

## 습식법에 의한 초미립 SrTiO<sub>3</sub> 분말 합성

박종옥 · 최익석 · 이철호 · \*이종민

도자기 시험소

\*국립 공업 시험원

(1986년 2월 27일 접수)

## Synthesis of Submicron SrTiO<sub>3</sub> Powders by Wet Process

Jong-Ok Park, Eui-Seok Choi, Cheol-Hyo Lee and \*Jong-Min Lee

Whiteware Institute

\*National Industrial Research Institute

(Received 27 Feb., 1986)

### ABSTRACT

Pure submicron SrTiO<sub>3</sub> powders had been synthesized with chemical wet process that 5N-NH<sub>4</sub>OH solution was sprayed into the mixed solution of SrCl<sub>2</sub>, TiCl<sub>4</sub> and H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> with N<sub>2</sub> carrier gas.

The characteristic properties of powders obtained from this experiment were as follows.

The optimum synthesis condition in reaction bath was above PH 8.5 and under 25°C.

The particle size of precipitated SrTiO(OH)<sub>2</sub> powders dried at 60°C was under 0.01μm and uniform.

Amorphous precipitated complex powders emitted adsorbed water at 150°C less than and crystalline SrTiO<sub>3</sub> powders was produced from calcining the complex at 300°C.

Sintered body of SrTiO<sub>3</sub> fired at 1330°C showed that relative dielectric constant was 228 at 1MHZ and bulk density was 4.73g/cm<sup>3</sup>.

### 1. 서 론

SrTiO<sub>3</sub> 복합산화물은 perovskite형 결정구조를 가지는 고유전체재료로서 유전율과 유전손실이 전압, 주파수, 온도 등의 변화에 대하여 뛰어난 안정성을 가지고 있다.<sup>(1)-(4)</sup> 따라서 SrTiO<sub>3</sub>계 BL형 condenser는 전기적 안정성을 얻을 수 있고 내열강도와 기계적강도가 크므로 구조의 특징을 부여하여 condenser의 성능을 높일 수 있고 소형화가 가능하다.<sup>(5)-(8)</sup>

고성능 정밀ceramics 재료를 제조하기 위해서는 원료와 첨가제, 성형과 소성방법등 원재료와 제조공정을 확립시키는 것이 중요하다. 이 중에서 원료분체의 입자크기, 형태, 입도분포등은 소결체의 미

세구조에 근본적인 영향을 주고 또한 원료불순물은 미량일지라도 전기적 특성에 큰 변화를 보여준다.<sup>(9)(10)</sup> 이러한 조건을 만족시키기 위해서는 먼저 출발원료의 불순물 제거와 입자의 제어조정이 중요하므로, 최근 새로운 원료분말의 제조방법이 지속적으로 개발되어왔다.<sup>(11)(12)</sup>

본 연구에서는 이와같은 SrTiO<sub>3</sub>계 BL형 condenser<sup>(12)-(14)</sup> 제조를 위하여 액상에서 침전생성에 의한 습식합성법으로써 균질한 상태인 초미립 고순도의 SrTiO<sub>3</sub> 원료분말을 제조하고자 하였다.

SrTiO<sub>3</sub>의 합성은 상온에서 SrCl<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O와 TiCl<sub>4</sub> 수용액에 H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>산화제를 매체로한 혼합용액을 만들고, 반응조에서 침전제 NH<sub>4</sub>OH용액을 N<sub>2</sub>가스 압력으로 분무(spray)시키므로써 침전생성물이 습식

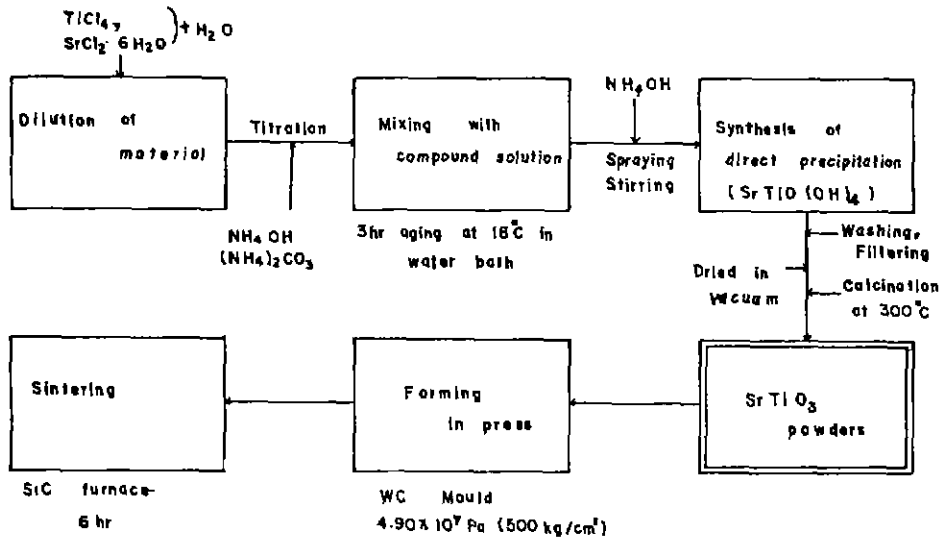


Fig. 1. The experimental procedure for synthesis of SrTiO<sub>3</sub> powders and ceramics

직접 합성되도록 하였다.

## 2. 실험방법

### 2.1 실험순서

본 실험은 수용액제조, 분말합성, 분말평가, 그리고 소결특성조사와 같은 순서로 실험을 진행하였으며 그 과정은 Fig. 1 과 같다. 1 단계에서는 TiCl<sub>4</sub> 와 SrCl<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O 용질을 증류수로 희석하고 희석된 수용액은 각각 NH<sub>4</sub>OH와 (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>로 적정하여 몰 농도를 측정하였다. 2 단계에서는 Ti<sup>4+</sup>과 Sr<sup>2+</sup>수용액에 산화제 H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>를 넣어 혼합용액을 만들고, 이 혼합물을 분무합성장치를 이용하여 습식직접 침전 합성 하였다. 3 단계에서는 합성된 분말을 수세여 과하여 진공건조시킨후 건조분말을 평가하기 위하여 DT-TGA, XRD, 화학성분분석, SEM분석을 하였다. 4 단계에서는 건조분말을 하소하여 성형하고 온도별로 소성하여 소성시편의 특성을 조사하였다.

