정하였다.

【실험결과】 원료용액의 농도가 0.4M, 0.1M에서 제조된 원료분말을 1100-1400°C에서 3시간 소결한 결과 구형의 이차입자사이에 소결은 약 1300°C에서 본격적으로 일어나는 것으로 나타났다. Fig.1에는 1300°C에서 소결한 미세구조를 나타내었다. 사진에서 밝은 색과 어두운 색의 입자는 각각 SnO<sub>2</sub>-rich 고용체와 TiO<sub>2</sub>-rich 고용체에 해당한다. 원료용액의 농도가 클수록, 즉 이차입자의 크기가 클수록 소결후 입자의 크기는 커졌으며 spinodal decomposition이 일어나는 단위면적당 빈도가 감소되었음을 볼 수 있다. 이는 분무 열분해법의 경우 조성의 불균일성이 입자크기 이내로 국한되므로 이차입자의 크기증가에 따라 조성 불균일성의 폭도 증가되었기 때문으로 판단된다.

(a) 0.4M

(b) 0.1M



Fig.1 Scanning electron micrographs of (Ti,Sn)O<sub>2</sub> sintered at 1300°C for 3h.

【참고문헌】

1. 이종훈, 박순자, “초음파 분무 열분해법에 의한 (Ti<sub>0.5</sub>Sn<sub>0.5</sub>)O<sub>2</sub> 구형 미분말의 합성,” 한국재료학회 추계 학술발표강연 및 논문개요집(1991) pp44-45.