

## SS7 : 전자/에너지 산업용 나노분말 분쇄/분산을 위한 30마이크론급 세라믹 비드 및 핵심 부품 개발 워크샵

### SS7-1 | 3YSZ의 첨가제 종류에 따른 저온 열화 특성 평가

김지원<sup>1</sup>, 김지홍<sup>1</sup>, SINAGA Pestaria<sup>1</sup>, \*배성환<sup>1</sup>

<sup>1</sup>경남대학교

Yttria-stabilized zirconia(YSZ)는 우수한 기계적 특성으로 엔지니어링 세라믹 재료로 활용도가 높다. YSZ의 양이온 Zr의 경우 높은 소결 온도에서도 확산속도가 매우 느린 것으로 알려져 있고, 이로 인해 첨가제 첨가 시 확산속도가 빨라 초기 치밀화 현상을 가속하여 소결 특성을 향상할 수 있을 것으로 기대된다. 이에 YSZ의 기계적 특성을 향상하기 위해 소결체 조성, 첨가형태(분말, 전구체, 나노구조체 등), 첨가범위 등에 대한 다양한 연구가 진행되어 소결 특성이 향상되었다는 보가 있다. 그러나 YSZ는 실사용에 있어 저온열화로 인해 상 변태 되어 물성이 저하되거나 파괴되는 보고가 있다. 그리고 첨가제 종류에 따라 저온열화 특성변화에 대한 체계적인 연구는 부족하다. 이에 본 연구는 YSZ의 여러 첨가제 종류 중 높은 밀도를 가지는 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>와 Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub>가 첨가된 소결체를 저온열화 후 상분율로 저온열화 정도를 확인하기 위해 XRD 분석을 진행하였고, 저온열화된 소결체의 경도 및 파괴인성을 비커스 경도시험기로 측정하였으며, SEM으로 미세구조를 확인하였다. (본 연구는 산업통상자원부(소재부품기술개발사업, no.20010889)의 지원을 받아 수행되었음.)

### SS7-2 | 초소형 세라믹 비드 개발을 위한 15마이크론급 시드 제조기술 연구

\*최종진<sup>1</sup>, 차현애<sup>1</sup>, 임창현<sup>1</sup>, 김정환<sup>1</sup>, 문영국<sup>1</sup>, 안철우<sup>1</sup>, 한병동<sup>1</sup>

<sup>1</sup>한국재료연구원

첨단 전자/에너지/환경 산업분야에서 요구되는 고순도 나노분말을 제조하고 활용하기 위해선 분쇄 및 분산과정에서 필수적으로 초소형 고인성, 고경도 세라믹 비드가 요구된다. 최근 전자제품들이 계속 소형화되고 성능을 극대화 하기위한 과정에서 고순도의 나노분말의 수요는 계속 급증하고 있으며, 이에 대응하기 위해선 분쇄분산을 담당하는 세라믹 비드의 크기도 점점 소형화 되어야 하는 추세임. 본 연구에서는 초소형의 세라믹 비드를 제조하기 위하여 요구되는 15마이크론급의 구형 성형체를 제작하기 위해 다양한 슬러리 제조 조건을 평가하고, 분무건조/테일러반응 등의 성형 공정을 적용하였으며, 제조된 초소형의 구형 성형체를 소결하고 그 특성을 분석하였음.

### SS7-3 | 비수계 용액 기반 지르코니아 나노파우더 분산 기술

유시홍<sup>1</sup>, \*윤창번<sup>1</sup>

<sup>1</sup>한국공학대학교

본 연구는 수 마이크로 세라믹 비드용 ZrO<sub>2</sub>를 제조하기 위하여 고함량 나노 ZrO<sub>2</sub> 입자와 비수계 용액을 기반으로 100nm ZrO<sub>2</sub> 슬러리 제조 및 분산특성 평가 기술을 연구하였다. 나노 ZrO<sub>2</sub> 슬러리 제조는 양산성을 위한 고함량 ZrO<sub>2</sub>(30%)에서 비이온계 분산제 종류와 농도, 고분자 바인더의 함량, 복합 나노 고압 분산 공정으로 분산특성을 평가하였다. 결과적으로 비이온계

