

Nb₂O₅ 첨가가 Mn-Zn Ferrites의 전자기적 특성에 미치는 효과

서정주 · 신명승* · 한영호

성균관 대학교 재료공학과

*이수세라믹(주)

Effects of Nb₂O₅ Addition on the Electromagnetic Properties of Mn-Zn Ferrites

J. J. Suh, M. S. Shin*, and Y. H. Han

Sung Kyun Kwan Univ.

*Isu Ceramics

초 록 저손실 망간징크 페라이트에서 CaO-SiO₂ 첨가는 입계에 높은 전기저항층을 형성시켜 와류에 의한 손실을 감소시키는 것으로 알려져 있다. 본 실험에서는 Nb₂O₅를 제 3의 첨가제로 사용하여 저손실 망간징크 페라이트에서의 전자기적 물성변화를 관찰하였다. Nb₂O₅ 300ppm 이상 첨가시 부분적인 과대입자 성장이 관찰되었으며, 200ppm 첨가시 CaO-SiO₂ 만 첨가한 시편에 비하여 밀도가 증가하였다. Nb₂O₅ 첨가시에는 100ppm 이하의 SiO₂ 첨가에서 우수한 전력손실 특성이 나타났으며, 고온 소결시 Nb₂O₅-CaO를 첨가한 시편에서 낮은 전력손실을 나타내었다.

Abstract It is well known that the addition of CaO-SiO₂ to Mn-Zn ferrites forms an insulating grain boundary layer with high electrical resistivity. This study investigated the effect of Nb₂O₅ on the electromagnetic properties of high frequency low loss Mn-Zn ferrites. The addition of 300ppm Nb₂O₅ developed an exaggerated grain growth while the addition of CaO-SiO₂ addition with 200ppm Nb₂O₅ more effectively increased the density than that without Nb₂O₅. The addition of Nb₂O₅ showed the lower power loss below 100 ppm SiO₂ and the Nb₂O₅-CaO addition lowered the power loss at higher sintering temperature.

1. 서 론

전자부품의 소형화 추세에 따라 고주파 영역에서 낮은 손실을 갖는 switching mode power supply(SMPS) 재질에 관한 연구가 활발히 진행되고 있다. 0.1MHz~1MHz 영역에서 사용되는 power material에 있어서 손실은 주로 hysteresis loss와 eddy current loss로 이루어져 있으며 다음식에 의해서 두가지 손실에 대한 특성을 분리할 수 있다¹⁾.

$$P = P_H + P_E \\ = K_H B^2 f + K_E S B^2 f^2 / \rho \quad (Eq.1)$$

P_H = hysteresis loss

P_E = eddy current loss

B = magnetic flux density

S = cross sectional area of the grain(d²)

f = operating frequency

ρ = electrical resistivity

Hysteresis loss는 주파수에 선형적으로 증가하지만 eddy current loss는 주파수 제곱에 비례하여 증가됨을 알 수 있다. 즉 hysteresis loss는 주파수 변화에 무관하고 eddy current loss는 주파수가 증가함에 따라 증가하게 된다. 따라서 eddy current loss는 낮은 주파수 영역에서 무시할 정도로 작지만 주파수가 증가하여 약 100kHz 정도에서는 일반적으로 hysteresis loss와 eddy current loss가 같은 비율로 전체 코어손실에 기여하며, 그 이상의 주파수에서는 eddy current loss가 코어손실을 지배하게 된다. Mn-Zn ferrites에서는 자기이방성을 줄이기 위하여 Fe₂O₃ 함량을 50mol% 이상 되도록 조성을 만들어 준다. 그러나 이 여분의 Fe₂O₃가 스피넬 구조내의 octahedral

site에 ferrous ion(Fe²⁺)으로 존재함으로써 ferric ion(Fe³⁺)과 함께 전자 hopping 기구에 의한 전기전도성을 높여주어 와류에 의한 손실을 증가시켜 주게 된다²⁾.

Eq. 1에 의하면 eddy current에 의한 손실을 줄이기 위해서는 시편 자체의 비저항값을 높여 주어야 한다. Mn-Zn ferrites에서는 첨가물을 통하여 전자 hopping에 의한 전기 전도도를 제한하는 방법과 입계에 고저항층을 형성하여 eddy current의 흐름을 방해하는 두가지 방법이 사용되고 있다. 일반적으로 TiO₂나 SnO₂ 같은 첨가물들을 격자내에 용해함으로써 ferrous ion 농도를 증가시킬 수 있지만 octahedral site에 용해된 +4가의 Ti ion이 ferrous ion과 결합(association)되어 ferrous ion에 의한 전기전도효과를 억제한다³⁾. 그러나 일정량의 ferrous ion 농도는 자기이방성 상수를 낮추기 위하여 필수적으로 존재하여야 하기 때문에 고유(intrinsic) 절연저항을 낮추는 것에는 한계가 있다. Yan에 의하여 보고된 결과에 따르면 이러한 첨가 원소들은 미세구조상에서 강한 과대입성장을 유발하기 때문에 자기이력에 의한 손실을 증가시킬 위험을 가지고 있다⁴⁾.

