

수열 합성법을 이용한  $\text{TiO}_2$  초미분체의 제조Preparation of  $\text{TiO}_2$  Fine Powder by Hydrothermal Method

이종은, 윤기석, 이종현\*, 원창환

충남 대학교 금속공학과

\*충남대학교 금속공고 신소재 연구소

## 1. 서론

순도가 99%이상이고 입자 크기가  $1.0\mu\text{m}$ 이하이면서 응집이 없어 균일한  $\text{TiO}_2$ 는 전도 특성이 뛰어나 고기능성 전자세라믹스의 유전체, 압전체, 광촉매, 센서, 시너지등에 사용된다.  $\text{TiO}_2$ 의 분말의 크기가 미립이면서 응집이 없이 분포가 균일하면 소결시 입자간의 접촉점이 많아져 구동력이 커지고 소결을 위한 물질 이동거리도 짧아져 높은 성형밀도를 얻을 수 있고 또한 광촉매로 시용시는 광활성도가 뛰어나게 된다.

그러나 유전체등의 전도 특성 재료로는 입자가 응집되어 있으면 소결시 결정 입자내의 작은 기공들은 쉽게 제거되나 응집입자와 응집입자 사이에 큰 기공들은 그대로 남게되고, 응집된 큰 입자와 작은 입자 사이에 소결속도 차이로 잔존 응력이 발생하게 된다. 또한 광촉매로 활용시에는 비표면적이 작아 활성도가 낮게되는 원인이 되기도 한다. 따라서 미립이면서 입자가 잘 분산된 분말을 합성할 수 있는 방법에 대해 많은 연구가 진행 중이다.

본 실험에서는 수열합성법을 통하여 반응시간, 몰비, 온도, 광화제에 따른 반응 변수들을 심도 있게 조사하여 분말의 입자크기, 형태, 입도분포 등을 제어하여  $\text{TiO}_2$ 의 초미분체를 제조하고자 하였다.

## 2. 실험방법

본 실험에 사용된 출발원료는  $\text{TiCl}_4$ 이며, 반응성을 촉진시키기 위한 광화제로는 KOH, NaOH, Urea등이 사용되었다. 반응은 자체 제작된 반응기 속에서 온도, 시간, 교반속도를  $200\sim 350^\circ\text{C}$ ,  $1\sim 24\text{hr}$ ,  $150\sim 450\text{rpm}$ 으로 변화시켜 실험하였다. 제조된 분말은 XRD를 이용하여 상관찰을 하였으며, FESEM을 이용하여 입자크기 및 형상, 분산성 등을 관찰하였다. 한편 분말의 순도는 ICP에 의한 화학분석을 통하여 분석하였다.

## 3. 실험 결과 및 고찰

- 1) 최적의 조건에서 얻어진  $\text{TiO}_2$  분말은 99%이상의 순도를 가지고  $0.3\sim 0.5\mu\text{m}$ 의 입자크기를 나타내었으며, 분산성 또한 매우 우수하였다.
- 2) 광화제의 영향을 살펴본 결과 KOH나 NaOH를 이용한 경우보다 Urea를 이용한 경우가 같은 조건하에서  $\text{TiO}_2$ 의 반응성을 더욱 촉진하였다.