

공침법으로 합성한 이트리아 부분안정화 지르코니아 나노분말의 특성

Properties of Yttria Partially Stabilized Zirconia Nano-Powders Prepared by Coprecipitation Method

윤 혜 온 (Hyeon Yoon)^{1,*} · 신 미 영 (Mi Young Shin)¹ · 안 중 재 (Joong Jae Ahn)²

¹한국기초과학지원연구원, 유해물질분석 연구팀
(Hazardous Substances Research Team, Korea Basic Science Institute,
Seoul Center, 126-16 Anam-dong Sungbuk-gu, Seoul Korea)
²(주) 나노랩
(Nanolab Inc., 1026-1, Sanbon 1-dong, Kunpo-si, Kyounggi-do, Korea)

요약 : $ZrO_2+Y_2O_3$ 계 분말결정을 $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O-YCl_3 \cdot 6H_2O$ 를 출발물질로 하여 공침법으로 합성하였다. 출발물질의 농도, 용액의 pH, 부분안정화제로 사용된 Y_2O_3 의 양, 합성 후 소결온도 등 합성에 요구되는 실험변수에 따른 상 변이에 대한 연구결과를 바탕으로 실험조건을 고정시켜 3 mole% Y_2O_3 를 포함하는 부분안정화 지르코니아 3YSZ를 합성할 수 있었다. 합성된 3YSZ의 소결특성에 따른 ZrO_2 의 상전이에 대한 연구를 위하여 XRD, Raman, DTA 및 SEM을 사용하였다. 순수한 ZrO_2 에 비하여 합성된 3YSZ는 $ZrO_2+Y_2O_3$ 계에서 Y_2O_3 의 함량 변화에 따라 순수한 ZrO_2 고온상의 단사정상에서 정방정상으로 상전이가 일어나게 되고 이때 Raman 스펙트럼이 낮은 파수쪽에서 현저하게 나타나는 것으로 쉽게 구분이 되었다.

주요어 : 공침법, 부분안정화 지르코니아, 3mole% Y_2O_3 , 단사정상, 정방정상

ABSTRACT : The Yttria Partially Stabilized Zirconia powder was prepared by spontaneous precipitation method using $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O-YCl_3 \cdot 6H_2O$ solution as a starting materials. The optimal experimental conditions such as concentration and pH of starting solutions, the amounts of stabilizer Y_2O_3 used, and sintered temperature were carefully studied. The best condition for synthesizing ZrO_2 was experimentally selected and applied throughout this study for the preparation of the 3 mole% Y_2O_3 partially stabilized zirconia, 3YSZ. The physical properties of 3YSZ was examined by XRD, Raman, DTA, and SEM. The structural transition from pure monoclinic high temperature ZrO_2 to tetragonal room temperature 3YSZ was made possible by the added amount of Y_2O_3 in the $ZrO_2+Y_2O_3$ system. All Raman Spectrum band appeared in the lower wave numbers rather than in higher wave numbers as structure changes from monoclinic to tetragonal.

*교신저자: dune@kbsi.re.kr

Key words : coprecipitation method, Partially Stabilized Zirconia, 3 mole% Y_2O_3 , monoclinic phase, tetragonal phase

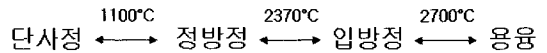
서 언

나노소재 합성기술은 최근 진행되고 있는 나노연구에서 가장 주목받고 있는 분야 중 하나로 다양한 조성, 입도 및 구조를 가진 나노분말은 전자기, 광학, 촉매, 센서 및 의학 등의 첨단 산업분야에서 특수 소재로서 활용되고 있다. 미국 및 일본 등 선진국의 경우, 이미 나노분말(금속, 세라믹)은 대규모 양산체제에 돌입한 상태이며, 금속 등의 대체하는 대체원료소재로서 다양한 응용분야에 적용되어 큰 성과를 보이고 있다. 나노분말의 생산기술을 보유한 선진국들은 여러 가지 나노 소재 개발에 막대한 연구력과 재원을 투자하고 있으며 이미 자체적으로 자국의 원천기술보호에 주력하고 있다. 그러나 우리나라에서는 현재 거의 대부분의 나노분말 소재, 특히 산업적 용도가 가장 큰 지르코니아 나노분말 중 이트리아 안정화 지르코니아(Yttria Stabilized Nano-Zirconia, YSZ) 나노분말을 전량 수입에 의존하고 있는 실정이다. 따라서 이들 수입 지르코니아 분말을 대체하기 위한 국내 나노 분말소재의 합성기술 개발 및 정착은 매우 절실하다(이전과 조동수, 1991; 박홍채와 Riley, 1992).