분산제와 고분자 바인더의 함량 높을 수록 분산특성을 개선되지만 30마이크로 ZrO<sub>2</sub>비드 제조 영향을 고려하여 낮은 함량에서도 분산특성이 가능한 복합공정을 제안하였다. 특히, 고분자 바인더 약 1.5wt%에서 비이온성 분산제 첨가와 Hexane 용액 내부에 비이온성 분산제 2wt%를 첨가 후 나노 고압 분산 공정을 적용 시 높은 분산특성 결과를 확인하였다. 이러한 분산특성은 나노 ZrO<sub>2</sub> 슬러리의 빠른 분산 변화는 단파장 투과율 측정법과 시간에 따른 분산특성은 시간에 따른 점도 측정으로 체계적인 평가기술을 적용하였다.

### SS7-4 | 30 마이크로론급 지르코니아 세라믹비드 제조를 위한 구형화 기술

신준영<sup>1</sup>, 이근봉<sup>1</sup>, 정수정<sup>1</sup>, \*정승화<sup>1</sup>

<sup>1</sup>(주)씨노텍

전자 제품의 소형화, 집적화 속도가 빨라짐에 따라 기존 100 μm 급 세라믹 비드가 수십 나노급의 분말 공정에 대응이 가능한 초소형 세라믹 비드로 빠르게 대체되는 추세이다. 세라믹 비드란 소재의 나노분말 제조 공정 과정에서 입자에 충돌하여 충격, 마모, 전단작용을 통한 에너지를 부여함으로써 입자의 분쇄와 응집체의 분산을 유도하는 필수 소재이다. 세라믹 비드의 크기가 작아짐에 따라 자중과 외력이 감소되고, 이는 구형화 기술개발을 어렵게하는 주요 원인이 됨. 이러한 기술적 어려움으로 인하여 현재 50 μm 이하 수준의 세라믹비드의 경우 전량 수입되어 사용되고 있는 실정이다. 본 연구에서는 초소형 세라믹비드의 구형화 성형기술과 관련된 어려움을 극복하고자 액중성형 기술을 개발 중이며, 세부 공정 조건변화에 따른 특성 변화를 확인하였다.

### SS7-5 | Characterization of Yttria-stabilized zirconia Microbeads by Sintering conditions and Metal-doped graphitic carbon nitride adsorption

KIM DongWon<sup>1</sup>, KIM Eun-Jeong<sup>2</sup>, LEE Chul-Lee<sup>1</sup>, \*MOON Kyoung-Seok<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Gyeongsang National University, <sup>2</sup>Korea Institute of Ceramic Engineering and Technology

Zirconia has been difficult to obtain stable sintered products due to the significant volume change of approximately 3-5 vol% accompanying the transition from tetragonal to monoclinic during cooling. To solve the problem, stabilization of the cubic polymorph of zirconia over a broader range of temperatures is accomplished by substituting some of the Zr<sup>4+</sup> ions in the crystal lattice with slightly other metal ions. Materials related to stabilized zirconia include yttria-stabilized, calcia-stabilised, magnesia-stabilized, ceria-stabilized, or alumina-stabilized zirconias, as well as partially stabilized zirconias. We prepared approximately 30 μm spherical yttria-stabilized zirconia (YSZ) green body formed with an organic binder based on sintered YSZ

seeds with diameters of 15 to 20  $\mu\text{m}$ . Spontaneous adsorption of bulk or surface-modified graphitic carbon nitride ( $\text{g-C}_3\text{N}_4$ ) nanosheets into the pores and surfaces of the beads prior to sintering was considered. By introducing this process, changes in the sintering behavior of ceramic beads were observed, and doping  $\text{g-C}_3\text{N}_4$  with yttrium or magnesium ions was intended to confirm the effect on the microstructure and physical properties. In addition, we report on the sintering behavior and morphology changes in the formed layers as a function of the heating or cooling conditions during sintering. The zeta potential measurements and AFM results clearly show that the bulk  $\text{g-C}_3\text{N}_4$  was exfoliated and successfully surface-modified with a positive charge. Additionally, micro Vickers hardness measurements and cross-sectional FE-SEM images suggest that the sinterability of the surface-modified or yttrium-doped  $\text{g-C}_3\text{N}_4$  is improved when adsorbed. In the case of magnesium ion doping, it can be inferred from the measured hardness results that toughness can be improved. In addition, the grain size distribution, measured based on high-resolution FE-SEM images, shows a decrease in the number of large grains resulting from abnormal grain growth in the presence of  $\text{g-C}_3\text{N}_4$ . These results demonstrate that heating conditions have a greater influence on the microstructure than cooling conditions. Moreover, the spontaneous adsorption of nanosheets can control the surface diffusion mechanism during the early sintering stage, thereby affecting properties that depend on the metal ions doped onto the sheet.

