

### SS1 : 제21회 세라믹스 표준화 심포지엄

#### SS1-1 | Oxygen vacancy and lattice distortion of Ni-Fe oxide catalyst

이재광<sup>1</sup>, \*이희수<sup>1</sup>

<sup>1</sup>부산대학교

4차 산업혁명의 주요 핵심 소재로 주목받고 있는 탄소나노튜브(carbon nanotube, CNT)는 우수한 기계적, 열적 특성으로 인해 촉매, 에너지, 내화재 등 다양한 분야에서 연구되고 있다. 일반적으로 Multi-walled carbon nanotube (MWCNT)는 니켈(Ni), 코발트(Co), 철(Fe) 등과 같은 전이금속 촉매에 의해 성장하며, 이러한 전이 금속 산화물은 높은 탄소 고용도 및 탄소 이동도, 고온에서 우수한 안정성을 나타내기 때문에 최근 CVD 공정을 통해 CNT 성장을 위한 촉매로 연구가 활발히 진행되고 있다. 산화물 촉매의 표면 결함에 의해 발생하는 격자 변형은 CNT 성장을 위한 탄소 원자의 확산에 영향을 미친다. 특히, 산소 공공은 CNT 성장을 위해 공급되는 탄소 source의 화학 흡착을 위한 active site 역할을 한다. 본 연구에서는 나노 크기의 Ni-Fe oxide 촉매를 합성하고, CVD 공정을 통해 CNT를 성장시켰다. 촉매의 표면 결함 및 화학적 결함 상태에 따른 CNT 성장 메커니즘을 Ni-Co oxide 촉매의 미세구조 및 valence state 관점에서 논의할 것이다. 아울러, 촉매의 표면 특성은 CNT의 길이, 두께, 표면 결함 등에 영향을 주기 때문에 이와 관련한 특성평가 표준화 방향에 대하여 논의하고자 한다.

#### SS1-2 | 전기·전자·세라믹분야 상용표준물질개발보급사업 운영 및 현황

류지승<sup>1</sup>, \*박주석<sup>1</sup>

<sup>1</sup>한국세라믹기술원

표준물질은 측정 과정에서 사용할 목적으로 만들어진 하나 또는 그 이상의 특성에 관하여 충분히 균질하고 안정된 물질로서 과학 기술, 의료, 산업 등 모든 분야에 대한 측정기술의 기반이라 할 수 있다. 화학 및 유해물질 규제가 강화되고 첨단소재개발과 기술혁신을 위한 특성평가, 비교, 품질관리 등을 위한 표준물질 개발이 요구되고 있다. 국내의 경우 수출제품 성능 평가 및 해외규제에 대응할 수 있는 표준물질 인프라 구축이 미흡하고 대부분의 표준물질을 수입에 의존하고 있는 실정이다. 특히 대일(對日) 무역역조와 더불어 일본의 화이트 리스트 배제 등의 무역규제에 따른 소재, 부품, 장비 등에 대한 국산화 개발에 있어, 개발된 소재의 정밀·정확한 시험분석에 활용되는 표준물질 개발이 반드시 필요하다. 이에 산업통상자원부의 상용표준물질개발보급사업을 통해 표준물질의 개발·생산·보급에 대한 지원이 이루어지고 있으며, 화학·바이오, 전기·전자·세라믹, 기계·금속·에너지 총 3개의 분야에서 64개의 상용표준물질개발 과제가 완료되었으며, 37개의 신규 상용표준물질개발이 진행되고 있다. 한국세라믹기술원은 전기·전자·세라믹분야 상용표준물질 개발보급사업의 총괄기관을 수행하고 있으며, 숙련도 스킴설계와 전기·전자·세라믹분야 표준물질개발 로드맵 구축 등을 진행하였다.