지르코니아 나노분말의 국산화를 위하여 국내에서의 연구는 실험실적인 연구수행은 많이 되고 있으나 생산과 밀접하게 연관된 실적이 미비하며 이를 통한 산업화 단계에 이르지 못하고 있는 실정이다. 지르코니아 나노분말은 다양한 산업용 정밀기계 및 전자부품과 소재용 기초 원료로서 그리고 우수한 내열성, 단열성 및 내식성을 보유하고 있는 특수소재 나노분말로서 그 응용범위가 늘어나고 있다(그림 1). 이 밖에도 구조용 세라믹스를 포함하는 지르코니아 나노분말의 여러 가지 응용 분야는 지속적으로 시험 중에 있으며 치과용 임플란트, 인공 뼈, 열 차단 coating제 등 다양한 적용분야를 현재 시험 중에 있다.

지르코니아의 종류

지르코니아는 자연계에서 baddeleyite라는 광물로 존재하며 순수하게는 ZrO_2 로 표시된다. 비중은 5.73 정도로 세라믹 중에서는 비교적 크며, 융점 $2,700^\circ C$, Mohs경도 6.5 및 굴절률 2.2을 갖고 있다. 상온에서는 물, 대부분의 산 및 알칼리에 용해되지 않으며, 질산이나 고온의 염산, 질산 및 황산에 용해된다. 지르코니아는 화학조성 차이와 온도 변화에 따른 결정구조변화로 불안정 지르코니아, 안정화 지르코니아, 부분안정화 지르코니아 등 3가지 상태로 구분된다. 온도변화에 따라 지르코니아는 다음과 같이 상전이를 하는 것으로 알려져 있다(그림 2).



불안정 지르코니아(Unstabilized Zirconia)

순수한 지르코니아(Zirconium oxide, ZrO_2)는 매우 높은 융점 $2700^\circ C$ 을 갖는다. 순수한 지르코니아는 가열시 구조적으로 불안정하여 상온에서는 단사정계로, 그리고 약 $1000^\circ C$ 에서는 좀더 치밀한 정방정계로 상이 변하는데 정방정상은 냉각 시 $1100^\circ C$ 에서 단사정상으로의 상변태를 일으키면서 약 3~5%의 부피팽창을 한다. 이 때문에 순수한 지르코니아는 지르코니아의 일반적인 소결온도영역인 $1500\sim 1600^\circ C$ 에서 소결하면 부피팽창에 따른 응력에 의해 상온에서 파괴된다.

안정화 지르코니아(Stabilized Zirconia)

순수한 지르코니아를 가열하면 부피의 변화와 더불어 결정구조가 변하게 되는데 지르코니아를 합성할 때 Y_2O_3 , CaO 등의 산화물을 첨가하여 가열·냉각 시 결정 구조가 변하지 않는 등 축정계의 고용체를 이루는 매우 강한 강도를 지니는 안정화 지르코니아를 합성할 수 있다. 안정화 지르코니아는 연마제와 다양한 공업용



Zirconia ball Zirconia ferrule Zirconia sensor Zirconia cutter
Fig. 1. Various application fields and products of zirconia nano-powder.

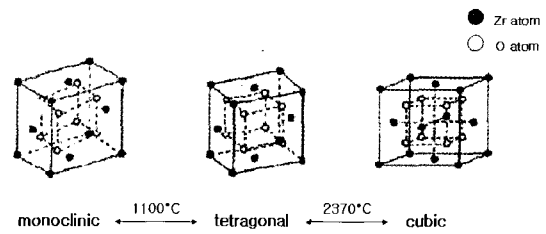


Fig. 2. Phase transformations of zirconia at elevated temperatures.

세라믹스로 사용된다. 일반적으로 안정화 지르코니아를 합성하기 위해서는 16 mol% 이상의 CaO나 MgO를, 또는 8 mol% 이상의 Y₂O₃를 순수한 지르코니아에 첨가하여 합성한다.

부분안정화 지르코니아(Partially Stabilized Zirconia)

일반적으로 고온의 지르코니아 정방정상과 입방정상은 상온에서는 불안정하다. 이 때문에 많은 학자들은 Y₂O₃, MgO 및 CeO₂와 같은 희토류산화물들을 이용하여 ZrO₂와 고용체를 만들어 고온상에서 나타나는 정방정상이 상온에서도 안정화 또는 부분안정화될 수 있도록 하는 시도를 하였다(은희태와 황진명, 1997). Y₂O₃, MgO 및 CeO₂와 같은 희토류산화물 첨가제의 역할은 정방정상에서 단사정상으로의 상전이 발생을 억제하여 상온에서 정방정상이 부분안정화 된 지르코니아를 만드는 것이다. 보통의 경우, 순수한 지르코니아에 소량의 안정화제를 첨가하면 1100°C 이상에서는 정방정계인 상으로 되고 그 이하의 온도에서는 입방정의 상과 단사정(혹은 정방정) 상으로 존재한다. 부분안정화 지르코니아 합성을 위하여 약 8 mol% 이상의 CaO, MgO나 3 내지 4 mol%의 Y₂O₃를 첨가하여야 한다.

