

## 전자 세라믹 분체의 특성 평가 방법

기술해설 2

### Test Method of Powder Properties for Electronic Ceramics

엄 우식, 이 인식

Woo-Sik Um, In-Shik Lee

**Key words (중요 용어):** Powder property(분체 특성), Electronic ceramics(전자세라믹스)

Particle size distribution(입도 분포), Chemical analysis(화학 분석)

#### 1. 서 론

전자 세라믹, 자성 재료, 전극, 센서, 형광체등 여러 전자 재료 산업 분야에서 분체의 이용이 점차 증가되는 현 추세에서, 분체의 물리적 화학적 특성이 공정, 미세구조와 제품의 최종물성에 크게 영향을 미치기 때문에, 분체 특성 평가가 상당히 주요한 분야로 부상이 되고 있다. 특히, 첨단 기술 분야에서는 대량생산의 적절한 조절을 위해서는 분체 특성의 상세한 정보가 필요하다. 그러나, 분체의 특성 평가는 입자들의 복잡한 형상, 입자 크기의 분포, 입자와 입자간의 조성의 변화, 그리고 복합상동의 원인으로 복잡한 양상을 나타낸다.

그러나, 이와 같은 중요성에도 불구하고 국내 분체특성 평가 분야의 기술 축적이 빈약해, 수입 재료의 정확한 품질 확인 및 국산 재료의 불신으로 재료 산업의 저변 조성에 어려움을 겪고 있는 실정이다. 따라서 본 논문에서는 분체 평가 연구의 국제적 동향과 분체의 특성 평가(표 1)<sup>1</sup>에 있어서 중요한 항목들에 대하여 서술하여, 분체 평가 기술에 대한 관심 고조와 이 평가 기술이 필요한 분야에서 도움이 되고자 한다.

분체평가에 관한 국제 동향을 간략히 살펴보면, 국제 협력은 국제 표준화 기구인 ISO에서는 94년도에 TC 206을 발족시키면서, 국제 공동 표준화 연구를 시작했다. 이 ISO/TC 206에는 8국의 P-회원 (Participant) 와 23국의 O-회원(Observer)이 참여를 하고 있고, 한국은 P-회원에 가입이 되어 있다.

일본과 미국등 선진국들에서의 파인 세라믹스 분체의 표준화 작업에 대하여 간략히 소개를 하면, 우선 일본에서는 파인 세라믹스는 전자 세라믹 물질의 특성 평가 방법과 표준화에 초점을 맞추고 있다.<sup>2</sup> 분체와 관련되어서는 MITI (Minister of International Trade and Industry)의 후원 아-

래, JFCA-EC3 (powder, process and chemical characteristics part)와 JFCC (Japan Fine Ceramic Center)등이 연계하여 단·중·장기 항목으로 나누어 표준화 업무를 수행하고 있다. 미국의 경우 ASTM의 소위원회로 C28.05가 구성되어 분체에 대한 표준화 작업을 수행하고 있다.<sup>3,4</sup>

#### 표 1. 분체의 특성 평가

Table 1. Characteristic of powders.

<b>Physical</b>
Grains (primary particles)
Size and shape
Agglomerates (secondary particles)
Size and shape
Porosity
Amount
Size
Shape
Particle contact
Coordination
Strength
Density
Specific surface area
Permeability
Compatibility
Flowability
<b>Chemical</b>
Bulk composition
Major elements (1 to 100%)
Minor elements (10 ppm to 1%)
Trace elements (<10 ppm)
Inorganic species
Organic species
Water and other volatiles
Phases
Crystallinity
Amorphous
Surface composition
Major elements
Minor elements
Trace elements
Inorganic species
Organic species
Water
Phases

## 2. 본 론

### 2.1. 분체의 물리적 특성 평가

#### 입자형태 (Powder Shape)

대부분의 입자형의 평가는 광학 또는 전자현미경 (SEM, TEM)을 통하여 수행이 된다. 이때 얻어지는 형상을 종류에 따라 ISO 3252, BS 2955에서 정의하고 있다.<sup>5</sup> 또한, 비데오 검출기등으로 형상을 기록한 후 정교한 소프트웨어를 이용, shape factor의 변수를 유도, 편집, 통계적 분석을 수행할 수 있다. 2차원 상에 의해 오차가 유발될 수 있는 문제점을 해결하기 위해, Beddow등은 Luerkens 식을 제안하였다.<sup>1</sup> 그림 1에서는 전자현미경을 이용한 일차 입자와 granule의 내·외부 형태를 관찰한 예를 나타내었다.<sup>6</sup>

그리고, 균일분산법으로 분산된 상이 얻어질 경우 분체의 입자 지름 분포를 얻을 수 있으며, 입자 크기의 판정법으로는 다음과 같이 4가지로 구별할 수 있다.<sup>5,7</sup>

- ① 정방향 접선경 (Feret 경), ② 정방향 최대경 (Krummben 경), ③ 정방향 면적등분경 (Martin 경), ④ 투영면적원 상당경 (Heywood 경)

#### 입도 분포 (Particle Size Distribution)

입도 분포를 측정하기 위해서는 표 2와 같은 절차로 분체를 준비를 해야 한다.<sup>1</sup>

우선 시편 채취에 대하여 언급하면, 전체 분체에서 채취하는 확률적 (Probabilistic) 방법과 임의적으로 채취하는 비확률적 (Non-Probabilistic) 방법이 있는데, 전자가 더욱 정확한 방법으로, Riffler등을 이용해서 수행을 할 수 있다.<sup>8</sup> 입도 분포 측정시 생기는 오차를 보면, 그림 2와 같이 나타낼 수 있는데, 시편 채취에서 발생되는 오차는 입자 크기가 증가할 수록 점점 증가가 됨을 알 수 있다.<sup>1,8</sup>

