

	(19) 대한민국특허청(KR) (12) 공개특허공보(A)	(11) 공개번호 10-2013-0029476 (43) 공개일자 2013년03월25일
(51) 국제특허분류(Int. Cl.) C04B 35/495 (2006.01) C04B 35/01 (2006.01) C04B 35/64 (2006.01) (21) 출원번호 10-2011-0092736 (22) 출원일자 2011년09월15일 심사청구일자 2011년09월15일		(71) 출원인 창원대학교 산학협력단 경상남도 창원시 의창구 사림동 9 창원대학교 (72) 발명자 성연수 경상남도 창원시 의창구 용지로153번길 32, 202동 502호 (용호동, 용지아파트) 김명호 경남 창원시 의창구 대방동 336-7 (뒷면에 계속) (74) 대리인 김재욱

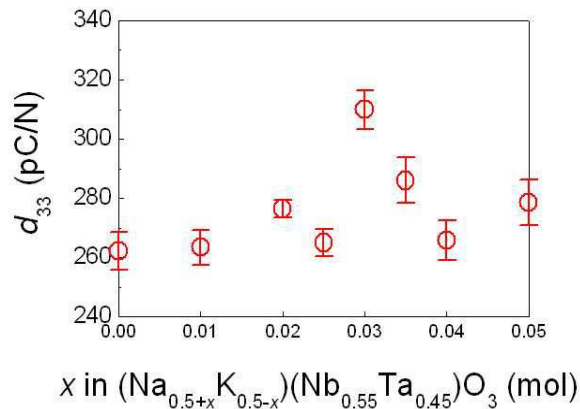
전체 청구항 수 : 총 3 항

(54) 발명의 명칭 (N a 0.5+ X K 0.5- X)(N b 0.55 T a 0.45) O₃계통의 무연 압전 세라믹스의 조성물 및 그 제조방법

(57) 요약

본 발명은 (Na_{0.5+x}K_{0.5-x})(Nb_{0.55}Ta_{0.45})O₃계통의 무연(Pb-free) 세라믹스의 조성물 및 그 제조방법에 관한 것으로서, 특히 더욱 상세하게는 종래의 납(Pb)계통의 PZT 세라믹스가 인체에 유해하고 환경오염을 유발시키는 것과는 달리 (Na_{0.5+x}K_{0.5-x})(Nb_{0.55}Ta_{0.45})O₃계통의 압전 세라믹스의 소재를 제공하므로 친환경적이고, 원료분말 중에서 흡습성을 갖는 Na₂CO₃와 K₂CO₃를 철저하게 건조시켜 결보기밀도가 이론밀도의 대략 95 %에 이르는 소결체를 얻을 수 있고, Na와 K의 mol 비율을 조절하여 압전 특성을 제어한 결과 압전계수가 Na과잉 K부족인 경우가 더 향상되며, 무연 (Na_{0.5+x}K_{0.5-x})(Nb_{0.55}Ta_{0.45})O₃계통의 세라믹스의 압전 특성을 향상시켜 종래의 납(Pb)계통의 압전 소재 부품들을 전부 또는 부분적으로 대체할 수 있으므로 경제적인 절감은 물론 환경 친화적성을 가져 올 수 있는 효과가 있다.

대표도 - 도2



(72) 발명자

박태곤

서울특별시 양천구 신정6동 목동신시가지아파트
1404-604

송태권

경남 창원시 의창구 대방동 성원3차아파트 302-402

이정훈

경상남도 김해시 장유면 부곡리 부영3차아파트
905-1903

류경현

경상남도 김해시 진영읍 자이아파트 301-1003

특허청구의 범위

청구항 1

$(\text{Na}_{0.5+x}\text{K}_{0.5-x})(\text{Nb}_{0.55}\text{Ta}_{0.45})\text{O}_3$ 으로 나타내는 조성물을 주성분으로 함유하는 무연 세라믹 조성물로서, 상기 식에서 $0 \leq x \leq 0.05$ 를 만족하는 것을 특징으로 하는 $(\text{Na}_{0.5+x}\text{K}_{0.5-x})(\text{Nb}_{0.55}\text{Ta}_{0.45})\text{O}_3$ 계통의 무연 세라믹스의 조성물.

