

마이크로파 에너지를 이용한 $\text{Pb}(\text{Zr},\text{Ti})\text{O}_3$ 압전세라믹스의 소결(II)

최 승철, 홍 성원, 안 주삼*

아주대학교 재료공학과

* 인천지방공업기술원

서 론

PZT 계 세라믹스는 주성분으로 휘발온도가 낮은 PbO 를 함유하고 있으며, 소결시 1200℃이상의 높은 소결온도가 요구되므로, PbO 의 휘발온도인 890℃와는 300℃이상의 차이가 있다. 따라서 PZT 세라믹스를 제조함에 있어 가장 중요한 요인은 높은 소결온도에서도 소결체의 조성을 정확히 조절하여야 하는 것이며, 이를 위하여 소결시 발생하는 PbO 휘발을 최대한 억제하여야 한다. 이를 위해 소결시 분위기조절법을 자주 사용한다. 그러나 소결분위기를 조절하여도 초기 PbO 양에 비하여 일반적으로 2-3%의 PbO 휘발이 있게 되며, 이때의 PbO 손실은 소결체에 조성의 변화를 가져오게되어 전기적특성에 영향을 미치는 가장 큰 원인이 된다. 본 연구에서는 PZT 세라믹스를 마이크로파 에너지를 이용하여 급속가열을 함으로서, 소결공정시간을 단축하였으며, 짧은 소결공정시간으로 인하여 PbO 의 휘발을 최대한 억제시키도록 하였다. 본 연구에서는 PZT 원료를 원판형 시편으로 제조하여 PbO 분위기의 조절 없이, Microwave Hybrid Heating 법을 사용하여, 200℃/min 의 급속가열을 행하여, 이로 인한 소결공정시간을 단축하였으며, 이에 따른 PbO 의 휘발을 최대한 억제하였다. 이때의 소결온도에 따른 소결특성의 변화를 관찰하였으며, 이의 전기적 특성과의 상관관계를 고찰함을 연구의 목적으로 하였다.

실험방법

본 연구에 사용된 분말은 조성이 $(\text{Pb}_{0.95}\text{Sr}_{0.05})(\text{Zr}_{0.53}\text{Ti}_{0.47})\text{O}_3+0.08\text{wt}\%\text{Nb}_2\text{O}_5$ 로서 압전부저용 soft PZT 소결체를 얻기 위하여 Sr 이 치환되었으며, Nb_2O_5 는 전기적 특성을 안정화시키는 목적으로 첨가되었다. 원료 분말을 원판형의 성형체로 제작하였으며, 성형체의 밀도는 60% 미만이었다. 소결은 가정용 전자렌지 (MR-400M, 금성사) 를 사용하였으며, 용량은 1 kW로 2.45GHz의 마이크로파를 발생시켰다. 시편의 위치는 cavity 의 중앙에 올려놓았다. 소결 실험시에는 저온용 내화벽돌위에, 다시 고온용의 고급 단열재를 올려놓고 그위에 SiC 기판을 깔고, 이위에 예열용의 지르코니아 (ZYZ-3, Zircar Product Inc.) 로 반응실을 만들어, 이 지르코니아와 SiC 기판을 고급 단열재로 다시 외부와 단열 시켰다. 시편의 온도측정은 전면 내화물에 있는 조그만 구멍을 통하여 광학온도측정계 (IR-630A, Minolta Camera, Ltd.) 로 시편표면의 온도를 측정하였으며, 이 구멍의 크기는 흑체복사열 측정 조건에 맞을 만큼 작았다.

결정상 분석을 위하여, X-선 회절분석을 행하였으며, 미세구조의 분석은 주사전자현미경을 사용하여 조사하였다. 전기적 특성을 측정하기 위하여, 소결체의 양면에 스크린인쇄법으로, 은전극을 바른 후 800℃에서 10분간 전극소결을 행하였다. 분극처리는 시편에 가해주는 정전압에 따른 영향을 제거하기 위하여, 2.5kV/mm의 정전압을 일정하게 가하여 분극처리하였다. 분극처리후에 나타나는 과도한 응답을 피하기 위하여 시편을 72시간 이상 대기중에 보

관한 후 전기적 특성을 측정하였다. 정전용량과 유전손실을 측정하였으며, 공진저항과 공진 주파수를 측정하여 비유전율, 기계적품질계수, 전기기계결합계수등을 구하였다.