### 2.2 수용액의 제조

실험에 사용한 출발원료는 SrCl<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O와 TiCl<sub>4</sub>를 용질의 원료로, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>를 산화제로, 그리고 NH<sub>4</sub>OH와 (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>를 침전제로 하였으며 사용된 원료는 Table 1 과 같다.

SrCl<sub>2</sub>수용액은 SrCl<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O를 증류수로 희석하여 (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>로 침전시킨후 이것을 수세여과하여 600

Table 1. Chemical Reagent Materials

Materials	Purity	Grade
TiCl <sub>4</sub>	99.9	E·p
SrCl <sub>2</sub> ·6H <sub>2</sub> O	99.0	G·r
NH <sub>4</sub> OH	28.0	E·p
(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	20.0	E·p
H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	34.0	G·r

℃에서 10시간 소성하고 SrCO<sub>3</sub> 양으로 농도를 결정하였다.<sup>16)17)</sup> 이 수용액의 농도는 1.94몰 이었다.

TiCl<sub>4</sub>는 공기와 접촉하면 공기중의 수분과 즉시 반응하여 Cl<sub>2</sub>, HCl, TiO<sub>2</sub>등을 형성하고 물에 녹아서는 가수분해를 일으키게 된다. TiCl<sub>4</sub>수용액은 빙수조(ice bath)속에서 교반하면서 TiCl<sub>4</sub>용액에 냉각 증류수를 떨어뜨려 희석하였다. TiCl<sub>4</sub>수용액은 N H<sub>4</sub>OH로 침전시키고 여과후 900℃에서 10시간 소성하여 TiO<sub>2</sub>양으로 농도를 결정하였다.<sup>16)17)</sup> 이 수용액의 농도는 2.59몰 이었다. 또한 침전제와 산화제는 각각 1N-(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, 5N-NH<sub>4</sub>OH 그리고 10N-H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>로 조제하여 사용하였다.

### 2.3 SrTiO<sub>3</sub> 복합 산화물의 합성

합성실험장치는 Fig. 2 와 같으며 4 구플라스크반응조에 혼합용액(Sr<sup>2+</sup>+Ti<sup>4+</sup>+10N-H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>)을 넣고 실린더에 5N-NH<sub>4</sub>OH를 넣었다. 분무장치는 실린더쪽

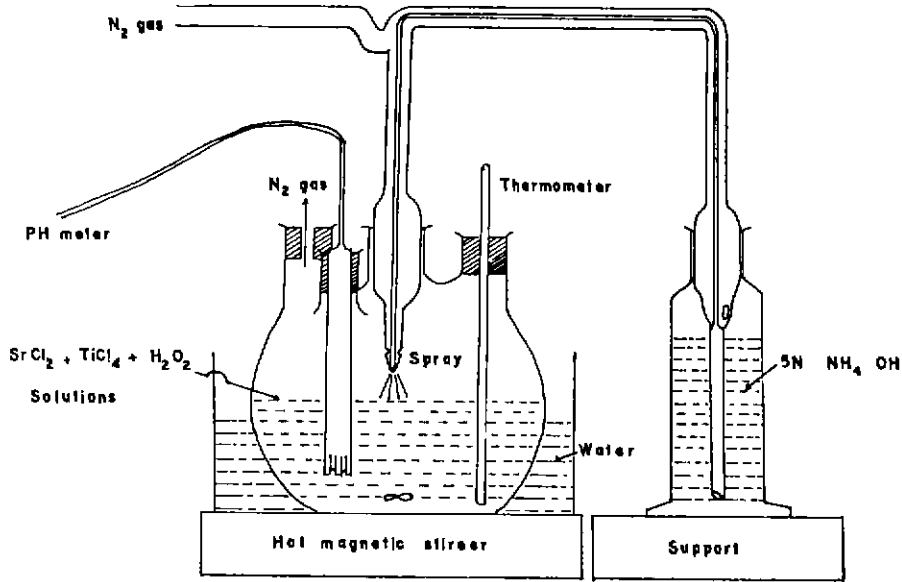


Fig. 2. Synthetic appliance of SrTiO<sub>3</sub> powders from aqueous solution

의 공기구멍에서 연결된 2중벽 유리관 분무기의 노즐이 반응조인 4구 플라스크 중심부에 결합되도록 하였다.

이때 반응조에는 PH meter와 온도계를 꽂고 가스유출구를 만들어 놓았으며 일정온도를 유지하기 위해 외부에 수조를 만들고 magnetic stirrer로 교반하였다.

반응조의 혼합용액은 SrCl<sub>2</sub>와 TiCl<sub>4</sub> 수용액이 1 : 1몰비가 되도록하고 10N-H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 용액을 TiCl<sub>4</sub> 수용액에 대하여 10배의 몰비로 첨가하여 만들었다. 혼합용액은 3시간 숙성하고 합성 장치의 반응조는 Sr<sup>2+</sup> 이온이 공기와 접촉하여 SrCO<sub>3</sub>가 생성되는 것을 방지하기 위하여 N<sub>2</sub>분위기로 하였고 5N-NH<sub>4</sub>OH 용액의 분무압력은 2.94 × 10<sup>4</sup> Pa (0.3 kg/cm<sup>2</sup>) 이었다. 침전 반응용액은 각각 구분하여 편취하고 10시간 이상 숙성교반하여 증류수로 세척여과한후 진공건조기에서 60℃로 40시간 건조시켰다.

