

Li₂CO₃가 첨가된 (Ba_{1-x}Sr_x)TiO₃의 저온소결 특성에 관한 연구

전소현*, 김인성**, 송재성**, 민복기**, 윤준도*

경남대학교 재료공학과*, 한국전기연구원 전자기소자연구그룹**

Low Temperature Sintering Properties of (Ba_{1-x}Sr_x) TiO₃ Ceramics Added Li₂CO₃

So-Hyun Jeon*, In-Sung Kim**, Jae-Sung Song**, Bok-gi Min**, Jon-Do Yoon*

Dept. of material engineering, Kyungnam University*

Electric & Magnetic Devices Group, Korea Electrotechnology Research Institute**

Abstract : Add Li₂CO₃ to (Ba_{0.6}Sr_{0.4}) TiO₃ powder to lower sintering temperature in this research, made thick film by tape casting method. Investigated about sintering temperature and physical properties that added Li₂CO₃. Even if lower sintering temperature about 200 °C adding Li₂CO₃ 10wt.%, density was near to 5.7g/cm³ that is theoretical values, and crystal structure examined as perovskite after sintering.

Key Words : BST, Li₂CO₃, Tape casting

1. 서 론

본 연구에서는 소결 온도를 낮추기 위해서 (Ba_{0.6}Sr_{0.4})TiO₃ 분말에 Li₂CO₃를 첨가하여, Tape casting 방법으로 후막을 제조하였다. Li₂CO₃가 미치는 소결 온도와 물리적 특성에 대하여 고찰 하였다.

2. 실험

BST는 일반적으로 알려진 SSR방법을 이용하여 합성하였다. (Ba_{0.6}Sr_{0.4})TiO₃합성분말에 Li₂CO₃ 10 wt.%를 첨가하여 24시간 불밀 한 후, 100 °C에서 24시간을 건조시켰다. 합성된 분말과 용매의 비율은 7:3으로 하였고, 용매는 에탄올과 MEK를 6:4의 비율로 혼합하여 사용하였다. 분산제는 분말의 1 wt.%를 첨가하고, 분말, 용매와 지름이 6.2 mm인 볼을 24시간 이상 불밀 하였다. 6 wt.%의 결합제와 4.2 wt.%의 가스제를 넣고 12시간 이상 불밀 하였다. 불밀과정을 통해 나온 슬러리를 탈포 하여 테이프 성형하고 건조 시켜 절단 하였다. 그런 다음, 전기로에 넣고 탈지와 소결을 하였다. 두 공정의 조건은 그림 1에 나타내었다.

위와 같은 방법으로 성형한 BST 후막을 소결온도에 따른 결정상을 고찰하기 위해 XRD분석을 하였으며, 소결체의 밀도는 Archimedes원리를 이용하여 측정하였다. 소결온도에 따른 BST의 미세구조를 알아보기 위해서 소결체의 표면을 FE-SEM 으로 관찰하여 결정립 크기와 기공의 분포를 확인하였다.

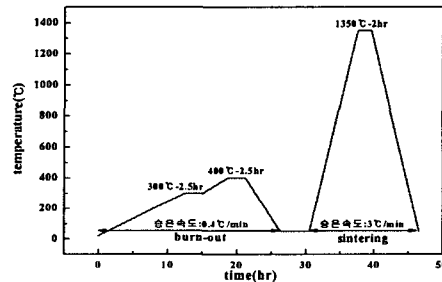


Fig. 1 Condition of burn-out & sintering

3. 결과 및 고찰

그림 2에 Li₂CO₃를 첨가한 BST 시편의 소결밀도와 수축률을 나타내었다. 밀도는 소결온도가 1050 °C일 때 5.6 g/cm³로 이론밀도에 가장 가까웠으며, 그 이상의 온도에서는 과잉 소결로 인해 밀도가 낮아졌다 [1]. 수축률은 1050 °C와 1150 °C에서 가장 크게 나타났다.

그림 3에 Li₂CO₃ 첨가한 BST 시편의 X-ray 분석 결과를 나타내었다. 첨가된 Li₂CO₃의 피크가 나타나지 않았으므로 BST의 페로브스카이트 구조에 영향을 주지 않고 합성되었다고 할 수 있다.