전기전도도는 미세구조상에서 작고 균일한 grain과 첨가제를 통하여 형성시킨 고저항층으로 구성된 입계를 통하여 감소시킬 수 있다. 대표적으로 CaO와 SiO₂는 입계에 석출되어 고저항층을 형성시키는 물질로 알려져 있으며 이에 따른 많은 연구가 이루어져 있다^{5~7)}. 최근에는 제 3의 첨가제를 통하여 grain 성장이 억제된 상태에서 효과적으로 고저항층을 입계에 형성시키는 방법이 연구되고 있다. Na₂O, Hf₂O, CaSiO₃ 등은 액상생성 온도를 변화시켜 효과적으로 고저항층을 입계에 형성시키는 첨가제로 알려져 있으며⁷⁾, V₂O₅와 ZrO₂는 소결시 grain의 성장을 억제하여 작고 균일한 grain을 유지시키는 첨가제로 알려져 있다^{8~9)}. Ta₂O₅와 Nb₂O₅는 입계에 석출되어 저항을 증가시키고 자기이력손실을 감소시키는 물질로 보고된바 있으며 Pankert는 STEM을 통하여 Nb₂O₅가 Mn-Zn ferrites의 입계에 석출됨을 관찰하였다¹⁰⁾. 이러한 제 3의 첨가제들은 소결조건과 소결시 산소분압에 따라 큰 물성변화를 보이고 있으며¹¹⁾, CaO와 SiO₂ 등

의 기본첨가제의 양과 밀접한 관계를 가지고 있다⁷⁾. 본 논문에서는 Nb₂O₅를 CaO-SiO₂와 동시에 첨가하여 밀도와 절연저항등 기본적인 물성과 100kHz, 100°C, 2000Gauss에서 전력 손실값에 미치는 영향에 대하여 고찰하였다.

2. 실험 방법

기본조성으로 고주파 저손실 특성을 갖는 조성 54mol% Fe₂O₃ - 37mol% MnO - 9mol% ZnO을 선택하였다³⁾. 미량 첨가제 실험의 경우 원료자체에 포함되는 불순물의 함량이 중요하며 본 실험에서 Fe₂O₃는 50ppm 이하의 SiO₂를 불순물로 포함하고 BET 4.25m²/g인 산화철을 선택하였고, MnCO₃와 ZnO는 순도 99.9+인 Aldrich Chemical의 G.R.급 시약을 사용하였다. 원료 합성후 전체 불순물 함량을 화학분석하여 Table 1에 나타내었다. Nb₂O₅가 검출되지 않았기 때문에 본 실험을 위하여 적절한 원료라 생각되며 CaO와 SiO₂의 불순물도 적은량 함유되어 있었다.

평량한 원료분말을 스테인레스볼과 jar를 이용하여 습식법으로 혼합한 뒤 알루미늄도 가니에 담아 900°C에서 4시간동안 하소하였다. 하소가 끝난 분말을 조분쇄한 후 planetary mill을 사용하여 3시간 동안 미분쇄하였다. 이 때 첨가제 Nb₂O₅, SiO₂, CaO의 양을 변화시키며 첨가하였으며, 용매로는 물을 사용하였다. 밀링이 끝난 slurry에 바인더로 PVA (polyvinyl alcohol)을 액상형태로 1wt% 넣은 후 atomizer 형태의 분무건조기를 이용하여 건조시켰다. 과립화한 분말에 윤활제(lubricant)로 Zn-Stearate를 첨가한뒤 약 1.5ton/cm²의 압력으로 외경 3cm, 내경 2cm, 높이는 약 1cm의 크기를 갖는 toroid 형태의 성형체를 만들었다. 소결은 산소분압을 조절할 수 있는 관상로를 사용하여 1325°C에서 수행하였다. 냉각시 일정한 Fe²⁺ 양을 유지시켜 재현성 있는 결과를 얻기 위하여 다음의 화학평형식을 따라 컴퓨터와 MFC(mass flow controller)를 이용하여 산소분압을 조절하면서 냉각하였다¹²⁾.

$$\log P_{O_2} = 8.1 - \frac{14540}{T(^{\circ}K)} \quad (\text{Eq.2})$$

실제 산소분압은 YSZ(yttria stabilized zirco-

Table 1. Impurities in Synthesize Material(After Calcination)

불순물	Na ₂ O	NiO	Cr ₂ O ₃	CaO	SiO ₂	Nb ₂ O ₅
함량(ppm)	42	101	210	25	82	검출안됨
분석방법	A.A	A.A	A.A	A.A	XRF	A.A

nia) 센서를 이용하여 측정하였다.

소결한 시편의 밀도는 Archimedian법을 이용하여 $\pm 1\text{mg}$ 의 정확도로 측정하였으며, 시편을 직육면체로 가공한 후 직류 4전극법으로 Keithley 224 전류공급원과 197A DMM을 사용하여 bulk의 비저항을 측정하였다. 초기 투자율(μ)은 toroid 형태의 시편에 10회의 권선을 감고 10kHz, 10mV 하에서 Hewlett-Packard사의 4284A LCR meter를 사용하여 측정하였다. 손실은 watt-meter를 이용하여 2000 Gauss의 자속밀도 하에서 100°C, 100KHz의 단위부피당 손실을 측정하였다. 첨가제가 미세조직에 미치는 영향은 시편의 파단면을 주사전자현미경(SEM)을 사용하여 관찰하였다.

3. 결과 및 고찰

Fig. 1은 Nb₂O₅의 첨가량에 따른 미세구조의 변화이다. Nb₂O₅의 적정 첨가량을 결정하기 위하여 400 ppm CaO 첨가와 함께 3가지 함량에서 Nb₂O₅의 첨가량이 미세구조에 미치는 효과를 관찰하였다. Nb₂O₅가 100, 200 ppm 첨가된 시편의 미세구조는 Nb₂O₅가 첨가되지 않은 시편과 커다란 차이를 보이지 않았으나 300 ppm 첨가된 시편의 경우에는 부분적인 과대 grain 성장을 나타내었다. Yan에 의하면 Nb₂O₅는 페라이트 모상과 함께 액상을 형성하여 grain의 성장을 촉진시키는 산화물로 보고하고 있으나⁴⁾ 본 실험조건 하에서 200 ppm