#### 2.4 분말평가와 소성시편의 특성조사

60℃에서 진공건조된 분말은 화학성분분석을 XRF로, 불순물분석을 AA로 하였다. 합성된 침전물의 열화학반응과 복합산화물의 결정상을 조사하기 위하여 DT-TGA와 XRD분석을 하였고, 분말의 형태 및 크기를 관찰하기 위하여 SEM사진을 촬영하였

고 BET로 비표면적을 측정하였다.

진공건조된 분말을 300℃로 하소한후 텅그스텐 질물드를 사용하여 유압프레스에서 4.90 × 10<sup>7</sup> Pa (500 kg/cm<sup>2</sup>)의 압력으로 원판형시편 (13φ<sup>mm</sup> × 2.5D<sup>mm</sup>)을 성형하였다. 성형시편은 SiC 발열체 전기로에서 최고온도에서 1시간씩 유지시켜 소성하고 자연냉각하였다. 각 온도별 소성시편은 부피밀도와 흡수율을 측정하였으며 완전소결된 시편을 silver paste로 양면을 도포하여 합성 SrTiO<sub>3</sub>의 유전율을 Q meter를 사용하여 측정하였다.

### 3. 결과 및 고찰

#### 3.1 수용액의 침전과 PH

1.94몰과 2.59몰로 희석된 Sr<sup>2+</sup>와 Ti<sup>4+</sup>의 수용액을 10ml씩 취하고 1N-(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>와 5N-NH<sub>4</sub>OH를 각각 2.5ml 단위로 떨어뜨려 침전용액의 PH를 조사하였다. 각 수용액과 침전제의 증가에 따른 반응물의 PH변화는 Fig. 3과 같다.

SrCl<sub>2</sub>수용액은 최초PH가 4.8로 약산성을 나타냈으며 TiCl<sub>4</sub>수용액은 최초PH가 0으로 강산성이었다. SrCl<sub>2</sub>수용액은 PH변화가 4.8에서 7.4로 변화폭이 산성에서 중성으로 적고 완만하였다. TiCl<sub>4</sub>수용액은 PH변화가 0에서 10.5로 변화폭이 크

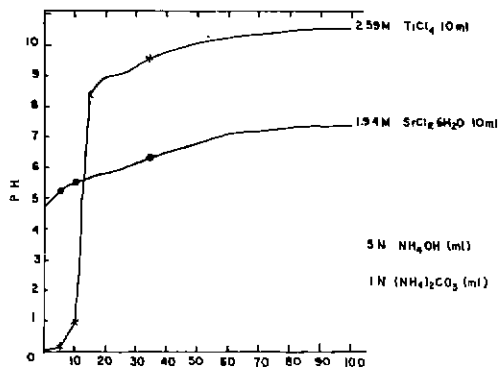


Fig. 3. Change of PH according to volume of 5N NH<sub>4</sub>OH and 1N (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> at room temperature.

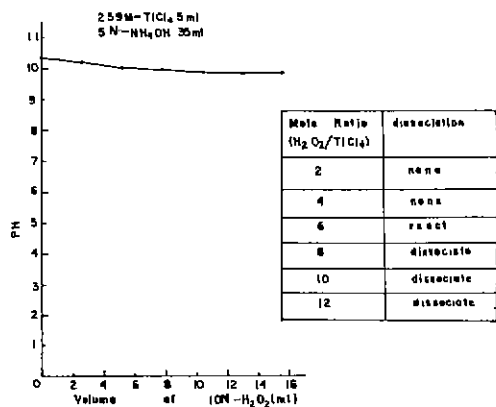


Fig. 4. Change of dissociation and PH with volume of H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> at room temperature

며 특히 그림과 같이 PH가 1에서 8.5로 변할때는 급경사로 절벽형을 이루었으며 이는 침전반응이 즉각적으로 신속히 이루어지고 침전량도 또한 급격히 증가하는 것을 알 수 있다.

3.2 TiO<sup>2+</sup> 이온과 산화제의 영향

2.59M-TiCl<sub>4</sub> 수용액과 5N-NH<sub>4</sub>OH에 의해 생성된 침전물 TiO(OH)<sub>2</sub>에 대하여 산화제 H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>가 주는 영향을 관찰하였다. 그림 3에서와 같이 TiCl<sub>4</sub> 용액의 침전물이 PH변화가 일정상태를 이루고 생성량이 불변하다고 볼수 있는 것은 2.59M-TiCl<sub>4</sub> 용액 10ml 일때 5N-NH<sub>4</sub>OH 용액 35ml 이상이 투입된 상태이며 PH는 10.5를 나타내었다.

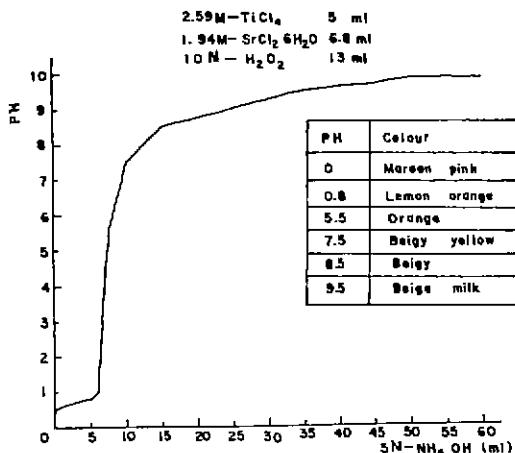
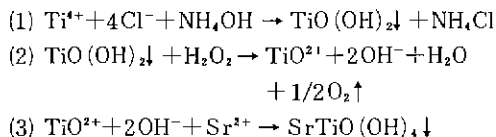


Fig. 5. Change of PH with volume of NH<sub>4</sub>OH at room temperature and colour change with PH

이와같이 PH10.5를 나타내는 침전용액에 10N-H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>을 첨가하였을때 침전물의 분리용해 현상을 관찰하여 Fig. 4와 같이 나타내었다. 10N-H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 용액은 TiCl<sub>4</sub> 용액에 대하여 몰배의 체적량만큼으로 첨가하였다. 이때 10N-H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>의 첨가량은 TiCl<sub>4</sub>수용액의 6배의 물에 해당하는 양에서부터 전리하여 분해하기 시작하였으며 10배의 몰량만큼에서는 완전 전해되었다. 이런점에서 이온과 분해 그리고 침전에 관한것을 정리하면 다음과 같다.



