

수열합성법에 의한 BaTiO₃ 분말합성 및 특성연구
(Synthesis and characterization of BaTiO₃ powder
by hydrothermal process)

한양대학교 이정수*, 이완재

1. 서론

BaTiO₃는 전형적인 Perovskite 구조를 가진 강유전성이며, 결정계가 지니는 특성 때문에 전자소재분야에서 중요한 위치를 차지하며, 고전압용 세라믹 유전체, 적층 및 반도체 세라믹 캐패시터, 압전체, 초음파진동자에 사용한다. 본 실험에서는 세라믹스 분말제조, 단결정 합성 등에 많이 사용되는 수열합성법을 이용하여 BaTiO₃분말을 제조하였다. 수열합성법은 제조공정이 간단하며, 비교적 저온에서 침전제 등과 같은 첨가물질 없이 고순도 극미립자이고, 입도분포가 좁고 결정성이 좋은 분말을 얻을 수 있다. 소결은 SPS로 행하여 미세 결정립의 소결체를 얻고자 하였다.

2. 실험방법

본 실험에서는 원료로서 TiCl₄, NH₄OH, Ba(OH)₂·8H₂O 등 시약을 사용하였다. 먼저 TiCl₄를 ice bath에서 제조하였다. 이 TiCl₄수용액에 NH₄OH를 pH=9가 될 때까지 첨가하여 Ti(OH)₄겔이 생성되게 하고, 세척을 반복했다. Ti(OH)₄겔이 분산된 용액과 Ba(OH)₂·8H₂O 혼합 수용액을 autoclave에서 180℃, 1.5시간 반응시켰다. 합성한 BaTiO₃는 OH⁻이 검출되지 않을 때까지 세척하고 100℃ 오븐에서 건조시켰다. 소결은 승온속도 100℃/min, 소결온도 1000℃, 1050℃, 1100℃, 1150℃, 1200℃, 유지시간 5 min, 소결압력 50MPa의 조건으로 진공분위기(3×10⁻²torr)에서 방전플라즈마소결장치(SPS-515S)를 이용하여 행하였다. 소결과정에서의 가압방향 변위를 실시간으로 측정하고 소결체 밀도를 측정하여 소결과정에서의 밀도 변화와 조밀화 속도 변화를 구하였다. 소결체는 SEM, EDX, XRD 등을 이용하여 미세조직과 상변화를 관찰, 분석하였다.

3. 결과 및 고찰

수열합성법으로 합성한 분말의 혼합비는 최종 생산되는 BaTiO₃의 Ba(OH)₂/Ti(OH)₄ mole 비가 1:1 이 되도록 하였다. 반응온도 180℃, 반응시간 1.5h에서 합성된 BaTiO₃는 조성이 균일하고 평균 입자 크기는 약 100nm로 균일한 입방정이 형성되었다. BaTiO₃의 반응속도는 초기에 비교적 빨랐으며, 150℃ 이상의 온도에서도 침전물의 증가는 없었다. 소결체 밀도를 조사한 결과 1000℃에서는 70%의 이론밀도를 보였으며, 1050℃에서는 90%, 1100℃ 이상에서는 100%에 가까운 소결체의 밀도를 얻을 수 있었다.

4. 참고문헌

1. W.D Kingery et al., "Introduction to Ceramics", John Wiley & Sons, Inc. (1976)
2. Lencka, M.M.and Riman, R.E.,Hydrothermal synthesis of perovskite mateials thermodynamic modeling and experimental verifocation.Ferroelectric,1994,151,159-164
3. Eckert, J.O.,Hung-Houston, C. C., Gersten, B.L.,Lencka,M.M.and mechanisms of hydrothermal synthesis of titanate. J. Am. Ceramic. Soc., 1996, 79, 2929-2939
4. Takeuchi, Tomonari; Betourne, E.; Tabuchi, Mitsuharu; Kageyama, Hiroyuki; Kobayashi, Yo; Coats, A.; Morrison, F.; Sinclair, D.C.; West, A.R.Journal of Materials Science, Volume 34, Issue 5, 1999, 917-924