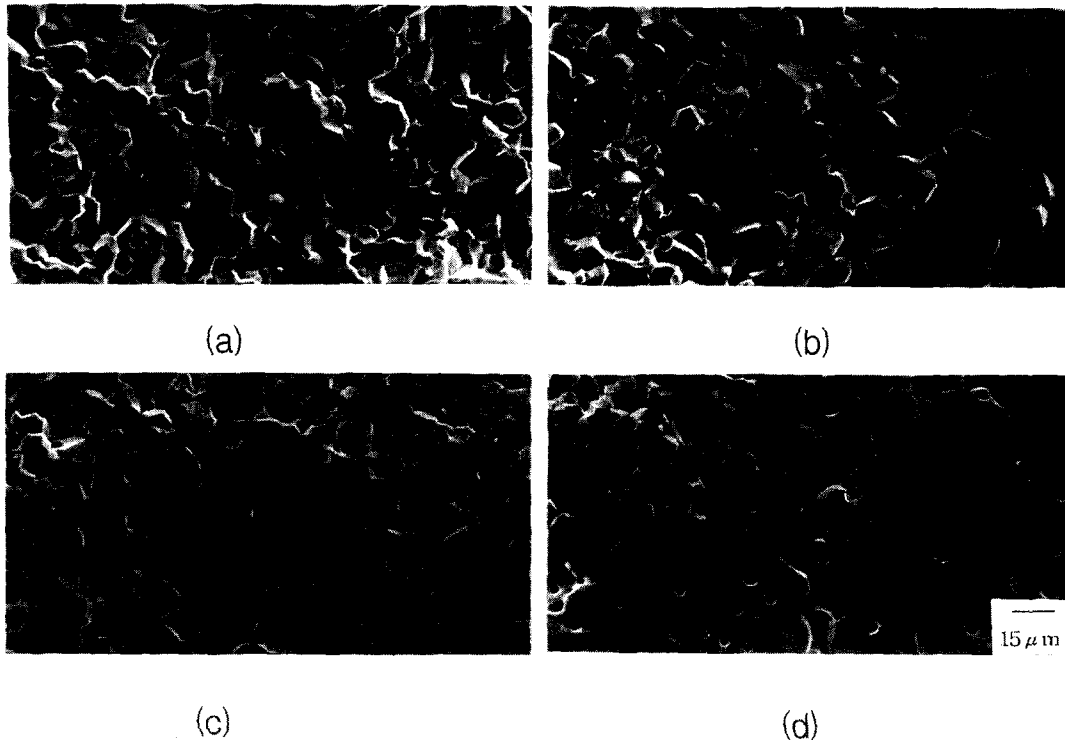


Fig. 1. Nb₂O₅ effect on microstructure (1325°C sintering).

(a) Nb₂O₅ none, CaO 400ppm (b) Nb₂O₅ 100ppm, CaO 400ppm (c) Nb₂O₅ 200ppm, CaO 400ppm (d) Nb₂O₅ 300ppm, CaO 400ppm

Table 2. Nb₂O₅ Effects on the Electromagnetic Properties (1325°C Sintering)

Additive	Density (g/cm ³)	Resistivity (Ω-cm)	Permeability (μ)
Nb ₂ O ₅ 0 ppm CaO 400 ppm	4.662	287	1680
Nb ₂ O ₅ 100 ppm CaO 400 ppm	4.642	277	1544
Nb ₂ O ₅ 200 ppm CaO 400 ppm	4.789	501	1529
Nb ₂ O ₅ 300 ppm CaO 400 ppm	4.803	137	1254

이하의 첨가는 미세구조상에서 뚜렷한 변화를 나타내지 않았다. Table 2에는 CaO 400 ppm 함량에서 Nb₂O₅ 함량변화에 따른 소결밀도, 전기저항, 초기투자율(μ)에 미치는 영향에 대하여 나타내었다.

Nb₂O₅의 첨가량이 늘어남에 따라 밀도는 증가하였는데, 100 ppm에서 200 ppm으로 첨가량이 늘어나면서 급격히 증가하였고 300 ppm 첨가시에는 미세하게 증가하였다. 이러한 현상은 Fig. 1(d)의 미세구조상에서 나타난 것처럼 과대 grain 성장에 의하여 많은 기공이 grain 내부에 포획되어 Nb₂O₅ 첨가량 증가에 따른 밀도증가가 둔화된 것으로 보인다. 또한 초기투자율(μ)은 200 ppm 첨가까지 약간의 감소를 보였지만 300 ppm 일때 급격히 떨어짐을 알 수 있는데, 이러한 현상은 grain 내부의 기공이 demagnetization area로서 투자율을 감소시키는 현상으로서 다른 실험결과들과 잘 일치한다¹³⁾. 저항은 Nb₂O₅ 100 ppm 첨가시 277Ω-cm로, CaO만 400 ppm 첨가한 시편(287Ω-cm)과 유사하였으나 200 ppm 첨가시에는 501Ω-cm로 증가한 값을 나타내었다. 이러한 비저항의 증가는 Nb₂O₅가 grain boundary에 효과적으로 석출되었기 때문으로 생각된다^{11), 10)}. 그러나 Nb₂O₅ 300 ppm 이 첨가된 경우 CaO만 첨가된 시편보다 낮은 비저항 값을 나타내었다. 일반적으로 bulk의 비저항은 grain boundary의 숫자와 비례하며¹⁴⁾, Nb₂O₅ 300 ppm 첨가시 저항값의 급격한 감소는 Fig. 1(d)에 나타난 것 같이 과대입성장으로 미세구조상에서 전류의 흐름을 효과적으로 차단하는 고저항층 입계의 숫자가 감소되었기 때문으로 보인다. 따라서 200 ppm Nb₂O₅ 첨가는 미세구조상 균일한 grain과 높은 저항과

밀도로 eddy current loss나 hysteresis loss를 감소시키는데 기여하리라 사료된다. 그러나 Nb₂O₅ 300 ppm이 첨가된 경우 CaO만 첨가된 시편보다 낮은 비저항 값을 나타내었으며, 이러한 저항값의 급격한 감소는 Fig. 1(d)에 나타난 것 같이 과대입성장으로 미세구조상에서 전류의 흐름을 효과적으로 차단하는 고저항층 입계가 감소되었기 때문으로 보인다.

