≪연구논문≫ Journal of The Korean Magnetics Society, Volume 9, Number 2, April 1999

ZnO의 입도와 산소압이 고온연소합성법으로 제조된 Ni-Zn Ferrite 분말의 자기적 특성에 미치는 영향

최 용
선문대학교 재료 금속공학부

조남인
전자공학과/첨단연구소, 충남 아산 336-840

한유동
한국기계연구원, 경남 창원 641-110

(1999년 1월 25일 받음, 1999년 3월 10일 최종수정본 받음)

고온연소합성법(self-propagating high temperature synthesis)을 이용하여(Ni, Zn)Fe_2O_4 분말을 제조하고 초기 분말의 크기와 산소압에 따른 생성물의 미세조직과 자기적 특성을 조사하였다. (Ni, Zn) 페라이트 분체는 다양한 입도의 Fe, Fe_2O_3, NiO, ZnO의 원료 분말을 n-hexane 용액에서 습식으로 spex mill을 사용하여 5분 혼합하고 120 ℃ 진공로에서 24시간 건조한 후 0.5~10 기압의 산소압에서 고온연소합성 반응으로 제조하였다. 성형 압력이 없는 경우 평균 연소온도와 연소속도는 최대 약 1250 ℃와 9.8 mm/sec 였으며 산소압과 ZnO입도가 감소하면 감소하였다. 고온연소합성된 시료는 다공질 구조를 갖고 있으며 X-선 회절 시험으로 시편들의 spinel 구조를 관찰하였다. ZnO 입도와 산소압이 증가하면 보자력, 최대자화, 잔류자화, 각형비 및 큐리 온도는 각각 13.24 Oe, 43.88 emu/g, 1.27 emu/g, 0.0034 emu/gOe, 37.8 ℃에서 11.83 Oe, 68.87 emu/g, 1.23 emu/g, 0.00280 emu/gOe, 43.9 ℃와 7.99 Oe, 75.84 emu/g, 0.791 emu/g, 0.001937 emu/gOe, 53 8 ℃로 변화하였다. 산소압에 따른 겉보기 활성화에너지를 고려하면 페라이트의 연소합성 반응은 ZnO입도와 산소압에 크기 의존한다.

I. 서 론

Ni-Zn 페라이트는 대표적인 스피넬(spinel) 구조의 소재로서 높은 전기 비저항값을 갖고 와전류의 손실이 금속자성재료에 비하여 작기 때문에 높은 주파수 영역에서 사용될 수 있는 소재이다[1, 2]. 페라이트 분말의 제조는 공침법(coprecipitation), 선봉법(precursor method), 동결건조법(freezing-drying method) 등이 사용되고 있다. 공침법은 Ni^{+2}, Zn^{+2}, Fe^{+2}을 함유한 염화물, 질화물을 수산화물($Fe_xM_y(OH)_n$)로 생성시키고 이를 하소(calcination)하여 분말을 제조하는 공정이다[3]. 선봉법은 금속황화물(sulfate)을 히드라진 카복실산에 녹여 히드라진 카복실산 금속 히드라진염(hydrazinium metal hydrazinecarboxylate, $(N_2H_5)_3Ni_{1-x}Zn_xFe_2(N_2H_3COO)_9 \cdot H_2O$))을 만들고 이것을 하소하여 분말을 제조하는 방법이다[4]. 동결건조법은 금속 양이온을 함유한 고농축 용액을 저온에서 침출시키고 진공에서 건조한 후 하소시켜서 분말을 얻는 방법이다[4]. 이들 방법은 용매(solvent)를 제거하는 공정 중에 입자들이 괴상화(agglomeration)가 발생하며 소결중에 산소의 량이 변화하는 문제점이 있다[5]. 한편 소재 개발의 선진국에서는 고온연소합성법(Self-propagating High Temperature Synthesis, SHS)에 의한 소재의 합성 방법이 많이 연구되고 있다. SHS 방법은 고융점 무기 화합물이나 금속간 화합물을 구성하는 원소간의 화학 반응이 일어날 때 발생하는 강한 발열 반응열(exothermic heat)을 이용한 재료 합성 방법으로 원료 혼합 분말의 한 끝에 화학 반응을 일으켜 연소파(combustion wave)를 자기전파(self-propagating)시킴과 동시에 잉여 반응열을 소결작용에 이용하는 것이다. SHS 방법은 단시간에 고순도의 고융점 물질을 합성할 수 있는 장점이 있다. 한편, 페라이트 자성체의 연소 합성은 Fe가 산화하면서 발생하는 반응열을 고려하여 $(NiO)_x + (ZnO)_{1-x} + 0.5\ Fe_2O_3 + Fe + 0.75\ O_2 = Ni_xZn_{1-x}Fe_2O_4$ 같은 Fe 분말의 산화에 의하여 연소합성될 수 있다[6-8]. 이와 같이 Fe, Fe_2O_3, NiO, ZnO 분말을 사용하여 연소합성으로 제조할 경우