청구항 2

$(\text{Na}_{0.5+x}\text{K}_{0.5-x})(\text{Nb}_{0.55}\text{Ta}_{0.45})\text{O}_3$ 계통의 무연 세라믹스의 조성물의 제조방법에 있어서,

Na_2CO_3 , K_2CO_3 , Nb_2O_5 , Ta_2O_5 분말을 사용하여 $(\text{Na}_{0.5+x}\text{K}_{0.5-x})(\text{Nb}_{0.55}\text{Ta}_{0.45})\text{O}_3$ 계통의 무연 세라믹스 조성을 갖는 조성물 중에서 어느 하나를 선택하여 칭량하고 혼합한 후 무수 에탄올을 사용하여 밀링하는 단계와;

상기 밀링한 분말을 90 내지 110 °C 오븐에서 건조시키고 800 °C에서 5 시간 동안 1차 하소하고, 분말의 균질성을 높이기 위하여 밀링과 건조를 반복한 후 2차 하소를 850 °C에서 5 시간 동안 실행하는 단계와;

상기 하소된 분말을 다시 습식 밀링하고 건조시키는 단계와;

상기 건조된 분말을 성형을 위한 결합제로서 Polyvinyl Alcohol(PVA) 결합제를 분말에 0.5 wt% 첨가 혼합하고 sieve로 체가름을 한후 성형하는 단계와;

상기 성형된 시편의 대기 중에서 1150 내지 1250 °C에서 4 시간 동안 소결하는 단계; 를 포함하는 것을 특징으로 하는 $(\text{Na}_{0.5+x}\text{K}_{0.5-x})(\text{Nb}_{0.55}\text{Ta}_{0.45})\text{O}_3$ 계통의 무연 세라믹스의 조성물의 제조방법.

청구항 3

제 2항에 있어서,

상기 하소를 실행하는 단계에서, 1차와 2차 하소 온도를 800 °C와 850 °C로 다르게 한 것은 원료분말 중 Na_2CO_3 의 녹는점이 대략적으로 858 °C인 점을 감안하여 1차 하소 도중 Na의 휘발을 억제하고 2차 하소시 반응의 효율을 높이기 위한 것임을 특징으로 하는 $(\text{Na}_{0.5+x}\text{K}_{0.5-x})(\text{Nb}_{0.55}\text{Ta}_{0.45})\text{O}_3$ 계통의 무연 세라믹스의 조성물의 제조방법.

명세서

기술분야

[0001]

본 발명은 종래의 납(Pb)계통의 PZT 세라믹스가 인체에 유해하고 환경오염을 유발시키는 것과는 달리 $(\text{Na}_{0.5+x}\text{K}_{0.5-x})(\text{Nb}_{0.55}\text{Ta}_{0.45})\text{O}_3$ 계통의 압전 세라믹스의 소재를 제공하므로 친환경적이고, 원료분말 중에서 흡습성을 갖는 Na_2CO_3 와 K_2CO_3 를 철저하게 건조시켜 세라믹스들을 소결시킨 후 겔보기밀도를 측정하여 이론밀도와 비교하여 볼 때, 불순물의 형성이 제어된 겔보기밀도가 이론밀도의 대략 95 %에 이르는 소결체를 얻을 수 있고, Na 또는 K의 mol 비율을 일반적인 0.5에서 벗어나게 조절하여 압전 특성을 제어한 결과 압전계수(piezoelectric coefficient, d_{33})가 0.5($x=0$)인 조성의 경우보다 Na과잉 및 K부족인 경우가 더 향상되며, 무연 $(\text{Na}_{0.5+x}\text{K}_{0.5-x})(\text{Nb}_{0.55}\text{Ta}_{0.45})\text{O}_3$ 계통의 세라믹스의 압전 특성을 향상시켜 종래의 납(Pb)계통의 압전 소재 부품들을 전부 또는 부분적으로 대체할 수 있으므로 경제적인 절감은 물론 환경 친화적성을 가져 올 수 있는 $(\text{Na}_{0.5+x}\text{K}_{0.5-x})(\text{Nb}_{0.55}\text{Ta}_{0.45})\text{O}_3$ 계통의 무연 세라믹스의 조성물 및 그 제조방법에 관한 기술이다.

배경기술

[0002]

일반적으로 $\text{Pb}(\text{Zr}, \text{Ti})\text{O}_3$ (PZT)계열의 세라믹스 재료들은 우수한 압전 특성을 갖고 있지만, 납(Pb)을 포함하고 있기 때문에 인체에 해롭고 환경오염을 유발시킨다. 그래서 이를 근본적으로 해결하기 위한 방안의 하나로써, 원천적으로 납을 포함하지 않는 무연(無鉛, Pb-free)계통의 재료들의 활용을 고려할 수 있지만, 현시점에서 보면,

무연 계통의 재료들은 그 특성들이 기존의 PZT를 대체할 수준에 미치지 못하고 있는 실정이다.