그림 2으로 부터 크기가 작은 분체 일수록, 가장 크게 오차를 유발할 수 있는 항목이 분산 (dispersion)이라는 것을 알 수 있다. 그러므로, 입도 분포 측정을 위한 전 처리 과정으로서 분산이 가장 중요하다. 즉, 입도 분포를 정확히 해주기 위해서는 분산 상태가 양호해야 하며, 이를 위해서 분산제 (dispersant)를 첨가한다.<sup>9</sup> 분체간에 작용하는 힘으로는 인력으로 작용하는 van der Waals 힘과 척력으로 작용하는 electrical double layer force와 steric force가 있다. 첨가되는 분산제는 electrical double layer force 또는 steric force를

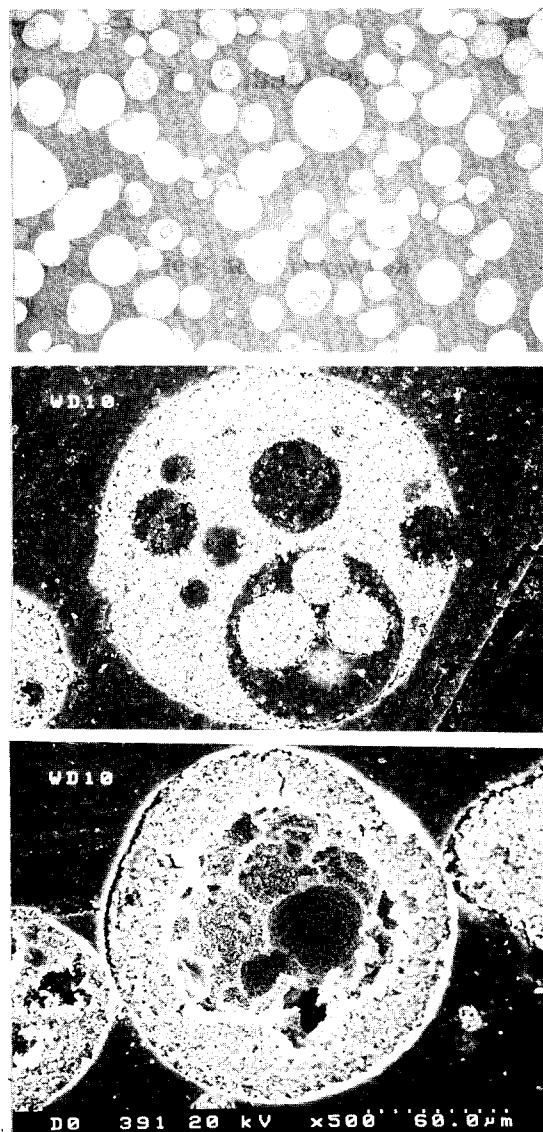


그림 1. BaTiO<sub>3</sub> 스프레이 건조 분말의 표면 및 내부 전자현미경 관찰

Fig. 1. SEM photographs of BaTiO<sub>3</sub> spray dried powders and their cross-sections.

증가시켜, 분산을 용이하게 해준다. 선택된 분산제는 완전히 wetting이 되어야 하며, 분산은 완전한 deagglomeration과 안정한 혼탁액을 형성해야 한다.

또한, 분산의 효과를 더욱 증가시키기 위해 초음파 처리를 필수적으로 행하여 주는데 이 조작은 상당히 큰 효과를 준다. 이와 같은 경우, 분산제의 종류와 농도, 그리고, 초음파 파워와 시간 또한

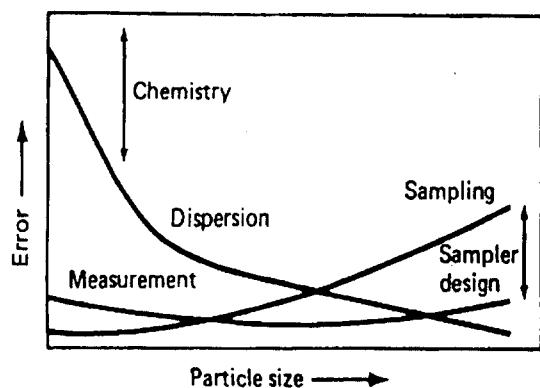


그림 2. 입도 분포 측정에 관계된 오차 분포  
Fig. 2. Dispersion error related to particle size.

측정되는 결과에 영향을 미치게 된다. 예로서 분산제의 종류와 농도, 초음파 처리 시간에 대한 결과를 그림 3과 4에 나타내었다.<sup>10</sup>

입도 분포를 측정하는 방법은 표 3과 같이 여러 방법들이 있다. 이들 중 몇 가지 방법에 대하여 간단히 언급을 하면, 다음과 같다. 우선 전기적 검지 방법으로 Coulter 법칙을 기초로 전해질에 분산되어 있는 분말이 다른 쪽에 전극이 잠겨 있는 조그만 구멍을 통해 지날 때 저항의 변화를 감지해 입

표 2. 입도 분포 측정을 위한 절차

Table 2. Procedure for particle size distribution measurement.