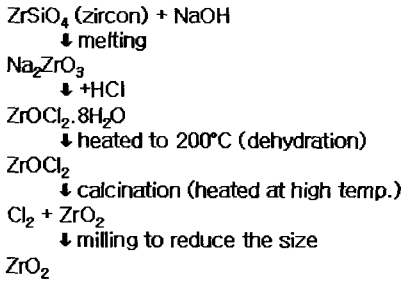
부분안정화 지르코니아 합성연구에서 화학

조성에 대한 연구와 더불어 가장 중요한 물성 연구는 일반적으로 광물의 상전이에 대한 연구로 X-선회절분석(X-Ray Diffraction Analysis, XRD) 또는 Raman분광법을 적용한 연구가 많이 수행되었다. XRD를 이용한 ZrO₂의 상전이 연구에서 정방정과 입방정의 구분은 주피크의 d값이 2.96 Å과 2.93 Å으로 거의 차이가 없고 지르코니아 결정구조에서 c-축에 존재하는 산소 원자의 변위에 의해 발생하는 상전이이기 때문에 이를 구분해내기가 어렵다(안영필 외, 1987; 황규홍과 김상모, 1996). 이와 반면에 Raman분광법을 적용한 경우는 낮은 파수쪽에서 정방정상의 스펙트럼이 현저하게 나타남으로써 입방정상과 쉽게 구분할 수 있다(은희태와 황진명, 1997).

나노분말은 합성·제조 시 여러 가지 조건 변화에 의하여 물리적, 화학적 성질이 달라진다. 그중에서도 주원소 및 미량원소의 함량변화는 광학적, 화학적 및 물리적 특성을 크게 변화시킨다. 고품질의 지르코니아 나노분말 합성을 위해서는 합성 조건, 특히 물리적 인자들을 적절하게 제어하여야 하며 이들 중에는 합성 반응이 일어나는 온도에 대한 조절과 결정 성장 속도를 조절하는 것 그리고 최종 나노분말로 제조 시 최소의 수축률을 갖도록 선행 분말을 합성하는 것 등이 매우 중요하다.

본 연구에서는 ZrOCl₂ · 8H₂O와 YCl₃ · 6H₂O 용액을 출발 물질로 하여 공침법으로 부분안정화 지르코니아를 합성할 때 합성용액 중 주원소의 농도변화, 용액의 pH, 부분안정화제로 사용된 Y₂O₃의 양, 합성 후 소결온도 등이 이트리아 부분안정화 지르코니아(ZrO₂ + Y₂O₃)계 나노분말의 합성에 미치는 영향에 대한 연구를 하였다. 합성된 3YSZ의 물리적 특성연구는 XRD, Raman, DTA 및 SEM을 사용하여 수행되었다.

A. Synthesis for Pure ZrO₂



B. Experimental Procedure for YSZ Preparation

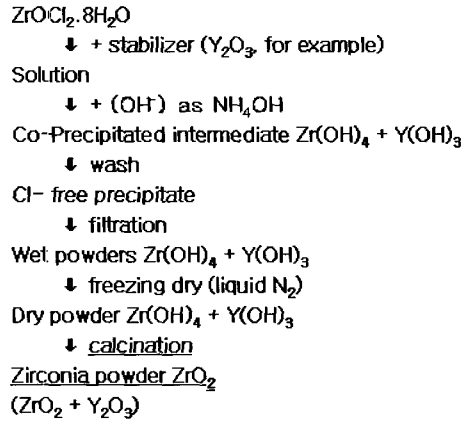


Fig. 3. Flow chart for preparing pure ZrO₂ and Yttria Stabilized Zirconia (YSZ, ZrO₂ + Y₂O₃).