Magnetic Properties of Anisotropic Nd-Fe-B Type Resin Bonded Magnet Produced by Injection Molding

Yoon Bae Kim, Woo Sang Jung and Won Young Jeung

Metal Processing Research Center, KIST, P.O. Box 131 Cheongryang, Seoul 130-650

(Received 8 February 1999, in final form 24 March 1999)

In the present work, magnetic and rheological characteristics of anisotropic Nd-Fe-B type resin bonded magnet produced by injection molding using polypropylene as a binder were investigated with the variation of powder loading in compound, applied magnetic field and injection molding temperature. The maximum powder loading determined by torque sensor was 70.7 vol.%. The remanence and maximum energy product of resin bonded magnet were increased with increasing the powder loading in compound and showed a maximum value at the powder loading of 54 vol.%. Further increase of powder loading above 54 vol.% resulted in the decrease of remanence and maximum energy product. On the other hand, there was no change in coercivity with the variation of powder loading in compound. The decrease of remanence and maximum energy product above the powder loading of 54 vol.% is due to the decrease of degree of powder alignment caused by the decrease of fluidity of compound, which could be confirmed by the measurement of viscosity using capillary rheometer. The magnetic properties of resin bonded magnet were increased with increasing the injection molding temperature. This is due to the increase of powder alignment by improving the fluidity of compound at high temperature.

에는 각각의 분말의 입도와 혼합비율이 매우 중요하며, 연소는 Fe의 산화에 의하여 연소파가 전파하기 때문에 전체 반응은 분말의 입도와 산소 분압에 크게 의존할 것이나 이에 대한 체계적인 연구는 많지 않다. 따라서 본 연구의 목적은 고온연소합성법을 사용하여 원료 분말의 크기와 산소압에 따라 산화물계(Ni, Zn) Fe_2O_4 페라이트 분말을 합성하고, 이들 분말의 자기적 특성을 비교함으로써 고온연소합성법을 이용한 최적의(Ni, Zn) 페라이트 제조 기술을 확립하고자 하였다.

II. 실험 방법

고온연소합성법으로(Ni,Zn)Fe_2O_4 페라이트 분말을 제조하기 위하여 원료 분말의 칭량, 혼합, 압분, 연소반응, 분석 순으로 수행하였다. 원료 분말의 순도 및 관련 물리적 특성은 Table I과 같다. 본 연구에서 사용한 철분말은 순도가 99.99 %이며 입도는 12 μm 이하이다. Table 1과 같이 다양한 크기의 원료분말인 Fe, NiO, ZnO, Fe_2O_3를 $Ni_{0.35}Zn_{0.65}Fe_2O_4$ 조성이 되도록 칭량하고 볼밀(spex 2000)을 이용하여 5분간 헥산 용액(hexane)으로 습식 분쇄 혼합하고 120 °C에서 24시간 진공 건조시켰다.

