

음향 방출 센서용 $\text{Pb}(\text{Zn},\text{Ni},\text{Nb})\text{O}_3\text{-Pb}(\text{Zr},\text{Ti})\text{O}_3$ 세라믹스의 유전 및 압전 특성

한종대¹, 류주현^{1,a}, 정희승², 서동희³

¹ 세명대학교 전기공학과

² 충북보건과학대학교 보건행정과

³ 울쏘하이텍

Dielectric and Piezoelectric Properties of $\text{Pb}(\text{Zn},\text{Ni},\text{Nb})\text{O}_3\text{-Pb}(\text{Zr},\text{Ti})\text{O}_3$ Ceramics for AE Sensor

Jong-Dae Han¹, Ju-Hyun Yoo^{1,a}, Hoy-Seung Jeong², and Dong-Hir Seo³

¹ Department of Electrical Engineering, Semyung University, Jecheon 27136, Korea

² Department of Medical & Computer Health Administration, Chungbuk HEALTH & SCIENCE University,
Cheongju 28150, Korea

³ Ulssohitech, Cheongju 28150, Korea

(Received June 7, 2016; Accepted June 24, 2016)

Abstract: In this study, in order to develop composition ceramics for Acoustic Emission (abbreviated as AE) sensor application, the PZT system ceramics was fabricated by conventional solid state reaction method. When $x=0.48$, the density, electromechanical coupling factor(k_p), piezoelectric coefficient d_{33} and piezoelectric voltage constant g_{33} of the maximum values of 7.857 g/cm³, 0.51, 190[pC/N], 52[10⁻³mV/N] were obtained, respectively, suitable for AE sensor.

Keywords: Acoustic emission, PZT ceramics, Dielectric and piezoelectric properties

1. 서론

최근에 전력수요의 증가에 따라 전력설비들이 증가되면서 이에 대한 예방진단에 관심이 높아지고 있다. 또한, 전력설비에서 발생하는 전기에너지의 안정적인

공급 또한 중요한 부분을 차지한다. 하지만, 현존하는 전력설비들은 대부분이 90년대 이전에 건설하여 지금까지 운영되고 있다. 그러므로 전력설비들의 노후화로 인해 전력설비들이 고장 없이 운영되고 신뢰성 확보를 위하여 예방의 관점에서 새로운 전기설비 열화진단 기술 개발의 강조와 안전사고가 발생하기 전에 발전설비의 건전성을 지속적이면서 실시간으로 평가할 수 있는 기술의 개발에 많은 연구가 필요시 되고 있다. 이러한 전력설비들이 사고로 이어질 때에는 막대한 경제적인 손실과 더불어 인명피해에 이르기까지 큰 문제로 야기될 수 있다 [1-3]. 전력설비의 예방 진단법으로는 직류

a. Corresponding author; juhyun57@semyung.ac.kr

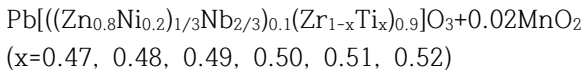
Copyright ©2016 KIEEME. All rights reserved.
 This is an Open-Access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution Non-Commercial License (<http://creativecommons.org/licenses/by-nc/3.0>) which permits unrestricted non-commercial use, distribution, and reproduction in any medium, provided the original work is properly cited.

특성과 교류 특성 등에 대한 직접검출법과 부분방전 전하법, 초음파 탐상시험법(UT), 와전류 탐상법(ECT) 등 여러 가지 간접검출법들이 이용된다. 그러나 근래의 방법들은 균열이나 결함 등의 문제점들이 생기고 난 후에 정기검사일 때나, 설비의 준공 시에 점검 및 진단이 가능하다는 단점을 가지고 있다. 따라서 가동 중일 때, 진단이 실시간으로 가능한 검사법들이 필요하다. 최근에는 전력설비에서 부분방전 특성의 검출법들 중에서 음향 방출(acoustic emission)이 각광을 받고 있다. 음향 방출법이란 탄성체 표면이나 내부의 국부에서 불연속적이고 돌발적이며 과도적인 운동이 생길 때, 그 에너지가 탄성파로 방출되는 현상이다 [4,5]. 이러한 특성으로 측정하기 어려웠던 재료내부에서 진행되는 미시적인 현상들에 대한 정보를 알아내는 재료시험이나 특성평가의 수단으로 이용될 뿐만 아니라 일반적으로 균열의 탐지와 같은 비파괴 검사(non-destructive test) 방법 중의 하나이다 [6]. AE센서는 사후 진단보다 예방 진단에 활용을 많이 하고 있으며, 감도 특성이 좋으므로, 구조물이나 결함의 크기에 상관없이 탐지가 가능하다는 장점을 가지고 있다. AE센서의 원리는 탄성파를 전기적인 신호로 변환하는 감지소자로서 핵심소자는 압전세라믹스를 사용하고 있다. 압전세라믹스는 AE센서의 주파수 특성과 수신감도 등을 좌우하는 가장 중요한 요소이다.