이와같이 결국 TiO(OH)<sub>2</sub>가 TiO<sup>2+</sup>+2OH<sup>-</sup>로 분해하고 SrCl<sub>2</sub> 용액과 혼합용액을 만들어 5N-NH<sub>4</sub>OH 용액과 침전반응시키면 SrTiO(OH)<sub>4</sub> 상태로 침전물이 생성되는 것으로 볼수 있다. 곧 Sr<sup>2+</sup>과 Ti<sup>4+</sup>의 금속이온이 복합산화물 SrTiO(OH)<sub>4</sub> 상태의 침전물로 습식직접합성 됨을 알수 있다.

3.3 SrTiO<sub>3</sub> 합성과 PH

위와같은 확인으로 TiCl<sub>4</sub>와 SrCl<sub>2</sub>수용액을 1:1 같은 몰비로 혼합하고 10N-H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>를 TiCl<sub>4</sub> 용액에 대한 10몰배의 양만큼 넣어 혼합용액을 만들었다. 여기에 5N-NH<sub>4</sub>OH를 첨가하면서 침전반응물의 PH 변화와 색깔을 조사하였으며 Fig. 5와 같다.

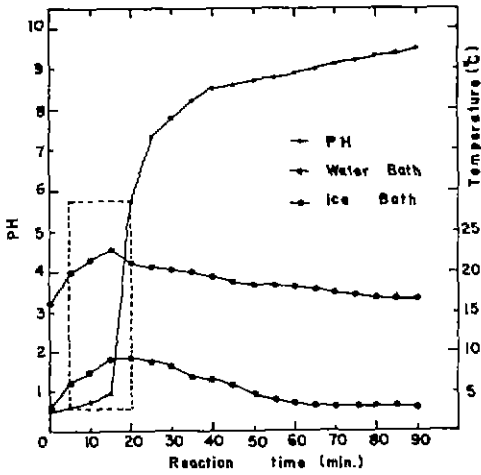


Fig. 6. Change of PH and temperature with reaction time.

최초 PH 0.5와 적갈 pink의 색깔을 나타내던 것이 5N-NH<sub>4</sub>OH량이 5ml과 10ml 사이에서 급격한 PH 변화가 생기어 PH 0.8에서 7.5를 가리켰고 orange에서 beige yellow 색깔을 나타냈다. 이후 5N-NH<sub>4</sub>OH량이 15ml에서 PH 8.5, 35ml에서 PH 9.5를 가리켰고 그이상에서는 PH변화가 상당히 완만하게 나타나고 색깔은 milk색을 보였다. 따라서 침전반응은 PH 0.8과 7.5에서 급속반응대를 형성하고 PH 8.5가 반응생성의 변곡점을 이루는 것으로 보인다.

3.4 합성반응조의 온도

반응조 외부를 수조(water bath)로 만들어 일정한 상태의 온도를 유지하도록하고 반응시간에 따른 PH변화와 온도와의 관계를 동시에 관찰하여 Fig.6과 같이 나타내었다.

수조는 3°C의 얼음물상태(ice bath)와 18°C의 물상태(water bath)에서 준비하였으며 각각 반응이 진행되면서 3°C는 8°C로, 18°C는 23°C로 반응조의 온도가 상승하였다. 온도상승은 반응의시작 초기에 일어나며 PH가 0.5에서 1까지 변화하는 과정과 PH 1에서 5.8까지 변화하는 과정이 중요 온도상승의 범위이다. 이는 3.2에서 침전과 분해에 관한식 (1)과 (2)에서와 같이 침전생성의 과정과 H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>가 발생기 산소를 내면서 TiO<sup>2+</sup>와 2OH<sup>-</sup>로 전리시키는 과정에서 생성되는 발열반응에 의한 것으로 볼 수 있다. 또한 분무에 동원된 N<sub>2</sub>가스는 반응조 내부의 온

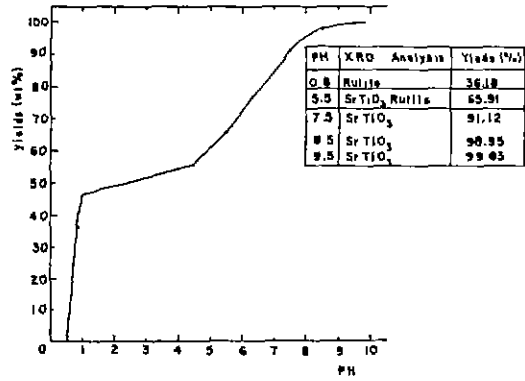


Fig. 7. Change of SrTiO<sub>3</sub> yields and XRD analysis with PH

도를 빼앗아 배출구를 통하여 내보내어 지므로 온도가강하의 효과를 주는 것으로 보인다.

3.5 반응물의 결정상과 생성량

반응생성물을 PH에 따라서 구분편취하고 수세여과 하여서 900°C로 10시간 동안 소성하고 이를 XRD분석 하였으며 그 생성량을 SrTiO<sub>3</sub>의 양으로 기준하여 중량계산 하였다. 이를 Fig. 7과 같이 나타내었다.

XRD분석에서 나타난 결정상을 보면 PH 0.8에서는 rutile만이 생성되고, PH 5.5에서는 rutile과 SrTiO<sub>3</sub>가 함께 나타났으며, PH 7.5이상에서는 SrTiO<sub>3</sub> 결정상만을 보였다. 생성량은 PH 7.5이상인 경우에서 높았으며 PH 8.5에서 98.95%, PH 9.5에서 99.83%의 생성량을 나타냈다.

