

## 초음파 여기 페라이트 플레이팅 법에 의한 $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{BaTiO}_3$ 복합 분말의 제조 및 특성

인하대학교 최성현\*, 오재희

### Preparation and Characteristics of $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -Encapsulated $\text{BaTiO}_3$ Powder by Ultrasound-Enhanced Ferrite Plating

Inha University Sung Hyun Choi\*, Jae Hee Oh

#### 1. 서 론

페라이트 플레이팅(ferrite plating)법은  $100^\circ\text{C}$  이하의 낮은 온도에서 박막을 제작할 수 있기 때문에 비내열성 물질(플라스틱, GaAs, 종이류 등)을 기판으로 사용 가능하고, 일종의 무전해 도금법으로서 피도금체의 형상에 관계없이 균일한 두께의 페라이트 막이 얻어지며, PVD 및 CVD방법에 비하여 복잡한 장치를 필요로 하지 않기 때문에 특히 경제적인 측면에서 제작비용을 낮게 할 수 있다는 장점이 있다[1].

초음파 여기 페라이트 플레이팅(ultrasound-enhanced ferrite plating)법은 페라이트 플레이팅법에 초음파 화학을 접목시킨 방법으로 수용액 중의 이온을 활성화시키고 화학 반응을 촉진시켜 복잡한 형상의 기판에 페라이트 박막을 제조할 수 있고, 수용액에 분산된 미립자를 페라이트로 코팅할 수 있다[2][3].

본 연구에서는 초음파(20kHz, 750W)를 사용하여  $\text{BaTiO}_3$  분말 표면에 Ultrasound-Enhanced Ferrite Plating 법으로  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ 를 균일하게 코팅하여 유전-자성 복합체를 제조하고, 그 특성을 검토하였다. 공정 조건 변화에 따른 코팅된 표면의 미세구조의 변화를 조사하고, 마이크로파 대역에서 유전손실에 의한 전파흡수 특성을 나타내는  $\text{BaTiO}_3$ 를  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ 로 코팅함으로써 그 특성의 변화를 Network analyzer를 이용하여 검토하였다.

#### 2. 실험방법

출발 시약은 고순도의  $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{NaNO}_2$ ,  $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ 를 사용하여 반응 용액, 산화 용액과 반응조(reaction vessel, 400ml)에 pH 완충제로 작용하는  $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ 를 0.1M~0.3M로 용해시키고, 용존 산소를 제거하기 위해 질소 가스를 2시간 동안 불어 넣어 주었다. 반응 용액에는  $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ , 산화 용액에는  $\text{NaNO}_2$ (0.004M)를 각각 용해시키고, 반응조 내에는 평균 직경이  $0.48\mu\text{m}$ 인  $\text{BaTiO}_3$  분말을 수용액 중에서 분산시키기 위해 30분 동안 초음파를 조사하였다. 정량 펌프를 이용하여 일정 속도( $2.0\text{ml}/\text{min}$ )로 반응조에 반응액과 산화액을 공급하면서 초음파(20kHz, 750w)를 조사하였고, 반응 온도는  $70^\circ\text{C}$ 로 일정하게 유지시켰다.  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ 로 코팅한  $\text{BaTiO}_3$  분말은 여과하여 건조한 후 XRD, SEM, TEM으로 결정상과 미세구조를 확인하였다.

전파흡수 특성을 측정하기 위하여 분말과 실리콘 고무를 무게비 15 : 1로 혼합하고 내경 3mm, 외경 7mm의 토로이달형 시편으로 제작하였다. 재료정수(복소유전율 및 복소투자율)는 Network analyzer를 이용하여 반사/투과법(S-parameter법)으로 반사산란계수( $S_{11}$ )와 투과산란계수( $S_{21}$ )를 측정하여 계산하였다. 반사손실은 시편의 배면을 금속으로 단락시킨 후 측정하였으며, 측정주파수 대역은 0.5GHz~18GHz 이었다.

#### 3. 실험결과 및 고찰

반응시간의 변화에 따른  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -encapsulated  $\text{BaTiO}_3$  분말의 미세구조를 SEM으로 관찰한 결과를 Fig. 1에 나타내었다. 초음파 여기 페라이트 플레이팅법에 의해 순수한  $\text{BaTiO}_3$  분말 표면에 코팅된  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  입자는 구형으로 50nm~70nm정도의 크기를 나타내었으며 시간이 30분~90분으로 길어짐에 따라 입자의 크기는 증가하였다. 완충제의 몰농도를 변화시켜 코팅한 분말의 SEM 분석 결과,  $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ 의 몰농도가 0.1M~0.3M로 증가할수록 코팅은 치밀하고 균일하게 되었다. 이는 pH buffer로 작용하는 완충

제가 pH를 약 7로 일정하게 유지하고,  $\text{CH}_3\text{COO}^-$  이온이  $\text{Fe}^{2+}$  이온과 착체를 형성하여  $\text{Fe}(\text{OH})_2$ 로 침전되는 것을 방지하여 코팅의 질을 향상시킨다고 보고되어 있다[4].