따라서 본 연구에서는 우수한 감도 특성을 갖는 AE 센서용 조성을 개발하고자 PZT계 조성을 이용하여 Zr/Ti 변화에 따른 시편을 제작하고, 그에 따른 특성을 조사하고자 한다.

2. 실험 방법

본 실험은 아래의 조성식을 사용하여 실험하였다.



99% 이상의 순도를 가지는 원료를 조성식에 따라 10^{-4} g까지 칭량하였으며, 아세톤을 분산매로 24시간 동안 지르코니아 볼을 사용하여 혼합 및 분쇄하였다. 분쇄한 시료를 80°C에서 12시간 건조 후 건조된 시료를 800°C에서 2시간 동안 하소하였다. 하소된 시료는 소결조제(0.2 wt%Li₂CO₃+0.25 wt%CaCO₃)를 첨가하여 24시간 동안 재혼합 및 분쇄하였다. 혼합 및 분쇄하여

건조된 시료에 5 wt%의 PVA를 첨가한 뒤, 직경 17 Φ 몰더를 사용하여 15 MPa의 압력으로 성형하였다. 성형된 시편은 600°C에서 burn-out하여 PVA를 태워 버린 후, 950°C에서 2시간 소성하였다. 소성된 시편을 1 mm의 두께로 연마하고 Ag전극을 스크린 프린트법으로 도포한 후, 600°C에서 10분간 열처리 하였다. 열처리된 시편을 100°C의 실리콘 오일에서 3 kV/mm의 직류전계를 30분간 인가하여 분극처리 하였다. 분극된 시편은 24시간 경과 후 impedance analyzer (Agilent 4294)를 이용하여 주파수 및 impedance 특성을 측정하였고, LCR meter (ANDO AG4304)를 이용하여 1 kHz의 주파수로 정전용량을 측정하였으며, 시편의 압전 및 유전 특성은 IEEE의 규정에 따라 공진 반공진법을 이용하여 계산하였다.

3. 결과 및 고찰

그림 1(a)는 950°C의 소결온도에서 소성된 시편의 x 값에 따른 X선 회절패턴을 나타낸 것이다. 그림 1(a)에서 보이는 것처럼 모든 시편은 전형적인 페로브스카이트 구조를 나타내었고, 파이로쿨로상으로 보이는 2차상은 약간 관찰되었다.

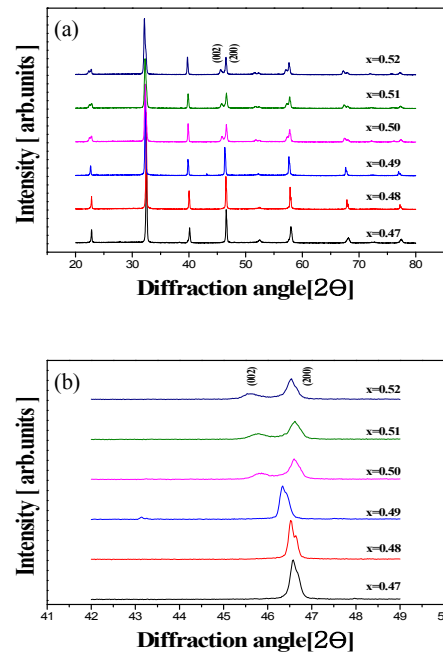


Fig. 1. Enlarged X-ray diffraction patterns of specimens with X content.

