

승온 승압시 Li-Ferrite 형성속도에 관한 연구

(Precipitation Kinetics of Li-Ferrite at Elevated Temperature and Pressure)

충남대학교 급속응고 신소재 연구소 *이종현 고석권
박상규 원창환

1. 서 론

Li-ferrite는 micro wave용 soft ferrite로써 높은 curie temperature(653℃)를 지녀 사용 온도 범위가 넓으므로 초 고주파용 antenna소재로 이용되고 있다. 종래의 Li-ferrite분말의 합성법에는 Li_2O 와 Fe_2O_3 를 적정 몰비로 혼합후 하소(calcination)한 후 분쇄하는 고상반응법이 있다. 그러나 이 방법은 milling media에 의한 불순물이 혼입되어 소결시에 불균일 입자 성장이 일어나 물리 화학적 성질에 해로운 영향을 미치게 되는 경우가 있었다. 따라서 공침법, 수열법 등 습식법에 의한 합성법이 연구되고 있는데 공침법의 경우 하소단계에서 최종 생성 분말이 응집되는 경향이 있어 하소 단계없이 단분산성의 분말을 얻을 수 있는 수열합성법이 관심을 끌고 있다. 그러나 수열합성법은 아직 그 반응 기구가 명확히 규명되어 있지 않고 열역학적 data도 부족한 실정이므로 시행착오에 의해 실험이 진행되어 왔다. 본 실험은 수열합성법에 의한 Li-ferrite 합성시 반응 기구를 규명하기 위한 기초적 연구로써 precursor의 종류 및 몰비, pH, 반응 온도에 따른 생성물의 변화와 속도론적인 고찰을 통하여 반응제어 인자를 도출코자 하였다.

2. 실험방법

수열법에 의한 Li-ferrite분말합성시 적절한 precursor를 증류수에 소정농도로 용해시켜 일정 몰비로 혼합후 pH조절제인 KOH로 pH를 조절, 수열반응용기(Autoclave, Parr사 제품)에 장입후 150℃~275℃로 수열합성을 행한다. 이때 얻어진 분말을 수세와 여과과정을 거치게 되면 하소공정 없이 Li-ferrite분말을 얻을 수 있으며 각 조건에서 합성된 분말의 상변화를 관찰하기 위하여 x-선 회절 분석기를 사용하였고 ferrite의 자기적 특성을 측정하기 위하여 시료진동형 자력계를, 형성된 분말의 형상을 관찰하기 위하여 주사전자 현미경을 사용하여 촬영 하였다. 반응속도를 측정하기 위한 원소의 정량 분석에는 원자흡광분석기를 이용하여 측량하였으며 입도분포는 Malvern Co.의 Autosizer IIc를 사용하였다.

3. 실험결과및 고찰

수열반응시 적절한 출발원료를 찾기 위하여 Fe^{2+} 및 Fe^{3+} 를 사용하여 실험을 행한 후 최종생성물의 상을 관찰 하였다. Fe^{2+} 인 FeSO_4 와 FeCl_2 를 사용하여 60분 반응시켰을 경우 Li-ferrite의 형성에 앞서 안정한 화합물인 Fe_3O_4 가 본 실험의 pH영역인 pH 9, 11, 13 에서 생성되어 Li-ferrite의 합성은 불가능 하였다. Fe^{3+} 의 경우에는 동일 시간 반응시켜 pH 9에서는 hematite가 형성되었으며 pH를 11, 13으로 변화시키기에 따라서 최종산물내에 Li-ferrite의 존재를 XRD 분석을 통하여 확인하였다. 따라서 출발원료로는 철 3가 이온의 FeCl_3 가 적합함을 알 수 있었고, 차후 실험은 출발원료로서 FeCl_3 와 LiCl 을 사용하였다. FeCl_3 와 LiCl 의 몰비 1:0.5, 반응온도 225℃, 250℃에서 120분 반응시켰을때 spinel단일상을 얻었으며 Li^+ 함량 측정결과 이론적인 Li-ferrite의 값과 거의 근접한 값을 얻었으며 포화자화는 Li-ferrite의 값과 거의 근접한 값인 65 emu/g이었다. 한편 속도식에 의해서 측정된 활성화 에너지는 6.5Kcal/mol로써 화학반응에 의해 이루어짐을 알 수 있다.

4. 참고문헌

- 1) R.K. Mishra et al : "Material Loss and High Temperature phase Transition in Lithium Ferrite", J. Am. Ceram. Soc, 61, 3-4(1978)121~126
- 2) Relva C. Buchanan : "Ceramic Materials for Electronics", University of Illinois at Urbana - Champaign Urbana, Illinois, 2nd Ed., 225~247
- 3) K.S. Mazdiyasi et al : J. Am. Ceram. Soc., 52(10) (1969) 523.
- 4) J. S. Reed : "Introduction to the Principles of Ceramic Processing", John Wiley & Sons, Inc., New York(1988)55~56