[0003] 현재 사용되고 있는 압전 소재들은 거의 대부분 납을 함유한 PZT계의 압전 소재들인데, 궁극적으로 무연계의 소재로 대체되어야 하는 실정이다. 왜냐하면 유럽에서 2003년 2월에 ‘특정유해물질 사용제한에 관한 지침(Restriction of Hazardous Substance, RoHS)’이 공포되어 2006년 7월부터 납(Pb), 카드뮴(Cd), 수은(Hg), 6가 크롬(Cr), 브롬(Br)계의 난연제 2종의 사용이 금지되었다. 하지만 PZT계의 압전 세라믹 부품을 대체할 소재가 아직 개발되지 않았기에 압전 세라믹 부품에 함유된 납에 한해서 예외적으로 허용되고 있지만, 대체 가능한 물질이 개발되면 압전 세라믹 부품에서도 납산화물의 사용이 금지될 것이다. 일본의 경우에도 2005년부터 납의 사용을 금지시킨다는 규정이 제정되어 있으나, 마찬가지로 납계의 압전 부품 소재를 대체할 소재가 아직 없다는 이유로 사용이 허용되고 있는 실정이다.

[0004] $(\text{Na}_{0.5+x}\text{K}_{0.5-x})(\text{Nb}_{0.55}\text{Ta}_{0.45})\text{O}_3$ 계 무연 압전 세라믹스 재료는 화학식으로 ABO_3 (A, B = 양이온 A와 B, O = 음이온 산소)로 표현되며, A자리에 Na^{1+} 와 K^{1+} 이 공존하고 B자리에 Nb^{5+} 와 Ta^{5+} 가 공존하는 복합 페로브스카이트(perovskite) 구조를 갖는다. A자리의 Na와 K의 mol 비율에 따라 저온에서 결정구조적으로 사방정(orthorhombic) I상과 사방정 II상 또는 고온에서 정방정(tetragonal)I 상과 정방정II 상으로 존재하여 morphotropic phase boundary(MPB)를 갖게 되어, MPB조성에서 2상 공존에 의한 유전 및 압전 특성의 향상을 유도할 수 있다.

[0005] 한편 B자리의 Ta량에 따라 동소변태(polymorphic phase transition, PPT)를 하여 저온에서 고온으로 감에 따라 능면정(rhombohedral), 사방정(orthorhombic), 정방정(tetragonal), 입방정(cubic) 상으로 상전이하는데, 입방정을 제외하고 모두 강유전상으로서 MPB처럼 동소변태(PPT)온도에서 2상 공존에 의한 유전 및 압전 특성의 향상을 유도할 수 있다.

[0006] ABO_3 페로브스카이트 구조에서 화학양론(stoichiometric)적 조성은 상술한 바와 같이, A자리의 Na^{1+} 와 K^{1+} 의 합이 1.0이고, B자리의 Nb^{5+} 와 Ta^{5+} 의 합이 1.0이 되어 양이온 총가전자 수가 +6이 되어 산소이온 3개의 -6과 더불어 전기적으로 중성을 유지한다. 여기서, 가전자 1+의 Na와 K의 조성은 일반적으로 각각 0.5이나, 그로부터 벗어나는 조성으로 변화시켜서 세라믹스를 제조하면 $(\text{Na}_{0.5+x}\text{K}_{0.5-x})(\text{Nb}_{0.55}\text{Ta}_{0.45})\text{O}_3$ 의 MPB 효과에 의하여 압전계수에서의 변화가 나타날 것으로 기대된다. 동시에 B자리 조성을 조절하여 사방정(orthorhombic)과 정방정(tetragonal) 2상이 공존하도록 동소변태(PPT)온도를 조절하면 압전계수는 MPB 및 PPT 효과에 의하여 더욱 향상될 것이다.

