

습식법을 이용한 Ni-Zn Ferrite의 자기적 특성연구 (The Study of Magnetic Properties of Ni-Zn Ferrite by Wet Method)

정구은 * · 민의홍 · 김환철 · 주주완 · 김태형 · 고재귀
숭실대학교

G. E. Jung * · E. H. Min · H. C. Kim · J. W. Ju · T. H. Kim · J. G. Koh
Soongsil Univ.

1. 서론

모든 주파수 범위에서 다양한 응용이 가능한 NiZn계 Ferrite는 저주파 재료인 MnZn계 Ferrite에 비하여 투자율은 낮으나 비저항이 높아 손실이 작고 온도 특성이 양호하여 학문적인 연구뿐만 아니라 radio, TV등의 고주파 코어로부터 최근 LCD inverter와 chip inductor에 이르기까지 산업적으로 널리 이용되어 왔다.¹⁾ 이러한 NiZn계 Ferrite 분말을 공업적으로 제조하기 위하여 일반적으로 적용되고 있는 방법은 금속 산화물, 금속 탄산염 또는 금속 수산염 등의 금속 화합물을 제조하고자 하는 성분조성에 맞도록 혼합하고 하소, 분쇄하여 분말을 제조하는 고상반응법이 있다. 그러나 이 방법은 ball mill 공정에 의한 혼합, 분쇄 과정에서 각각의 성분화합물에 대한 최적 분쇄시간이 일정하지 않아 입도분포가 넓어지고, 조성이 불균일하게 되어 분말특성 및 소결특성이 좋지 못하다는 단점이 있다. 또한 milling media의 마모에 의한 불순물의 혼입으로 소결시에 불균일한 결정립의 성장이 발생하거나, 불순물 원자에 의한 자기적 성질의 열화가 발생한다. 이와 같은 고상반응법의 단점을 보완하기 위하여 습식법^{2,3)}에 의한 분말합성법이 연구되고 있다.⁴⁾ 본 실험은 이러한 연구를 토대로 하여, 습식법의 일종인 습식 직접 합성법을 이용하여 고주파용 재료로서 널리 사용되고 있는 Ni-Zn Ferrite를 제조하였다.⁵⁾ 그리고 고순도이며 화학적 조성이 균일하고 미분이며 재현성이 있는 Ni-Zn Ferrite의 합성조건을 조사하여, 그에 따른 자기적 특성을 연구하고자 하였다. 이러한 연구목적에 의거하여, Ni, Zn의 mole비를 각각 0.2 ~ 0.4 mole의 범위 안에서 변화시켰으며, Fe₂O₃의 mole비는 0.4 ~ 0.6 mole의 범위에서 변화시켜 Simplex 선별계획법에 의하여 ten point를 선정하여 실험하였다.