· 실험 방법

YSZ 나노분말의 합성

순수한 지르코니아는 그림 3에 도시한 “A” 방법에 나타낸 것과 같이 저어콘(zircon)을 출발 물질로 하여 합성된다. 본 연구에서 제조한 YSZ는 그림 3에 도시한 “B” 방법에 따라서 합성하였으며, ZrOCl₂·8H₂O, YCl₃·6H₂O, NH₄OH, 및 K₂CO₃, AgNO₃ 등 모든 시약은 Kanto社(시약급, 일본)의 것을 사용하였다. ZrOCl₂·8H₂O과 YCl₃·6H₂O 혼합수용액의 농도를 0.1 M에서 0.5 M까지 변화시키며 수용액상에서 자발적침전을 유도하여 부분안정화 지르코니아인 ZrO₂ + Y₂O₃ 계 분말결정의 전단계인 비정질의 (Zr(OH)₄ + Y(OH)₃) 침전물을 합성하였다. 이와 같은 공침법은 미리 설정한 농도를 갖는 반응용액을 각기 만들어주고 일정한 부피로 각각 비이커에서 자력교반기를 사용하여 교반시키며 섞여지도록 하는 것으로 이때, 반응용액의 pH를 NH₄OH를 사용하여 조절하여 pH 변화에 따른 영향을 살펴보았다. 또한, 출발물질의 농도 변화에 따른 지르코니아 나노분말 최종 산물의 입도와 밀도 그리고 surface toughness 등에 대한 영향도 고찰하였다. 이때 반응 용액의 온도는 실온(25°C)에서 80°C 까지 변화시켜 지르코니아 나노분말 합성 시 가수분해 온도에 따른 분말상의 변화를 보았다. 25°C에서 수행한 대부분의 합성 실험 시 나노분말의 합성은 5분에서

10분 사이에 종결되었으며 모든 침전 반응이 종결될 때까지 약 30분간 지속적으로 반응시켰다. 예비 실험인 Y₂O₃의 침전 실험과 수화지르코니아 합성 실험 모두에서 얻어진 초기 침전물은 2차 증류수를 사용하여 세척하였으며, 이때 세척액 중 잔류염소의 이온 농도가 없어질 때 까지 반복하여 세척하였고, 모든 세척액은 0.1 N AgNO₃를 사용하여 염소의 잔류 정도를 검사하였다. 세척과정 후 침전물은 약 600°C에서 60분간 하소하여 분말로 제조하였다.

물리·화학적 특성 연구

합성된 YSZ분말과 모든 중간 단계의 침전물은 XRD (Philips XPERT MPD)로 각 온도영역에서의 상전이와 결정상에 대한 연구를 하였다 (CuKα, graphite monochromator, 1°/min., 2θ: 10~80°). Bio-Rad사의 FT-IR/RAMAN Spectrophotometer (FTS-60)를 사용하여 지르코니아 상전이에 따른 물성연구를 하였다. Raman 분광법 적용 시, 여기광원으로는 Ar 이온레이저의 514.5 nm선을 이용하였고 스펙트럼 측정 영역은 100~700 cm⁻¹, 주사속도 1 cm⁻¹, integration time 1초의 조건에서 분석하였다. 열분석을 위해서는 TA Instruments의 DSC 2010, TGA 2050을 사용하였고 승온속도는 10°C/min. Air = 100 mL/min의 조건하에서 열분석을 하였고, SEM분석은 FE-SEM (Hitachi S-4700)을 사용하여 가속전압 15 kV의 조건하에서 실시하였다.

결과 및 고찰

수산화 지르코니아의 물리적 특성

부분안정화 지르코니아의 안정화제로 사용한 Y_2O_3 침전물 합성 시, 세척과정과 고온에서의 가열반응에 따른 침전물 상의 안정화 과정에 대한 여러 선행 연구(윤종석과 이희수, 1989b; 오경영, 1997)와 본 연구의 예비 실험결과 $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ 와 $YCl_3 \cdot 6H_2O$ 용액을 출발 물질로 하여 공침법으로 합성된 침전물은 XRD 분석 결과 하소 이전 초기에는 비정질 상태로 다량의 KCl과 함께 공침하는 것으로 나타났다. 이는 특히 중류수로 세척하기 전 침전물의 XRD 분석 결과에서 명확하게 나타나는데 이와 같이 KCl이 다량 공침한 경우, 이를 충분히 세척하지 않은 상태에서 지르코니아 산화물로 바꾸기 위해 고온에서 가열처리한다면 나노분말 입자의 총기공부피가 늘어나게 된다. 이렇게 만들어진 지르코니아 분말을 원료로 하여 소결체를 만드는 경우에는 소결 시 부피감소가 매우 크게 일어나게 된다. 따라서 일차공침에서 만들어진 비정질 수산화 지르코니아 침전물($Zr(OH)_4 + Y(OH)_3$ 중 잔류 염소를 가능하면 완벽하게 세척하는 일은 고기능성 나노분말 합성에서 매우 중요하다.