Fig. 2는 Nb₂O₅가 200 ppm 첨가된 시편과 첨가되지 않은 시편의 온도에 따른 초기 투자율(μ) 변화를 나타낸 것이다. Permeability-temperature curve의 절대값은 200 ppm Nb₂O₅를 첨가한 경우 약간 높은 값을 보이고 있으며, 큐리온도가 약간 낮은 온도쪽으로 이동하였다. 그리고 전체적으로 유사한 형태의 곡선을 나타내었다. 자기이방성 상수가 0이 되는 온도와 일치되는 곳에서 제 2차 투자율 최대값은 관찰되지 않았지만 80°C 근방의 온도에

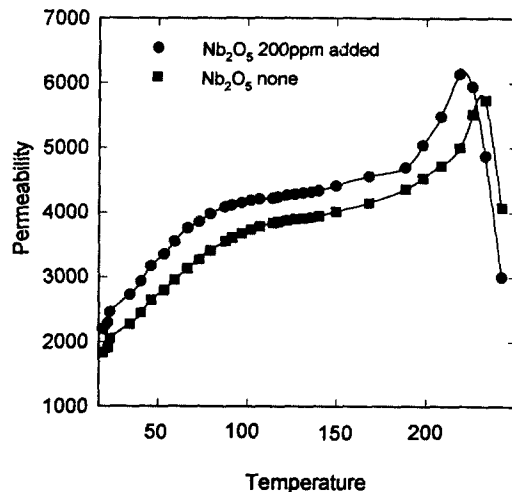


Fig. 2. Permeability-temperature curve of Mn-Zn Ferrite.

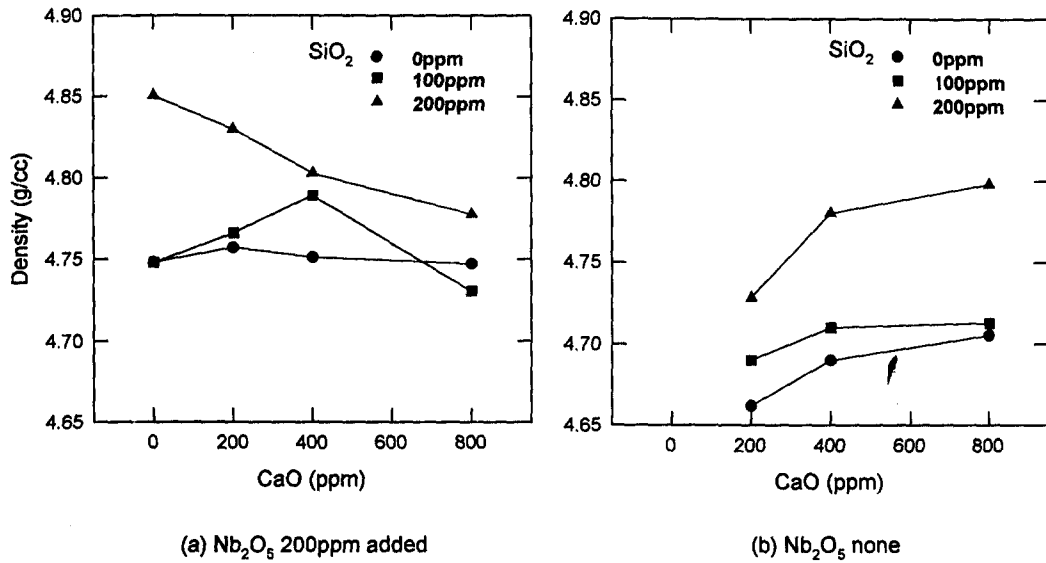


Fig. 3. Effect of CaO additive content on density with different SiO₂ levels (1325°C sintering).

서 나타난 투자율 굴절현상은 제 2차 투자율 최대값이 존재함을 암시하였다. Nb₂O₅ 200 ppm 첨가된 시편에서 투자율의 절대값이 모든 온도에서 높게 나타난 것은 밀도의 증가에 의한 것으로 사료된다. 제 2차 투자율 최대값이 나타나는 온도가 낮은 온도쪽으로 이동하는 것은 Nb⁵⁺ 이온이 일부 격자내에 용해되면서 charge neutrality 조건을 만족시키기 위하여 ferrous ion 농도를 증가시키거나 격자상수를 변화시켜 나타난 효과라 생각된다. 그러나 Mn-Zn ferrites에서 Nb₂O₅의 용해도는 명확히 알려져 있지 않으며 이에 관한 연구가 진행되어야 할 것으로 사료된다. 따라서 200 ppm 정도의 Nb₂O₅를 첨가할 경우에는 Mn-Zn ferrites의 초기투자율에 크게 영향을 미치지 않을 것으로 보인다.

Fig. 3에는 Nb₂O₅가 첨가된 시편과 첨가되지 않은 시편을 3가지의 서로다른 SiO₂함량에서 CaO의 함량증가에 따른 밀도변화를 나타내었다. Nb₂O₅가 첨가되지 않은 시편들을 SiO₂와 CaO 첨가가 증가함에 따라 밀도가 증가하였으나, Nb₂O₅가 200 ppm 첨가된 시편들에서는 SiO₂가 0 ppm에서는 CaO가 증가함에 따라 밀도가 거의 변하지 않았고, SiO₂ 100 ppm함량에서는 CaO 400 ppm 까지 증가하다 감소하였으며, SiO₂ 200 ppm함량에서는 CaO 첨가에 따라 감소하였다. Nb₂O₅가 첨가된 시편