[0007] 그러므로 $(\text{Na}_{0.5+x}\text{K}_{0.5-x})(\text{Nb}_{0.55}\text{Ta}_{0.45})\text{O}_3$ 계통의 압전 세라믹스의 소재를 제공하므로 친환경적이고, 원료분말 중에서 흡습성을 갖는 Na_2CO_3 와 K_2CO_3 를 철저히 건조시킨 후 Na 또는 K의 mol 비율이 0.5 보다 과잉 또는 부족하게 조절하여 압전 특성을 제어하여 압전계수가 더 향상되며, 세라믹스들을 소결시킨 후 겔보기밀도를 측정하여 이론 밀도와 비교하면서 불순물의 형성을 제어하므로 겔보기밀도가 이론밀도의 대략 95 %에 이르는 소결체를 얻을 수 있고, 무연 $(\text{Na}_{0.5+x}\text{K}_{0.5-x})(\text{Nb}_{0.55}\text{Ta}_{0.45})\text{O}_3$ 계통의 무연 세라믹스의 압전 특성을 향상시켜 종래의 납(Pb)계통의 압전 소재 부품들을 전부 또는 부분적으로 대체할 수 있으므로 경제적인 절감은 물론 환경 친화적성을 가져 올 수 있는 $(\text{Na}_{0.5+x}\text{K}_{0.5-x})(\text{Nb}_{0.55}\text{Ta}_{0.45})\text{O}_3$ 계통의 무연 세라믹스의 조성물 및 그 제조방법의 개발이 필요하다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0008] 이에 본 발명은 상기 문제점들을 해결하기 위하여 착상된 것으로서, 종래의 납(Pb)계통의 PZT 세라믹스가 인체에 유해하고 환경오염을 유발시키는 것과는 달리, 친환경적인 $(\text{Na}_{0.5+x}\text{K}_{0.5-x})(\text{Nb}_{0.55}\text{Ta}_{0.45})\text{O}_3$ 계통의 무연 세라믹스의 조성물 및 그 제조방법을 제공하는데 그 목적이 있다.

[0009] 본 발명의 다른 목적은 세라믹스들을 소결시킨 후 겔보기밀도를 측정하여 이론밀도($\sim 4.5 \text{ g/cm}^3$)와 비교하면서 불순물의 형성을 제어하므로 겔보기밀도가 이론밀도의 대략 95 %에 이르는 소결체를 얻을 수 있는 $(\text{Na}_{0.5+x}\text{K}_{0.5-x})(\text{Nb}_{0.55}\text{Ta}_{0.45})\text{O}_3$ 계통의 무연 세라믹스의 조성물 및 그 제조방법을 제공하는데 있다.

[0010] 본 발명의 다른 목적은 원료분말 중에서 흡습성을 갖는 Na_2CO_3 와 K_2CO_3 를 철저히 건조시킨 후 Na 또는 K의 mol

비율이 0.5가 아닌 과잉 또는 부족하게 조절하여 압전 특성을 제어한 결과 압전계수가 0.5인 경우보다 Na 과잉 K부족인 경우가 더 향상되는 $(\text{Na}_{0.5+x}\text{K}_{0.5-x})(\text{Nb}_{0.55}\text{Ta}_{0.45})\text{O}_3$ 계통의 무연 세라믹스의 조성물 및 그 제조방법을 제공하는데 있다.

[0011] 본 발명의 다른 목적은 무연 $(\text{Na}_{0.5+x}\text{K}_{0.5-x})(\text{Nb}_{0.55}\text{Ta}_{0.45})\text{O}_3$ 계통의 세라믹스의 압전 특성을 향상시켜 종래의 납(Pb)계통의 압전 소재 부품들을 전부 또는 부분적으로 대체할 수 있으므로 경제적인 절감은 물론 환경 친화적성을 가져 올 수 있는 $(\text{Na}_{0.5+x}\text{K}_{0.5-x})(\text{Nb}_{0.55}\text{Ta}_{0.45})\text{O}_3$ 계통의 무연 세라믹스의 조성물 및 그 제조방법을 제공하는데 있다.

과제의 해결 수단

[0012] 상기 목적을 달성하기 위한 본 발명의 바람직한 실시예에 따른 $(\text{Na}_{0.5+x}\text{K}_{0.5-x})(\text{Nb}_{0.55}\text{Ta}_{0.45})\text{O}_3$ 계통의 무연 세라믹스의 조성물은 $(\text{Na}_{0.5+x}\text{K}_{0.5-x})(\text{Nb}_{0.55}\text{Ta}_{0.45})\text{O}_3$ 로 나타내는 조성물을 주성분으로 함유하는 무연 세라믹 조성물로서, 상기 식에서 $0 \leq x \leq 0.05$ 를 만족하는 것을 특징으로 한다.

