

Sr-Ferrite 분말 제조에 있어서의 초음파 조사 효과

(Effects of Ultrasonic Irradiation on Sr-Ferrite Powder Preparation)

신현창, 최승철

아주대학교 대학원 에너지학과

* 아주대학교 기계 및 산업공학부 재료공학전공

서론

최근에 강한 초음파 에너지를 이용하여 용액에서의 ceramic powder 화학 반응이 고려되고 있다. 초음파는 용액 중에 cavity를 형성하여 아주 짧은 시간 내에 국부적으로 고온을 올릴 수 있다. 그러므로 초음파를 인가할 경우 용액 중에서 반응이 촉진될 가능성이 있다. 이러한 효과를 이용하여 공침법에 초음파를 조사할 경우 반응은 가속될 것이고, 침전물의 결정화가 가능하게 될 것이다.

공침법이란 금속염의 수용액을 알칼리로 중화시켜 미세한 입자로 공침시킨후, 침전물을 모액으로부터 여과하여 분리하고 세척, 건조, 하소의 공정을 거쳐 분말을 제조하는 방법이다. 일반적으로 이러한 공침법은 고상반응법보다 입도 분포가 좁고 조성이 균일해져 분말 특성 및 소결특성이 우수하고 불순물의 혼입이 적어 물성이 향상된다. 또한 미세한 분말을 얻을 수 있다.

본 실험에서는 $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 와 $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 의 원료 분말을 공침법으로 $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ 을 합성하기 위해 만들어진 용액에 초음파를 조사하여 초음파가 이 분말 합성에 어떠한 영향을 미치는지 관찰하였다.

실험 방법

$\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 와 $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 를 출발 물질로 사용하였고, 침전제로 KOH를 사용하였다.

먼저 수용액을 제조하기 위하여 $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0.9M과 $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0.075M을 준비한 후 두 용액을 삼구플라스크에 넣어 혼합하였다. 혼합한 용액에 5M의 KOH용액을 넣어 pH를 10으로 고정시킨 후 110°C 온도를 유지하면서 6시간 동안 교반을 시켰다. 교반시킨 합성물에 초음파를 0, 10, 20시간 조사한 것 등으로 나누어 진행시켰다. 각 반응물들을 여과후 세척한 다음 110°C에서 12시간 건조시켰다. 건조 분말을 XRD 와 TGA/DTA로 측정한 후 800°C에서 하소하였다.

결과

공침법에 의해 제조된 slurry에 초음파를 조사하였을 때 어떠한 변화가 발생하였는가를 여과후 수세하여 XRD 결과를 통하여 관찰해 보았다. 그 결과 소결전의 $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ 조성 분말에서 초음파를 조사한 것이 결정화가 촉진되었음을 관찰할 수 있었다. 초음파의 효율적인 응용을 위해 최적화 조건을 조사하였다.

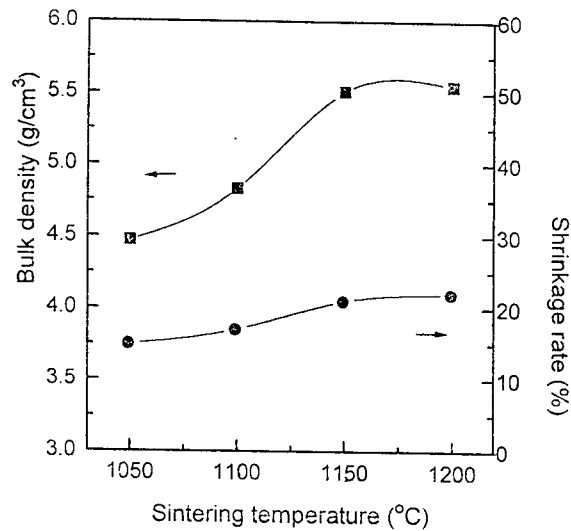


Fig. 1 Density and shrinkage variations of $(\text{Pb}_{0.04}\text{Ba}_{0.61}\text{Sr}_{0.35})\text{TiO}_3-0.04\text{Ba}(\text{Cu},\text{Mo})\text{O}_4$ ceramics

결과 및 고찰

저온소결용 유전체를 제조하기 위하여 flux 물질을 첨가하여 1200°C 이하의 온도에서 소결한 소결체는 소결온도가 증가할수록 소결밀도가 증가하였으며, 1150°C에서 급격한 시편의 수축을 Fig. 1에 나타내었으며, 입자의 성장이 이루어졌음을 알수있었다. 소결온도의 감소는 flux로 첨가된 $\text{Ba}(\text{Cu},\text{W})\text{O}_3$, $\text{Ba}(\text{Cu},\text{Mo})\text{O}_4$ 물질에서 액상생성에 의해 소결이 촉진되었을 것으로 사료된다. 결정상의 분석을 행한 결과 소결이 충분히 이루어지지 않은 1100°C이하의 온도에서 소결된 시편에서는 BaTiO_3 상 많이 존재하였으나, 1150°C 이상의 온도에서 소결된 시편은 액상의 생성으로 인한 제2상이 생성되었음을 볼 수 있었다. 이러한 소결체의 유전특성을 조사한 결과 큐리온도는 125°C에 있음을 관찰할 수 있었으며, 실온에서의 유전율은 2000 미만이었다. 본 연구에서는 큐리온도를 실온으로 낮추기 위하여 Sr을 치환시키는 방법으로 유전체의 조성을 $(\text{Pb}_{0.04}\text{Ba}_{0.61}\text{Sr}_{0.35})\text{TiO}_3$ 로 하였다. 유전율의 최대피크를 25°C로 조절하여 유전특성을 관찰하였다. 최대 유전율은 4000 정도를 나타내었다. 1200°C에서 소결된 시편의 경우에 유전율은 약 8000 이었다.

참고문헌

1. G. Desgardin, I. Mey, B. Raveau and J. Haussonne, Am. Ceram. Soc. Bull., Vol.64, p.564 (1985)
2. B. Houng and M. Haun, Proc. 9th. IEEE Inter. Symp. Appl. Ferroelectrics, (1994)