이는 침전영역이 형성된 PH 8.5에서는 침전량의 증가로 인해서 침전생성속도가 늦어지며 침전제를 약간 과잉으로 가한 PH 9.5에서 침전생성이 완결되어지는 것으로 볼 수 있다.

3.6 TG-DTA와 XRD 분석

PH 8.5와 PH 9.5에서 생성된 반응물을 60°C로 40시간 동안 진공건조하여 Stanton사의 TG-DTA로 10°C/min의 가열속도로 산화분위기에서 열분석한 것은 Fig. 8과 같다.

그림에서와같이 PH 8.5와 PH 9.5는 같은상태를 나타냈으며 흡열반응은 80°C 부근부터 시작되어 133°C에서 흡열정점을 이루었고 발열반응은 180°C 부근부터 일어나서 270°C까지 진행되는 것으로 나타났

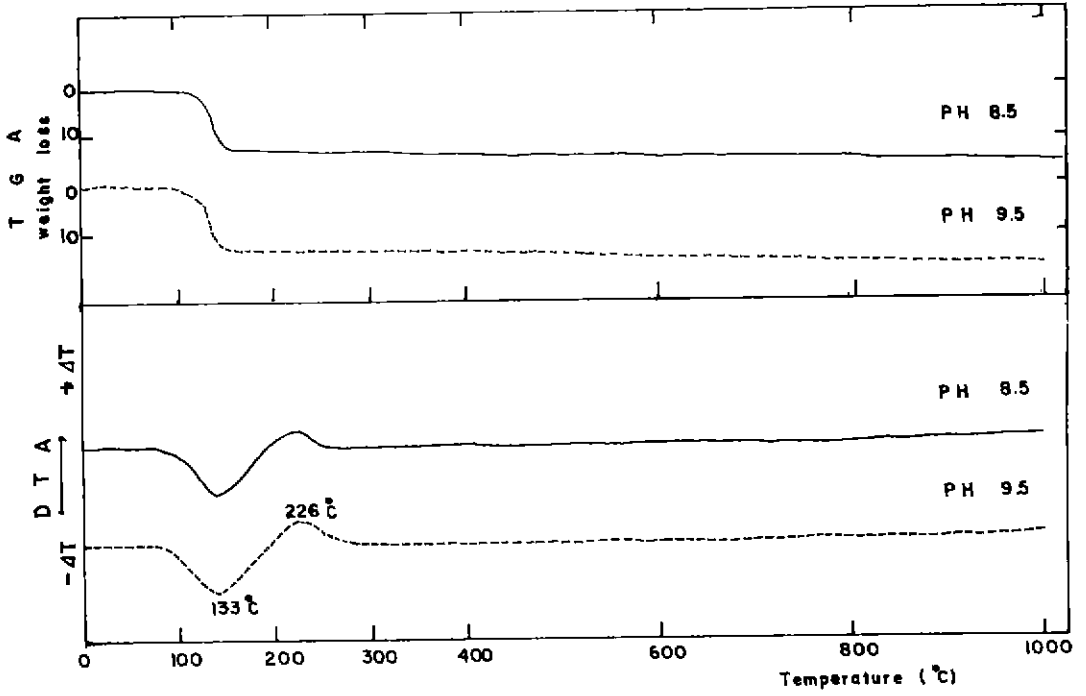


Fig. 8. TG-DTA curves of  $\text{SrTiO}_3$  prepared of their dried powders at  $60^\circ\text{C}$  with PH

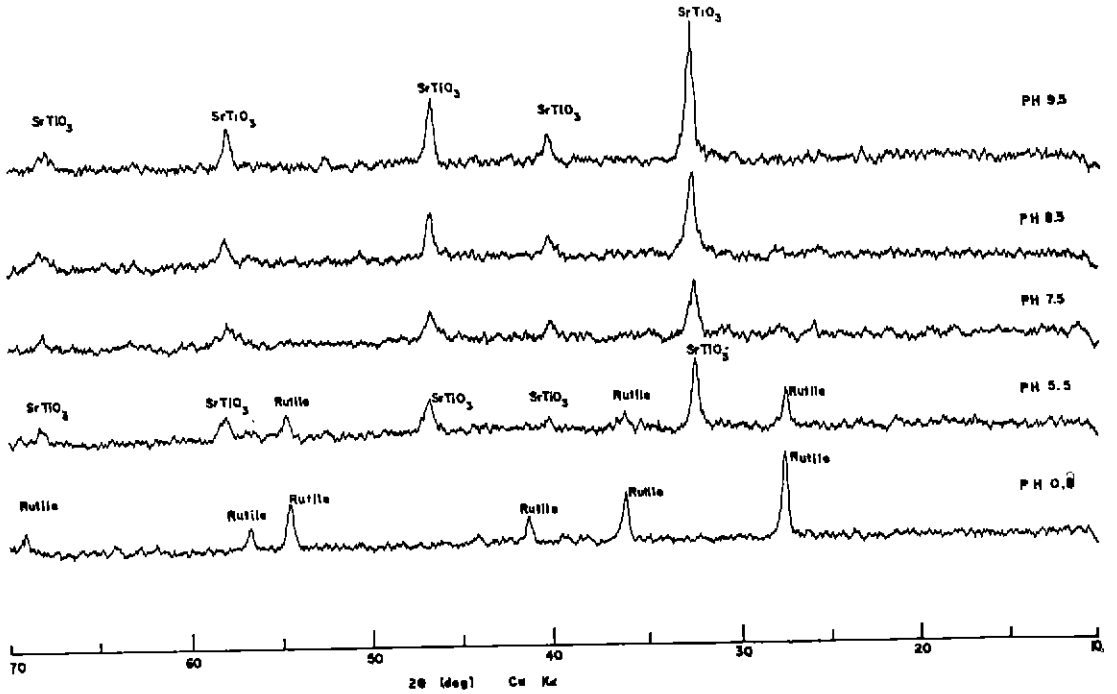


Fig. 9. XRD patterns of synthetic powders prepared at  $900^\circ\text{C}$  with PH