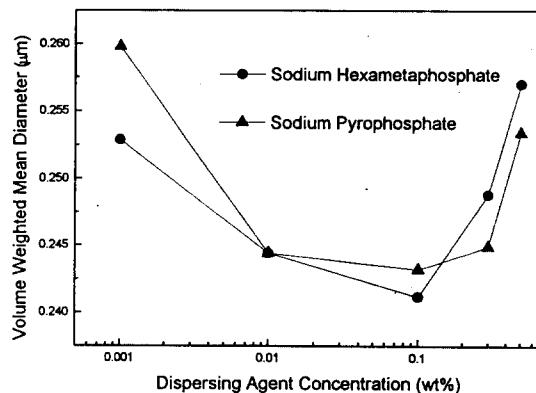
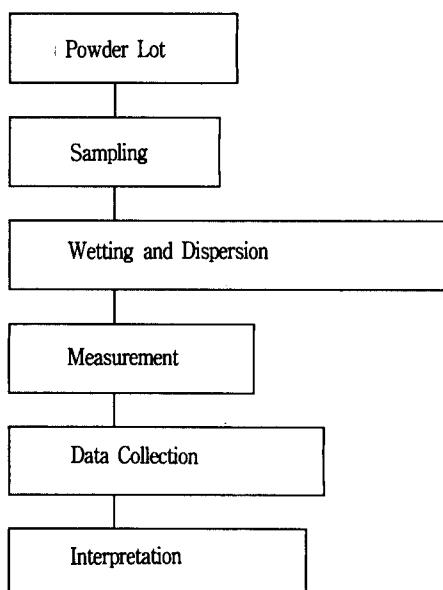


그림 3. 분산제 농도 변화에 따른  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 의 평균 입경 변화  
Fig. 3. Mean particle size of  $\text{Al}_2\text{O}_3$  varying with concentration of dispersing agent.

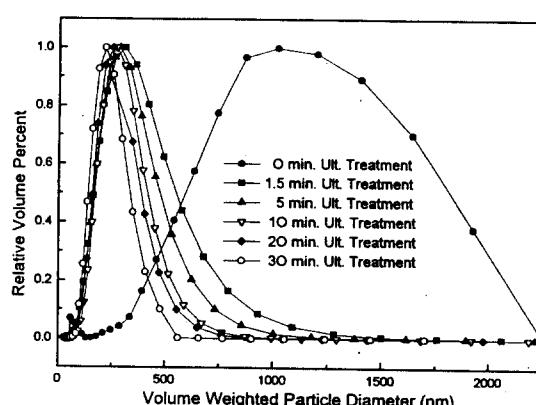


그림 4. 초음파 조건에 따른  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 의 입도 분포 변화  
Fig. 4. Particle size distribution of  $\text{Al}_2\text{O}_3$  varying with ultrasonic condition.

자의 수와 크기를 결정하는 방법이다. 이 방법의 장점은 분체 밀도와 여러 분체 혼합물도 측정 가능하다는 점에 있다.<sup>1</sup>

레이저 산란 방법은 입자빔이 입자군을 지날 때, 회절과 산란을 일으키게 된다. 검출기를 통해 얻어지는 회절 패턴은 입도 분포를 나타내는 흑백의 원으로 나타나고, 이 패턴을 Fraunhofer와 Mie 산란을 이용하여 입도 분포를 계산한다. X선 침강법은 각각 입자가 중력 침강하는 속도를 측정하여, ①식과 같은 Stokes' 식을 이용하여, 입도 분포를 계산한다.<sup>1</sup>

표 3. 입도 분포 측정 방법과 측정 영역

Table 3. Methods of particle size analysis and normal size range.

Method	Nominal particle size		Measurement diameter
	$\mu\text{m}$		
<b>Sieving</b>			
Dry	>10		Geometrical
Wet	>2		
<b>Field scanning</b>			
Optical microscopy	0.5~1000		Image
Electron microscopy	0.01~10		
<b>Stream scanning</b>			
Resistivity	0.05~500		Dynamic/Stokes
Optical	1~500		
Ultrasonic attenuation	100~1000		
Column hydrodynamic chromatography	0.1~1.0		
Sedimentation field flow fractionation	0.01~1.0		
Laser Doppler velocimetry	0.01~3.0		
<b>Gravity sedimentation</b>			
Pipette	1~100		Stokes
Photoextinction	0.5~100		
X-ray absorption	0.1~130		
<b>Centrifugal sedimentation</b>			
Photoextinction	0.05~100		Dynamic/Stokes
Mass accumulation	0.05~25		
X-ray absorption	0.1~5		
<b>Other</b>			
Gas absorption	0.005~50		Equivalent spherical
Mercury intrusion	0.01~200		
Gas permeability	0.1~40		
Cascade impaction	0.05~30		
Brownian motion	0.01~3		Geometrical

$$Ust = \frac{(\rho_s - \rho_f) \cdot g \cdot D^2}{18\eta} \quad (1)$$

Ust --- settling velocity

D --- particle diameter

 $\rho_s, \rho_f$  --- solid & fluid density $\eta$  --- viscosity

## 비표면적 (Specific Surface Area)

비표면적은 분체의 특성을 평가하는 중요한 항목 중의 하나이다. 이 비표면적 값을 측정함으로써, 입자들의 형태와 표면 상태(그림 5), 그리고 입도 측정기로 검출 못하는 미세한 (submicron) 분말의 양을 알 수 있다. 또한, 비표면적 값은 여러 요구되는 표면 개질 첨가제 (surface modifying process aid, 즉 결합제, 윤활제등)의 양을 결정하

