

변형된 분무열분해법으로 제조된 Sr-ferrite의 특성

영남대학교 전자공학과 김 호 준*, 남 호 덕
포항산업과학연구원 전자기연구팀 조 태 식, 양 충 진

Preparation of hexagonal strontium-ferrite by Modified Spray Co-roasting Process and its characterization

Yeungnam Univ. H. J. Kim*, H. D. Nam
RIST T. S. Cho, C. J. Yang

1. 서 론

Hard ferrite의 제조방법에는 건식법(Conventional process), 공침법(Coprecipitation) 및 분무열분해법(Spray Roasting)등이 있다. 우선 건식법은 산화철(Fe_2O_3)과 $SrCO_3$ 를 혼합하여 ferrite화 반응을 시키는 일반적인 제조방법으로서, 원료의 균일한 혼합이 어렵고 자기특성이 낮은 단점이 있다. 또한 공침법은 염화제일철($FeCl_2$)과 $SrCl_2$ 를 이온상태로 혼합한 후 산화건조하여 ferrite화 반응을 시키는 방법으로서, 원자적 수준의 혼합도와 침전물입자의 미세화로 자기특성이 우수하고 ferrite화 반응온도를 200-300 °C 감소시킬 수 있는 장점이 있는 반면, 제조비용이 비싸고 대량생산이 어려운 단점이 있다. 이에 반하여 분무열분해법은 염화제일철과 2가 금속염을 액상으로 혼합하여 1000~1200 °C에서 고온분무하여 ferrite화 반응을 시키는 제조방법으로서, 특성향상과 제조공정의 단축이 가능하다는 관점에서 주목되고 있다. 그러나 분무열분해법에 의한 ferrite 제조연구는 soft-ferrite분야에 국한되어 있고 hard ferrite분야에 관한 연구는 미흡한 실정이다. 따라서, 본 연구에서 수행한 변형된 분무열분해법(Modified Spray co-roasting)은 제조공정 단축과 균일한 혼합으로 인한 자기특성 향상이 기대되는 새로운 Sr-ferrite 하소분말 제조방법으로서, 염화제일철과 고상의 $SrCO_3$ 를 혼합하여 먼저 1단계로 400-700 °C에서 저온분무하여 균일한 $Fe_2O_3/SrCO_3$ 혼합체를 제조하고, 2단계로 ferrite화 반응을 900~1200 °C에서 수행하여 각각의 공정별 제특성에 관한 정보를 도출하였으며, 일반적인 건식법과도 비교분석 하였다.

2. 실험방법

일반 건식법에서는 분무배소로 제조된 Fe_2O_3 와 특급시약 $SrCO_3$ 를 stirring 방법으로 혼합분말을 제조하고, Modified spray co-roasting에서는 Fe source로 특급시약 $FeCl_2 \cdot 4H_2O$ 를 사용하여 수용액을 만든 후 평균입경 크기가 약 0.05 μm 인 특급시약 $SrCO_3$ 와 혼합하여 몰비가 $SrO \cdot nFeCl_2$ ($n=12.0 \sim 12.8$)이 되도록 한 것을 출발원료로 하여 소정의 온도별로 spray roaster에서 분무한 후 heating zone에 낙하된 혼합분말을 수집하였다. 하소공정은 box형 batch 로에서 1시간동안 대기 중에서 수행하였으며 건식법과 Modified Spray co-roasting으로 제조된 혼합분말 $SrO \cdot 6Fe_2O_3$ 를 10 °C/min, 1000 °C까지 DTA로 분석하였다. 성분분석 및 결정상은 각각 ICP 및 XRD로 분석평가 하였고 혼합분말과 하소분말의 형상은 SEM을 사용하였으며, Fe_2O_3 와 $SrCO_3$ 분말의 혼합정도는 EPMA 분석으로 확인하였다. Sr-ferrite 분말의 자기적 특성평가는 VSM을 사용하였다.