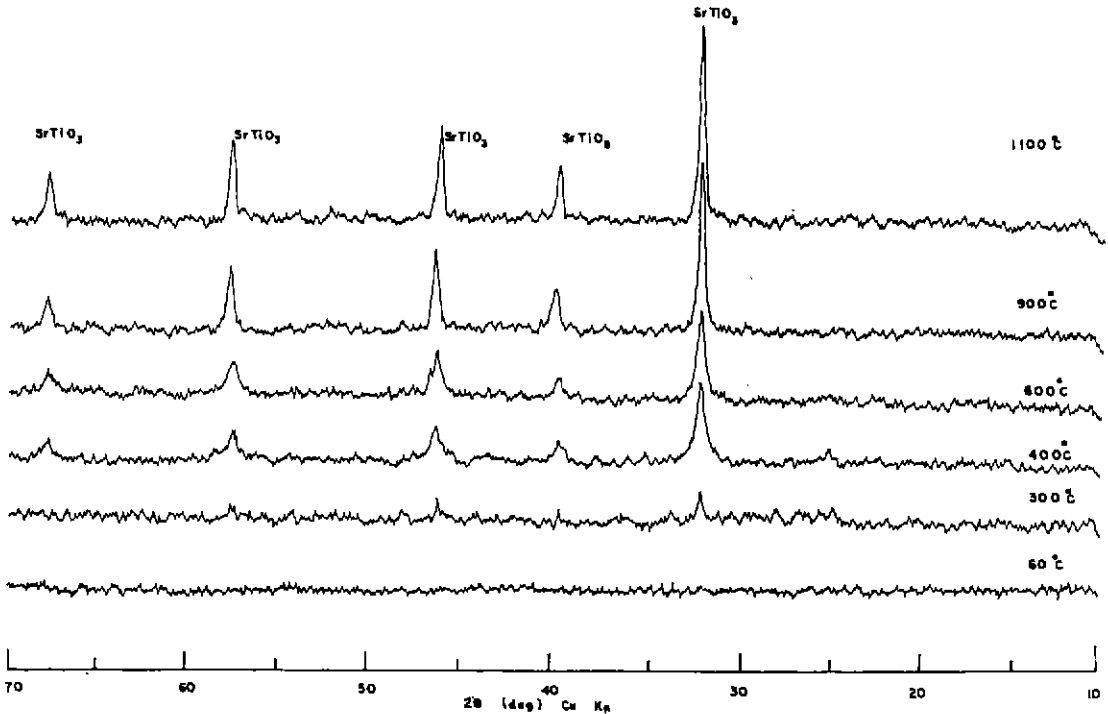


Fig. 10. XRD patterns of synthetic powders prepared at different temperature

다. 이는 SrTiO(OH)<sub>4</sub> 상태의 침전생성물이 흡열반응에서 부착수분 증발을 가져오고 발열반응을 거치면서 결정성 SrTiO<sub>3</sub> 상태의 분말로 생성되는 것으로 판단된다.

또한 XRD 분석은 PH에 따라서 생성물들을 각각 900°C로 소성한 것과 PH 9.5에서 합성한 시료를 60°C로 진공건조한 후 각각의 온도별로 하소하여 Fig. 9와 Fig. 10에서와 같이 비교분석 하였다.

PH 0.8에서는 rutile만을, PH 5.5에서는 rutile과 SrTiO<sub>3</sub> 혼합물이 생성되었음을 알 수 있었고, PH 7.5이상에서부터는 SrTiO<sub>3</sub>만이었으며 PH 9.5에서는 SrTiO<sub>3</sub> 결정의 더욱 발달된 피크의 세기를 보였다.

온도별 관찰은 최초 60°C의 건조분말은 부정형으로서 피크가 보이지 않았고 300°C 이상에서 SrTiO<sub>3</sub> 피크가 나타나기 시작하는 것을 볼 수 있었으며 900°C와 1100°C에 이르러서는 잘 발달된 피크의 세기를 나타내었다.<sup>(15)</sup>

### 3.7 성분분석과 입자관찰

PH 9.5에서 합성된 SrTiO<sub>3</sub>를 함량이 될 때까지 건조하여 Phillips사의 PW1400 XRF로 성분분석을 하고 Perkinelmer사의 M2380 AA로 미량분석을 하였다. 성분분석결과 합성분말의 화학성분은 SrO : 47.21%, TiO<sub>2</sub> : 36.75%, 강열감량 : 16.04%로 Sr : Ti의 성분비율이 이론식에 가깝게 나타났다. 미량 분석결과 불순물은 시약에 혼입된 불순물 허용치 이외에는 없는 것을 알 수 있었다.

또한 60°C로 진공건조한 분말을 900°C와 1100°C로 소성하여 akashi사의 DS 130 SEM으로 관찰한 사진은 Fig. 11과 같다. 반응조의 온도조건에 따라서 8°C 이하의 합성물 STI와 23°C 이하의 합성물 STW, 그리고 900°C와 1100°C에서 소성한 분말을 배율 20,000배의 사진으로 관찰하였다. 사진관찰에서와 같이 STI가 STW보다 더 미립이었고 입자직경이 0.01 μm 이하로 균일한 분포를 보였으며 900°C에서는 입자들이 성장하는 것을 볼 수 있으며 1100°C