들의 밀도는 같은양의 CaO-SiO₂만 첨가된 시편보다 일반적으로 높은 밀도를 가졌다. Nb₂O₅ 200 ppm과 SiO₂ 200 ppm이 첨가된 시편에서는 CaO가 전혀 첨가되지 않을때 측정된 가장 높은 밀도 (4.85g/cm³)를 나타내었다. Nb₂O₅가 첨가된 시편에서는 SiO₂ 100 ppm인 경우를 제외하고는 CaO 첨가가 밀도증가에 기여하지 못했으나, Nb₂O₅가 첨가되지 않은 시편에서는 SiO₂와 함께 밀도를 증가시켰다. Fig. 3(b)에서 처럼 SiO₂만 첨가할 때는 CaO 첨가에 의하여 밀도가 증가하지만, Nb₂O₅와 SiO₂를 동시첨가 할때는 CaO 첨가에 의하여 밀도변화가 excess SiO₂를 첨가할 때 나타나는 유사한 효과가 나타나기 때문에 밀도증가를 위하여 CaO 첨가량을 제한할 필요가 있다. 이러한 결과는 SiO₂와 CaO를 동시에 과량 첨가할 때 나타나는 과대 grain 성장 및 밀도감소와 유사한 현상¹⁵⁾ Nb₂O₅ 첨가가 과대하게 SiO₂를 첨가하는 것과 유사한 역할을 하는 것으로 사료된다. Fig. 4는 Nb₂O₅ 200 ppm과 CaO 400 ppm 첨가된 시편에서 SiO₂ 함량에 의하여 나타나는 미세구조 변화를 보여준다. SiO₂ 증가에 의하여 grain은 성장하였고 보다 조밀한 미세구조를 나타내었다. Fig. 3(a)에 나타난 밀도변화와 잘 일치함을 알 수 있다. Nb₂O₅ 첨가와 무관하게 SiO₂ 첨가는 일반적으로 같은 양의 CaO 첨가에서 밀도증가 현상을

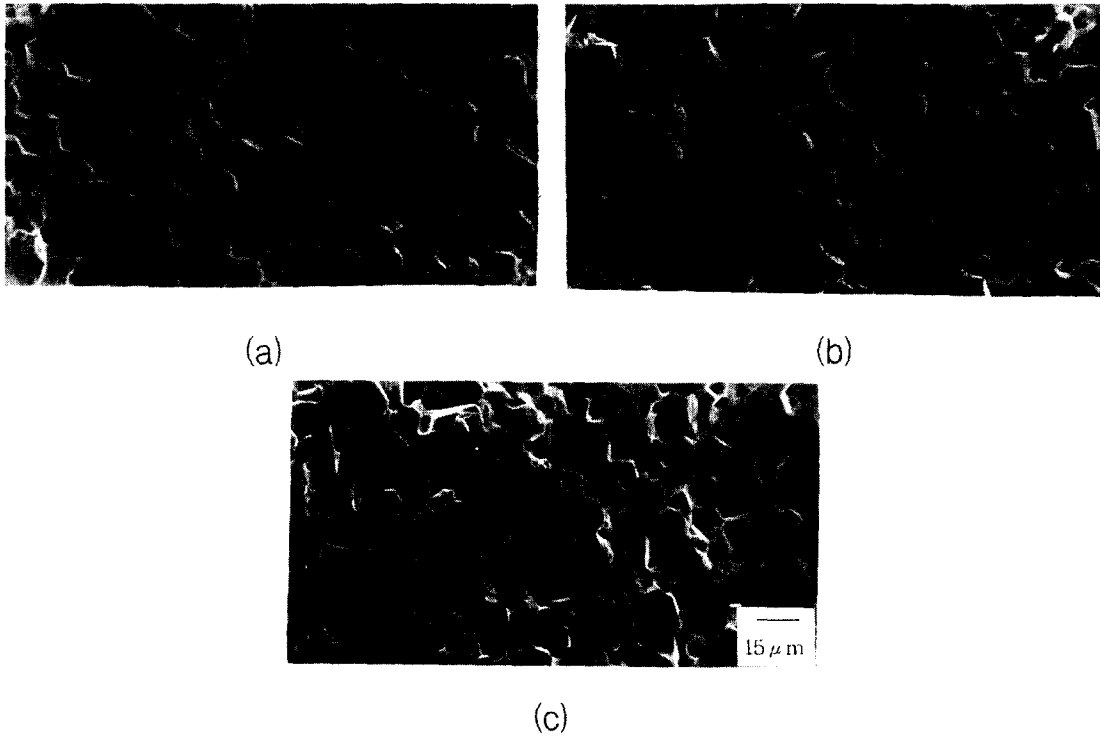


Fig. 4. Effect of additives on microstructure(1325°C sintering).
 (a) Nb₂O₅ 200ppm, CaO 400ppm, SiO₂ none (b) Nb₂O₅ 200ppm, CaO 400ppm, SiO₂ 100 ppm (c) Nb₂O₅ 200ppm, CaO 400ppm, SiO₂ 200ppm