이트리아 안정화 나노지르코니아(YSZ)의 화학적·물리적 특성

일차공침에서 만들어진 침전물인 수산화 지르코니아의 결정화 온도 즉 하소 온도를 알아보기 위한 DSC-TGA 결과는 그림 4에 나타난 것과 같다. 부분안정화 지르코니아(YSZ)의 결정화 온도는 안정화 첨가제로 사용되는 산화물의 종류에 따라 크게 달라지는 것으로 보고된 바 있다(윤종석 외, 1989; 윤종석과 이희수, 1989b; 오경영, 1997). 본 연구에서 8 mole%의 Al_2O_3 를 안정화제로 첨가한 경우, (그림 4B) 3 mole%의 Y_2O_3 를 안정화제로 첨가한 경우 430°C 부근에서 발열피크가 나타나는 것(그림 4A)과는 확연하게 다르게 발열피크의 온도가 920°C 부근에서 나타나는 것을 확인할 수 있었다. 일반적으로 ZrO_2 에 첨가되는 안정화제의 양에 따라서 발열반응 양상이 다르게 나타나는 것으로 알려

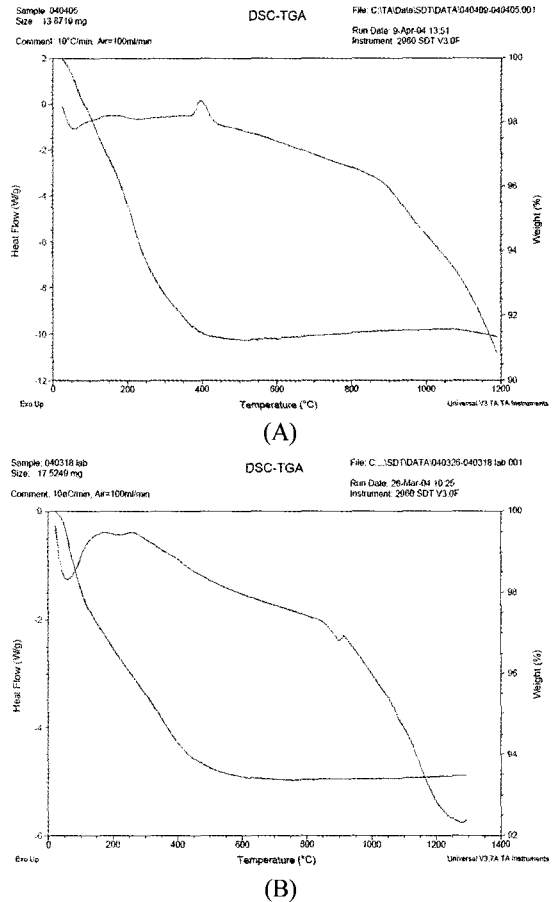


Fig. 4. DSC-TGA curves of zirconia nano powders. (A) 3 mole% Y_2O_3 stabilized ZrO_2 , (3 mole% YSZ), (B) 8 mole% Al_2O_3 stabilized ZrO_2 .

져 있으며 그 예로 Y_2O_3 의 양을 증가시킴에 따라서 발열피크가 매우 크게 나타나는 것으로 보고된 바 있다(오경영, 1997; 홍기곤과 이홍림, 1989). 열분석 실험 결과를 바탕으로 YSZ의 완전결정화 온도를 600°C 이상으로 설정하였으며, 이후 비정질 수산화 지르코니아 침전물의 하소는 600°C에서 실시하였다.

그림 5에는 출발물질로부터 초기침전물의 형태로 만들어진 비정질 수산화 지르코니아 침전물(그림 5B)과 100°C에서 열처리하여 얻어진 YSZ(그림 5C) 및 앞에서 언급한 열분석 결과에 근거하여 600°C에서 하소하여 얻어진 YSZ(좀더 정확하게는 3 mole% YSZ, 그림 5A)의 XRD 분석결과를 나타내었다. 2θ 가 30°인 부근에서 그림 5A에 나타난 것과 같은 단사정의

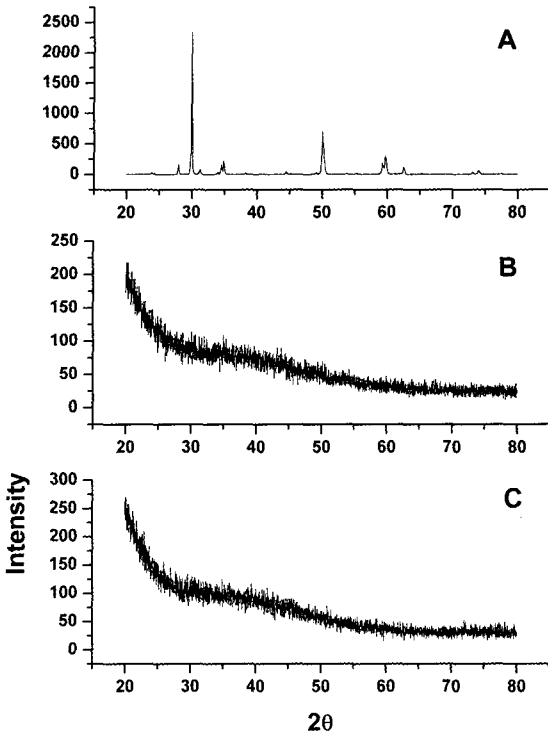


Fig. 5. XRD patterns of 3 mole% Y_2O_3 stabilized ZrO_2 (3 mole% YSZ) powder with changing firing temperature (A: 600°C, B: 100°C, C: room temperature).

