

스파크 플라즈마 소결에 의한 ferrite계 자성체의 제조에 관한 연구
A Study on the Fabrication of Ferrite Magnetic Materials
by Spark Plasma Sintering

노재승, 백성호, 임현우, 오명훈
금오공과대학교 신소재시스템공학부

1. 서론

페라이트계 자성체는 다른 종류의 자성재료에 비하여 가격이 저렴할 뿐 아니라 자기적 특성 또한 우수한 편이어서 수 십년 전 시판된 이래 가장 널리 이용되고 있는 재료이다. 또한 페라이트 재료는 정보통신기술의 발달로 전기 및 전자기기의 사용이 증가함으로 인하여 각종 전자파공해로 전자기기의 오작동 및 인체에 영향을 주는 사회문제로 대두되면서 그 대안으로 전자파 차폐 또는 전자파흡수용 재료로써 1990년대 이후 계속 연구되고 있는 재료이다. Bulk 상태의 페라이트 자성체를 제조하는 방법은 분말을 출발물질로 한 소결방법이 주로 이용되고 있다. 자성재료의 특성은 소결체의 밀도와 미세조직상의 입자크기에 따라 결정되는데 상압소결시 나타나는 미세구조상의 이상입자 성장은 평균입자 크기보다 큰 결정립이 주위의 작은 결정립보다 급속히 과대하게 성장하는 과정이다. 이러한 이상입자 성장은 일반적으로 재료의 강도저하 및 전기적·자기적 물성을 저하시키며 또한 입자내 기공의 포획으로 완전소결을 어렵게 만든다. 따라서 지금까지의 페라이트 자성체의 연구는 이상입자의 성장을 억제시키기 위하여 소결온도 및 소결시간의 제어, 그리고 소결분위기 제어 등 소결조건을 변화시키는 방법이 모색되었으나 밀도증가를 위한 소결온도 상승은 항상 이상입자 성장이라는 단점을 발생시키게 되므로 화학조성의 조절 및 첨가물의 변화 등 화학적 방법이 적용되어 왔으나 이는 자기적 성능저하라는 한계점에 도달하게 되었다.

따라서 본 연구에서는 상기의 단점을 보완하는 방법으로써 순간 소결이 가능하다고 알려진 스파크 플라즈마 소결장치(SPS)를 이용하여 Sr-ferrite계 자성체를 제조하고, 제조된 시편의 미세구조와 자기적 특성과의 관계를 밝혀 고 특성 페라이트 제조의 가능성을 연구하였다.

2. 실험방법

원료분말은 attrition mill을 이용하여 약 0.8 μ m의 평균입도로 분쇄였다. 분말의 소결은 spark plasma sintering(SPS-1030, Izumi Technology Co., Japan)장치를 이용하였으며, 흑연 몰드(20 ϕ)내부에 분말을 적층한 후 약 1Pa의 진공분위기로 하였으며, 방사온도계를 이용하여 온도를 측정하였다. 방사온도계로 측정되는 흑연 몰드 온도를 기준으로 소결온도는 1,000 $^{\circ}$ C~1,060 $^{\circ}$ C의 범위에서, 유지시간은 5분, 하중은 7.3KN의 조건에서 소결 시켰으며, 위와 같은 조건에서 인가된 전류는 1,000~2,000A의 범위로 나타났다. 소결체 제조시 온도에 따른 소결 수축변화를 조사하였으며, 온도변화에 따른 밀도변화를 상호 비교하여 각각의 제조조건에 따른 소결성을 비교하였다. 제조된 소결체는 XRD를 이용하여 상변화를 측정하였으며, VSM을 이용하여 소결체의 자기적 특성을 측정하였고, 광학현미경 및 SEM(Hitachi, S-2400)을 이용하여 미세조직을 관찰하였다.

3. 실험결과

소결이 분명하게 일어나는 수축 현상은 소결개시 후 50~60초가 지난 후 1,000 $^{\circ}$ C부근이었으며, 수축이 일어난 후 수분 이내에 최대 수축이 일어났다. 수축이 일남과 동시에 전류는 2,000A에서 1,200~1,300A로 급격하게 감소하였다. SPS작업 후 소결체의 밀도는 5.03 g/cm 3 로 측정되었으며, 9KOe의 인가자장에서 VSM을 이용하여 측정된 iHc는 2.7KOe이었고, Br은 49.85emu/g으로 측정되었다.