#### SS1-3 | 이차전지 전극용 SWCNT 도전재 분산액 표준물질 개발 및 보급

\*하주연<sup>1</sup>, 진보람<sup>1</sup>, 강성균<sup>2</sup>

<sup>1</sup>한국산업기술시험원, <sup>2</sup>주식회사 베타리얼

이차전지의 충전용량 향상을 위해 다양한 실리콘계 소재가 차세대 음극재로 적용되고 있으나, 실리콘은 충-방전 시 급격한 부피 팽창으로 배터리 수명 및 폭발의 위험이 있음. 실리콘계 음극재의 부피 팽창을 완화시키고 더 나은 용량 유지 특성을 얻기 위해 단일벽 탄소나노튜브(이하, SWCNT : Single Walled Carbon Nano Tube)를 도전재로 사용하는 것이 필수적이다. 국내 시장의 경우 CNT 시장의 97% 이상을 점유하고 있는 러시아와 일본에 대한 수입 의존도가 높으며, LG 화학을 비롯한 국내 화학 및 소재 기업들이 자체 생산을 위한 연구개발에 힘쓰고 있으나 품질 안정성 확보에 어려움이 있음. SWCNT 도전재 분산액은 분말 형태의 SWCNT의 용매 내 분산 안정성에 따라 그 품질이 좌우되며, 응집 현상이 발생할 경우 음극 활물질과 3차원 네트워크 구조 형성에 방해가 되어 도전재의 기능을 저하시킴. SWCNT의 함량이 동일해도 분산 정도에 따라 분산액의 점도와 균질도 및 안정성이 달라지므로, SWCNT 도전재 분산액에 대한 품질 평가 및 관리를 위해서는 함량별 분산성이 확보되어 그 특성이 검증된 표준물질이 요구됨. 따라서, SWCNT 도전재의 분산 정도는 점도로 표현할 수 있으며 점도값은 SWCNT 함량에 따라 달라지므로 함량별 점도 범위를 통해 표준물질을 정의할 수 있음. 본 사업을 통해 SWCNT 함량별 점도에 대한 특성값을 갖는 표준물질 3종을 개발하고, 개발된 표준물질의 KOLAS 인정 및 COMAR 등록을 통해 관련 시험기관/산업체에 보급하고자 함.

#### SS1-4 | 반도체 공정 장비용 세라믹 소재의 내플라즈마 특성평가 방법 표준 개발

\*최기인<sup>1</sup>

<sup>1</sup>한국세라믹기술원

반도체·디스플레이 장비에 사용되는 소재 및 부품들은 다양한 플라즈마 환경에 노출되기 때문에, 이들 장비에 사용되는 부품들은 플라즈마 환경을 견디는 내플라즈마 특성이 우수한 재료들을 사용해야 한다. 플라즈마에 노출될 경우, 해당 부품은 노출 표면에서의 침식이 발생하게 되며, 이 과정에서 발생된 다양한 크기의 입자는 공정 상황에 따라 웨이퍼 표면이나 공정장비 내부로 탈리/침강하거나 부착될 수 있어, 극미량 수준의 오염 입자도 제어해야 하는 반도체 디스플레이 공정에서는 잠재적인 오염원으로 작용할 수 있다. 현재까지 반도체, 디스플레이 장비에서의 내플라즈마 특성평가와 관련된 표준으로는 ISO TC206 WG12(엔지니어링 세라믹)에서 2008년도에 제정한 ISO 21859(Test method for plasma resistance of ceramic components in semiconductor manufacturing equipment)와 2008년도에 제정된 KS C 6520(반도체공정 부품소재 - 내플라즈마 특성 측정)이 있는데, 이러한 표준만으로는 복합적인 인자가 영향을 미치는 소재의 내플라즈마 특성을 평가하기에는 다소 부족한 부분이 있다. 이번 발표에서는 기존의 표준이 가지는 한계를 살펴보는 한편, 이를 바탕으로 소재의 내플라즈마 특성 평가를

위한 추가적인 표준화 아이템들을 발굴해보고자 한다.

### SS1-5 | Evaluation technology and international standardization for development of highly reliable ceramics

\*[Hiroyuki Miyazaki](#)<sup>1</sup>

<sup>1</sup>National Institute of Advanced Industrial Science and Technology

Global market for ceramic components has been expanding because ceramic has excellent properties, such as low density, high mechanical strength, high electrical resistance, and high thermal conductivity. Those ceramic components are key parts in the advanced machinery and its reliability are critical issue for the systems. However, these ceramic parts differ greatly in size and shape from the specimens for mechanical testing specified by ISO standards. As a result, industry has sought a mechanical test method for small bearing balls and thin substrates. To meet this demand, reliable indentation fracture (IF) testing for fracture toughness measurements of small ceramic components and test methods for both fracture toughness and bending strength of thin substrates have been developed and internationally standardized. Using the mechanical properties measured by these methods, we investigated the durability of metallized substrates for power modules.

