

수열합성법에 의한 Y-PSZ 분말의 제조시 광화제 농도의 영향
(Effect of the mineralizer concentration in the Preparation of Y-PSZ powder
by Hydrothermal method)

김문환, 윤진영, 이종현*, 원창환

충남대학교 금속공학과

*충남대학교 금속공고 신소재 연구소

1. 서론

순수한 지르코니아는 상온에서 단사정이며 1150℃ 이상에서 정방정 그리고 2400℃ 이상에서는 입방정의 3가지 결정구조를 갖고 있고, 특히 정방정에서 단사정으로 상전이 시의 체적변화 때문에 내열재료등의 실제응용이 어렵다. 이에 따라 순수한 지르코니아에 MgO, CaO, 혹은 Y₂O₃등과 같은 2가 또는 3가의 산화물을 첨가하여 고온상을 상온까지 안정화시켜 상전이를 억제한 다음 사용하고 있다. 일반적으로 기계적 방법에 의한 요업체의 분말제조는 불순물의 혼입과 미세한 분말을 얻기가 어렵기 때문에 혼합이 균일하고 submicron의 미세한 분말을 제조할 수 있는 습식화학방법이 많이 이용되고 있다. 특히 수열합성법은 고온, 고압하의 수용액에서 두 종류 이상의 원료분말을 반응시켜 단 분산성 구형 초미립자들을 하소 공정없이 직접제조가 가능하다는 장점이 있다. 이에 본 연구는 수열합성시 광화제(mineralizer)의 농도변화에 따른 분말의 입자크기 및 형태, 입도분포 등을 관찰하여 수열합성에 의해 제조된 이트리아 안정화 지르코니아 분말의 특성을 평가하였다.

2. 실험방법

본 실험에 사용된 출발물질로는 Zr(OH)₄(Aldrich Co.; 97%) YCl₃·6H₂O(Junsei Co.; Chemical pure)를 사용하였으며, 광화제로는 KOH를 사용하였다. Zr(OH)₄, YCl₃·6H₂O를 ZrO₂ + 3mol% Y₂O₃ 가 되도록 칭량한 뒤 증류수에 섞어 0.5M 농도의 용액을 제조하였다. 광화제의 농도변화에 따른 영향을 관찰하기 위하여 KOH의 농도를 0.25M~1M까지 변화시킨 후 산·염기성 분위기에서도 반응원료에 영향을 주지 않게 하기위하여 제작된 테프론 용기에 장입후 autoclave에 넣었다.

반응온도는 200℃, 교반속도는 470rpm, 압력은 증기압하에서 3시간 반응시켰다. 반응 후 다시 증류수로 세척한 후 대기중 100℃에서 24시간 건조시킨 후 마노유발에서 분쇄하여 분말을 얻었다. 제조된 분말의 상분석을 X-선 회절법(X-Ray Diffraction)을 이용하여 행한 다음 FESEM 관찰을 통하여 분말의 크기와 형상을 고찰하였다. 또한 분말의 순도는 ICP-AES에 의한 화학분석을 통하여 구하였다.

3. 결과 및 고찰

수열합성법을 통하여 Y₂O₃를 안정화제로 사용하여 부분안정화 지르코니아 분말을 제조하고 제조된 분말의 특성을 고찰한 결과 분말 제조시의 광화제의 농도에 따라 크게 영향을 받았다. 광화제의 농도가 증가함에 따라 이트리아 안정화 지르코니아 분말의 입자크기가 증가함을 알 수 있다.