

소결온도에 따른 0.9MgTiO₃-0.1SrTiO₃
세라믹의 마이크로파 유전특성

Microwave Dielectric Properties 0.9MgTiO₃-0.1SrTiO₃
Ceramics with Sintering Temperature

최의선*, 이문기*, 박인길**, 류기원***, 이영희*

(Choi Eui-Sun, Lee Moon-Kee, Park In-Gil, Ryu Ki-Won, Lee Young-Hie)

Abstract

The (1-x)MgTiO₃-xSrTiO₃ (x=0,0.1) ceramics were prepared by the conventional mixed oxide method. The structural properties were investigated with sintering temperature and composition ratio by XRD, SEM and DT-TGA. Increasing the sintering temperature from 1300°C to 1600°C, second phase was decreased and grain size was increased. In the case of 0.9MgTiO₃-0.1SrTiO₃ ceramics sintered at 1300°C, dielectric constant, quality factor and temperature coefficient of resonant frequency were 22.61, 10,928(at 10GHz), +50.26ppm/°C, respectively.

Key word(중요어구) : MgTiO₃-SrTiO₃, structural properties(구조적 특성), sintering temperature(하소온도)
dielectric constant(유전상수), quality factor(품질계수)

1. 서론

최근 고도정보화 사회로 급속한 발전에 따라 정보 통신량과 수요의 폭발적 증가에 따라 마이크로파를 이용한 무선호출기, 휴대전화, 개인통신시스템, 위치추적 시스템 등 이동 및 위성통신 서비스의 발전이 전세계적으로 확산되어 이에 따른 무선시스템의 소자의 소형화 및 경량화와 마이크로파 대역에서 요구되는 재료의 개발 및 연구가 시급하다.¹⁾

마이크로파 유전체에 대한 연구는 BMT계를 중심으로 하는 복합 페로브스카이트 구조에 대한 많은 연구가 행하여졌다. 페로브스카이트계 화합물의 우수한 고용성에 의하여 다양한 유전율과 품질계수 특성을 갖는 재료들이 개발되었으나 저유전율(10~20)을 갖는 재료에 대한 연구는 매우 미약한 실정이다. 저유전율 재료로는 크게 Al₂O₃계와 MgTiO₃계로 나눌 수 있으며, MgTiO₃ 세라믹은 ilmenite 구조를 나타내어 기존의 페로브스카이트계를 고용하지 못하는 것으로 보고되어있다.²⁾

따라서 본 연구에서는 MgTiO₃ 세라믹에 SrTiO₃ 세라믹을 합성하여 소결온도에 따른 (1-x)MgTiO₃-xSrTiO₃ (x=0,0.1) 세라믹의 마이크로파 유전특성을 조사하였다.

* : 광운대학교 전자재료공학과

(서울 노원구 월계동 447-1, FAX:(02)-915-8084

E-mail: yhlee@daisy.kwangwoon.ac.kr)

** : 신성대 전자과

*** : 여주대 전자과

2. 실험

2.1 시편의 제조

본 연구에서는 $MgTiO_3$ 와 $SrTiO_3$ 의 고용체를 제조하기 위하여 시편의 조성을 $(1-x)MgTiO_3-xSrTiO_3$ ($x=0,0.1$)으로 선택한 후, 일반 소성법으로 시편을 제작하였다. 출발원료는 MgO , TiO_2 , $SrCO_3$ (순도 99.9% 이상)를 사용하여 혼합한 후, 아세톤을 분산매로 하여 지르코니아볼로 24시간 동안 혼합분쇄 하였다. 혼합분쇄한 $(1-x)MgTiO_3-xSrTiO_3$ ($x=0,0.1$)를 각각 100℃ 전기오븐에서 24시간 동안 건조한 후 각각 알루미늄나 도가니에 넣어 800~1000℃에서 2시간 동안 하소 하였다. 하소시 전기로의 온도상승율은 300℃/hr.로 하였다. 하소한 분말을 원통형 금형($\varphi=12.8mm$)에 넣고 1000kg/cm²의 압력을 가해 성형을 하였으며, 성형한 시료를 1300~1600℃에서 2시간 동안 소결하였다.