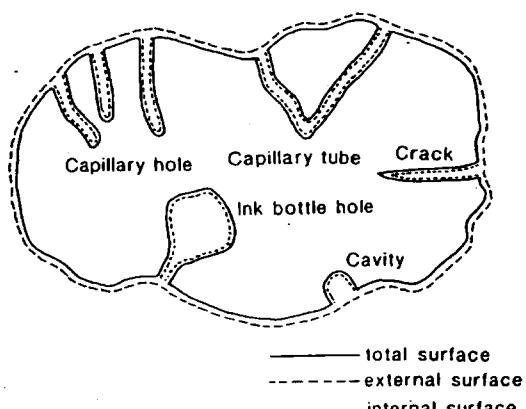


그림 5. 입자의 표면

Fig. 5. Particle surface.

기도 하고, 성형체의 결합 상태를 평가하는데 이용된다.<sup>11,12</sup>

기체 흡착법을 이용한 표면적 측정은 고체 시편의 표면과 기공에서의 기체(대개는 질소, 아르곤, 크립톤)의 물리 흡착(physisorption or physical adsorption)과 탈착(desorption)에 의하여 측정이 된다. 이러한 관계를 나타내는 것은 isotherm이라고, BDDT(Brunauer, Deming, Deming, and Teller)의 5가지 대표적인 isotherm으로 나눌 수 있다.<sup>12</sup>

비표면적(Specific Surface Area: the ratio of the total surface area and the mass of powder)을 계산하는 일반적인 두 가지 방법은 기체 흡착의 BET 이론을 이용하는 방법과 기체 투과(permeametry)를 수행하는 방법이 있다. 본 논문에서는 질소 흡착의 BET 이론에 대하여 언급하겠다.<sup>1</sup>

Brunauer-Emmett-Teller(BET) 방법은 고체 물질의 면적을 결정하기 위해 가장 널리 쓰이고 ② 식과 같은 BET 식을 이용한다.<sup>14</sup>

$$\frac{1}{W \cdot [ (P_0/P) - 1 ]} = \frac{1}{W_m \cdot C} + \frac{C-1}{W_m \cdot C} \cdot \left( \frac{P}{P_0} \right) \quad (2)$$

$W \rightarrow$  Weight of gas adsorbed at a relative pressure  $P/P_0$

$W_m \rightarrow$  Weight of gas adsorbed at surface monolayer

$C \rightarrow$  BET constant

위 변수중 BET 상수는 첫 번째 흡착층의 흡착에너지지를 나타내고, 이는 즉 흡착제와 피흡착제의 반응 관계를 나타내는 척도가 된다. 질소 흡착을 이용하는 Multipoint BET 방법에서는 흡착 isotherm의 직선 영역에 한정하게 되는데, 대개는  $P/P_0$ 의 영역은 0.05에서 0.35의 범위가 된다. 이 영역에서 위 BET 식을 이용하여  $1/W \cdot [ (P_0/P) - 1 ]$  와  $P/P_0$ 의 직선 영역을 얻으며,  $W_m$ 은 기울기( $S$ )와 절편( $i$ )으로부터 구하게 된다. 표면적( $St$ )과 비표면적(specific surface area)은 ③ 식으로 구하게 된다.

$$St = W_m \cdot N \cdot Acs / M \quad (3)$$

$N$  - Avogadro's Number,

$M$  - Molecular Weight of  $N_2$

$Acs$  - cross section area of  $N_2$

$$\text{Specific Surface Area} = St/W \quad (4)$$

Single point BET 방법인 경우는  $N_2$ 를 흡착 가스로 사용하는 경우 대개는 BET C 값은 상당히 커 BET 식의 절편은 영이라고 가정하고, 하나의 상대 압력(대개  $P/P_0=0.3$ )에서 흡착된 질소의 양의 측정에 의하여, 전체 표면적은 ⑤ 식과 같이 얻을 수 있다.

$$St = P \cdot N \cdot V \cdot Acs \cdot (1 - P/P_0) / RT \quad (5)$$

비표면적 측정시, 측정값은 여러 가지 변수에 의해 변화될 수 있다<sup>b,1</sup> 시편 cell 내의 분체의 무게를 변화시키면서, 측정되는 비표면적값의 변화를 관찰한 결과를 그림 6에 나타내었다. 분말의 무게가 증가될수록 multi-point 비표면적의 값은 감소되는 경향을 보이고 있고, 시편 cell 내에 유리봉이 있는 경우보다는 없는 경우가 비표면적값이 큰 경향을 보이고 있다. 이와 같은 경향은 cell내의 void 부피에서 기인한다.

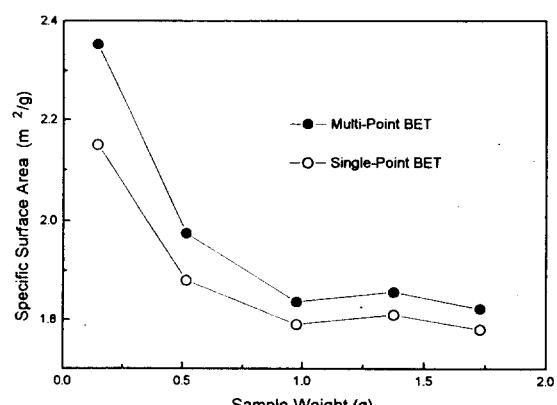


그림 6. BaTiO<sub>3</sub>분말에서 6mm셀을 사용하여 측정한 single과 multi-point BET값의 비교

Fig. 6. Comparison multi-point BET specific surface with single-point BET specific surface area in BaTiO<sub>3</sub> powder using 6mm cell.