특징적인 XRD 회절선을 보여준다. 반면에 그림 5의 B와 C 결과는 매우 미약한 회절선의 흔적을 나타낸다. 이 두 결과로부터 초기 침전물이 Zr-Y 두 원소로 이루어진 균질한 비정질의 수산화물임을 알 수 있다(황규홍과 김상모, 1996). 일단 600°C에서 하소된 YSZ를 600°C 이상에서 900°C까지 가열하여도 YSZ의 상변화는 관찰되지 않았다(그림 6).

앞서 언급한 바와 같이 XRD를 이용한 ZrO_2 의 상전이 연구의 제한적인 문제로 정방정과 입방정의 구별하기 위하여 Raman 분광법을 적용하였다(황진명 외, 1994). 그림 7에서는 본 연구에서 합성한 고온상의 정방정상이 Y_2O_3 안정화제의 첨가에 의하여 상온에서 안정한 단사정상과 함께 안정화되어 나타나는 것을 분명하게 보여준다. 3 mole%의 Y_2O_3 가 첨가된 경우, 그림 7의 B, C, D 및 E에 나타낸 것과 같이 뚜렷한 정방정상의 6개의 Raman mode가 표 1에 나타낸 것과 같이 관찰된다. 정방정상의 6개의

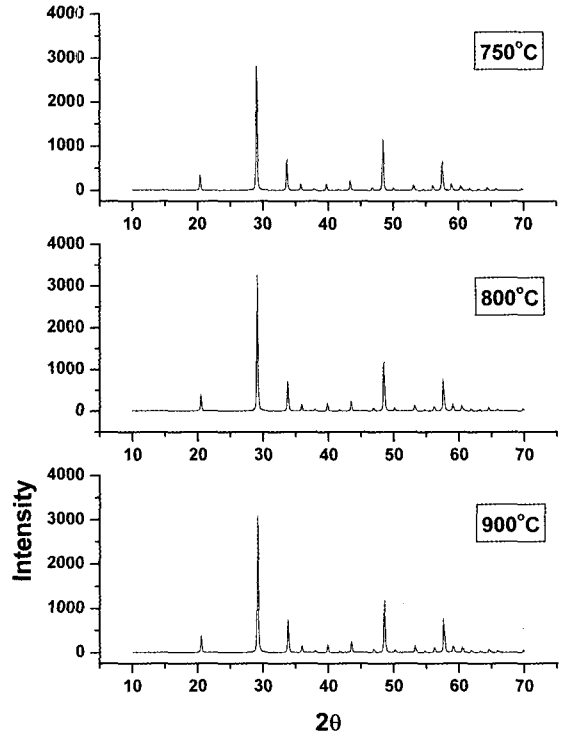


Fig. 6. Variation of XRD patterns at different firing temperature for 3 mole% YSZ.

Raman band는 B_{1g} : 149 cm^{-1} , E_g : 263 cm^{-1} , B_{1g} : 319 cm^{-1} , E_g : 466 cm^{-1} , A_{1g} : 609 cm^{-1} , E_g : 645 cm^{-1} 로 구분된다. 일반적으로 Y_2O_3 의 첨가량이 늘어남에 따라서 Raman band의 세기가 감소하고 폭이 넓어져 최고 10 mole% Y_2O_3 에서는 완전하게 입방정상으로만 존재한다고 보고된 바 있다(황진명 외, 1994; 은희태와 황진명, 1997). 이와 반면에 거의 순수한 ZrO_2 의 경우에는 그림 7A에 특징적으로 나타난 것과 같이 약 13개의 단사정상 특유의 Raman band가 관찰되는데(표 2) 특징적으로 아주 넓은 band가 600 cm^{-1} 근처에서 나타난다. 단사정상의 Raman band는 다음과 같이 구분된다. A_g+B_g : 180 cm^{-1} , A_g : 190 cm^{-1} , B_g : 225 cm^{-1} , A_g : 309 cm^{-1} , B_g : 334 cm^{-1} , A_g : 347 cm^{-1} , B_g : 383 cm^{-1} , A_g : 480 cm^{-1} , B_g : 502 cm^{-1} , B_g : 540 cm^{-1} , A_g : 560 cm^{-1} , B_g : 620 cm^{-1} , A_g : 640 cm^{-1} .