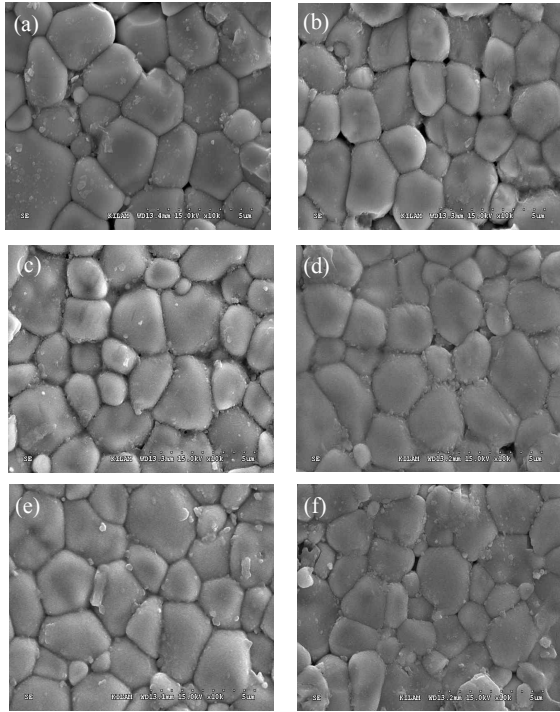


Fig. 2. The SEM micrographs of specimens as a function of X content : (a) 0.47, (b) 0.48, (c) 0.49, (d) 0.50. (e) 0.51, and (f) 0.52.

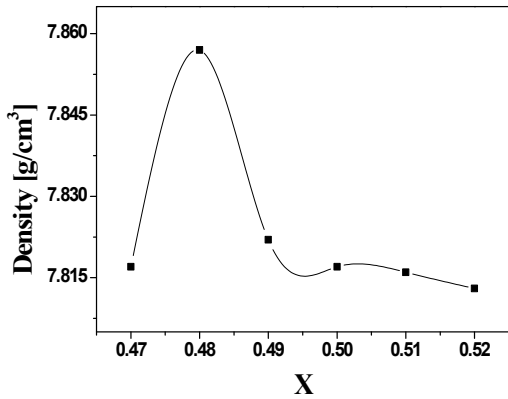


Fig. 3. The density of specimens as a function of X content.

그림 1(b)는 42°에서 48°의 범위를 확대한 XRD 회절 패턴을 나타내고 있다. x값이 증가함에 따라 (002), (200) 피크가 분명하게 분리되어 정방정상[tetragonal]을 나타내고, x값이 0.48~0.49일 때 능면체상[rhombohedral]과 정방정상이 공존하는 상경계[MPB] 영역으로 사료된다.

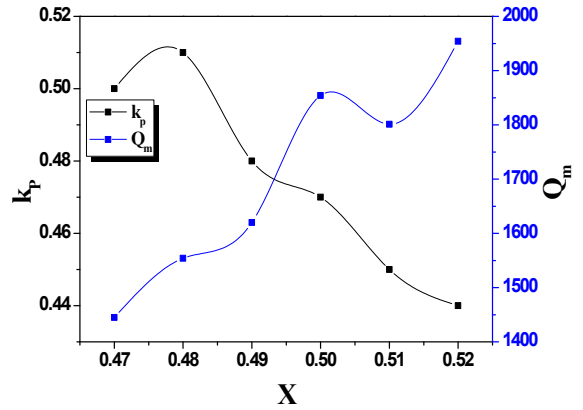


Fig. 4. The electromechanical coupling factor(k_p) and mechanical quality factor(Q_m) of ceramics as a function of X content.

그림 2는 x값의 변화에 따른 시편의 미세구조를 나타낸 것이다. 시편의 그레인 사이즈는 각각 3.32 μm , 3.47 μm , 3.48 μm , 3.70 μm , 3.55 μm , 2.86 μm 로 나타났고, x값이 0.50 일 때 3.70 μm 의 최댓값을 나타내면서, 증가하다가 이후 감소하는 경향을 나타내었다.

그림 3은 x값에 따른 시편의 밀도를 나타낸다. 밀도는 x값이 증가함에 따라 증가하다가 감소하는 경향을 나타냈으며, x값이 0.48일 때 최댓값인 7.857 g/cm^3 에 도달하였다. 이는 첨가된 소결조제(0.2 wt%Li₂CO₃+0.25 wt%CaCO₃)가 x값이 0.48 부근의 메인 조성과 액상을 잘 형성하여 치밀화를 도운 것으로 사료된다.

그림 4는 x값에 따른 시편의 전기기계 결합 계수 k_p 와 기계적 품질계수 Q_m 을 나타낸다. k_p 는 x값이 증가함에 따라 x는 0.48일 때 최댓값인 0.51을 나타내고 x가 더욱 증가함에 따라 감소하는 경향을 나타냈다. 이는 x값이 0.48일 때 시편이 상경계 영역(MPB)에 도달하여 최댓값을 보이고 그 이상 증가하였을 때 상경계 영역을 벗어나, 정방정계 구조로 전이하는 것으로 사료된다. Q_m 은 점차 정방정계구조로 바뀌기 때문으로 k_p 의 값과 반대하는 경향을 보이고 있다.