미분화 정도는 정량적으로 분석하기 위하여 일정 장입량 100 gr.에 대하여 미분 시간당 평균 입도 분석을 입도분석기(Micrometrics, Sedigraph 5100)로써 수행하였다. 혼합된 원료분말을 고온연소합성 장치를 이용하여 연소반응시켰다[8, 9]. 산소분압은 반응로의 진공도를 10^{-6} torr 이하로 낮춘 후에 고순도 산소로써 1기압을 유지시키는 작업을 3회 반복하였고 연소반응직전에 원하는 산소압을 유지하였다. 특히 1기압 이상의 실험에서는 압력용기형의 연소합성장치를 사용하여 산소압을 최대 10기압으로 유지하였다. 연소 반응중의 연소온도와 연소속도는 TT법(two-thermocouples method)으로써 측정하였으며, 연소파의 전파거동은 비디오 촬영을 통하여 관찰하였다. Fig. 1은 본 연구에서 수행한 방법의 모식도이다.

Table I. Some selective properties of reactant powders

Substances	Fe	Fe_2O_3	NiO	ZnO
Manufacturer	Aldrich	Aldrich	INCO	Aldrich
Purity[%]	99.99	99.98	99.99	99.99
Size	<12 μm	<45 μm	<1.2 μm	<1 μm, <150 μm
Density [g/cm^3]	7.86	5.24	2.26	1.83

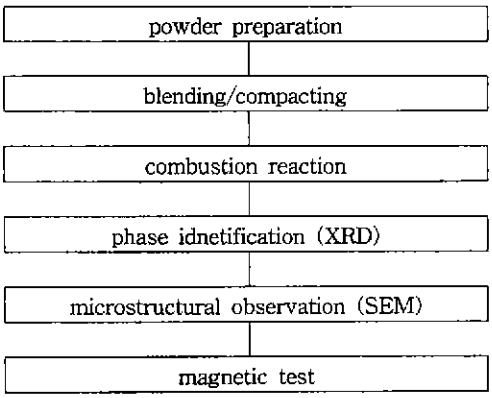

Fig. 1. Block diagram of the experimental process.

연소반응 후 반응이 완료된 시료의 상분석(phase identification)은 연소 합성된 생성물을 볼밀로 분쇄시킨 미분을 X-선 회절 분석기(MXP3A-HF2000)를 이용하여 수행하였다. 상분석은 Cu target의 K_α선을 이용하여 회절각(2θ)이 20~70° 범위에서 수행하였다. 생성물의 미세조직은 주사전자현미경 (Jeol 2400)을 이용하여 관찰하였다. 연소합성된 페라이트 분말의 자기적 특성은 자기특성 분석장치 (Toei VSH-5)를 사용하여 25 KOe의 자장을 착자하면서 직류 자화 특성 기록 장치를 이용하여 4πM-H의 자기 이력곡선을 얻고, 이로부터 잔류자속밀도(Br), 보자력(Hc), 포화자화(Ms), 잔류자화(Mr), 각형비(squareness ratio) 등을 결정하였다.

III. 결과 및 고찰

Fig. 2는 반응물과 생성물의 미세조직을 주사전자현미경으로 관찰한 결과이다. 반응물은 미세한 분말의 혼합체로 구성되어 있으나, 연소 반응 후에는 입자의 크기가 약간 증가하였으며 일부 소결된 구역이 관찰되었다. Fig. 3은 반응 전과 후의 X-선 회절 분석 결과이다. 연소 반응전에는 원료 분말인 Fe, NiO, ZnO, Fe_2O_3의 회절선이 관찰되지만, 연소반응 후에는 spinel 구조가 관찰되었다. 특히 반응전에 존재하던 α-Fe_2O_3의 회절선은 반응후에는 크게 감소하였다. Fig. 4는 산소압이 다른 조건에서 연소합성된 페라이트 자성분말의 α-Fe_2O_3와 spinel의 최대강도 합에 대한 spinel의 최대회절강도의 상대적인 회절 강도의 변화이다. 여기서