2.2 측정

혼합분쇄된 시료의 가열과정 중에서 발생하는 물리, 화학적 변화는 시차열분석(DTA) 및 열중량분석(TGA)을 통해 관찰하였다. 또한 소결온도 및 조성 변화에 따른 결정구조의 변화 및 고용체 형성과정을 관찰하고자 X-선 회절분석을 하였다. 전자현미경을 이용하여 결정립의 형태, 결정립계, 기공 등의 미세구조를 관찰하였다. 그리고 시편의 마이크로파 유전특성은 HP8720D Vector Analyzer를 이용하여 관찰하였다.

3. 결과 및 고찰

$(1-x)MgTiO_3-xSrTiO_3$ ($x=0,0.1$)의 적정 하소 조건을 결정하기 위하여 $MgTiO_3$ 의 경우 400~1000℃, $0.9MgTiO_3-0.1SrTiO_3$ 는 800~1000℃까지 100℃간격으로 변화시켜 2시간 동안 하소한 후 X-선 회절분석을 하였다. 그림 1과 2는 하소한 $MgTiO_3$ 와 $0.9MgTiO_3-0.1SrTiO_3$ 분말의 X-선 회절분석결과이다. $MgTiO_3$ 의 경우, 700℃이하의 하소온도에서는 미반응한 MgO 와 TiO_2 가 발견되었다. $0.9MgTiO_3-0.1SrTiO_3$ 의 경우 800℃의 하소온도에서는 미반응한 $SrCO_3$ 와 이차상인 $MgTi_2O_5$ 가 관찰되었으며, 온

