

Nb₂O₅첨가가 PNW-PMN-PZT세라믹스의 미세구조 및 압전특성에 미치는 영향

김철희, 오동언, 홍재일*, 류주현, 류성림**, 박창엽
세명대학교, 동서울대학*, 충주대학교**

The effect of Nb₂O₅ Addition on Microstructure and Piezoelectric characteristics of PNW-PMN-PZT Ceramics

Chulhee Kim, Dongon Oh, Jaell Hong*, Juhyun Yoo, sunglim Ryu**, Changyub Park
Semyung Uni., Dongseoul College*, Chungju Uni.**

Abstract

In this study, the effects of Nb₂O₅ addition on microstructure and piezoelectric characteristics of PNW-PMN-PZT ceramics were investigated. As Nb₂O₅ addition amount is increased, grain size is gradually decreased. At 0.3wt%Nb₂O₅ addition composition ceramics, maximum density, tetragonality and piezoelectric characteristics were obtained.

Key Words : Nb₂O₅ addition, density, tetragonality

1. 서론

최근들어, LCD Backlight용 인버터에 압전트랜스포머채용이 확산됨에 따라 각 기업체, 연구소 학교에서 압전트랜스포머의 성능개선을 위하여 활발히 연구가 진행되고 있다. [1][2]압전트랜스포머는 전기적에너지를 기계적에너지로 변환하고, 이를 다시 기계적에너지로 변환하는 소자로서 그 기계적진동이 계속 반복되는 특징을 갖고 있기 때문에 압전특성에서 뛰어난 것은 물론, 그레인크기를 작게하여 고강도특성이 요구된다고 하겠다. 따라서, 본 연구에서는 그레인성장을 억제시키고, 압전특성을 향상시키기 위해서 첨가제인 Nb₂O₅를 기본 조성인 PNW-PMN-PZT에 첨가하여 그에 대한 미세구조적, 유전, 압전특성을 조사하여 압전트랜스포머로서 응용가능성을 조사하고자 한다.

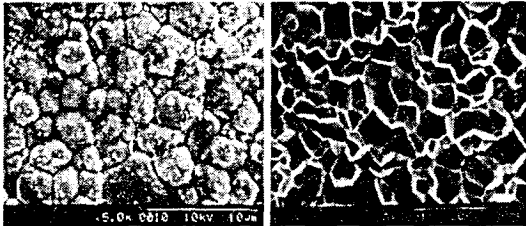
2. 실험

2.1 실험방법

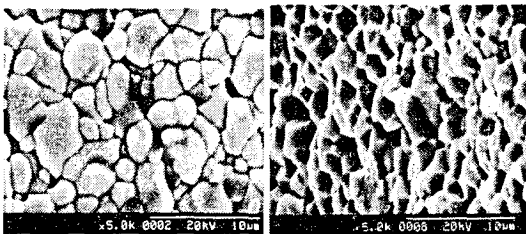
본 연구에서는 (Pb_{0.94}Sr_{0.06}) [(Ni_{1/2}W_{1/2})_{0.02}(Mn_{1/3}Nb_{2/3})_{0.07}(Zr_{0.51}Ti_{0.49})_{0.91}]O₃ +0.5 wt% PbO +0.3 wt% Fe₂O₃ +0.25 wt% CeO₂+Xwt% Nb₂O₅ (여기서, X=0, 0.3, 0.5, 0.7, 1, 1.3)을 사용하여, 조성에 따라 시료를 10⁻⁴g까지 평량하여 아세톤을 분산매로 볼밀에서 24시간 혼합 분쇄하였고, 건조 후 알루미늄 도가니로 오븐에서 850℃에서 2시간 하소하였다. 하소 후 ball mill를 사용하여 24시간동안 재 분쇄하여 건조한 시료에 PVA (5wt% 수용액)을 첨가하여 1,000[kg/cm²]의 압력으로 성형하였고, 1230℃에서 2시간 소결하였다. 특성 측정을 위해 두께 1mm로 연마해 Ag paste를 도포하고 600℃에서 10분간 열처리하였다. 전극이 형성된 시편들은 120℃ 실리콘유 속에서 30[kV/cm]의 전계를 인가하여 분극하였고, 24시간 후 재차 특성을 측정하였다. 유전특성을

조사하기 위하여 LCR meter (ANDO AG-4304)로 1kHz에서 정전용량을 측정하여 유전상수를 측정하였고, 압전 특성들을 조사하기 위하여 전기기계결합계수 및 기계적 품질계수 등을 IRE 규정에 따라 Impedance Analyzer(HP4294A)로 공진 및 반공진 주파수를 측정하여 산출하였다.