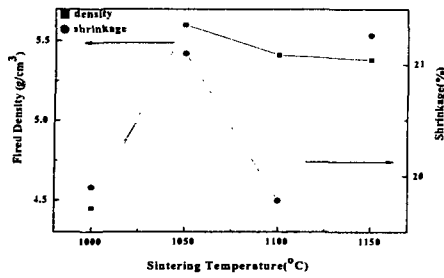


Fig. 2 Fired density & shrinkage of $(\text{Ba}_{0.6}\text{Sr}_{0.4})\text{TiO}_3$ with Li_2CO_3

1100 °C 이상에서 소결한 시편의 피크 강도는 순수 BST와 비슷하게 나온 것으로 결정 성장이 잘 이루어진 것을 알 수 있다. 1100 °C 이하의 소결온도에서는 결정 성장이 이루어지지 않은 것을 알 수 있다 [2].

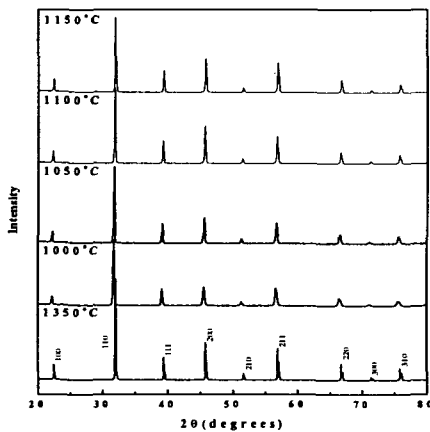


Fig. 3 XRD patterns of $(\text{Ba}_{0.6}\text{Sr}_{0.4})\text{TiO}_3$ with Li_2CO_3 & BST

그림 4에 Li_2CO_3 첨가한 BST 시편의 미세구조 사진을 나타내었다. 1050 °C와 1000 °C에서 소결한 시편은 소결이 이루어지지 않은 분말입자 상태로 보여진다. 1100 °C에서 소결한 시편은 결정들이 액상으로 변하여 소결이 이루어지는 상태이고, 1150 °C에서 소결한 시편은 균일한 결정 성장을 나타낸다. 온도가 높아질수록 결정이 성장하여 크기가 2~3 μm 에서 4~5 μm 로 커지며 기공은 점점 줄어드는 것을 알 수 있다.

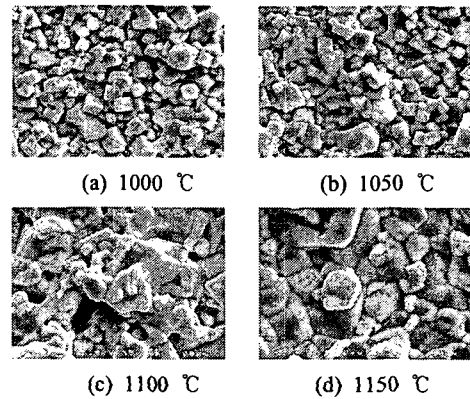


Fig. 4 SEM micrographs of $(\text{Ba}_{0.6}\text{Sr}_{0.4})\text{TiO}_3$ with Li_2CO_3

4. 결론

본 연구에서는 소결 온도를 낮추기 위해서 $(\text{Ba}_{0.6}\text{Sr}_{0.4})\text{TiO}_3$ 분말에 Li_2CO_3 를 10wt.% 첨가하여, Tape casting 방법으로 후막을 제조하였다. Li_2CO_3 가 미치는 소결 온도에 따른 물리적 특성에 대하여 고찰한 결과는 다음과 같다.

1050 °C에서 소결한 시편의 소결밀도가 5.6 g/cm^3 로 5.7 g/cm^3 인 이론밀도에 가장 가까웠다. 수축률도 큰 값을 나타내었다. XRD 회절피크에서 첨가된 Li_2CO_3 의 피크는 나타나지 않았으므로 BST의 페로브스카이트 구조에 영향을 주지 않고 합성되었다고 할 수 있다. 결정립 성장은 1100 °C 이상의 온도에서 잘 이루어지며, SEM 이미지 분석 결과 1150 °C에서 소결한 시편이 결정립의 크기가 4~5 μm 로 가장 잘 이루어졌다.

참고 문헌

- [1] Sung-Gap Lee, Young-Hie Lee, Seon-Gi Bae, "A Study on the Structural and Dielectric Properties of $(\text{Ba,Sr,Ca})\text{TiO}_3$ with Sintering Conditions", Journal of the Korea Institute of Electrical and ...Vol.14,No.6,pp.460-465,2001
- [2] Jae-Hwan Park, Juyoung Park, Jae-Gwan Park, Byung-Kook Kim and Yoonho Kim, "Piezoelectric Properties of PMN-PT Pelaxor Ferroelectrics with MnO_2 Addition", Journal of the Korean Ceramic Society, Vol.37,No.10,pp.1021-1024 2000.
- [3] Linnanmaa, Academic Dissertation to be presented with the assent of the Faculty of Technology, University of Oulu, March 26th, 2004.