[0013] 또한 상기 목적을 달성하기 위한 본 발명의 바람직한 실시예에 따른 $(\text{Na}_{0.5+x}\text{K}_{0.5-x})(\text{Nb}_{0.55}\text{Ta}_{0.45})\text{O}_3$ 계통의 무연 세라믹스의 조성물의 제조방법은 Na_2CO_3 , K_2CO_3 , Nb_2O_5 , Ta_2O_5 분말을 사용하여 $(\text{Na}_{0.5+x}\text{K}_{0.5-x})(\text{Nb}_{0.55}\text{Ta}_{0.45})\text{O}_3$ 계의 무연 세라믹스 조성을 갖는 조성물 중에서 어느 하나를 선택하여 칭량하고 혼합한 후 무수 에탄올을 사용하여 밀링하는 단계와; 상기 밀링한 분말을 90 내지 110 °C 오븐에서 건조시키고 800 °C에서 5 시간 동안 1차 하소하고, 분말의 균질성을 높이기 위하여 밀링과 건조를 반복한 후 2차 하소를 850 °C에서 5 시간 동안 실행하는 단계와; 상기 하소된 분말을 다시 습식 밀링하고 건조시키는 단계와; 상기 건조된 분말을 성형을 위한 결합제로서 Polyvinyl Alcohol(PVA) 결합제를 분말에 0.5 wt% 첨가 혼합하고 sieve로 체가름을 한 후 성형하는 단계와; 상기 성형된 시편의 대기 중에서 1150 내지 1250 °C에서 4 시간 동안 소결하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 한다.

[0014] 상기 본 발명에 있어서, 상기 하소를 실행하는 단계에서, 1차와 2차 하소 온도를 800 °C와 850 °C로 다르게 한 것은 원료분말 중 Na_2CO_3 의 녹는점이 대략적으로 858 °C인 점을 감안하여 1차 하소 도중 휘발을 억제하고 2차 하소시 반응의 효율을 높이기 위한 것임을 특징으로 한다.

발명의 효과

[0015] 본 발명에 따른 $(\text{Na}_{0.5+x}\text{K}_{0.5-x})(\text{Nb}_{0.55}\text{Ta}_{0.45})\text{O}_3$ 계통의 무연 세라믹스의 조성물 및 그 제조방법은 다음과 같은 효과를 가진다.

[0016] 첫째, 본 발명은 종래의 납(Pb)계통의 PZT 세라믹스가 인체에 유해하고 환경오염을 유발시키는 것과는 달리 $(\text{Na}_{0.5+x}\text{K}_{0.5-x})(\text{Nb}_{0.55}\text{Ta}_{0.45})\text{O}_3$ 계통의 압전 세라믹스의 소재를 제공하므로 친환경적이다.

[0017] 둘째, 본 발명은 원료분말 중에서 흡습성을 갖는 Na_2CO_3 와 K_2CO_3 를 철저히 건조시켜 세라믹스들을 소결시킨 후 겔보기밀도를 측정하여 이론밀도와 비교하여 불순물의 형성이 억제된 겔보기밀도가 이론밀도의 대략 95 %에 이르는 소결체를 얻을 수 있다.

[0018] 셋째, 본 발명은 Na 또는 K의 mol 비율이 0.5가 아닌 과잉 또는 부족하게 조절하여 압전 특성을 제어한 결과 압전계수가 Na과잉 및 K부족인 경우가 더 향상된다.

[0019] 넷째, 본 발명은 무연 $(\text{Na}_{0.5+x}\text{K}_{0.5-x})(\text{Nb}_{0.55}\text{Ta}_{0.45})\text{O}_3$ 계통의 세라믹스의 압전 특성을 향상시켜 종래의 납(Pb)계통의 압전 소재 부품들을 전부 또는 부분적으로 대체할 수 있으므로 경제적인 절감은 물론 환경 친화적성을 가져 올 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0020] 도 1은 본 발명의 일실시예에 따른 $(\text{Na}_{0.5+x}\text{K}_{0.5-x})(\text{Nb}_{0.55}\text{Ta}_{0.45})\text{O}_3$ 계통의 무연 세라믹스 조성물의 제조 및 평가의 공정 흐름도.

도 2는 본 발명의 일실시예에 따른 $(\text{Na}_{0.5+x}\text{K}_{0.5-x})(\text{Nb}_{0.55}\text{Ta}_{0.45})\text{O}_3$ 계통의 무연 세라믹스 조성물의 Na와 K의 조성에 따른 압전계수의 변화.