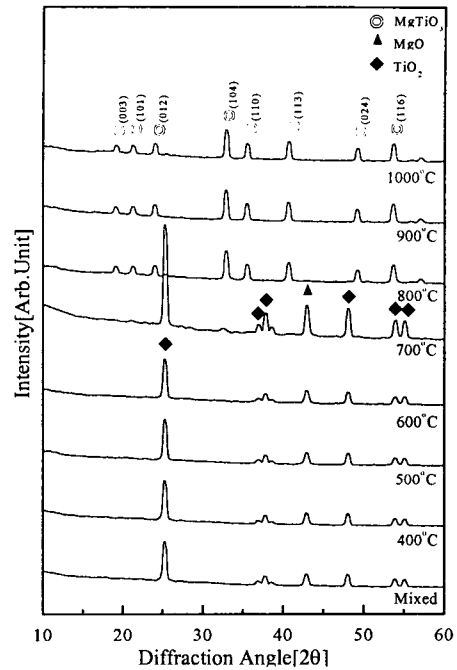


그림 1. 하소온도를 변화시킨 $MgTiO_3$ 분말의 X-선 회절모양

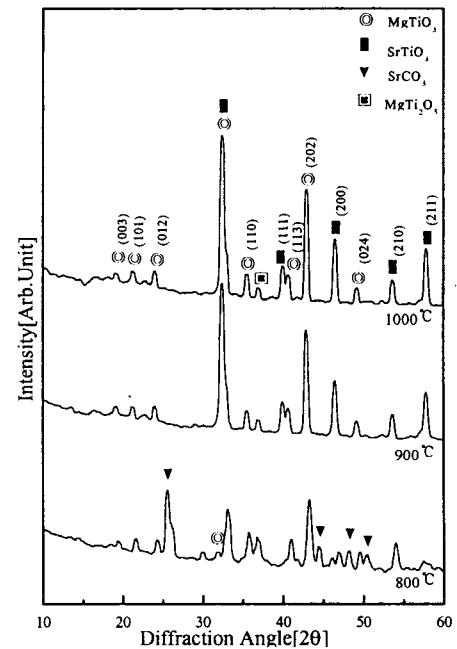


그림 2. 하소온도를 변화시킨 $0.9MgTiO_3-0.1SrTiO_3$ 분말의 X-선 회절모양

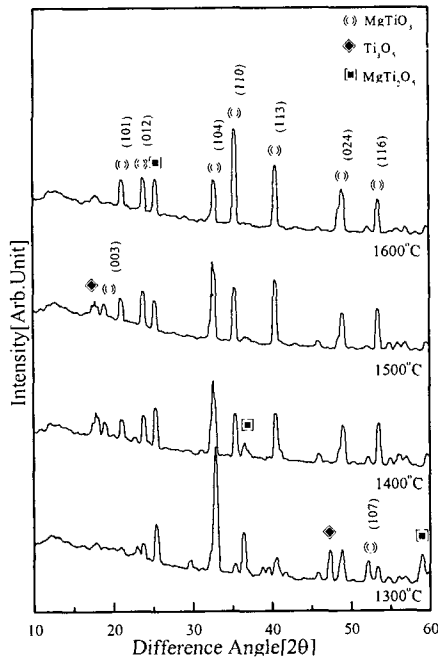


그림 3. 소결온도를 변화시킨 MgTiO₃ 시편의 X-선 회절모양

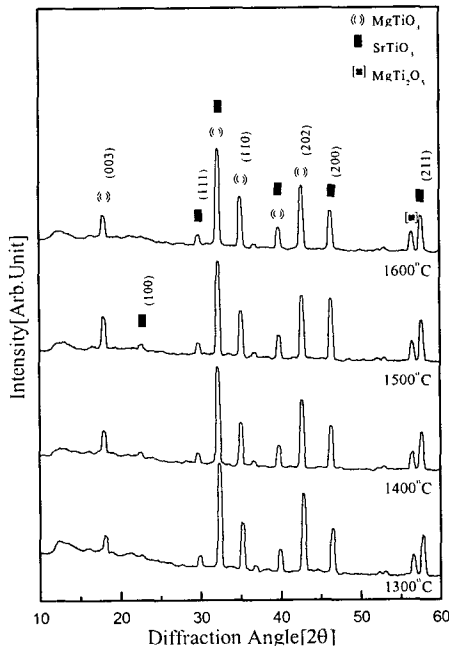
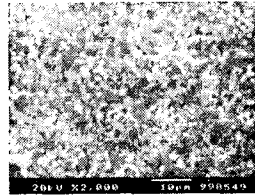
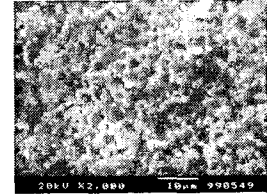


그림 4. 소결온도를 변화시킨 0.9MgTiO₃-0.1SrTiO₃ 시편의 X-선 회절모양

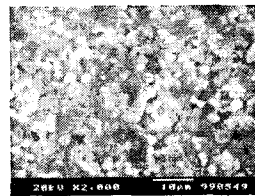
도 증가에 따라 미반응상 및 이차상이 감소하였다. 1000°C에서 미반응상 및 이차상이 발견되지 않아 적정 하소온도로 결정하였다. 그림 3과 4는 소결온도에 따른 MgTiO₃와 0.9MgTiO₃-0.1SrTiO₃ 세라믹의 X-선 회절분석결과이다. 소결온도의 증가에 따라 전 조성에서 이차상 및 중간상의 회절강도는 감소하였다. 그림 4에서 32.8° 부근의 MgTiO₃ (104)면, 32.4° 부근의 SrTiO₃ (110)면과 40.65° 부근의 MgTiO₃ (113)면, 39.95° SrTiO₃ (111)면은 하나의 피크로 합쳐져 구분이 불가능하였다. 이런 결과는 a축 5.058Å(c축 5.139Å)인 육방정의 MgTiO₃와 a축이 3.908Å인 입방정의 SrTiO₃와의 고용에 의한 결과는 아니며, 두 상의 공존에 의한 것으로 사료된다.⁽³⁾⁽⁴⁾



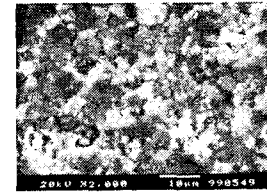
(a)1300°C



(b)1400°C



(c)1500°C



(d)1600°C

그림 5. 소결온도에 따른 0.9MgTiO₃-0.1SrTiO₃ 세라믹의 미세구조 특성

그림 5는 0.9MgTiO₃-0.1SrTiO₃ 시편의 소결온도에 따른 시편의 결정립의 형태로서 소결체의 표면을 주사전자현미경으로 관찰한 결과이다. 소결온도의 증가에 따라 결정립이 성장하였으며, 1500°C 이상에서는 과잉소결에 의한 결정립 파괴와 기공의 형성이 관찰되었다. 특히 1600°C에서 소결한 0.9MgTiO₃-0.1SrTiO₃ 시편의 경우 낮은 소결온도를 갖는 SrTiO₃에 의하여 시편의 형태가 손상되었다.