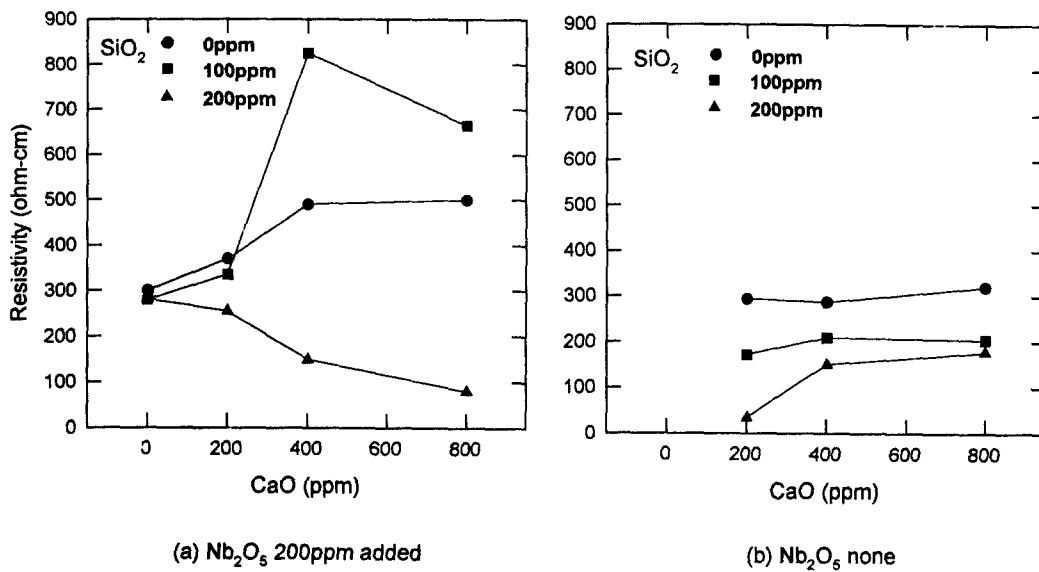


Fig. 5. Effect of CaO additive content on resistivity with different SiO₂ levels (1325°C sintering).

나타냄을 알 수 있었다.

Fig. 5에는 3가지의 SiO₂함량에서 CaO 함량에 따른 전기절연저항 변화를 Nb₂O₅ 200 ppm 첨가된 시편과 첨가되지 않은 시편에 대하여

나타내었다. Nb₂O₅ 200 ppm 첨가된 시편에서 SiO₂ 200 ppm 첨가될 때는 CaO 첨가에 의하여 절연저항이 감소하였다. S. Shing에 의하면 grain의 성장과 기공의 소멸이 조화된 속

도로 이루어져야 하며 grain이 급격히 성장하여 과대 grain을 이룰 경우 밀도의 감소가 일어난다고 하였는데¹⁶⁾, 본 실험결과에 있어 과량의 첨가제가 첨가된 경우 일반적으로 밀도의 감소와 고저항 입계면의 감소로 인한 비저항이 감소하는 경향을 보이고 있다. CaO-SiO₂ 동시첨가에 의하여 나타난 다른 실험결과, 즉 SiO₂ 300 ppm과 CaO 800 ppm 첨가된 시편에서 과대 grain 성장에 의한 밀도감소, 고저항층 입계면의 감소와 저항감소 현상등과 잘 일치한다¹⁵⁾. SiO₂ 100 ppm이 첨가된 경우에 저항은 CaO 400 ppm 첨가시 까지 증가하였고 CaO의 첨가량이 800 ppm 이상 될 경우에는 저항이 감소하였다. 이는 Fig. 3(a)에 나타난 밀도 변화와 유사한 경향으로, 밀도증가와 절연저항이 CaO 첨가량에 따라 같은 경향을 보여 주었다. 첨가제에 의하여 과대 grain 성장이 유발될 경우 밀도는 감소하였고 동시에 입계면의 감소는 절연저항을 감소시켰다. Nb₂O₅ 200 ppm이 첨가된 시편에서는 SiO₂가 첨가되지 않았을 때 CaO를 첨가함에 따라 밀도는 미세한 증가를 보였지만 절연저항은 상당히 증가함을 관찰할 수 있었다. 그러나 Nb₂O₅가 첨가 되지 않을 때는 모든 SiO₂ 함량에서 CaO 첨가에 의하여 절연저항이 증가하였다. Fig. 3(b)와 비교해 보면 모든 SiO₂ 함량에서 밀도와 절연저항은 CaO에 따라 증가하였다. 그러

나 밀도는 SiO₂ 첨가량에 따라 증가하였지만, 절연저항은 반대로 SiO₂ 첨가에 의하여 감소하였다. Nb₂O₅의 첨가와 무관하게 절연저항과 밀도는 SiO₂ 함량에 따라 반대되는 효과가 나타났다. 이러한 현상은 SiO₂가 일정량 증가할 때 까지는 밀도는 증가하지만, SiO₂함량증가와 함께 나타나는 grain 성장에 의하여 고저항 입계면적의 감소로 나타나는 결과로 사료된다. 이러한 결과로서 SiO₂첨가는 소결밀도를 증가시켜 hysteresis loss를 감소시키는 효과와 절연 저항 감소에 의한 eddy current loss의 증가를 동시에 나타내는 효과를 고려해야 한다. Nb₂O₅ 200 ppm을 첨가할 때는 SiO₂ 100 ppm과 CaO 400 ppm을 동시 첨가하여 가장 높은 절연저항(800Ω-cm)증가를 얻을 수 있었다.

Fig. 6에는 첨가량 변화가 power loss에 미치는 영향에 대하여 나타내었다. Fig. 6(a)에 나타난 것처럼 200 ppm Nb₂O₅ 첨가한 경우 SiO₂ 200 ppm 함량에서 power loss는 CaO 첨가량에 의하여 증가하였고 매우 높은 값을 나타내었다. 이러한 현상은 Fig. 3과 Fig. 5에 나타난 첨가제 효과가 밀도와 절연저항에 미치는 영향으로 설명될 수 있다. 밀도감소와 절연저항 감소는 hysteresis loss와 eddy current loss를 동시에 증가시킬 수 있기 때문이다. 그러나 SiO₂ 0 ppm과 100 ppm일 때는 CaO 첨