도 3은 본 발명의 일실시예에 따른 $(\text{Na}_{0.5+x}\text{K}_{0.5-x})(\text{Nb}_{0.55}\text{Ta}_{0.45})\text{O}_3$ 계통의 무연 세라믹스 조성물의 Na의 조성에 따른 X-ray 회절패턴.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0021] 이하 첨부된 도면과 함께 본 발명의 바람직한 실시 예를 살펴보면 다음과 같은데, 본 발명을 설명함에 있어서 관련된 공지기술 또는 구성에 대한 구체적인 설명이 본 발명의 요지를 불필요하게 흐릴 수 있다고 판단되는 경우에는 그 상세한 설명은 생략할 것이며, 후술되는 용어들은 본 발명에서의 기능을 고려하여 정의된 용어들로서 이는 사용자, 운용자의 의도 또는 관례 등에 따라 달라질 수 있으므로, 그 정의는 본 발명인 $(\text{Na}_{0.5+x}\text{K}_{0.5-x})(\text{Nb}_{0.55}\text{Ta}_{0.45})\text{O}_3$ 계통의 무연 세라믹스의 조성물 및 그 제조방법을 설명하는 본 명세서 전반에 걸친 내용을 토대로 내려져야 할 것이다.

[0022] 이하, 본 발명의 바람직한 실시예에 따른 $(\text{Na}_{0.5+x}\text{K}_{0.5-x})(\text{Nb}_{0.55}\text{Ta}_{0.45})\text{O}_3$ 계통의 무연 세라믹스의 조성물 및 그 제조방법에 대하여 설명하면 다음과 같다.

실시예 1

[0023] 도 1은 본 발명의 일실시예에 따른 $(\text{Na}_{0.5+x}\text{K}_{0.5-x})(\text{Nb}_{0.55}\text{Ta}_{0.45})\text{O}_3$ 계통의 무연 세라믹스 조성물의 제조 및 평가의 공정 흐름도이다. 도 1에 도시한 바와 같이, 원료 분말들로서 Na_2CO_3 , K_2CO_3 , Nb_2O_5 , Ta_2O_5 를 사용하여 고상반응법(solid-state process)으로 세라믹스 각각의 조성을 갖는 조성물들을 제작하였다. 원료분말 중에서 Na_2CO_3 와 K_2CO_3 는 흡습(吸濕)성을 갖기 때문에 보관 중 주변 환경으로부터 수분을 흡수하여 무게가 증가하게 된다. 따라서 칭량 전 건조가 충분하지 않으면 함유하고 있는 수분의 양만큼 조성이 틀리게 되고 그에 따라 압전 특성도 변하게 된다. 따라서 Na_2CO_3 와 K_2CO_3 분말을 건조오븐에서 110 내지 200 °C에서 2 내지 16 시간 동안 충분히 건조시켜 이미 함유된 수분의 건조에 따른 무게감소가 더 이상 없는 상태, 즉 완전 건조의 상태를 확인한 후 glove box에서 칭량하였다.

[0024] 분말의 혼합은 원하는 조성 비율의 분말을 Yttria-stabilized zirconia(YSZ) 볼(ball)들과 함께 무수(anhydrous) ethanol을 사용하여 2 시간 동안 습식 밀링(milling) 하였다. 밀링 후 90 내지 110 °C 오븐에서 건조시키고 800 °C에서 5 시간 동안 1차 하소(calcination)하였다. 분말의 균질성을 높이기 위하여 밀링과 건조를 반복한 후 2차 하소를 850 °C에서 5 시간 동안 실행하였다. 여기서, 1차와 2차 하소 온도를 800 °C와 850 °C로 다르게 한 이유는 원료분말 중 Na_2CO_3 의 녹는점이 대략적으로 858 °C인 점을 감안하여 1차 하소 도중 Na의 휘발을 억제하고 2차 하소 시 반응의 효율을 높이기 위함인 것이다.

[0025] 최종 하소된 분말을 다시 습식 밀링하고 건조시킨 후 성형을 위한 결합체로서 Polyvinyl Alcohol(PVA) 결합체를 분말에 0.5 wt% 첨가 혼합하고 150 sieve로 체가름을 하였으며, 시편의 성형은 150 MPa의 압력을 1축으로 가하여 직경 10 또는 18 mm, 두께 1 mm 정도의 원판 형으로 제작하였다. 상기 성형된 시편의 소결(sintering)은 알루미늄 도가니에 시편들을 넣고 동일한 조성의 분말로 시편을 덮은 후 도가니 뚜껑을 덮고 1150 내지 1250 °C에서 4 시간 동안 대기 중에서 하였다.

[0026] 소결된 시편의 겉보기밀도는 대기 중에서의 질량과 증류수 속에서의 질량을 측정 비교하는 아르키메데스(Archimedes) 원리를 이용하여 산출하였다. 시편의 연마는 400, 800, 1200 연마지(emery paper)로 최종 두께가 0.5 mm가 되도록 양면 연마하였다. 시편의 상 분석은 X-Ray diffraction (XRD) 패턴(pattern)을 분석하였다.

