

B₂O₃ 첨가에 의한 PCW-PNN-PZT 세라믹스의 소결특성에 관한 연구

신혜경, 정보람, 배선기
인천대학교

A Study on the Sintering Properties of PCW-PNN-PZT Ceramics with B₂O₃

Shin Hyea-Kyoung, Jung Bo-Ram, Bae Seon-Gi
University of Incheon

Abstract : In this thesis, the sintering properties and piezoelectric properties of $Pb[(Co_{0.5}W_{0.5})_{0.03}(Ni_{1/3}Nb_{2/3})_{0.07}(Zr_{0.52}Ti_{0.48})_{0.9}]O_3+0.5[wt\%]MnO_2$ ceramics has been systematically investigated as a function of the sintering temperature after manufacturing the specimens with a general method. The lattice constant from the analysis of crystal structure showed that the pychlore structure was decreased with the increase of the sintering temperature. Density was decreased by increasing B₂O₃. TCFr was showed its minimum variation rate of 0.35~0.52[%] in the sintered temperature 950[°C], B₂O₃ 3[wt%]. The electromechanical coupling coefficient (Kp) showed its maximum of 31.116[%] in the sintered temperature 1050[°C], and its minimum of 20.220[%] in the sintered temperture 1150[°C].

Key Words : sintering temperature, TCFr

1. 서론

고도 정보 사회의 발달과 함께 미래 핵심 기술로 전자, 환경, 생명, 에너지 분야의 연구개발이 급속도로 진전되고 있다. 특히 정밀 부품과 첨단재료에 대한 기술개발은 국가산업과 경제 발전에 기반으로 주목받고 있다. 기술 및 제도적 환경에서 압전 세라믹스의 중요성을 인식하고, 관련 기술을 연구개발을 지원하기 위해 압전 세라믹스의 기술과 특성을 살펴본다.

본 연구에서는 높은 압전 이방성을 보인 고순도의 시료를 산화물 혼합법으로 $Pb[(Co_{0.5}W_{0.5})_{0.03}(Ni_{1/3}Nb_{2/3})_{0.07}(Zr_{0.52}Ti_{0.48})_{0.9}]O_3+0.5[wt\%]MnO_2$ 기본조성에 B₂O₃ 0[wt%], 1[wt%], 3[wt%]를 각각 첨가하여 소결온도 950[°C], 1000[°C], 1050[°C], 1100[°C], 1150[°C]로 변화시켜 시편을 제작하였다. 제작된 시편에 대하여 XRD에 의한 결정구조를 분석하였으며, 소결온도에 따른 압전적 특성을 고찰하여 실용화 소자로서의 활용 가능성에 대하여 연구하고자 하였다.

2. 본론

$Pb[(Co_{0.5}W_{0.5})_{0.03}(Ni_{1/3}Nb_{2/3})_{0.07}(Zr_{0.52}Ti_{0.48})_{0.9}]O_3+0.5[wt\%] MnO_2$ 기본 조성에 B₂O₃ 0[wt%], 1[wt%], 3[wt%]를 각각 첨가한 세라믹스를 소결온도 950[°C], 1000[°C], 1050[°C], 1100[°C], 1150[°C]에서 각각 소결한 후 시편의 격자상수와 결정구조의 변화를 조사하기 위하여 X선 회절(XRD)을 이용하여 분석하였다. 소결온도에 따른 X선 회절분석 결과 표 1과 그림 1은 PCW-PNN-PZT+0.5[wt%]MnO₂계 세라믹스의 결정구조와 XRD 패턴을 나타낸 것이다. B₂O₃ 첨가량이 증가함에 따라 28°와 32° 부근의 pyrochlore사이 감소하며 이

표 1 PCW-PNN-PZT+0.5[wt%]MnO₂계 세라믹스의 결정구조(소결온도 950°C)

NO	B ₂ O ₃ [wt%]	Lattice Constant			Cell Volume [Å ³]	Crystal Structure
		a[Å]	a[°]	c[Å]		
1	0	4.086379	90.20303		68.23508	Rhombo
2	1	4.090786	90.25002		68.45544	Rhombo
3	3	4.032215	4.122552		67.02759	Tetra

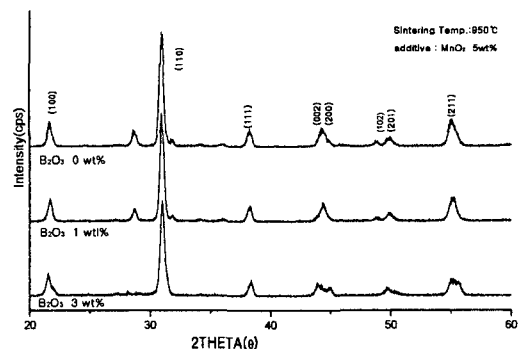


그림 1 PCW-PNN-PZT+0.5[wt%]MnO₂ 조성의 XRD pattern (소결온도 950°C)

는 B₂O₃-MnO₂상이 혼합상을 형성하여 시편의 소결촉진, 액상소결 등을 촉진시켰기 때문으로 사료된다. 그림 2는 B₂O₃ 첨가에 따른 시편의 소결밀도를 나타낸 것이다. B₂O₃ 첨가량이 0[wt%]에서는 소결온도가 증가함에 따라 밀도는 점차 증가하고, 1[wt%], 3[wt%]에서는 소결온도가 증가할수록 밀도가 감소하는 현상이 나타나 소결온

도가 증가할수록 과잉첨가에 의한 미반응액상이 입계에 편석되어 치밀화를 억제한 것으로 사료된다.