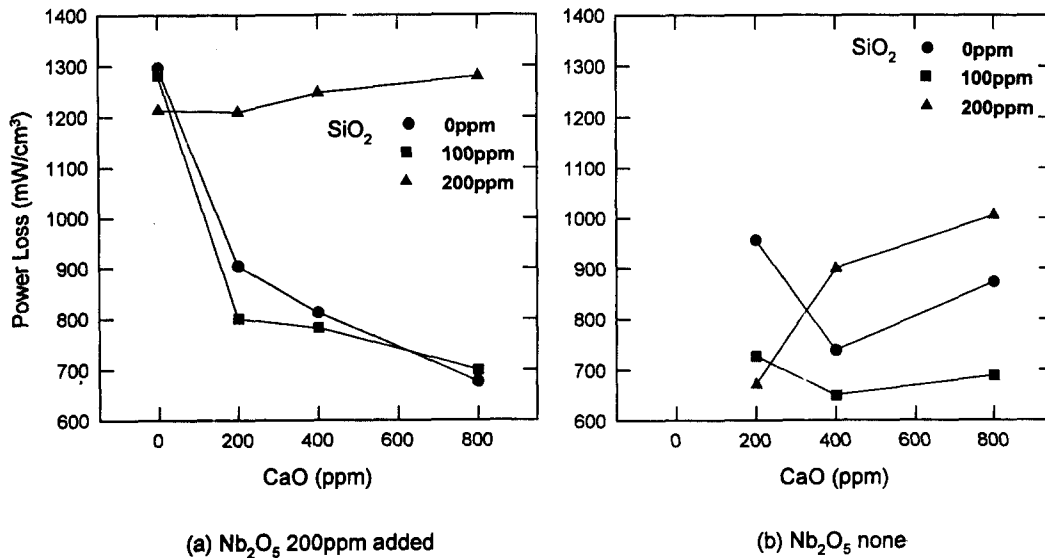


Fig. 6. Effect of CaO additive content on power loss with different SiO₂ levels (1325°C sintering).

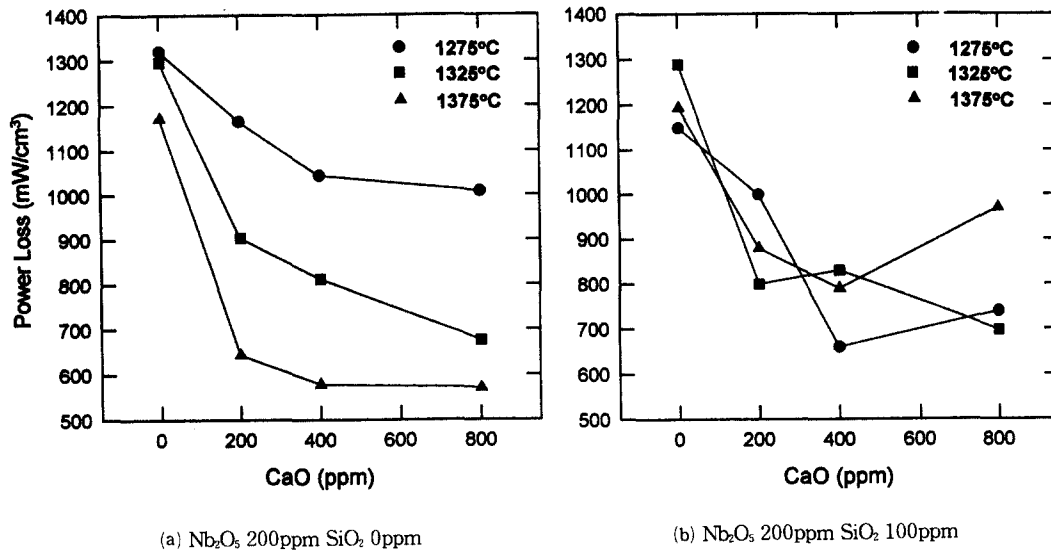


Fig. 7. Effect of CaO additive and sintering temperature on power loss with different SiO₂ levels.

가에 의하여 power loss가 급격히 감소하였다. 이러한 결과는 밀도증가 및 절연저항과 일치하는 현상이다. Fig. 6(b)에 나타난 것처럼 Nb₂O₅가 첨가되지 않은 경우 SiO₂ 200 ppm 일때는 CaO 첨가량에 의하여 power loss가 증가하였다. SiO₂첨가량이 0 ppm과 100 ppm 에서는 CaO 400 ppm까지 감소하다 CaO 800 ppm에서는 증가하였다. 복잡한 경향을 나타 내지만 CaO와 SiO₂를 동시 첨가할 때는 CaO 와 SiO₂ 총량과 적정한 첨가량 비율이 유지될 때 power loss 최소값이 나타나는 현상과 유사한 경향을 보인다¹⁵⁾.

Fig. 7은 Nb₂O₅ 200 ppm과 SiO₂ 0, 100 ppm 을 첨가한 시편을 3가지 소결온도에서 CaO 함량이 power loss에 미치는 영향에 대하여 나타낸 것이다. Fig. 7(a)에 나타난 것처럼 SiO₂가 첨가되지 않은 시편에서는 CaO 첨가 량에 따라 power loss는 모든 온도에서 감소 하였고 400 ppm 이상에서는 power loss 감소 는 둔화되었다. 특히 1375°C에서는 CaO에 무 관한 영역이 보다 넓게 나타났다. 그러나 SiO₂ 가 100 ppm이 함께 첨가된 시편에서 power loss는 CaO 첨가량에 따라 200 ppm 까지 감소하다 400 ppm 이상에서는 증가 또는 감소 하였으며 높은 온도에서 소결한 시편에서 SiO₂가 첨가되지 않은 시편에서 처럼 보다 낮은 power loss 현상은 나타나지 않았다. Nb₂O₅