[0027] 압전 특성의 측정을 위하여 연마된 시편의 양 면에 은(Ag) paste를 도포한 후 650 °C에서 30 분간 열처리를 하여 전극을 형성하였다. 시편의 분극(poling)은 120 °C의 실리콘 oil 속에서 4 kV/mm의 직류 전압을 30 분간 가한 후 실온으로 냉각하여 실행하였고 24 시간의 시효(aging) 처리를 하였다. 그리고 압전계수(piezoelectric coefficient, d_{33})는 piezo d_{33} meter를 사용하여 측정하였다.

[0028] 도 2는 본 발명의 일실시예에 따른 $(\text{Na}_{0.5+x}\text{K}_{0.5-x})(\text{Nb}_{0.55}\text{Ta}_{0.45})\text{O}_3$ 계통의 무연 세라믹스 조성물의 Na과 K의 조성에 따른 압전계수의 변화로서, Na가 과잉, K가 부족됨에 따라 증가하다가 감소하는 경향을 보였는데, 아래의 표 1를 살펴보면,

표 1

[0029]

x (mol)	0	0.01	0.02	0.025	0.03	0.035	0.04	0.05
Na (mol)	0.5	0.51	0.52	0.525	0.53	0.535	0.54	0.55
K (mol)	0.5	0.49	0.48	0.475	0.47	0.465	0.46	0.45
d ₃₃ (pC/N)	262	263	276	265	310	286	266	279

[0030]

x = 0.03인 Na = 0.53, K = 0.47 mol 조성에서 압전계수(d₃₃)의 수치가 x = 0인 Na = 0.5, K = 0.5 mol 조성의 262 pC/N에서 310 pC/N으로 향상되었다.

[0031]

도 3은 본 발명의 일실시예에 따른 (Na_{0.5+x}K_{0.5-x})(Nb_{0.55}Ta_{0.45})O₃계통의 무연 세라믹스 조성물의 Na와 K의 조성에 따른 X-ray 회절패턴으로서, 불순물의 형성이 없고 전체적으로 페로브스카이트 상구조를 보였다. Si은 회절패턴의 보정을 위하여 internal standard로 사용한 고순도 5 N(99.999 %) Si 분말 피크이다.

[0032]