3. 실험결과 및 고찰

Fig.1은 영화제일철과 SrCO₃ 혼합용액을 온도별로 spraying 후 수집한 혼합분말의 XRD pattern을 나타낸다. Spraying 온도가 증가함에 따라 Fe₂O₃가 생성되기 시작하였고 500 °C 이상에서 초기 목적하던 Fe₂O₃와 SrCO₃가 대부분 존재함을 확인하였다. 또한 이때의 Fe₂O₃와 SrCO₃의 혼합정도를 EPMA로 확인한 결과 일반 건식법으로 혼합한 혼합분말보다 미세하고 균일한 혼합정도를 나타냈다. Fig.2는 일반적인 건식법으로 제조한 혼합분말과 Modified co-roast spray 방법으로 제조한 혼합분말의 하소온도에 따른 자기적 특성을 비교한 것이다. 그림에서 알 수 있는 바와 같이 Modified co-roast spray 방법으로 혼합 분말을 제조함으로써, Sr-ferrite 분말의 최대포화자화값을 발현시키는 하소온도를 건식법의 최고특성 온도 보다 약 100 °C 낮출 수 있었고, 또한 최대포화자화값은 건식법으로 제조한 하소분말보다 약 6 % 정도 우수하였다. 이는 균일한 혼합상태 및 입도분포등이 고체반응을 용이하게 하고, 하소시 입자 성장에 대한 균일성을 부여함으로써 하소분말의 자기적 특성향상에 기여한 것이라 판단된다.

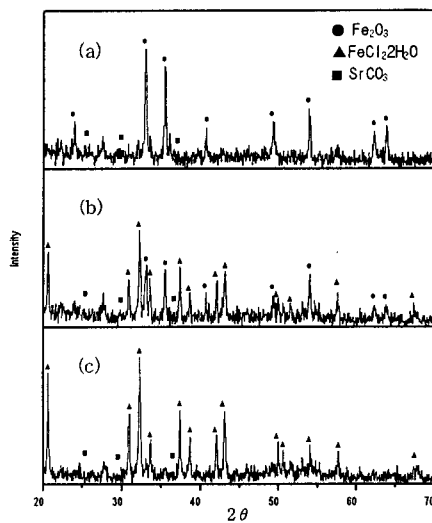


Fig.1 XRD patterns of spray co-roasted powders at various co-roasting temperature (a) 500 °C (b) 400 °C (c) 300 °C

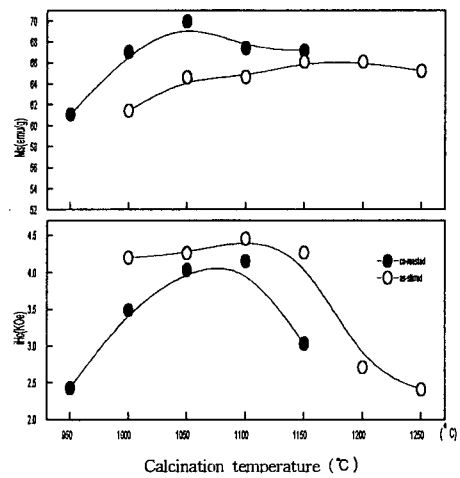


Fig.2 Magnetic properties of modified spray co-roasted powders and as-stirred powders after various calcination

4. 결론

Modified spray co-roast 방법으로 Sr-ferrite 원료분말인 양호한 혼합상태의 Fe₂O₃와 SrCO₃ 혼합분말을 얻었다. 적정 조건의 spraying 온도에서 원료시료로 사용하였던 영화제일철이 Fe₂O₃로 산화반응이 일어났으며 SrCO₃와 혼합상태가 우수하였다. 본 연구의 최적조건에서 제조된 혼합분말의 하소 후 최대포화자화, 잔류자화 및 보자력등의 자기적 특성은 각각 Ms=69.5 emu/g, Mr=36.98 emu/g, iHc=4031 Oe이었다. Modified spray co-roast 방법으로 Sr-ferrite 분말을 제조함으로써, 제조공정 단축이 가능하였고 우수한 자기적 특성의 Sr-ferrite 분말을 보다 저온에서 제조하는 것이 가능하였다. 향후 제조조건을 더욱 세밀히 제어함으로써 보다 저온에서 우수한 자기특성의 Sr-ferrite 제조가 가능 할 것으로 기대되며 고성능의 전자부품에 적합한 Ferrite 제조가 가능할 것으로 사료된다.

5. 참고문헌

- [1] W. Siebke and R. Schmidberger, MPR, JUNE, pp 445~447, 1987
- [2] M. J. Ruthner, Science of Sintering, Vol 11, No.3, pp 203~214, 1979
- [3] Tatsushiro OCHIAI, 한국자원 리사이클링학회, 산화철분과 Workshop, 1997.
- [4] K. Haneda and A. H. Morrish, IEEE Trans. Magn., 25, 2597 (1989)