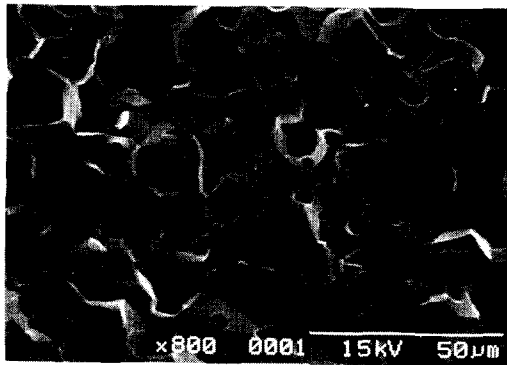
의 첨가효과는 고온에서 보다 효과적인 power loss 억제 효과를 나타냈으며 SiO₂ 함량이 낮은 시편에서 효과적으로 power loss를 감소시키는 첨가제로 이해되었다. Fig. 8은 1375°C에서 소결한 시편의 미세구조를 나타 낸 것인데 Nb₂O₅-CaO 만이 첨가된 Fig. 8(a)의 시편은 과대 grain 성장없이 20 μ m 내외의 균일한 grain들이 관찰되었지만 Nb₂O₅ 200 ppm과 SiO₂ 100 ppm을 함께 첨가한 경우에는 보다 큰 grain과 intra-grain의 파단면이 주로 관찰되었으며, 이 때문에 고온 소결시 효과적인 power loss 감소효과를 얻지 못한 것으로 사료된다.

4. 결 론

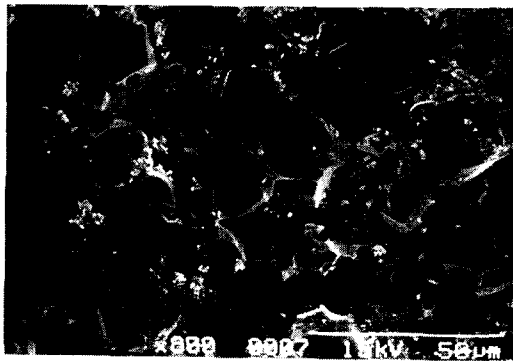
Nb₂O₅를 CaO-SiO₂와 동시 첨가하여 Mn-Zn ferrites의 미세구조, 전기절연저항, 밀도, power loss에 미치는 영향에 대하여 조사한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1) Nb₂O₅의 첨가량이 늘어남에 따라 밀도는 증가하였으나 저항은 200 ppm 첨가시 가장 높은 값을 나타내었다. Nb₂O₅ 300 ppm 첨가시에는 부분적인 과대입성장이 발생하였으며 투자율이 급격히 감소하였다.

2) Nb₂O₅가 첨가된 시편들의 밀도는 같은 양의 CaO-SiO₂만의 첨가보다 높은 밀도를 가졌다. Nb₂O₅ 200 ppm, SiO₂ 200 ppm, CaO 0 ppm



(a)



(b)

Fig. 8. Effect of additives on microstructure (1375°C sintering).

(a) Nb₂O₅ 200ppm, CaO 400ppm, SiO₂ none (b) Nb₂O₅ 200ppm, CaO 400ppm, SiO₂ 100ppm

에서 가장 높은 소결밀도를 얻을 수 있었다.

3) Nb₂O₅를 첨가한 시편의 경우 CaO의 첨가량이 증가함에 따라 SiO₂ 수준에 따른 저항차가 크게 나타났다. 낮은 저항을 보인 시편의 경우 power loss가 크게 나타났다.

4) Nb₂O₅와 CaO를 첨가한 시편의 경우 소결온도가 증가함에 따라 손실이 감소하였으며 1375°C 소결시 가장 낮은 power loss 결과를 나타내었다.

5) Nb₂O₅의 첨가효과는 고온에서 보다 효과적인 power loss 억제 효과를 나타냈으며 SiO₂ 함량이 낮은 시편에서 효과적으로 power loss를 감소시키는 첨가제로 이해되었다.

감사의 글

본 연구는 선도기술개발사업의 일환으로 수행되었으며 이에 감사의 뜻을 포함합니다.

참고 문헌

1. E. Otsuki, S. Yamada, T. Otsuki, K. Shoji and T. Sato, J. Appl. Phys., 69, 5942 (1991).
2. E. Otsuki, Ferrites, Proceeding of ICF-6, pp.59, Ed. by T. Yamaguchi, M. Abe, Jpn. Soc. Powder and Powder Metallurgy, Japan (1992).
3. E. Ross, Advances in Ferrites (ICF-5), vol. 1, pp.23, Ed. by C.M. Srivastava, Oxford IBH publishing, India (1989).
4. M. F. Yan, D. W. Johnson, J. Am. Cer. Soc., 61 (7-8), 342 (1978).
5. T. Akashi, Tras. Jap. Inst. Metal, 2, 171 (1961).
6. G. C. Jain, J. Appl. Phys., 49(5), 2894 (1978).
7. T. Mochizuki, Ferrites, Proceeding of ICF-6, pp.53, Ed. by T. Yamaguchi, M. Abe, Jpn. Soc. Powder and Powder Metallurgy, Japan (1992).
8. I. Kimura, Advances in Ferrites (ICF-5), vol. 1, pp.187, Ed. by C.M. Srivastava, Oxford IBH publishing, India (1989).
9. E. Otsuka, Ferrites, Proceeding of ICF-6, pp.317, Ed. by T. Yamaguchi, M. Abe, Jpn. Soc. Powder and Powder Metallurgy, Japan (1992).
10. J. Pankert, Electroceramic IV, Proceeding of ICEA, pp.1129, Aachen, Gemany (1992).
11. K. Ishino et al, Ferrites, Proceeding of ICF-6, pp.1173, Ed. by T. Yamaguchi, M. Abe, Jpn. Soc. Powder and Powder Metallurgy, Japan (1992).
12. J. M. Blank, J. Appl. Phys., 32, 376 (1961).
13. H. Igarashi, K. Okazaki, J. Am. Cer. Soc., 60(1-2), 51 (1977).
14. G. Economos, Ceram. Microstrut., 21, 210 (1961).
15. unpublished data.
16. S. Shing, R. B. Tripathi, B.K. Das, Advances in Ferrites (ICF-5), vol.1, pp.183, Ed. by C. M. Srivastava, Oxford IBH, India (1989).