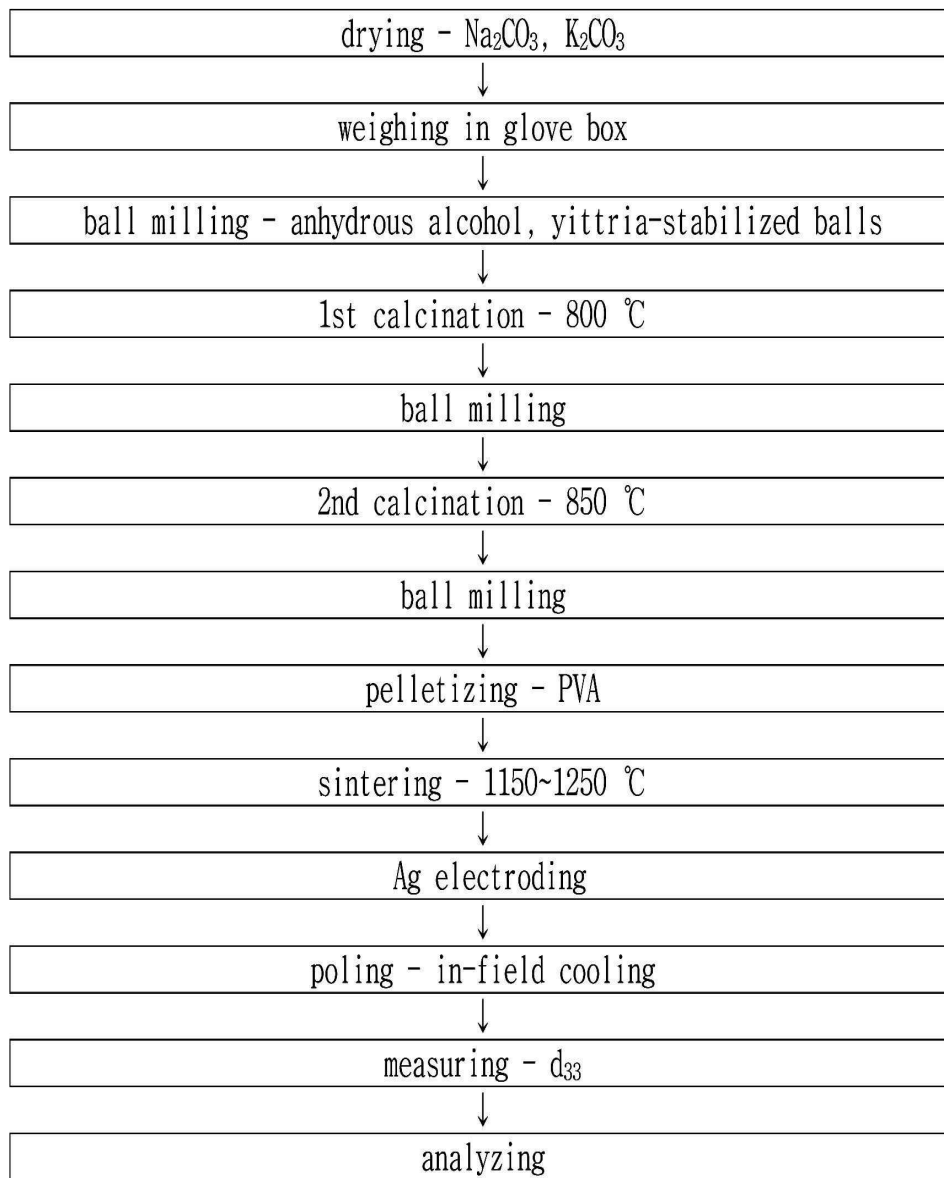
상기와 같은 (Na_{0.5+x}K_{0.5-x})(Nb_{0.55}Ta_{0.45})O₃계통의 무연 압전 세라믹스 소재들의 응용범위는 매우 다양하여 휴대폰, 자동차, TV 디스플레이는 물론 각종 의료기기들의 부품에 이르기까지 다양한 분야에서 우리의 생활과 밀접하게 관련되어 있다. 또한 필터, 공진기, 진동자, 센서, 액츄에이터, 변압기 등의 용도 및 형태로 사용되는데, 예를 들면 잉크젯의 프린터 헤드에서부터 카메라 자동초점조절, 진동모터, 자동차 브레이크, 녹킹센서, 주차센서, 변압기, 초음파 가습기, 치석제거기, 가스레인지 착화소자 등에 이르기까지 응용제품들이 무수히 많으며, 그 시장 규모도 매우 크다.

[0033]

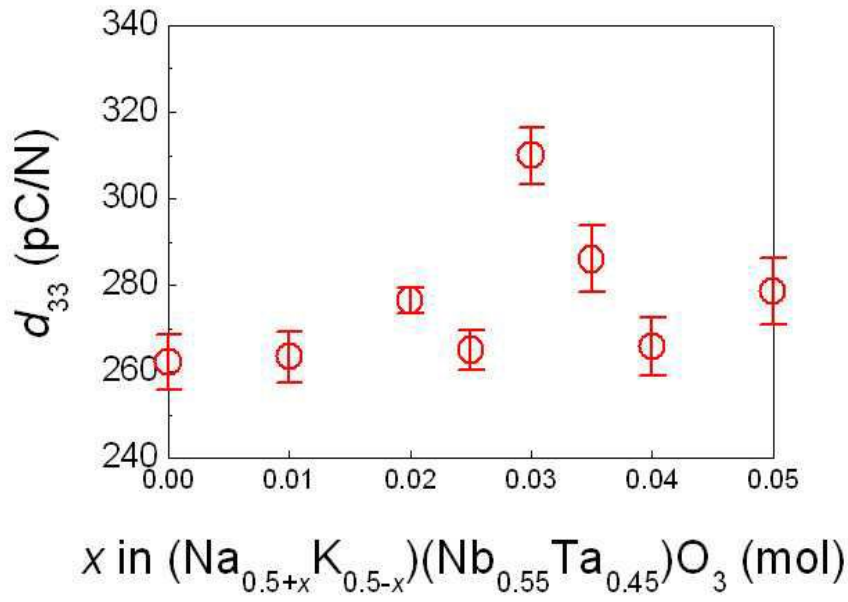
이상에서 설명한 바와 같이, 본 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자가 본 발명의 기술적 사상을 벗어나지 않는 범위 내에서 여러 가지 치환, 변형 및 변경이 가능하므로 전술한 실시예 및 첨부된 도면에 한정되는 것은 아니다.

도면

도면1



도면2



도면3