### SS7-6 | 30 마이크로급 세라믹비드 제조를 위한 임펠러 형상 및 운전 조건 최적화

\*이동명<sup>1</sup>, 김용남<sup>1</sup>, 이연숙<sup>1</sup>

<sup>1</sup>한국산업기술시험원

구형 세라믹 비드의 제조 공정 중 분쇄분산 메커니즘은 비드의 운동에너지와 투입된 세라믹 슬러리의 전단응력에 의해 성장하게 된다. 용체에 세라믹 슬러리를 투입하고, 임펠러를 회전하여 비드 성장에 필요한 운동에너지와 전단응력을 발생하게 된다. 이러한 임펠러의 형상은 비드 생성 효율과 소비 에너지에 많은 영향을 미치게 된다. 이에 본 연구에서는 임펠러 날개 형상 최적화를 위해 날개의 형상 파라미터를 선정하고, 비드 성장에 필요한 전단력, 소요 동력을 목적함수로 설정하였다. 실험계획법을 이용하여 형상 파라미터의 영향도를 분석하고, 응답표면법과 유전자 알고리즘을 이용하여 형상최적화를 수행하였다. 운전 조건 최적화를 위해 세라믹 비드의 성장에 따라 임펠러의 간격과 회전속도를 운전 조건 파라미터로 설정하고, 전단력을 목적 함수로 하여 실험계획법을 이용하여 운전 조건 파라미터의 영향도를 분석하였

다. 운전 조건 파라미터의 영향도를 이용하여 비드 성장 단계별 적정 간격과 회전수를 제안하였다.

### SS7-7 | - 30마이크론 ZrO2 Bead를 이용한 형광체 분쇄 및 나노 형광소재를 이용한 Solar Cell 적용

\*이동락<sup>1</sup>

<sup>1</sup>디노(주)

고상법으로 제조된 무기 형광소재를 ZrO<sub>2</sub> Bead를 사용하여 분쇄, 분산 후 재 열처리하여 Solar Cell에 적용을 하였다. 이러한 나노 크기의 형광소재의 광학 특성을 조절하여, 나노 입자의 화학적인 구조 또는 표면에 적용하여 빛을 더 잘 흡수하여, Solar Cell로 들어오는 태양광의 에너지 변환 효율을 향상시킬수 있게 기여를 하게된다. 나노 분산 형광소재를 사용하면 더 넓은 스펙트럼 범위에서 빛을 흡수하고, 효율적으로 전기 에너지로 변환하여 보다 효율적이고 경제적인 Solar Cell을 개발하는데 기여할 것으로 예상이 됨. 나노 소재를 Solar Cell에 코팅하여 양자효율 및 실외 실장 테스트를 하여 형광소재로 인한 전력 효율 증가를 평가하였다.