### SS1-6 | 세라믹 복합체 튜브의 diametric 압축 C-링 강도 측정 및 ISO 표준문서 제안

\*[박지연](#)<sup>1</sup>, [김원주](#)<sup>1</sup>

<sup>1</sup>한국원자력연구원

환경오염 저감, 에너지 절감 이슈 대응을 위한 극한 환경용 부품의 필요성이 증 가됨에 따라 고온 내구성능 한계를 극복할 수 있는 초고온 세라믹 복합체 소재 에 대한 요구가 증대되고 있으며, 실제 민수용 상용 시장에 적용을 위한 소재 평가 표준화 및 부품 적용 인증 기준에 대한 요구가 중요해진다. 이를 위해 다 양한 형상의 부품이 요구되며, 특히, 섬유강화세라믹 복합체 부품은 형상이 2차 원에서 3차원으로 변화됨에 따라 표준화 및 인증 기준의 설정이 어려워진다. 튜브 형상의 세라믹 부품의 강도는 고온 세라믹 부품을 설계하는데 중요한 요소이 지만 튜브의 강도를 측정할 수 있는 방법은 제한적이다. C-ring 압축법은 시편이 파손될 때까지 슬롯의 수직 방향에 단축 압축하중이 가해지며, 시편의 외부 부분이 인장 응력을 받고 내부 부분이 압축 응력을 받는 혼합 모드 응력 상태를 받게 된다. 본 논문에서는 연속 세라믹 섬유 강화 세라믹 복합체 (SiC<sub>f</sub>/SiC) 튜브 의 직경 압축에 의한 C-ring 강도 시험/평가 결과 고찰하고, 평가 절차에 대한 장단점을 논하고자 한다. 아울러 ISO 표준문서 작성 및 제안에 대한 경과를 소개하고자 한다.

### SS1-7 | 리튬이차전지 양극소재 화학분석방법 유효화

\*[이명규](#)<sup>1</sup>, [김태영](#)<sup>1</sup>, [김초희](#)<sup>1</sup>, [김민주](#)<sup>1</sup>, [김은정](#)<sup>1</sup>

<sup>1</sup>한국세라믹기술원

리튬이차전지는 크게 양극(cathode), 음극(anode), 전해질(electrolyte) 및 분리막(separator)으로 구성되고, 이 중에서 양극활물질은 전지의 용량 및 성능에 가장 큰 영향을 미치며, 이차전지 소재 가격 중 약 40%를 차지하고 있는 핵심소재이다. 이 중 현재 수요가 가장 많은 리튬니켈망간코발트산화물(NMC)은 3원계 원소간의 비율이 용량, 사이클 특성과 연결되기 때문에 상당히 중요하다. 그래서 양극소재 제조기업, 배터리 제조기업에서는 ICP-OES, ICP-MS 및 titration과 같은 측정방법과 다양한 전처리 방법을 통해 분석하고 있다. 하지만, 전처리과정별 사용 시약이나 기기측정과정에서 발생하는 interference에 의한 결과의 재현성에 오차가 발생할 수 있기 때문에 시험방법의 표준화는 필수적이다. 본 발표에서는 최근 국가표준으로 제정된 '리튬 복합산화물의 화학 분석 방법-제1부:리튬니켈망간코발트산화물(NMC)' 개발 과정에서 진행한 유효성 확인 절차에 대해 소개하고자 한다.