Fig. 2는 순수한  $\text{BaTiO}_3$  분말과 완충제의 몰농도를 변화시킨 코팅 분말의 반사손실을 나타내었다. 코팅 분말의 경우는 0.2M일 때 정합두께 1.83mm, 정합주파수 7.948GHz에서 20dB 이상의 반사손실을 보였고, 순수한  $\text{BaTiO}_3$  분말에 비해 반사손실에 의한 전파흡수 대역이 두 부분에서 나타남을 확인하였다. 이는 강유전체에 강자성체가 코팅됨으로 마이크로파 대역에서 잔류손실(자벽공명, 자연공명, 형상공명, 자기확산여효)에 의한 자성손실이 유전손실과 복합화되어 나타나는 것으로 해석할 수 있다. 완충제의 몰농도가 증가할수록 정합두께는 감소하였고, 정합주파수는 고주파 대역으로 증가하였다.

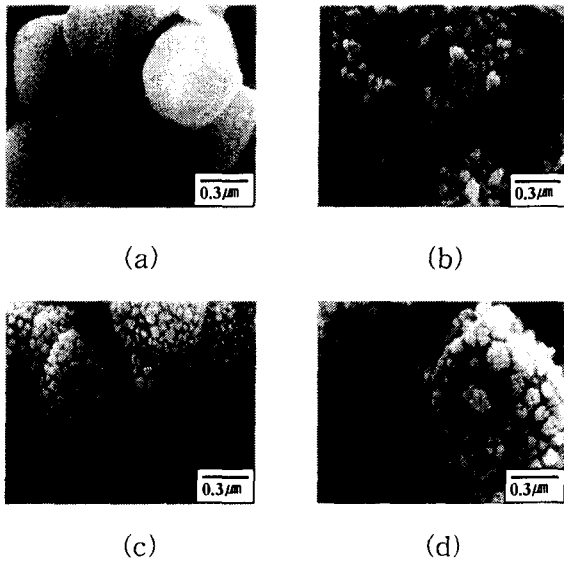


Fig. 1. SEM image of  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -encapsulated  $\text{BaTiO}_3$  powder prepared with various reaction time. [ $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  (0.03M),  $\text{CH}_3\text{COONH}_4$  (0.2M),  $70^\circ\text{C}$ ]; (a) non reaction  $\text{BaTiO}_3$  powder, (b) 30min, (c) 60min, (d) 90min

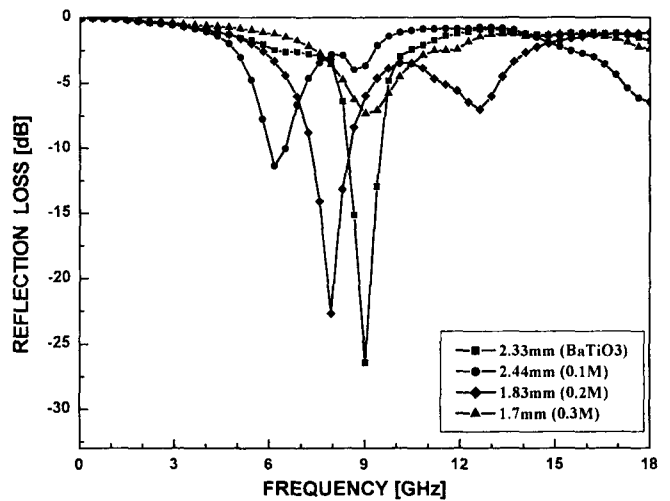


Fig. 2. Microwave absorbing properties of  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -encapsulated  $\text{BaTiO}_3$  powder

#### 4. 결 론

본 연구에서는 초음파 여기 페라이트 플레이팅법으로 강유전성  $\text{BaTiO}_3$  분말 표면에 강자성  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ 를 코팅하여 유전-자성 복합체를 제조하였다. 반응 시간이 30분~90분으로 증가할수록  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  코팅 입자크기는 증가하였고, 완충제( $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ )의 몰농도가 0.1M~0.3M로 증가할수록 코팅 입자들은 균일하고 치밀한 코팅이 형성되는 것을 확인하였다. 완충제의 몰농도의 변화에 따른 코팅 분말의 반사손실을 측정할 결과, 0.2M ( $d$ : 1.83mm,  $f$ : 7.948GHz)일 때 20dB 이상의 반사손실 나타내었고, 유전-자성 코팅 분말에 의해 마이크로파 대역에서 복합화된 전파흡수능이 나타남을 확인하였다.

#### 5. 참고문헌

- [1] Y. Kitamoto, S. Kantake, F. Shirasaki, M. Abe and M. Naoe, "Low-temperature fabrication of Co ferrite thin films with high coercivity for perpendicular recording disks by wet process," J. Mag. and Mag. Mater., vol. 193, pp. 97-100, 1999.
- [2] Chun-Young Oh, Jae-Hee Oh and Taegyung Ko, "The microstructure and characteristics of magnetite thin-films prepared by ultrasound-enhanced ferrite plating," IEEE Trans. Mag., vol. 38, no. 5, 2002.
- [3] M. Ojima, F. Shirasaki, Y. Kitamoto and M. Abe, "Ultrasound enhanced ferrite plating of polymer microspheres for magnetic cellular segregation," IEEE Trans. Mag., vol. 35, no. 5, pp. 4118, 1999.
- [4] 김명호, 장경욱, M. Abe, "스핀스프레이법에 의한  $\text{Fe}_3\text{-xNi}_x\text{O}_4$  페라이트 박막의 제작과 그 특성," 전기전자재료학회지, vol. 11, no. 8, pp. 652-657, 1998.