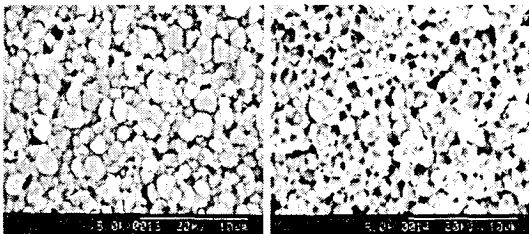
3. 결과 및 고찰



(a) Nb₂O₅ 0 wt% 표면, 파단면



b) Nb₂O₅ 0.3 wt% 표면, 파단면



c) Nb₂O₅ 1 wt% 표면, 파단면

그림 1. Nb₂O₅ 첨가에 따른 미세구조(SEM)

그림1은 Nb₂O₅를 첨가함에 따른 미세구조로서, 이것이 첨가됨에 따라 그레인크기가 점차 감소됨을 알 수 있었다. 표면과 파단면을 살펴보았는데 일반적으로 표면보다 파단면의 그레인크기가 작게 나타났다. 이는 표면에서가 열적인 에너지가 다소 높기 때문으로 해석된다.

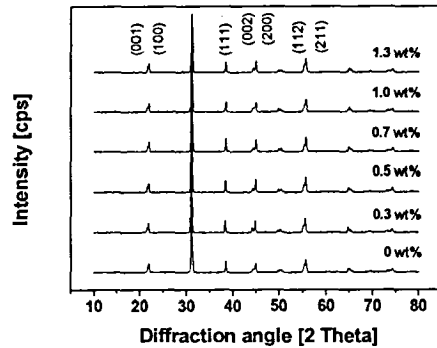


그림 2. Nb₂O₅ 첨가에 따른 X선 회절모양(XRD)

그림2는 Nb₂O₅ 첨가에 따른 X선 회절모양(XRD)을 나타낸 것이다. 표1에서는 정방성 c/a를 측정하였는데, 0.3wt%에서 c/a가 가장 크게 나타났다. Nb₂O₅는 Softner로 일반적으로 알려진 첨가제로 c/a를 낮추고, 유전상수와 전기기계결합계수를 높이는 반면, 기계적품질계수를 낮추는 작용을 하는 것으로 알려진바 있다. 그러나, 본 연구에서는 미리 Fe₂O₃ 및 CeO₂가 첨가된 조성에 복합첨가 하였기 때문에 이것이 복합적으로 작용하여 기계적품질계수도 높이는 작용을 한 것으로 생각된다. [3] 그림3은 소결밀도를 나타낸 것으로서, 역시 0.3wt%에서 가장 높은 밀도를 얻었으며, 과잉 첨가시에는 점차 밀도가 감소하게 나타났다.