Degassing 조건도 측정된 비표면적 값에 크게 영향을 미치게 된다. 이러한 degassing을 원활히

수행하기 위해서는 진공과 분체를 가열하는 방식을 동시에 수행해야 한다. Degassing 전후의 무게에 따른 측정되는 비표면적의 변화는 그림 7에서와 같이 관찰할 수 있다. 또한, 그림 7에서 multi-point & single-point BET 값의 차이가 나타나는데, BET C 상수가 증가할수록 두 비표면적 값의 차이는 감소가 된다고 보고 되고 있다. 다른 변수로는, 가스의 순도, 액체 질소의 순도, 가스를 이동시키는 판, 시편 채취 문제등 여러 부수 조건들에 의해 평가되는 비표면적 값이 변환될 수 있다.

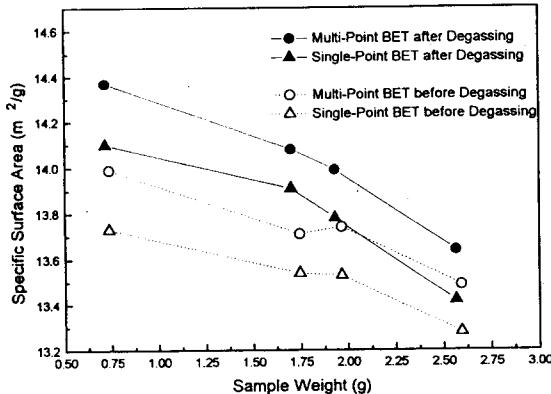


그림 7.  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 계에서 degassing 전후의 무게 변화에 따른 BET 비표면적 값의 변화

Fig. 7. BET specific surface area with varying weight of  $\text{Al}_2\text{O}_3$  powder before and after degassing.

### 분체의 밀도 (Powder Density)

이론 밀도는 각 결정 구조에 대하여 XRD로 결정이 되는 격자 상수와 원소 조성에 의해 계산된다.  $10 \mu\text{m}$  이하의 분체 밀도를 측정하기 위해서는 He을 이용한 가스 비중계 (gas pycnometer)를 이용하여 측정하는 것이 정확하나 간편한 측정을 위해서는 액체 비중병을 이용하여 것이 유용하다. 분체 밀도를 측정하기 위해 분체의 부피를 측정하는 것이 가장 중요하며, 가스나 액체가 분체의 밀폐 기공을 제외한 균열, 열린 기공 등에 채워져 정확한 분체 부피를 측정하게 된다.<sup>7,11,15</sup>

분체가 있는 용기를 일정한 수 충격을 준 후 분체가 차지하고 있는 부피로 분체의 무게를 나누어서 구하는 텁 밀도 (tap density)는 상당히 중요한 평가 방법이고, 실험의 간편성 때문에, 실험실에서나, 산업 현장에서 널리 쓰이고 있는 평가 방법이

다. 이 tap density는 mass property를 나타내고, 종종 화학분석이나 입도 분석에서 검출하지 못하는 분체의 특성의 변화를 감지할 수 있다.<sup>16</sup> 또한, 텁 밀도는 분체의 유동도를 나타내는 척도가 되며, 텁수(tapping number)와 충진밀도(packing density)와의 관계는 성형공정중 압력과 성형 밀도와 밀접한 관계가 있기 때문에 성형 공정의 지표가 되기도 한다.<sup>17,18</sup>

텅 밀도를 평가하는 경우에는 많은 요소가 측정 값에 영향을 미치게 된다.(표 7)<sup>17</sup> 측정된 tap density의 용용으로 우선 ⑥ 식과 같은 Hausner 비를 예로 들을 수 있다.<sup>18</sup>

$$\text{Hausner Ratio} = \frac{\text{Tapped Density}}{\text{Poured Packing Density}}$$
(6)

즉, 이 비가 높을수록, 유동도는 감소가 되고, 안식각은 증가를 나타내어 분체의 유동의 척도임을 알 수 있다. 성형 공정의 충진 기구와 텁 기구가 유사하다는 관계로부터, 충진밀도와 텁수와의 측정된 관계는 식 ⑦, ⑧과 같은 Heckel 식 또는 Kawakita 식으로 나타내어진다.<sup>22</sup>

$$\text{Heckel equation} : \rho_{\infty} - \rho_n = (\rho_{\infty} - \rho_0) e^{-kns} \quad (7)$$

$$\text{Kawakita equation} : \frac{n}{c} = \frac{1}{ab} + \frac{n}{a}$$

$$\left( c = \frac{\rho_0}{\rho_n} \right) \quad (8)$$

그림 8와 같이 직선의 기울기에 따라 여러 compaction mechanism을 보인다고 보고되고 있으며, 이러한 정보들은 소결기구를 정확히 알고 있는 경우, 유용하게 쓰일 수 있다고 보고되고 있다.