### SS1-8 | 이미지 분석법을 이용한 입자크기 및 입자형상 분석용 세라믹 입자 상용표준물질 개발

\*[이동원](#)<sup>1</sup>, [오지희](#)<sup>1</sup>

<sup>1</sup>한국산업기술시험원

세라믹 분말은 이차전지 전극재료, 방열소재, 반도체/디스플레이, 전자부품 등 다양한 산업 분야에서 사용되는 핵심소재로 입자크기, 입자형상 등 분체 특성에 따라 최종 제품의 품질이 결정된다. 일반적으로 세라믹 분말의 특성을 평가할 때 입자크기 분석방법을 광범위하게 적용하면 입자 크기가 중요한 요소를 알 수 있다. 그러나 입자 크기만으로는 분말의 흐름, 혼합, 마모 또는 생물학적 반응과 같은 입자 현상을 이해하기에 충분하지 않으므로 입자 모양과 형태도 같이 고려해야 한다. 세라믹 분말의 입자크기 및 입자형상은 패킹 밀도, 기공률, 균일성 측면에서 전극 코팅 뿐만 아니라 슬러리 유동 특성에도 영향을 미친다. 즉, 세라믹 분말의 입자크기 및 입자형상은 최종 제품의 물리·화학·기계적 성질 결정에 있어서 중요한 변수로 작용하므로 입자크기와 형상을 함께 정량적으로 특성화하고 설명하는 것이 중요하다. 그러나 세라믹 원료소재의 입자크기, 입자형상 등에 대한 표준물질 부재로 인해 첨단세라믹 관련 밸류체인 상의 국내 제조업체, 최종 수요기업 등에서 원료소재 및 생산 공정 관리가 어려운 실정이어서 입자크기 및 입자형상 분석용 표준화된 분석기술 확보와 함께 표준물질 개발보급이 시급히 요구되고 있다. 따라서 본 연구에서는 첨단산업에 적용되는 핵심부품의 생산 및 관리 효율을 높이기 위해 다양한 크기의 입자 형상용 세라믹 입자 후보표준물질을 제조하였다. 제조된 후보표준물질은 이미지 분석방법을 이용하여 입자크기, 종횡비 및 원형도를 산출하였고, 정확한 입자 크기 및 입자 형상을 측정하기 위해 시료 전처리 방법, 이미지 분석 방법을 고려하여 세라믹 분말의 입자크기 및 입자형상 특성을 비교평가하였다. 최종적으로 균질성 및 안정성이 확보된 표준물질을 개발하였다.

### SS1-9 | 전도성 세라믹 소재 대칭셀의 전기화학적 임피던스 측정법의 국제표준화

조강희<sup>1</sup>, 김주영<sup>2</sup>, 임태훈<sup>1</sup>, 류지승<sup>3</sup>, \*이희수<sup>1</sup>

<sup>1</sup>부산대학교, <sup>2</sup>주식회사 하이마, <sup>3</sup>한국세라믹기술원

수소 생산, 수소를 이용한 발전을 위한 전기화학전지 및 전도성 세라믹 재료에 대한 연구가 활발히 진행되고 있다. 전기화학전지 시스템의 특성평가를 위하여 기존에는 단위전지를 이용한 전기화학적 임피던스 측정법이 널리 이용되었으며, 표준화되어왔다. 하지만, 더욱 높은 효율을 보이는 재료의 개발을 위해서는 전도성 세라믹 재료에서 일어나는 전기화학적 특성에 대하여 이해하는 것이 중요하다. 두 전극이 같은 재료로 이루어진 대칭셀을 이용하여 전기화학적 임피던스를 측정한다면 해당 전극재료에서 일어나는 전기화학적 특성에 대한 정보를 더욱 정밀하게 얻을 수 있다. 대칭셀을 이용한 전기화학적 임피던스 측정법은 재료의 전기화학적 특성을 정밀·정확하게 측정할 수 있지만, 연구그룹별, 분야별로 측정시료의 치수, 측정방법 등이 표준화되어 있지 않아 실험데이터의 정확성 및 호환성을 확보하기 어렵다. 따라서, 전기화학적 임피던스 측정법에 대한 실험방법을 최적화연구를 통해 데이터의 정확성 및 호환성을 향상시켜 더욱 신뢰도 높은 데이터를 얻을 수 있다. 이에 SOFC용 소재로 널리 사용되는 세라믹 전극과 전해질로 갖는 대칭셀을 제작하였고 전기화학적 임피던스 측정의 변수인 승온속도, 기준전극의 유무 등에 대하여 최적화를 통한 개발과 함께 국제표준화 현황에 대하여 논의하고자 한다.