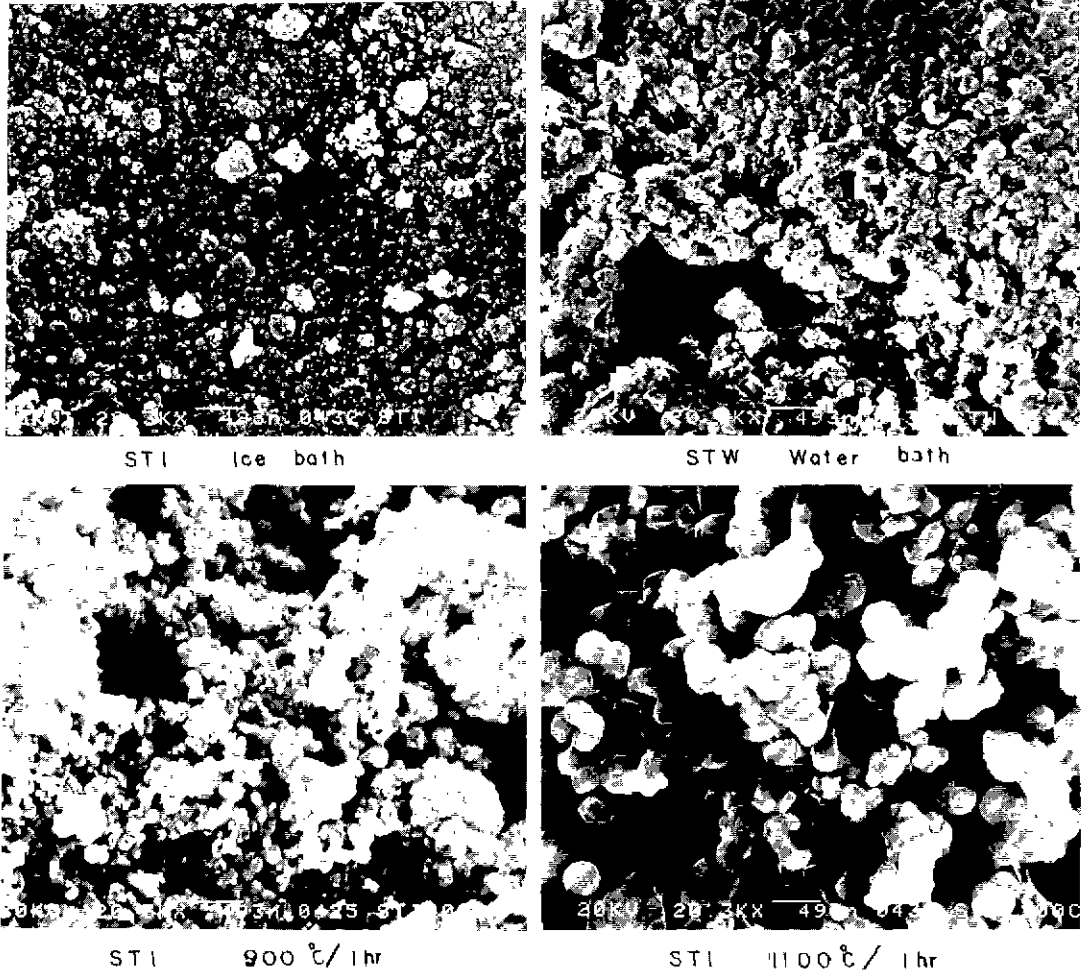


Fig. 11. SEM microphotographs of synthetic powders prepared of different temperature

에서는 발달된 구상의 결정이 성장되는것을 알수있었다.

그리고 STI분말을 각 온도별로 1100°C까지 하소하고 Micrometrics 사의 autosorb 2100 BET로 비표면적을 측정하였으며 그 결과는 Fig. 12와 같다.

구의 체적과 표면적을 중량과 밀도에 관한식으로 각각 표시하면  $4/3\pi r^3 = W/\rho S \dots \dots$  volume,  $4\pi r^2 = S_{BET}W \dots \dots$  surface area 이고,  $r = 3/S_{BET}\rho S$  ( $\rho S$ : SrTiO<sub>3</sub> 이론밀도 5.13g/cm<sup>3</sup>)와 같이 표시할 수 있다. 이와같이 BET측정 결과로써 평균반경 r을 계산하여 입경을 구하였다.

이때 60°C 건조분말은 0.010 μm 300°C 하소분말은 0.013 μm로써 입경변화가 적게 일어났고 900°C 과 1100°C의 소성분말은 0.106 μm와 0.234 μm을 보임

으로써 900°C 이상에서는 입자성장이 이루어지기 시작함을 알 수 있었다.

### 3.8 소결과 유전율

건조된 분말을 300°C로 하소처리하여 텅스텐질 몰드로 4.90×10<sup>7</sup> Pa(500 kg/cm<sup>2</sup>)의 압력으로 13φ<sup>mm</sup>×2.5D<sup>mm</sup> 크기의 원판을 성형하고 각 소성온도에서 산화분위기 상태로 1시간씩 유지시킨후 자연냉각하였다.

소성은 1100°C에서 1330°C 까지 하였으며 소성시편의 부피비중과 흡수율을 측정하여 Fig. 13과 같이 나타냈다.

1100°C에서는 부피비중 2.2g/cm<sup>3</sup>, 흡수율 31% 이었으며 1250°C에서는 소결이 진행되어 부피비중 3.5



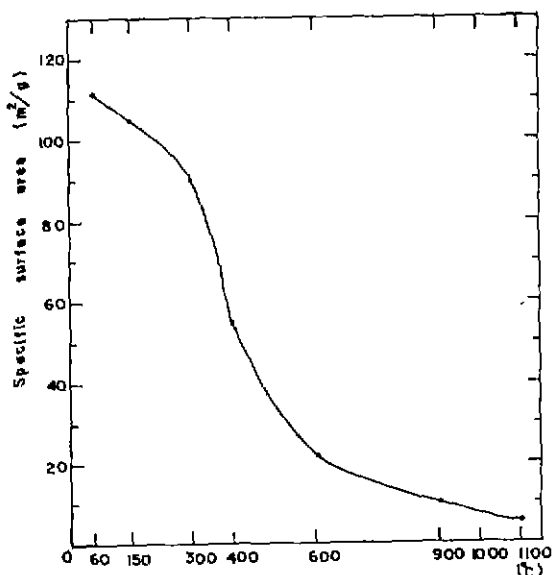


Fig. 12. Specific surface area of the powders calcined at various temperature (in air)

g/cm<sup>3</sup>, 흡수율 7%이었다. 1330°C에서는 완전소결되어 부피비중 4.7g/cm<sup>3</sup>, 흡수율 0%로써 SrTiO<sub>3</sub> 이론밀도 5.13g/cm<sup>3</sup>에 대하여 91.60%의 소결밀도를 보였다.<sup>11),17)</sup>