### 기공도 (Porosity)

기공을 측정하기 위해 쓰이는 가장 일반적인 방법은 수은 밀도 측정법과 가스 흡착법이다. 수은 밀도 측정법은 수은 같이 젖음이 일어나지 않은 액체를 기공에 주입을 시켜 기공을 측정하는 방법으로  $2\text{nm}$  부터  $2000\mu\text{m}$ 의 영역의 반지름을 갖는 기공을 측정 가능하다. 측정 결과는 고체에 침투되는 수은의 양과 가해지는 힘으로 얻어지는데 가압과 감압의 반복시에 hysteresis가 나타난다. 기체

표 4. 텁밀도에 영향을 주는 변수

Table 4. Variables to affect tap density.

Instrumental Variables	Vibration Frequency, Amplitude, Vibrating Direction, Loading, Test Apparatus
Intrinsic Variables	Friction Coefficient, Specific Gravity, Particle Size Distribution, Particle Shape, Surface Smoothness
Environmental Variables	Temperature, Humidity, Lubricant

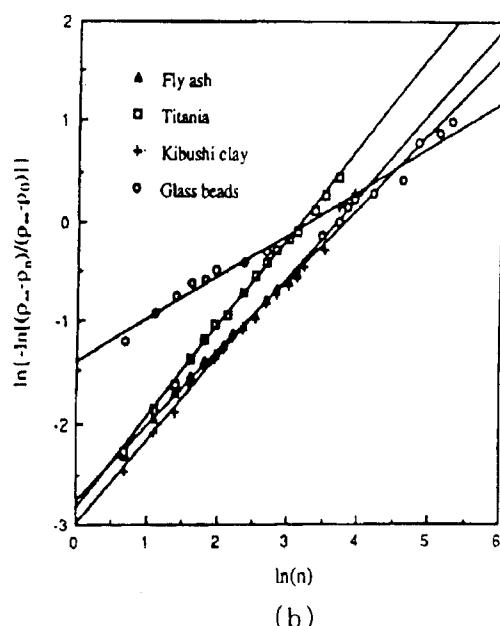
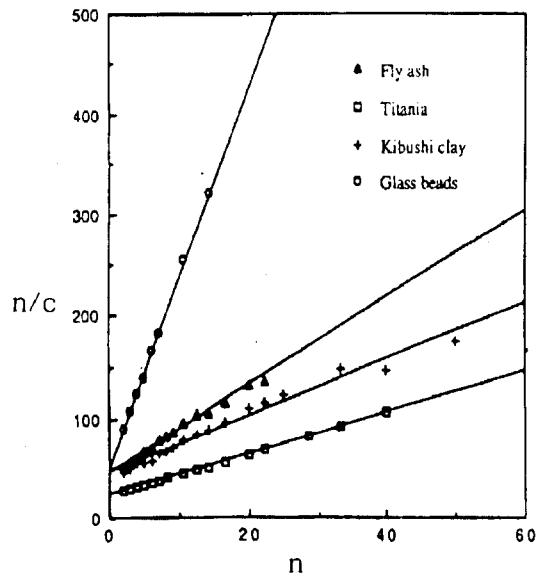


그림 8. 텁밀도와 텁수에 따른 Kawakita식 (a)과 Heckel식 (b)의 적용

Fig. 8. The fit of Kawakita equation (a) and Heckel equation (b) to the measured  $\rho_n - n$  relation.

흡착법으로 측정하는 방법으로서는 1.5nm 부터 100nm 까지의 영역을 갖는 기공을 측정한다. 흡착과 탈착 isotherm은 hysteresis가 존재하게 되는데, 흡착 isotherm이 더욱 안정된 흡착 조건을 나타내므로 기공 분포를 측정하기 위해서 이 isotherm이 이용된다.

## 2.2 화학분석 및 표면 분석

전자세라믹스의 원료 또는 제품특성을 결정하는

가장 중요한 요소의 하나인 순도와 불순물 관리는 출발원료인 분말에서부터 행해지는데, 세라믹스의 분체는 산이나 알카리에 매우 안정하므로 화학분석을 위한 시료처리가 대단히 어렵다(Inductively coupled plasma emission spectroscopy 또는 Atomic absorption spectroscopy가 대표적).<sup>1</sup> 또한 화학 분석시 이러한 시료 분해의 어려움 이외에도 외부적인 영향에 의하여 예기치 못한 오차가 발생할 수 있는데, 예를 들면 환경 중에 가장 존재하기 쉬운 silicate등에 의한 시료의 오염, 시료처리에 사용하는 용기에서 Na의 용출등은 극미량 원소의 분석결과에 커다란 오차를 줄 수 있다. 이와 함께 시료용액의 측정시에 발생하는 매질의 영향과 바탕선 값의 최소화, 공존원소에 의한 광학적

간섭의 제거, 시료용 액과 검량선 용액의 점도 차이에서 발생하는 물리적 간섭의 제거등의 제 요소를 최적화 하여야 한다. 표 5에 나타난 여러 화학 분석법의 대부분은 위와 같은 문제점을 내포하고 있으며, 이러한 문제점을 해결하기 위해, 슬러리 주입 방법 또는 가압 산 분해 방법 등이 연구되고 있다.<sup>20</sup>

XRF(X-Ray Fluorescence Spectrometry)는 기존의 분석방법 중 세라믹 소재를 시료의 전처리 없이 직접 정량할 수 있는 거의 유일한 방법으로 인식될 정도로 세라믹스 관련에서는 보편화된 분석방법이다. 그러나 이 방법은 측정치가 매질영향을 받는 정도가 크기 때문에 정확한 측정치를 얻기 위하여는 분석시료와 조성이 일치되는 표준시료의 군(群)을 사용하여 검량선을 작성하여야 한다. 전자세라믹 소재는 다양한 특성만큼이나 다양한 조성을 갖기 때문에 조성이 일치되는 표준시료의 군을 확보하는 것이 매우 어렵다. 따라서 대부분의 경우는 자체 제작한 검정시료를 사용하여 검량선을 작성하게 되는데 이 경우 측정치의 양립성(compatibility)의 확보에 문제가 생기게 되고 검정시료의 정확한 검정치의 결정도 어려운 경우가 많게 되므로 정밀, 정확도가 확보된 방법을 활용하여 정확한 검정치를 검정한 표준시료의 군을 이 필요하다.