### SS7-8 | 고 내마모성 산화물 복합체 scale-up 및 제조 공정 기술

\*박성택<sup>1</sup>, 최상혁<sup>1</sup>, 박태우<sup>1</sup>

<sup>1</sup>(주)세라트랙

전기전자 제품의 성능과 제품 균질도 향상을 위해 원료 분말의 고순도, 초미세화가 요구되고 있다. 초미립 나노 분말의 밀링공정을 위해 30  $\mu\text{m}$  급 비드밀용 비드 및 부품을 개발 중이며 초미립 분말의 공정에서는 작은 비드에 충분한 운동에너지를 공급하기 위해 상대적으로 큰 사이즈의 비드를 사용할 때보다 높은 회전속도가 필요하다. 따라서 기존 비드밀의 세라믹 부품으로는 마모가 가속화되며 비드밀 챔버 내부에 비드와 슬러리가 닿는 부분의 부품에 더욱 높은 사양의 기계적 특성이 요구된다. 지르코니아는 고강도, 고인성, 고내마모성 등 우수한 기계적 특성을 가지는 엔지니어링 세라믹 소재로 비드밀 부품으로 널리 이용되고 있으나 30  $\mu\text{m}$  급 비드밀에 적용에는 내마모성에 한계성이 있어 이의 보안을 위해 산화물, 비산화물과의 복합체 조성 개발 연구를 진행했다. 본 발표에서는 기존 연구에서 개발한 높은 내마모성의 산화물 복합체 조성을 기반으로 소결 조건 등의 공정 조건 최적화를 통한 고인성, 고내마모성 지르코니아 복합체 비드밀 부품 scale-up과 제조 공정의 고도화 시도 및 결과를 소개하고자 한다.

### SS7-9 | 3Y-TZP-30 vol.% WC 세라믹스 복합체의 알루미늄 첨가에 따른 특성 변화

\*김성원<sup>1</sup>, 김진권<sup>1</sup>, 김민지<sup>1</sup>, 남민수<sup>1</sup>, 최재형<sup>1</sup>, 오윤석<sup>1</sup>, 남산<sup>2</sup>

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

초미립자 분말의 제조공정인 비드밀에서 분쇄공정 중 분말과의 마찰 및 마모가 지속되어 핵심 세라믹 부품들의 높은 기계적 물성이 요구되며 다양한 지르코니아 세라믹스 복합체가 핵심

부품으로 사용된다. 3Y-TZP(3mol% Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Tetragonal Zirconia Polycrystal)-WC 세라믹스 복합체는 고강도, 고인성, 내마모성 등 기계적 물성이 우수한 소재이며 알루미늄이 첨가는 기계적 특성을 더욱 향상시킬 수 있다.

본 연구는 알루미늄이 3Y-TZP 30vol.% WC 복합체의 기계적 물성에 미치는 영향을 조사하기 위해서 3Y-TZP-WC에 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>를 일정 분율 (0/2/5 vol.%) 첨가하여 혼합한 분말을 가압소결 공정으로 소결체를 제조하였다. 알루미늄이 첨가된 소결체의 특성 변화를 확인하기 위해 각 소결체의 밀도 및 상형성을 평가하고 미세구조 분석과 비커스 경도 및 파괴인성, 굽힘 강도를 측정하여 비교하였다.

### SS7-10 | Mn 도핑을 통한 ATZ의 소결 거동 및 기계적 특성 향상

송현석<sup>1</sup>, 주재백<sup>1</sup>, \*류정호<sup>1</sup>

<sup>1</sup>영남대학교

The effect of MnO<sub>2</sub> additives on the sintering behavior and mechanical properties of alumina-toughened zirconia (ATZ, with 10 vol% alumina) composites was investigated by incorporating different amounts of MnO<sub>2</sub> (0, 0.5, 1.0, and 1.5 wt%) and sintering at various temperatures ranging from 1300 to 1450 °C. The addition of MnO<sub>2</sub> up to 1.0 wt% improved the sintered density, hardness, flexural strength, and fracture toughness of the composite. However, the addition of 1.5 wt% MnO<sub>2</sub> degraded the relative density, hardness, and flexural strength of the composite due to the transformation of the ZrO<sub>2</sub> phase from tetragonal to monoclinic and grain coarsening. Optimal results were obtained with 1.0 wt% MnO<sub>2</sub> and sintering at 1450 °C, which improved the mechanical properties (hardness: 13.5 GPa, flexural strength: 1.2 GPa, fracture toughness: 8.5 MPa m<sup>1/2</sup>) and lowered the sintering temperature compared to the conventional sintering temperature of ATZ composites (1550 °C). Thus, the ATZ composite doped with MnO<sub>2</sub> is a promising material for structural engineering ceramics owing to its improved mechanical properties and lower sintering temperature.