### SS1-10 | 반도체 배리어 메탈용 나노급 TiN 및 TaN 박막 두께 인증표준물질 개발

박정민<sup>1</sup>, \*김청수<sup>1</sup>, 이종훈<sup>2</sup>

<sup>1</sup>한국세라믹기술원, <sup>2</sup>울산과학기술원

기술 발전과 혁신의 가속화로 웨어러블 디바이스와 사물인터넷 등의 차세대 제품들에 대한 관심도와 반도체 칩의 수요가 급격하게 증가하고 있다. 이러한 환경에 맞는 제품의 성능과 효율성을 높이기 위하여 반도체의 초소형화와 집적도 향상이 매우 중요한 요소로 대두되고 있다. 집적도 향상을 위해 적층 및 3차원 구조의 연구를 통해 기존의 소형과 기술의 한계를 극복하고 있으나 집적도가 향상되면서 반도체 소자의 물리적 면적이 감소되고 반도체 소자를 연결하는 금속 배선의 중요성이 점점 커지고 있다. 금속배선은 반도체 회로에 전기적 신호가 잘 전달되도록 연결하는 금속선으로 특히 반도체 내에서 금속선과 웨이퍼 사이의 장벽 역할을 하여 접합면이 파괴되는 것을 막아주는 배리어 메탈이 필수적인 소재이다. 본 반도체 배리어 메탈용 TiN TaN 박막 인증표준물질 개발은 원자층 증착법(ALD)을 통해 Si 기판위에 TiN 및 TaN 박막을 10 nm 두께로 각각 증착하였다. 증착된 TiN TaN 박막은 집속이온빔장비(FIB)를 이용하여 샘플링한 후 투과전자현미경(TEM)을 통하여 결정성 및 두께를 분석하였다. 인증표준물질로 활용되기 위해 박막 두께의 균질성과 시간 및 온도에 따른 안정성을 평가하였다. 배리어 메탈용 TiN 및 TaN 박막 두께 측정용 인증표준물질 개발을 통하여 반도체 증착 공정의 신뢰성을 확보하고 반도체 관련 소재 연구 개발에 활용될 수 있을 것으로 기대된다.

### SS1-11 | Local atomic structure and ORR kinetics of Ba<sub>0.5</sub>Sr<sub>0.5</sub>Fe<sub>1-x</sub>Cu<sub>x</sub>O<sub>3-δ</sub> for IT-SOFCs

임태훈<sup>1</sup>, 조강희<sup>1</sup>, 김주영<sup>1,2</sup>, \*이희수<sup>3</sup>

<sup>1</sup>부산대학교, <sup>2</sup>(주)하이마

중간온도 고체 산화물 연료 전지(intermediate temperature solid oxide fuel cells, IT-SOFCs)는 600-800 °C의 작동 온도에서 화학에너지를 전기에너지로 변환하는 발전장치이다. IT-SOFCs의 cathode로 사용되는 La<sub>0.6</sub>Sr<sub>0.4</sub>Co<sub>0.2</sub>Fe<sub>0.8</sub>O<sub>3-δ</sub> (LSCF), Ba<sub>0.5</sub>Sr<sub>0.5</sub>Co<sub>0.8</sub>Fe<sub>0.2</sub>O<sub>3-δ</sub> (BSCF) 등의 cobalt-based perovskite 재료는 높은 전기화학적 특성을 지니나, 전해질과의 열팽창계수 차이가 커서 장기운용 시 전극 박리 등의 문제가 일어난다. 이에 cobalt-free cathode 재료가 개발되고 있으며, 그 중 높은 ORR 활성을 지닌 Ba<sub>0.5</sub>Sr<sub>0.5</sub>FeO<sub>3-δ</sub>에 대한 많은 연구가 이루어지고 있다. 그럼에도 불구하고 Ba<sub>0.5</sub>Sr<sub>0.5</sub>FeO<sub>3-δ</sub>의 전기전도도는 상대적으로 낮아 IT-SOFCs의 cathode로 적용하기에는 어려움이 있다. 최근 Cu가 도핑된 Fe-based perovskite cathode는 결정 구조에 Cu가 존재하여 전기 전도도와 산소 공공 농도를 증가시키고 분극 저항을 감소시키기 때문에 잠재적인 도핑 원소로 간주되었다. 이에 따라 Cu가 도핑된 Ba<sub>0.5</sub>Sr<sub>0.5</sub>FeO<sub>3-δ</sub> (Ba<sub>0.5</sub>Sr<sub>0.5</sub>Fe<sub>1-x</sub>Cu<sub>x</sub>O<sub>3-δ</sub>, BSFC<sub>x</sub>, x=0-0.5)의 산소 공공 형성 및 ORR kinetic을 local atomic structure와 electronic structure 관점에서 조사하였다. 아울러, cathode의 주요 특성 중 하나인 전기전도도와 연계하여 보다 정밀·정확한 전자 및 이온 전도도 측정을 위한 측정법 개발 및 표준화에 대하여 소개하고자 한다.