또한 상분석을 위해서는 X선 회절기가 주로 쓰이며, 분체의 표면 분석 장비로서는 XPS (X-ray photoelectron spectroscopy), FTIR (Fourier Transform Infrared spectroscopy), RS (Raman spectroscopy), NMR spectroscopy, ESR (Electron Spin Resonance)등이 활용된다. 분체와 용액의 계면 사이에서의 현상을 알기 위해서는 전기이중층(electrical double layer) 또는 zeta-potential을 측정해야 한다. 이를 측정하는 방법은 다음과 같이 4 가지 방법이 있다: electrophoresis, electroosmosis, streaming potential, sedimentation potential.

### 2.3 전기적 특성의 변화

분체 특성에 따라 변화되는 전자기적 특성에는 많은 예가 있지만 본 논문에서는 유전특성에 대한 예를 간단히 들고자 한다. 분체 특성 중 BaTiO<sub>3</sub>계의 입도 분포 변화의 예를 들면, 소결후 소자의 미세구조는 입자크기의 변화로 크게 변화를 일으키게 된다. 입자가 작은 경우 부터, 심한 경우에는 비정상 입자 성장까지 일어나게 된다.<sup>21</sup> 이와 같이

표 5. 분체의 화학분석을 위한 방법

Table 5. Methods for bulk chemical analysis of powder.

#### Major chemical components (10–50 wt%)

X-ray fluorescence spectroscopy
Atomic absorption spectroscopy
Inductively coupled plasma emission spectroscopy
Direct current plasma emission spectroscopy
Arc emission spectroscopy
Gravimetry
Combustion
Kjeldahl
Electrochemical
Coulometry
Selective-ion potentiometry
Potentiometric titration
Argentometric
Neutron activation analysis
Mass spectrometry
Nonmetallic impurities (0.01–1.0 wt%)
Combustion
Electrochemical
Fast neutron activation analysis
Ion chromatography
Mass spectrometry
Metallic impurities (0.01–1.0 wt%)
Electrochemical
Atomic absorption spectroscopy
Inductively coupled plasma
Direct current plasma
Optical emission spectroscopy

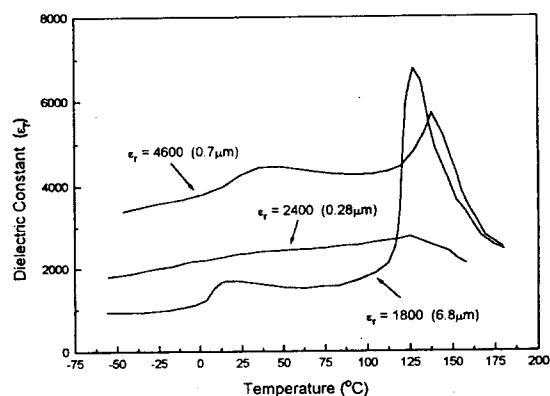


그림 9. 입경의 변화에 따른 BaTiO<sub>3</sub>의 유전상수 대 온도변화

Fig. 9. Dielectric constant vs temperature of BaTiO<sub>3</sub> showing various grain size.

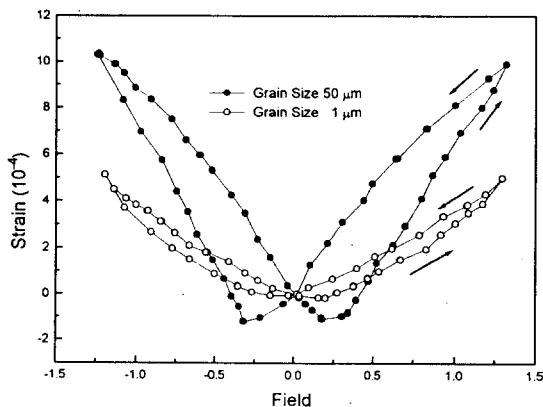


그림 10.  $\text{BaTiO}_3$ 의 입자크기 변화에 따른 전기장에 대한 strain의 영향

Fig. 10. Strain vs field with varying the grain size in  $\text{BaTiO}_3$  ceramics.