이와같은 소결특성을 가지는 1330°C에서 소성한 시편을 silver pasting하여 800°C에서 하소한후 전극을 부착하였으며 Boomtom사의 type 260-A Q-meter로 20°C 상온에서 유전율을 측정하였다.  $\epsilon_r = c \cdot d / \epsilon_0 A$ 에서 유전율값  $\epsilon_r$ 는 228을 나타냈으며 보고된 SrTiO<sub>3</sub>의 유전율값 220에 거의 접근된 값을 보였다.

#### 4. 결 론

Sr<sup>2+</sup>과 Ti<sup>4+</sup>수용액을 같은 몰비로 혼합한 용액에 산화제 H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>를 매체로하고 NH<sub>4</sub>CH 용액을 N<sub>2</sub>가스 압력으로 분무하여 초미립 고순도의 SrTiO(OH)<sub>2</sub> 분말을 습식직접합성 하였다. 합성된 분말의 특성은 다음과 같다.

1) 반응조의 합성조건은 PH 8.5이상이고 용액온도 25°C 이하이었으며 분말의 입경은 0.01μm 이하로 거의 일정하였다.

2) 합성분말은 150°C 이하에서 흡착수를 방출하고 300°C 이내에서 결정성 SrTiO<sub>3</sub> 분말이 생성되었다.

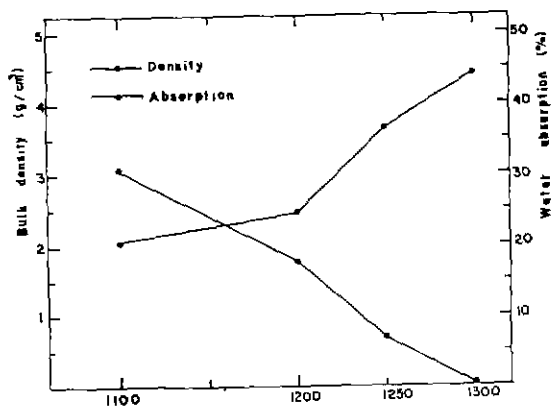


Fig. 13. Density and water absorption of SrTiO<sub>3</sub> disk sintered at various temperatures for 1 hour

3) 1330°C에서 1시간 소성한 SrTiO<sub>3</sub> 소결체는 부피 비중 4.73g/cm<sup>3</sup>으로 91.6%의 소결밀도를 나타냈으며 측정된 유전율값  $\epsilon_r$ 는 228이었다.

#### 참 고 문 헌

1. W. G. Nilsen and J. G. Skinner, "Raman Spectrum of Strontium Titanate", *J. Chem. Phys.*; 48 (5), 2240-48 (1978).
2. M. Paulus, *Materials Science Research*, Vol 11, pp 17-31 (1978).
3. W. Taylor and A. F. Murray, "Tetragonal SrTiO<sub>3</sub> Revisited: The Effect of Impurities on the Raman Spectrum", *Solid State Comm.*, 31 (12), 937-944 (1979).
4. U. Balachandran and N. G. Eron, "Electrical Conductivity in Strontium Titanate", *J. Solid State Chem.*, 39 (3), 351-359 (1981).
5. 岡崎 尚, *セラミックス誘電体工学*, 第三版, 学献社 (1982).
6. 佐佐木宏, "エレクトロセラミックス用粉末の化学的生成", *セラミックス*, 5 (11), (1970).
7. 山崎潤三, 尾崎義治, 水谷性恭, "セラミックスの製造プロセス", *セラミックス*, 16 (10-11), (1981).
8. 吉田仁志, "沈殿による分離", *JAPAN ANALYST* 22 (1973).
9. 大塚寛治・宇佐美保 "セラミックス原料粉末

- の混合状態の評価”, セラミクス, **12** (5), (1977).
10. Katsuya Kudaka Kiyokata Lizumi, “Preparation of Stoichiometric Barium Titanyl Oxalate Tetrahydrate”, *Am. Ceram. Soc. Bull.*, **1236** (1981).
  11. D. Lynn Johnson and Ivan B. Cutler, “Diffusion Sintering”, *J. Am. Ceram. Soc.*, **46** (11), 541–545 (1963).
  12. W. I. Dobrov, R. F. Vieth and M. E. Browne, “Electron Paramagnetic Resonance in SrTiO<sub>3</sub>”, *Phys. Rev.* **115** (1), 79–80 (1959).
  13. L. Rimai and G. A. deMars “Electron Paramagnetic Resonance of Gd<sup>3+</sup>”, *ibid.*, **127** (3), 702–709 (1977).
  14. W. G. Spizer, R. C. Miller, D. A. Kleinman and L. E. Howarth, “Farinfrared Dielectric Dispersion in BaTiO<sub>3</sub>, SrTiO<sub>3</sub> and TiO<sub>2</sub>”, *ibid.* **126** (5), 1710–21 (1962).
  15. Farrel W. Lyle, “X-ray Diffractometry of low Temperature Phase Transformations in Strontium Titanate”, *J. App. Phys.*, **35** (7), 2212–15 (1964).
  16. N. H. Harris and R. L. Cook, “Solid-State Reactions of SrCO<sub>3</sub>+TiO<sub>2</sub>”, *J. Phys. Chem.*, **72** (9), 3326–27 (1968).
  17. Gregory J. McCarthy William B. White and Rustum Roy “Phase Equilibria in the 1375 °C Isotherm of the System Sr-Ti-O”, *J. Am. Ceram. Soc.*, **52** (9), 463–467 (1969).