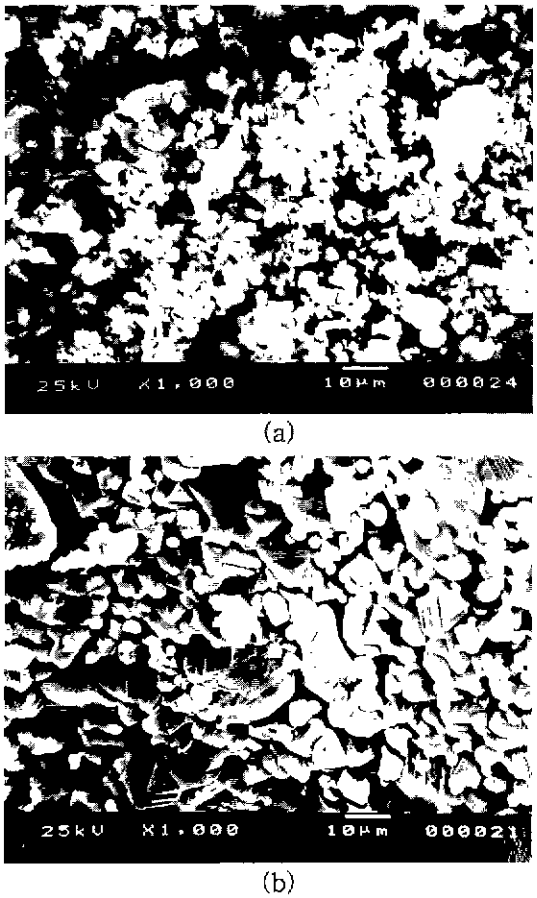

Fig. 2. Scanning electron micrographs of reactant (a) and product (b).

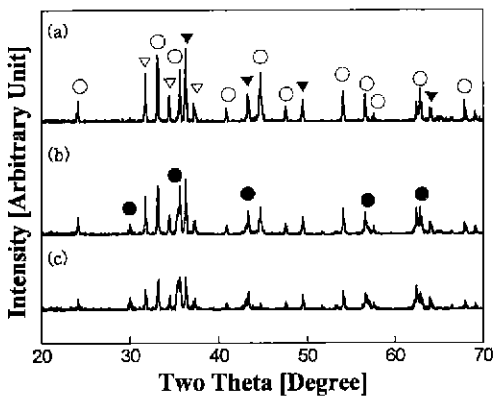

Fig. 3. x-ray diffraction spectra of combustion products formed at various oxygen pressures. (a) reactant mixture (b) 1 pressure of O_2 (c) 10 pressure of O_2 (● · spinel, ○ : Fe_2O_3, ▽ : ZnO, ▼ : NiO).

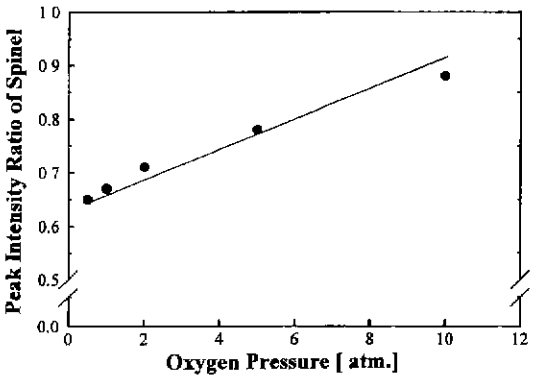

Fig. 4. Spinel peak intensity ratio of the ferrite powders prepared by combustion synthesis under various oxygen pressures.

보듯이 산소 분압이 0.5 기압에서 10 기압으로 증가하면 Fe_2O_3의 회절강도는 감소하고 상대적으로 spinel 회절선의 강도가 증가하였다.