2. 실험방법

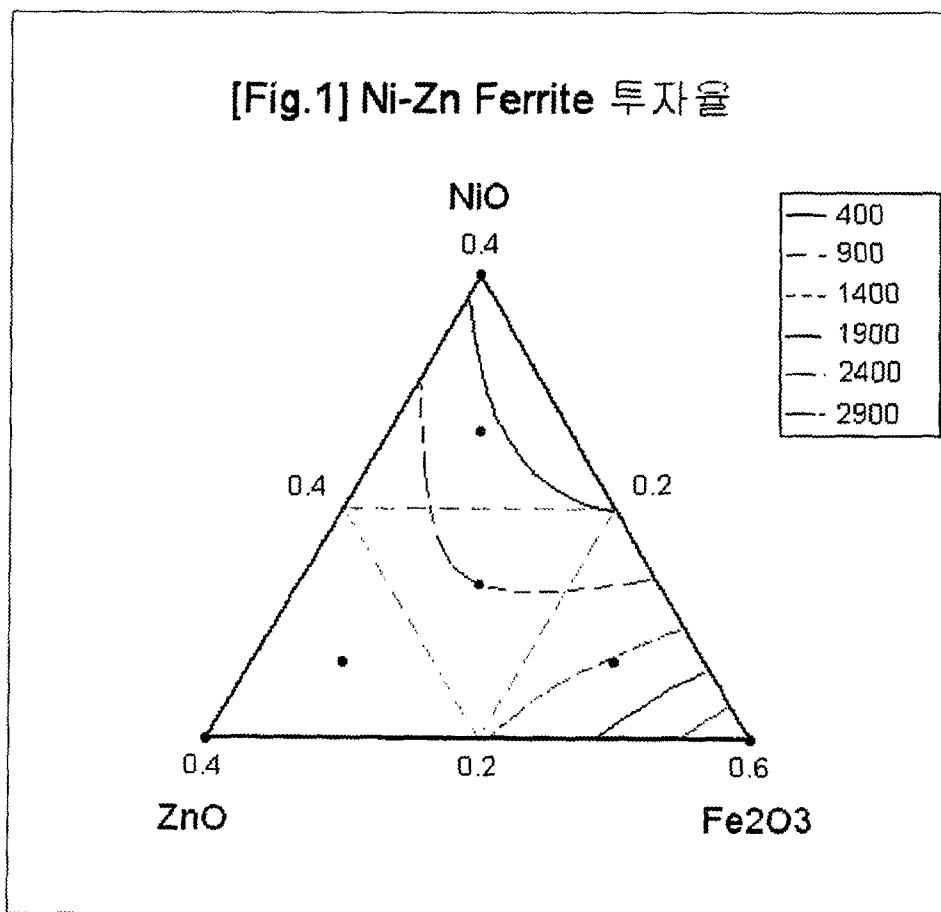
본 실험의 raw material로는 Ni(NO₃)₂ · 6H₂O (Junsei - Extra Pure급), Zn(NO₃)₂ · 6H₂O (Junsei - Extra Pure급), FeCl₃ · 6H₂O (Junsei - Extra Pure급)을 사용하였다. 각각의 raw material은 수용액 상태로 하고, 침전제로는 NaOH를 사용하였다. 합성된 물질은 열중탕법을 이용하여 80°C의 온도에서 8시간동안 교반하여 주었으며, 교반 중에 합성물의 pH가 10 이상인 강알칼리성이라는 것을 확인하였다. 합성된 물질은 진공펌프를 사용하여 여과하고 부가생성물인 Na, Cl 또는 NaCl을 제거하고자 1차 수세를 하였으며, Vacuum Drying Oven에서 건조하여 mesh#200을 통과시킨 후에 2차 수세과정을 하였다. 가소는 Electric Muffle Furnace로를 이용하여 400°C의 온도에서 3시간 동안 행하였으며, 가소가 완료된 시료를 toroid 형으로 성형하기 위하여 3wt%의 PVA 수용액을 10wt% 첨가시켜 toroid 형태의 시편을 제작하였으며, 이를 tube형 전기로에서 1200°C로 4시간 소결하였다. 가소후의 제조된 powder에 대해 XRD와 EDX를 이용하여 시편의 결정구조와 조성분석을 행하였다. 그리고 LCR meter를 이용하여 1KHz ~ 13MHz 주파수 범위의 L, C, Q 등을 측정하여 투자율 및 손실 등을 계산하였으며, Archimedean Method를 이용하여 소결밀도를 측정하였다. 자기적 특성은 VSM (LDJ-9600)을 이용하여 시편에 자계를 인가하면서 $4\pi M_s$, Hc 등을 측정하였다.

3. 실험결과 및 고찰

결정구조를 관찰하기 위하여 실행한 XRD 판명결과 Ni-Zn Ferrite 형상임을 확인할 수 있었으며, 조성분석을 위해 실행한 EDX 분석결과 원하는 mole비로 구성되어 있음을 확인하였다. 그리고 LCR meter 측정결과 10MHz 부근에서 투자율이 급격하게 증가하는 것을 볼 수 있었는데, 이는 Ni-Zn Ferrite가 비교적 높은 주파수 영역 대에서 공명현상을 보여줌을 알 수 있었다.

4. 결론

- 1) Simplex 선별계획법에 의하여 선정한 각 조성의 mole비의 변화에 따른 ten point를 조사해본 결과 FeCl_3 의 함량이 많을수록 초투자율이 증가하는 것을 알 수 있었다.
- 2) 습식법의 일종인 습식 직접 합성법을 이용한 본 실험은 80°C에서 8시간 동안 합성할 경우, 선정한 각 조성에서 결정성이 좋은 Ferrite 분말을 합성할 수 있었다.
- 3) 본 합성법으로 합성한 Ferrite는 조성에 관계없이 입형은 구형이며, fine한 입자를 합성할 수 있었다.
- 4) 10KHz ~ 10MHz 까지의 주파수에서 측정한 초투자율 값은 거의 일정하며 10MHz 이상에서 급격히 상승함을 알 수 있었다. Fig. 1)



5. 참고문헌

- 1) 김재식, 고재귀 *, Journal of the Korean Magnetic Society Vol . 13, NO 1, PP. 15 ~ 16 (2003)
- 2) J. H. Lee, J. G. Koh, Journal of the Korean Magnetic Society Vol . 11, NO 5, P. 218 (2001)
- 3) Chul Won Kim *, Jae Gui Koh, Journal of Magnetics Vol . 7, NO 2, PP 29 ~ 30 (2002)
- 4) 엄태형, 고성만 *, 서동수 *, 양준환 **, 박균하 ** *, Journal of the Korean Ceramic Society Vol . 30, NO 6, PP. 478 ~ 484 (1993)
- 5) 이경희, 이병하, 이용걸 *, 황우열 **, Journal of the Korean Ceramic Society Vol . 28, NO 3, PP. 225 ~ 233 (1991)