SEM을 이용한 3YSZ 나노분말로 만든 소결체의 표면 분석 결과(그림 8)는 소결온도로부터 냉각에 따른 상전이(정방정상→단사정상)결과 발생하는 3~5%의 부피변화로 인한 소결체의

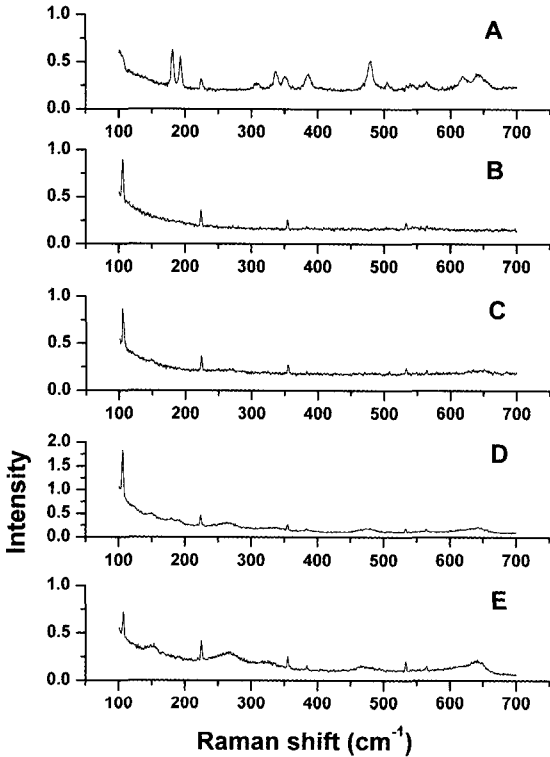


Fig. 7. Raman spectra of various ZrO_2 phases (A: ZrO_2 , B: $Zr(OH)_4$, C: Tosho YSZ, D: 3 mole% YSZ fired at $200^\circ C$, E: 3 mole% YSZ fired at $600^\circ C$).

Table 1. Assignments of Raman band measured for 3 mole% Y_2O_3 stabilized ZrO_2 (3YSZ)

Raman mode	Raman shift (cm^{-1})
B_{1g}	149
E_g	263
B_{1g}	319
E_g	466
A_{1g}	609
E_g	645

균열과 같은 약화 현상이 나타나지 않는 것을 보여준다. 본 연구 결과 합성된 3YSZ 나노분말은 고온안정상인 3YSZ 정방정상이 상온에서도 안정한 상으로 유지되는 것을 보여주며 표 3에 나타낸 것과 같은 조성과 물리적 성질을 갖고 있다. 이는 낮은 온도에서도 안정한 정방정상의 부분 안정화 지르코니아 나노분말로 $400^\circ C$ 이하 또는 습한 분위기에서 급격한 상전리로 인하여 발생 할 수 있는 균열과 불균질한 기공

Table 2. Assignments of Raman band measured for pure monoclinic ZrO_2

Raman mode	Raman shift (cm^{-1})
$A_g + B_g$	180
A_g	190
B_g	225
A_g	309
B_g	334
A_g	347
B_g	383
A_g	480
B_g	502
B_g	540
A_g	560
B_g	620
A_g	640

Table 3. Chemical and physical properties of 3 mole% YSZ prepared from this study

Chemical characteristics	$ZrO_2 + HfO_2$ (wt.%)	94.4% >
	Y_2O_3 (wt.%)	$5 \pm 0.2\%$
Physical characteristics	crystalline size (nm)	25~35
	particle size (μm)	0.5
	granule size (μm)	60~70

발생 등 소결체의 강도를 약화시킬 수 있는 지르코니아의 유일한 단점인 저온열화를 완전히 배제한 것으로 이러한 특성으로 인하여 고기능성 소재로서 여러 분야에서 다양한 용도로 사용될 수 있다.

결론

본 연구에서는 출발물질인 $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ - $YCl_3 \cdot 6H_2O$ 용액으로부터 부분안정화 지르코니아인 3 mole% YSZ 나노분말정제를 공침법으로 제조하였다. Raman 분광법을 적용한 결과, Y_2O_3 안정화제를 사용한 YSZ의 경우 정방정상의 6개의 Raman mode가 뚜렷하게 구별됨으로써 약 13개의 단사정상 특유의 Raman band를 보이는 ZrO_2 와 명확하게 구별되었다. 따라서 여러 가지 금속산화물을 안정화제로 사용하는