산소압이 다른 조건에서 연소반응된 생성물의 안정상(stable phase)은 열역학적 자료(thermodynamic data)와 반응기구의 활성화에너지를 고려하여 예상할 수 있다. 열역학적으로 예상되는 상의 안정성을 고려하기 위하여 본 연구에서는 평형 산소분압과 혼합 분말에 대하여 연소반응 중에 예상되는 모든 상의 표준 자유에너지를 고려하였다. 페라이트의 연소합성반응에 의한 단열온도(adiabatic temperature)는 약 1670 °C으로 보고되어 있고, 본 연구에서의 증가된 산소압을 고려하여 편의상 2000 °C 이하에서 상 평형을 고려하였다. Table II와 III은 본 연구에서 사용한 2000 °C에서의 열역학적 자료와 상평형식이다[12]. 이를 사용하여 얻은 온도별 상의 안정성이 Fig. 5에 있다. Fig. 5에서와 같이 산소분압이 증가하면 $NiFe_2O_4$와 $ZnFe_2O_4$의 평형상 영역이 증가함을 알 수 있다. 반응속도론에 근거한 반응기구는 연소파의 전파거동을 고려하여 결정할 수 있다. 고온 연소 반응 중에 연소파의 전파 거동은 Strunia와

Table II. Triple points of Fe-Ni(Zn)-O system in phase stability diagram at 2000°C [12]

Phases Present	Log p (O_2)	Log a (Zn)	Log a (Ni)
	-6.1513	6.1510	-
	-1.3714	1.3710	-
$Fe/FeO/ZnFe_2O_4$	6.7585	-4.0488	-
$FeO/Fe_3O_4/ZnFe_2O_4$	-1.3714	-	-1.6912
	6.7585	-	-7.1111

Table III. Standard free energy of the chemical reactions at 2000°C [12]

	Reactions	ΔG [kcal/mol]
1	0.472 Fe_2NiO_4 → 0.445 $O_2(g)$ + 0.472 Ni(g) + $Fe_{0.945}O$	17225.7
2	0.474 Fe_2NiO_4 → 0.447 $O_2(g)$ + 0.474 Ni(g) + Fe0.947O	15112.0
3	0.500 Fe_2NiO_4 → 0.500 $O_2(g)$ + 0.500 Ni(g) + FeO	15928.4
4	1.000 Fe_2NiO_4 → 0.500 $O_2(g)$ + 1.000 Ni(g) + Fe_2O_3	38818.0
5	1.500 Fe_2NiO_4 → 1.000 $O_2(g)$ + 1.500 Ni(g) + Fe_3O_4	40652.6
6	1.002 $Fe_{0.945}O$ → 0.001 $O_2(g)$ + $Fe_{0.947}O$	–2150.1
7	1.058 $Fe_{0.945}O$ → 0.029 $O_2(g)$ + FeO	–2299.8
8	2.116 $Fe_{0.945}O$ + 0.442 $O_2(g)$ → Fe_2O_3	2362.4
9	3.175 $Fe_{0.945}O$ + 0.413 $O_2(g)$ → Fe_3O_4	–14032.0
10	1.056 $Fe_{0.947}O$ → 0.028 $O_2(g)$ + FeO	–29.3
11	2.112 $Fe_{0.947}O$ + 0.444 $O_2(g)$ → Fe_2O_3	6903.3
12	3.168 $Fe_{0.947}O$ + 0.416 $O_2(g)$ → Fe_3O_4	–7220.7
13	2.000 FeO + 0.500 $O_2(g)$ → Fe_2O_3	6962.0
14	3.000 FeO + 0.500 $O_2(g)$ → Fe_3O_4	–7132.7
15	1.500 Fe_2O_3 → 0.250 $O_2(g)$ + Fe_3O_4	–17575.7
16	2.116 $Fe_{0.945}O$ + 0.942 $O_2(g)$ + 1.000 Zn(g) → Fe_2ZnO_4	–4602.5
17	2.112 $Fe_{0.947}O$ + 0.944 $O_2(g)$ + 1.000 Zn(g) → Fe_2ZnO_4	–61.6
18	2.000 FeO + 1.000 $O_2(g)$ + 1.000 Zn(g) → Fe_2ZnO_4	–2.9
19	1.000 Fe_2O_3 + 0.500 $O_2(g)$ + 1.000 Zn(g) → Fe_2ZnO_4	–6964.9
20	0.667 Fe_3O_4 + 0.667 $O_2(g)$ + 1.000 Zn(g) → Fe_2ZnO_4	4752.2