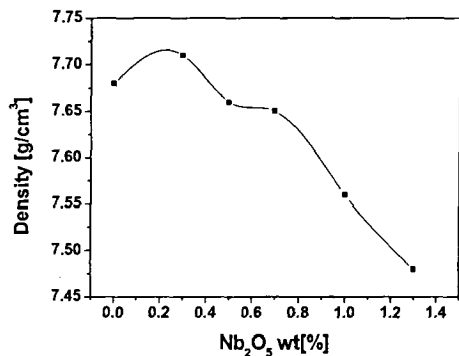


그림 3. Nb₂O₅ 첨가에 따른 밀도

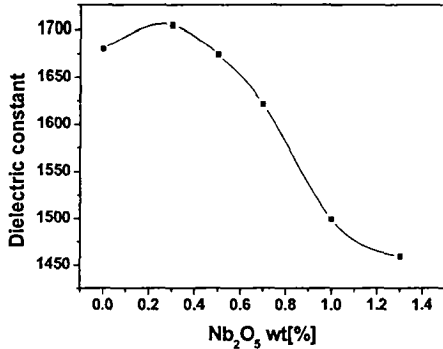


그림 4. Nb₂O₅첨가에 따른 유전상수

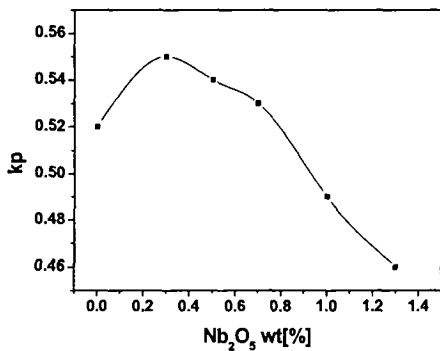


그림 5. Nb₂O₅첨가에 따른 전기기계 결합계수

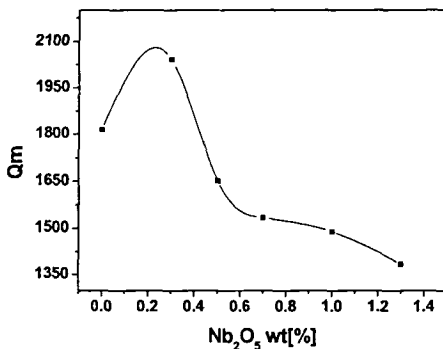


그림 6. Nb₂O₅첨가에 따른 기계적 품질계수

그림 4,5,6에서도 밀도특성과 비슷하게 나타났다. Nb⁵⁺이온은 ABO₃ 페로브스카이트구조에서 이온반경을 고려하여 B자리에 치환된다. 이는 도너불순물로서 작용하여 분역벽의 이동을 활발히 하여, 유전상수, 전기기계결합계수를 증진시킨다. 그러나, Fe³⁺이온은 ABO₃ 페로브스카이트구조에서 이온반경을 고려하여 B자리에 치환되며, 어셉터불순물로 작용하여 분역벽의 이동을 억제시켜, 전기기계결합계수를 낮추고, 유전상수 역시 하강시킨다. 또한, Ce는 3가나 4가로서 작용하고, 이온반경을 고려하여, ABO₃ 페로브스카이트구조에서 A, B자리에 동시에 들어가 도너,어셉터로서 작용할 수 있다. 본 연구결과 소량의 Nb₂O₅첨가시, 모든 압전상수와 물성을 개선한 결과가 나타났는데, 이는 Nb₂O₅가 도너불순물로 작용한 동시에 그레인 성장을 억제시킨효과가 크게 작용한 결과로 생각된다. 그리고, Fe₂O₃ 및 CeO₂가 첨가된 조성에 복합첨가 하였기 때문에 이것이 복합적으로 작용한 결과라 생각된다. 그러나 과잉첨가시 소결성의 저하로서 압전성능이 하강하였다.

따라서, 본 연구결과, 0.3wt% Nb₂O₅첨가에서 기계적품질계수2041, 전기기계결합계수0.55, 그레인크기 2.5 μm, 유전상수 1704로서 압전트랜스포머용 조성으로서 가장 우수한 특성을 나타냈다. 표1은 위에대한 특성을 표로 알기 쉽게 정리한 것이다.

표 1. Nb₂O₅첨가에 따른 시편의 물성 및 압전특성

| Nb ₂ O ₅ [%] | Density [g/cm ³] | Dielectric constant | kp | Qm | Grain size [μm] | Tetragonality |
|------------------------------------|------------------------------|---------------------|------|------|-----------------|---------------|
| 0 | 7.68 | 1680 | 0.52 | 1814 | 4.09 | 1.0128 |
| 0.3 | 7.71 | 1704 | 0.55 | 2041 | 2.50 | 1.0161 |
| 0.5 | 7.66 | 1674 | 0.54 | 1651 | 1.85 | 1.0150 |
| 0.7 | 7.65 | 1621 | 0.53 | 1533 | 1.49 | 1.0139 |
| 1 | 7.56 | 1499 | 0.49 | 1488 | 1.11 | 1.0139 |
| 1.3 | 7.48 | 1459 | 0.46 | 1383 | 0.94 | 1.0128 |

4. 결론

본 연구에서는 PNW-PMN-PZT조성세라믹스에 Nb₂O₅를 첨가하여 그에 대한 미세구조적, 유전, 압전특성을 조사하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. Nb₂O₅를 첨가함에 따라 그레인크기가 점차 감

- 소되었다.
2. 0.3wt% Nb₂O₅첨가에서 c/a가 가장 크게 나타났다.
 3. 0.3wt% Nb₂O₅첨가에서 가장 높은 밀도를 얻었으며, 과잉첨가시 점차 밀도가 감소하게 나타났다.
 4. 0.3wt% Nb₂O₅첨가에서 기계적품질계수 2041, 전기기계결합계수0.55, 그레인크기2.5 μ m, 유전상수 1704로서 압전트랜스포머용 조성으로서 가장 우수한 특성을 나타냈다

감사의 글

본 연구는 2002년도 산자부 에너지관리공단 학진과제로 이루어졌으며 에너지관리공단에 감사드립니다.

참고 문헌

- [1] 이용우, 류주현, 윤광희, 정희승, 서성재, 김종선. "PSN-PZT계 세라스를 이용한 고출력 압전트랜스포머의 전기적 특성", 전기전자재료학회 논문지 제 13권 제 4호, pp .286-293, 2000
- [2] Juhyun Yoo, Sukkyu Min, Jaeil Hong, Sungjae Suh, Soonchul Ur, "Microstructural and Piezoelectric characteristics of PSN-PMN-PZT Ceramics Produced by Attrition Milling" Trans. on Electric & Electronic Materials Vol 2, No 3, pp .18-23, 2001
- [3] Yuhuan Xu " Ferroelectric materials and their application" Elsevier Science Publishers 1991.