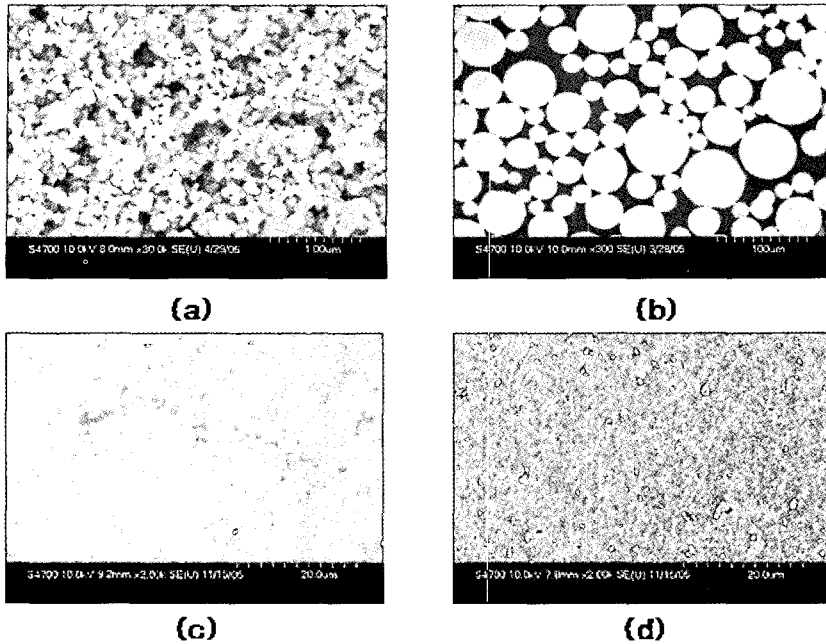


Fig. 8. SEM of (a) 3 mole% YSZ nano-powder, (b) 3 mole% YSZ granule, (c) cross-section of pressed ceramics of YSZ (massive), (d) cross-section of pressed ceramics of YSZ (with vacancies).

부분안정화 지르코니아의 상전이 연구에서 Raman 분석의 이용 가능성을 확인하였다.

사 사

본 연구는 이트리아 안정화 지르코니아(YSZ) 분말 소재 국산화를 위하여 (주)나노랩과 한국기초과학지원연구원이 2004년, 2005년 산·학·연 컨소시엄사업을 통하여 “이트리아 안정화 지르코니아(YSZ) 나노분말의 공정기술 확립”의 일환으로 수행하고 있는 연구의 결과이다. 이 연구는 중소기업지원 산·학·연 컨소시엄사업 PC2403과 PC2503의 지원에 의해 수행되었다. 또한 본 논문을 상세하게 검토하고 논평 및 원고의 교정에 애써주신 익명의 심사위원님께 감사드립니다.

참 고 문 헌

박홍채, Riley F.L. (1992) 지르코니아 분말의 치밀화와 소결거동: I. 가압에 따른 치밀화와 응답. *요업학회지*, 29(9), 489-495.
 안영필, 김복희, 성상현 (1987) (1-x) ZrO₂-xY₂O₃계 미분말의 합성 및 소결체의 제조에 관한 연구. *요업학회지*, 24(2), 235-242.
 오경영 (1997) 공침법으로 제조한 이트리아 안정화 지

르코니아-알루미나 분말의 특성. *요업학회지*, 34(11), 1113-1120.
 윤종석, 이동인, 오영제, 이희수 (1989a) 공침법에 의한 지르코니아분말의 합성 및 특성 III) ZrO₂-Y₂O₃-Bi₂O₃의 특성 및 소결성. *요업학회지*, 26(5), 655-660.
 윤종석, 이희수 (1989b) 공침법에 의한 지르코니아분말의 합성 및 특성 II) ZrO₂-3m/o Y₂O₃의 특성 및 소결성. *요업학회지*, 27(4), 532-538.
 은희태, 황진명 (1997) X-선회절과 Raman 분광분석을 이용한 2성분계 (CaO-, Y₂O₃-, MgO-ZrO₂) 및 3성분계 (MgO-ZrO₂-Al₂O₃) Zirconia의 상전이에 대한 연구. *요업학회지*, 34(2), 145-156.
 이전, 조동수 (1991) 알콕사이드의 가수분해법에 의한 지르코니아 분체 합성. *요업학회지*, 28(2), 167-175.
 홍기곤, 이홍림 (1989) 공침법으로 제조한 Al₂O₃-15v/o ZrO₂ (+3m/o Y₂O₃)계 분말의 특성. *요업학회지*, 26(2), 210-220.
 황진명, 은희태, 권혁기 (1994) 졸-겔법에 의한 Y₂O₃-ZrO₂계와 CaO-ZrO₂계 섬유체의 제조 및 Raman Microprobe에 의한 상분석. *요업학회지*, 31(1), 104-114.
 황규홍, 김상모 (1996) 반응소결에 의한 지르코니아-스피넬 복합체의 제조 및 성질. *요업학회지*, 33(7), 779-784.

2006년 5월 26일 원고접수, 2006년 6월 21일 게재승인.