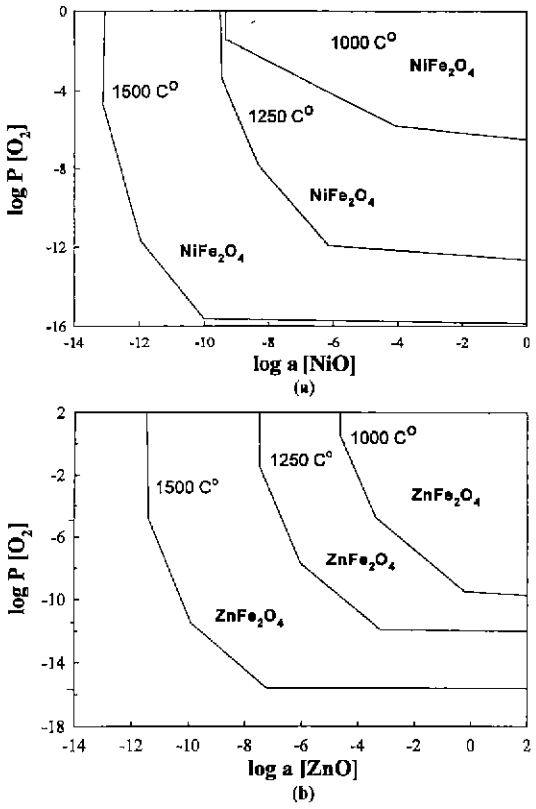

Fig. 5. Phase stability of $NiFe_2O_4$ (a) and $ZnFe_2O_4$ (b) with oxygen pressure.

Borovinskaya 등에 의해 이론적으로 전개되었다[10, 11]. 이 모델은 연소파의 전파에 따른 연소 반응 구간을 작은 구간으로 단순화시켜 다음과 같이 정상상태의 연소파 전파속도(v)를 다음과 같이 표시하였다.

$$v^2 = f(n)\,\frac{aC_pT^2}{QE}\,K\exp\left(-\frac{E}{RT}\right) \qquad (1)$$

여기서, f(n)은 반응 차수, a는 열확산 계수, K는 열전도도, E는 반응의 겉보기 활성화 에너지(apparent activation energy), Q는 반응열, C_p는 반응물의 열용량이다. 본 연구에서는 반응물의 입도, 압분도, 열용량, 열전도도 등이 같은 조건이었기 때문에 식 (2)와 같이 표시될 수 있으므로, 측정된 연소파 전파속도 (v)의 비를 이용하여 산소압에 따른 반응의 겉보기 활성화 에너지의 변화를 구할 수 있다.

$$E_2 - E_1 = 2RT\ln\left(\frac{v_1}{v_2}\right) \qquad (2)$$

Table IV는 Pt-Pt/Rh 열전대를 이용하여 측정한 평균 연소 온도와 전파 속도이다. 압분 압력이 8.0 MPa로 일정할 때 연소 온도는 산소분압이 0.5 기압에서 1.2기압으로 증가하면 645 °C에서 1163 °C로 상승하였으며 연소속도는 3.8 mm/sec에서 9.1 mm/sec으로 증가하였

Table IV. Average combustion temperature and combustion velocity with oxygen partial pressure and compacting pressure

ZnO size [μm]	O_2 pressure [atm.]	compacting pressure [MPa]	combustion temp. [°C]	velocity [mm/sec]
150	1.0	0	1250	9.8
150	0.5	8.0	645	3.8
150	0.8	8.0	958	6.3
150	1.0	8.0	1153	8.8
150	1.2	8.0	1163	9.1
1	1.0	8.0	1135	7.3
150	1.0	9.0	1148	8.2
150	1.0	11.0	1140	7.8
150	1.0	15.0	–	–