변화된 미세구조로 인해 그림 9, 10과 같이 입자크기에 따른 유전 상수, 규리온도 및 electrostrictive constant의 변화가 일어난다. 이러한 원인은 입자내에 존재하는  $90^\circ$  domain의 양이 변화 되기 때문으로 보고되고 있다.<sup>22,23</sup> 또한, 조성 변화에 대한 예로 그림 11과 같이  $\text{BaTiO}_3$ 계에서 Ti 대신 치환되는 Zr의 양변화에 따라서도 유전 상수 및 규리온도의 변화가 발생된다.<sup>24</sup>

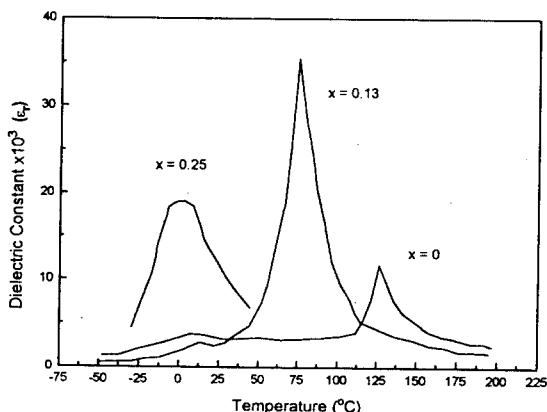


그림 11.  $\text{BaTi}_{1-x}\text{Zr}_x\text{O}_3$ 계의 Zr 양 변화에 따른 유전상수와 온도변화

Fig. 11. Change in dielectric-temperature relation with Zr content in  $\text{BaTi}_{1-x}\text{Zr}_x\text{O}_3$ .

### 3. 결 론

본 논문에서는 분체 특성 평가 연구의 국제 동향과 입자형태, 입도 분포, 비표면적, 분체 밀도, 기공도, 화학분석 평가 분야의 기본원리, 특히, 측정시 변수들의 영향과 이러한 특성 변화에 따른 전기적성질 변화에 대하여 간단히 언급을 하였다. 분체 특성 평가 분야의 연구는 선진국에 비해 낙후되어 있고, 관심도 또한 낮은 형편이다. 이 분야의 학문적, 산업적인 중요점을 고려할때, 분체 특성 평가에 대한 기초 및 응용연구가 활성화되었으면 한다.

### 4. 참고 문헌

1. Am. Cer. Soc., 'Eng. Mat. Hand. Cer. & Glass,' p65-75 (1991)
2. Proceeding. 'Int. Conf. Pro. Stand. for Fine. Cer.,' p33 (1992)
3. Proceeding. 'Int. Conf. Pro. Stand. for Fine. Cer.,' p41 (1992)
4. G. Quinn, Am. Cer. Soc. Bul. Vol.71, No.10 (1992)
5. 荒井康夫, '分體の材料化學,' p158 (昭和 62)
6. 공기반보고서, '전자소재 및 재료의 시험·평가 기술개발' 3차년도, p203-300 (1994)
7. K. Inoya et al, 'Pow. Tech. Hand.,' p3, p35 (1987)
8. G. L. Messing et al, 'Cer. Pow. Sci.,' Ad. Cerm. Vol. 21, p721(1987)
9. 用北公夫, '分體工學,' p161 (昭和 48)
10. 공기반보고서, '전자소재 및 재료의 시험·평가 기술개발' 2차년도, p133-241 (1993)
11. J.S. Reed, 'Introduction to the Principles of Ceramic Processing,' Wiley Interscience, p105 (1988)
12. C. Nystron, "The Use of Surface Area Measurements for the Evaluation of Bonding Surface Area in Compressed Powders," Powd. Tech., Vol.47, p201 (1986)
13. Linoya, 'Powder Technology Handbook,' p155, p167 (1986)
14. S. Lowell, 'Powder Surface Area and Porosity,' Chapman & Hall, p14, p151 (1991)

15. 久保輝郎,'分體 理論と應用,' p457 (昭和 57)
16. M. Takahashi et al., "Numerical Analysis of Tapping Behavior of Ceramic Powders," Am. Ceram. Soc. Bull., 65 (12) p1587 (1986)
17. A.B Yu et al., "Packing of Fine Powders Subjected to Tapping," Powd. Tech. Vol.78, p247 (1994)
18. R. O. Grey et al., "On the Hausner Ratio and its Relationship to Some Properties of Metal Powders," Powd. Tech. Vol.2, p323 (1968/69)
19. K. Kawakita et al., "Some Considerations on Powder Compression Equation," Powd. Tech. Vol.4, p61 (1970/71)
20. 공기반보고서, '전자소재 및 재료의 시험·평가 기술개발' 3차년도, p25 (1994)
21. T. H. Lee et, J. J. Kim, N. K. Kim, and S. H. Kim, J. Kor. Ceram. Soc. 32, 2, 147(1995)
22. G. Arlt et al, J. Appl. Phys., 58,1619 (1985)
23. K. Okazaki,'Cerm. Eng. Diel.,' p113 (1982)
24. J. M. Herbert, "Ceramic Dielectrics and Capacitors," 137-157 (1985)

## 저자소개

## 염우식



1964년 7월 26일 생. 1987년 한양대 무기재료공학과 졸업. 1991년 한국과학기술원 재료공학과 졸업(박사). 현재 생산기술연구원 품질평가센터 전자재료평가팀 선임연구원



## 이인식

1950년 9월 4일 생. 1980년 연세대 공업재료과 졸업 (석사). 현재 생산기술연구원 품질평가센터 전자재료평가팀. 수석연구원

● 1995년도 7월호의 기술해설 제목과 저자는 다음과 같으니 많은 참조 바랍니다.

題 目	著 者	所 屬
도자장용 화합물제 초전도 선재의 제조기술 맹 응용	오상수, 하동우, 류강식	한국전기연구소
전자코 시스템의 기술동향	홍형기, 박현수, 윤동현 신현우, 권철한, 이규정	LG전자기술원 소자재료 2실