그림 5는 x값에 따른 시편의 압전 상수 d_{33} 와 g_{33} 를 나타낸다. d_{33} 는 x값이 감소함에 따라 증가하다가 감소하는 경향을 보였으며, x값이 0.48일 때 최댓값인 190에 도달하였다. 이는 그림 4의 결과와 일치하며, x값이 0.48일 때 상경계 영역(MPB)에 도달했기 때문으로 사료된다.

4. 결론

본 연구에서는 우수한 감도 특성을 갖는 AE센서를 제작하기 위한 PZT계 조성을 개발하기 위하여 그에 따른 압전 및 유전 특성을 조사하여 다음과 같은 결과를 얻었다.

1. 시편의 밀도는 증가하다가 감소하는 경향을 나타냈으며, x 는 0.48인 시편에서 최댓값인 7.857 g/cm^3 을 얻었다.

2. 전기기계 결합계수 k_p 는 또한 x 는 0.48인 시편에서 0.51의 최댓값에 도달하였다.

3. 시편의 압전상수 d_{33} 와 g_{33} 는 x 증가에 따라 증가하다 감소하는 경향을 나타냈으며 x 는 0.48에서 각각 $190[\text{pC/N}]$, $52[10^{-3}\text{mV/N}]$ 의 값에 도달하였다.

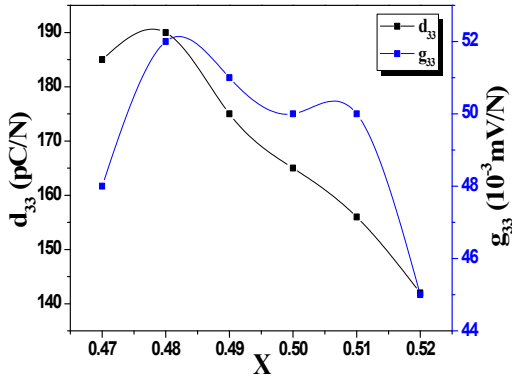


Fig. 5. The piezoelectric constants d_{33} and g_{33} of ceramics as a function of X content.

Table 1. Physical properties of specimens as a function of X content.

x	Density [g/cm^3]	d_{33} [pC/N]	g_{33} [10^{-3}mV/N]	k_p	Q_m
0.47	7.817	185	48	0.50	1445
0.48	7.857	190	52	0.51	1554
0.49	7.822	175	51	0.48	1620
0.50	7.817	165	50	0.47	1854
0.51	7.816	156	50	0.45	1801
0.52	7.813	142	45	0.44	1954

g_{33} 값은 d_{33} 값과 유사한 경향을 가지며, x 값이 0.48일 때 $52[10^{-3}\text{mV/N}]$ 의 최댓값에 도달하는 것을 보여준다. 압전 전압상수 g_{33} 가 보통 PZT 조성은 약 $25[10^{-3}\text{mV/N}]$ 의 값을 가지는 반면 본 연구에서 개발된 조성은 2배 이상의 매우 높은 값을 나타냈다. AE센서는 수신 소자이기 때문에 압전 전압상수 g_{33} 가 크면 클수록 감도 특성이 좋아진다.

표 1은 x 값의 변화에 따른 시편의 유전 및 압전 특성을 정리해서 나타낸 것이다. x 값이 0.48인 시편에서 k_p 가 0.51, d_{33} 가 $190[\text{pC/N}]$, g_{33} 이 $52[10^{-3}\text{mV/N}]$, 밀도 $7.857[\text{g/cm}^3]$ 의 특성을 얻었다. 이는 x 값이 0.48인 시편이 상경계[MPB] 영역에 도달하여 특성이 가장 좋은 것으로 사료된다.

REFERENCES

- [1] S. M. Byeon and J. H. Yoo, *J. Electroceram.*, **32**, s10832-014-9948-7 (2014).
- [2] Y. H. Jeong, S. M. Byeon, J. H. Yoo, and J. I. Hong, *Ferroelectr. Lett.*, **39**, 63-69 (2012).
[DOI: <http://dx.doi.org/10.1080/07315171.2012.707054>]
- [3] J. Hong, Y. Jeong, and J. Yoo, *J. Korean Inst. Electr. Electron. Mater. Eng.*, **13**, 502 (2000).
- [4] S. Cho, H. Shin, J. Kim, Y. Lee, and K. Kim, *J. KIIIE*, **22**, 69 (2008).
- [5] S. Sudaram, P. Senthikumar, and N. Manoharan, *J. Eng. Appl. Sci.*, **2**, 1581 (2007).
- [6] B. Kim and Y. Kim, *J. KSNT*, **12**, 4 (1992).