표 1. 조성 및 소결온도 변화에 따른 (1-x)MgTiO₃-xSrTiO₃ 시편의 공진특성

Composition(x)	Sintering Temp.[°C]	f_r [GHz]	$Q \times f_r$	TCRF τ_f [ppm/°C]
0	1300	7.72	41,069	-51.06
	1400	7.66	45,642	
	1500	7.87	42,498	
	1600	8.39	37,942	
0.1	1300	6.93	10,928	+50.26
	1400	6.26	7,522	
	1500	7.12	9,861	

표 1은 소결온도에 따른 (1-x)MgTiO₃-xSrTiO₃ (x=0, 0.1) 세라믹의 공진특성을 나타낸 것이다. 1400°C에서 MgTiO₃의 시편의 경우 유전상수, 품질계수 및 공진주파수의 온도계수는 각각 16.45, 45,642(at 1GHz), -51.06ppm/°C의 특성을 나타내었으며, 0.9MgTiO₃-0.1SrTiO₃의 경우 SrTiO₃의 높은 유전율(205)에 따라 유전상수는 증가하였으며, 공진주파수의 온도계수도 증가하였다.⁽⁵⁾ 1300°C에서 소결한 0.9MgTiO₃-0.1SrTiO₃의 시편의 경우 유전상수, 품질계수 및 공진주파수의 온도계수는 각각 22.61, 10,928(at 1GHz), +50.26ppm/°C의 특성이 관찰되었다.

4. 결 론

본 연구에서는 MgTiO₃와 SrTiO₃ 세라믹을 합성하여 하소온도에 따른 (1-x)MgTiO₃-xSrTiO₃(x=0,0.1) 세라믹의 마이크로파 유전특성 조사하여 다음과 같은 결론을 얻었다

1. MgTiO₃는 하소온도 및 소결온도의 증가에 따라 미반응 물질 및 이차상이 감소하였으며, 육방정의 MgTiO₃와 입방정의 SrTiO₃는 서로 공존하였다.
2. 소결온도의 증가에 따라 결정립의 크기는 증가되었으나, 1500°C 이상의 소결온도에서는 과잉소결에 의한 결정립의 파괴 및 기공의 형성이 관찰되었다.
3. 1300°C에서 0.9MgTiO₃-0.1SrTiO₃의 시편의 경우 유전상수, 품질계수 및 공진주파수의 온도계수는 각

각 22.61, 10,928(at 1GHz), +50.26ppm/°C의 특성이 관찰되었다.

본 실험결과를 토대로 MgTiO₃-SrTiO₃ 세라믹의 품질계수특성의 향상과 공진주파수의 온도계수를 '0'으로 하기위한 연구가 계속 이루어져야 할 것이다.

참 고 문 헌

1. N.Ida, "Microwave NDT", Kluwer Academic Publishers, (1990)
2. Y.Kawada and M. Fujimoto, Jpn. J. Appl. Phys. 29, L126 (1990)
3. S.L. Cuffini, V. A. Macagno, R.E. Carbonio, A.Melo, E. Trollund, and J.L. Gautier, J. Solid State Chem. 105, 161 (1993)
4. M. Ceh, D. Kolar and L. Gojie, J. Solid State Chem. 68, 68(1987)
5. Jpn. J. Appl. Phys. Vol.37(1998) pp.5625-5629

감사의 글

본 연구는 한국 학술진흥재단의 자유공모과제 연구비 지원에 의해 수행되었으며 이에 감사드립니다. (1998-001-E00553)