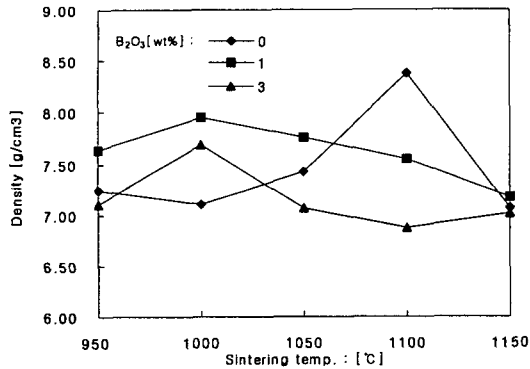


그림 2 PCW-PNN-PZT+0.5[wt%]MnO₂계 세라믹스의 소결온도에 따른 밀도

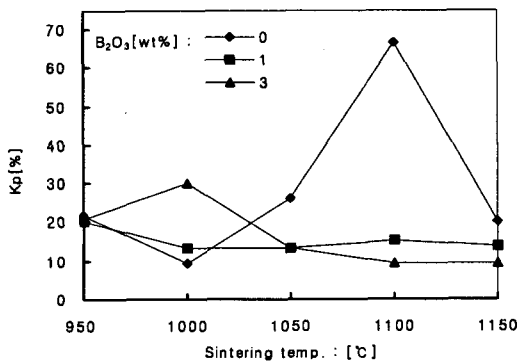


그림 3 PCW-PNN-PZT+0.5[wt%]MnO₂계 세라믹스의 소결온도에 따른 전기기계결합계수(Kp)

그림 3은 PCW-PNN-PZT+ 0.5[wt%]MnO₂계 세라믹스의 소결온도에 따른 전기기계 결합계수(Kp)를 나타낸 것이다. 전기기계 결합계수는 B₂O₃첨가량 0[wt%], 소결온도 1100 [°C]일 때 66.720[%]로 최대값을 나타내었고, B₂O₃첨가량 3[wt%], 소결온도 1150[°C]인 경우 9.290[%]의 최소값을 나타내었다. 전반적으로 1000[°C]에서는 첨가량에 따라 Kp가 점차 증가하는 반면, 1050[°C]이상에서는 첨가량이 증가함에 따라 점차 감소하였다.

그림 4는 PCW-PNN-PZT+0.5[wt%]MnO₂계 세라믹스의 소결온도 950[°C]에서의 공진 주파수의 온도 계수인 TCFr을 나타낸 것이다. B₂O₃를 3[wt%] 첨가하였을 경우 TCFr이 0.35[%] ~ -0.52[%]으로 변화폭이 B₂O₃를 첨가하지 않았을 때보다 온도특성이 향상되어 공진 주파수에 온도 안정성이 가장 좋은 것으로 나타났다.

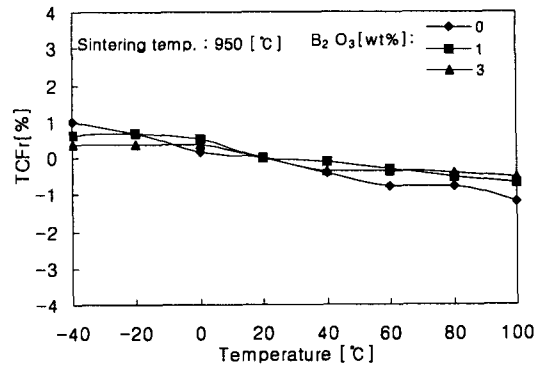


그림 4 PCW-PNN-PZT + 0.5Wt% MnO₂ 시편의 온도변화에 따른 TCFr(소결온도 950°C)

3. 결론

본 연구에서는 0.03PCW-0.07PNN-0.9PZT계 세라믹을 일반 소성법으로 시편을 제작한 후 소결온도에 따른 미세구조와 압전 및 유전특성을 측정하고 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 결정구조 분석에서 XRD pattern은 B₂O₃의 첨가량이 증가함에 따라 각 소결온도에서 28°와 32° 부근의 pyrochlore 사이 감소하였다.
2. 밀도는 B₂O₃ 첨가량이 0[wt%]에서는 소결온도가 증가함에 따라 점차 증가하고, 1[wt%], 3[wt%]에서는 소결온도가 증가할수록 밀도가 감소하는 현상이 나타나 소결온도가 증가할수록 과잉첨가에 의한 미반응액상이 입계에 편석되어 치밀화를 억제한 것으로 사료된다.
3. Kp는 B₂O₃첨가량 0[wt%], 소결온도 1100[°C]일 때 66.720[%]로 최대값을 나타내었고, B₂O₃첨가량 3[wt%], 소결온도 1150[°C]인 경우 9.290[%]의 최소값을 나타내었다.
4. TCFr은 소결온도 950[°C]에서 B₂O₃를 3[wt%] 첨가한 경우 0.35[%] ~ -0.52[%]으로 변화폭이 B₂O₃를 첨가하지 않았을 때보다 온도특성이 향상되었다.

참고 문헌

- [1] H. Kusunaga, H. Kakehashi, H. Ogasawara and Y.ohta, "Effect of Dimension on characteristics of Rosen-type Piezoelectric Transformer", IEEE proc, p. 1504 ~ 1510, 1998.
- [2] B. Jaffe, W. G' cook and H. Jaffe, "Piezoelectric ceramics", Academic press London, p. 115, 1971.
- [3] 배선기, "Pb(Zn_{1/3}Nb_{2/3})O₃-BaTiO₃-PbTiO₃ 세라믹의 유전 및 압전 특성에 관한 연구", 박사학위 논문, 광운대, 1988.
- [4] 노시윤, "Pb(Ni_{1/3}Nb_{2/3})O₃-PbZrO₃-PbTiO₃계 세라믹스의 미세구조, 압전특성 및 첨가제에 따른 영향". 석사학위 논문, 고려대, 2002.