결과 및 고찰

본 실험에서는 소결온도를 1050~1130°C로 설정하였고, 소결온도에서의 유지시간을 각각 0, 5, 10, 15분간 유지시켰다. PZT 세라믹스는 1000°C 이상의 온도에서 임계전이 온도를 가지고 있으며, 이 이상의 온도에서 시편의 자체발열을 통한 소결이 이루어 짐을 볼 수 있었다. 전체 가열공정은 20분 이내에 종료되었으며, 소결공정 시간의 단축으로 PbO 분위기 조절없이 최대의 소결밀도는 1075°C 10분, 1090°C 5분 소결한 시편에서 각각 7.72, 7.71g/cm³ 을 얻을 수 있었으며, 이때 시편의 무게감량은 각각 0.83, 1.02wt% 로 발생하였다. 소결체의 밀도는 소결온도가 증가할수록 최대밀도에 도달하는 시간이 점차 감소함을 나타내었다. 본 실험에서 소결한 시편의 전기적 특성을 조사한 결과, 소결특성이 우수한 경우 전기적 특성도 이에 비례하여 특성이 향상됨을 볼 수 있으며, 유전율, 기계적품질계수, 전기기계결합계수 등의 값이 각각 1900, 80, 0.53 으로 일반적인 전기로에 의한 소결과 비교하여, 특성이 크게 저하되지 않았다.(Fig. 1) 특히 기계적품질계수의 값은 1090°C 이상의 소결온도에서도 계속 증가하는 결과를 나타내었다. 마이크로파로 소결한 PZT 세라믹스가 통상적인 로를 사용해서 소결한 PZT 세라믹스와 비슷한 밀도와 전기적특성을 가진다는 매우 고무적인 일이라 여겨진다. 전체 공정이 불과 20분만에 이루어져 PbO 손실을 피할 수 있어서 다른 연구에서 사용한 PbO 분위기를 유지하기 위한 여러공정을 생략할 수 있었고, 공정시간 단축으로 인한 시간과 에너지를 절감할 수 있는 점등이 마이크로파 소결의 장점이라 사료된다.

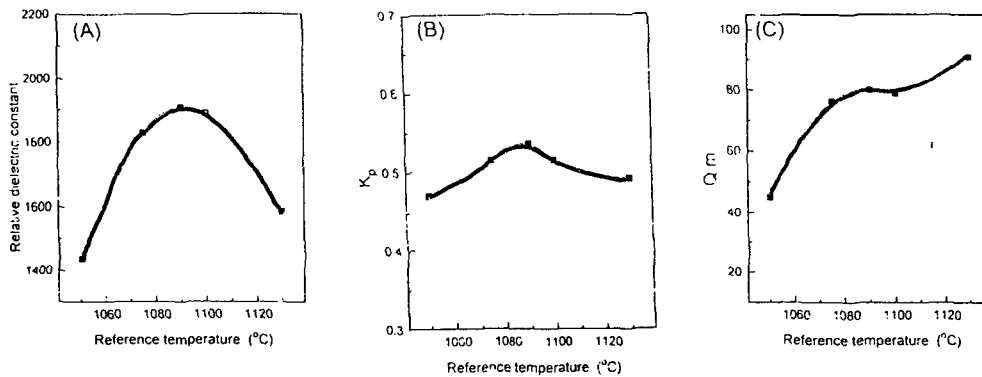


Fig. 1. Electrical properties of the microwavewave sintered specimen for 5minutes vs reference sintering temperature (A) Relative dielectric constant, (B) Electro-mechanical coupling factor, and (C) Mechanical quality factor