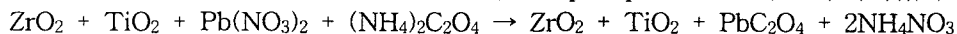


MP(milling-Precipitation) 공정에 의한 PZT 분말의 합성과 저온소성  
Preparation of PZT powder and low temperature sintering  
by MP(Milling-Precipitation) method

창원대학교 윤철수, 이순일, A. Golovchanski, 박태곤, 김명호  
한밭대학교 박인용

lead zirconate titanate( $\text{Pb}(\text{Zr}_x\text{Ti}_{1-x})\text{O}_3$ , PZT) 세라믹스는 일반적으로  $\text{PbO}$ ,  $\text{ZrO}_2$ ,  $\text{TiO}_2$  등의 산화물 분말들을 이용하여 고상반응법(solid-state reaction)으로 제조되는데, 장범위 확산과정과  $\text{PbO}$ 의 휘발로 인하여 조성변화와 미세구조에 영향을 끼치는 단점을 가지고 있다. 이에 반해, 화학적 반응을 이용한 합성법에서는 균질한 조성의 미세한 입자를 얻어 보다 나은 반응성과 저온에서의 높은 소결성을 나타낸다.

본 실험에서는 부분수산화법(partial oxalate method)과 기계화학적합성법(mechanochemical synthesis) 등을 조합하여 높은 소결성과 낮은 응집성을 가지면서 초미립(submicron) 분말들을 얻을 수 있다는 점에 착안하여 일반적인 고상반응법의 wet ball milling 단계를 개선시켜 화학적 반응의 이점을 살리고자 하였다. 즉,  $\text{ZrO}_2$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  분말을 혼합하여 wet ball milling 과정을 행하는 중에 precipitant로서  $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 를 첨가함으로써 다음의 반응식과 같은 화학반응에 의하여  $\text{PbC}_2\text{O}_4$ 의 석출이 유도되도록 precipitation 단계를 추가하였다.



이와 같은 MP(milling-precipitation) 공정을 통해 미세한 화학양론적 PZT 분말을 합성하여 저온소결을 통해서도 밀도가 높은 PZT 세라믹스를 제조하고자 하였으며, 고상반응법과 비교하여 그 분말특성과 소결특성을 연구하고자 하였다. 본 실험의 MP 공정을 통해 얻어진 분말을  $650\sim 800^\circ\text{C}$ 의 온도범위에서 2시간 하소하여 PZT 분말을 합성한 결과 고상반응법에 비해 소결성이 높은 미립의 균질한 분말을 얻을 수 있었을 뿐만 아니라  $700^\circ\text{C}$ 의 낮은 하소온도에서도 단일상의 perovskite 구조를 나타내었다. 또한,  $950^\circ\text{C}$  이하의 저온소결에서도 치밀화가 이루어져 고밀도의 PZT 세라믹스 제조가 가능하였다.