다. 압분 압력이 8.0 MPa에서 증가하면 연소속도는 감소하였으며 15.0 MPa이상에서는 연소파가 전파되지 않았다. ZnO 분말의 평균 입도가 150 μm에서 1 μm로 감소하면 연소온도와 연소속도는 각각 1153 °C, 8.8 mm/sec에서 1135 °C, 7.3 mm/sec로 감소하였다. Fig. 6은 식(2)와 Table IV를 이용하여 얻은 산소압에 따른 연소반응의 겉보기 활성화에너지 변화값이다. 겉보기 활성화에너지는 산소압이 증가하면 반응온도에 관계없이 감소하였다. 비록 겉보기 활성화에너지 값이 연소합성 반응기구를 명확히 규명하지 못한다 할 지라도 이는 산소가 연소반응에 중요한 역할을 하고 있으며 반응은 기상-고상 반응에 의하여 진행됨을 시사한다. 따라서, 압분 강도가 증가하면 연소반응이 억제되는 현상은 시료 압분체의 내부에 산소가 충분하지 못하여 연소 반응이 원활히 진행되지 않기 때문으로 사료된다. 또한 산소압과 ZnO 입도가 증가하면 상대적으로

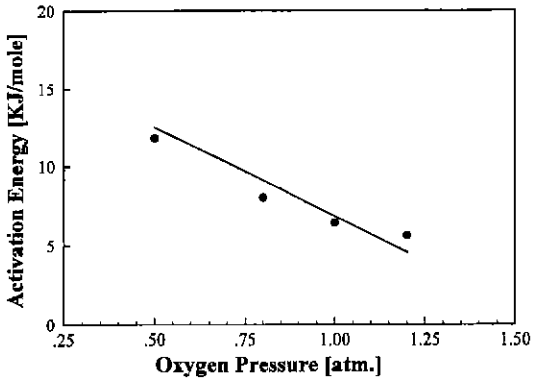

Fig. 6. Apparent activation energy change with oxygen pressure.

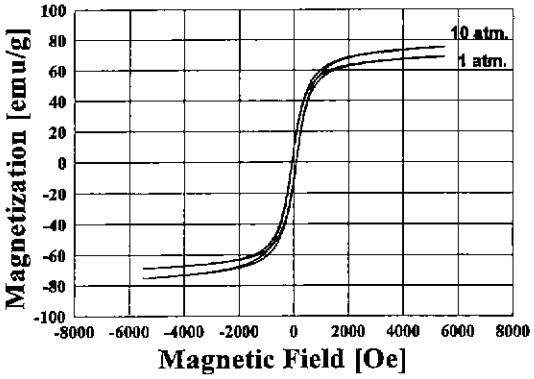

Fig. 7. Saturation magnetization versus applied field for ferrite powders prepared by combustion reaction under various oxygen pressures.

Fe의 페라이트 생성을 위한 산화반응의 활성화 에너지가 감소하고 열역학적 안정성이 증가하기 때문에 spinel이 쉽게 생성되며 결과적으로 잔류 Fe_2O_3가 감소하는 것으로 사료된다. 이와 같은 사실은 MnZn페라이트 합성에서 관찰한 결과와 잘 일치한다[9].

Fig. 7은 산소압이 1기압과 10기압에서 연소합성으로 제조된 NiZn 페라이트의 자성 특성이다. 자성곡선은 전형적인 연자성 특성을 보인다. 산소압이 1 기압일 때에는 보자력, 최대자화, 잔류자화 및 각형비가 각각 11.83 Oe, 68.87 emu/g, 1.23 emu/g, 0.0028 emu/gOe이었으나 10 기압의 산소압에서 생성된 페라이트 분말의 보자력, 최대자화, 잔류자화 및 각형비는 각각 7.99 Oe, 75.84 emu/g, 0.791 emu/g, 0.001937 emu/gOe로 변화하였으며 큐리 온도는 43.9 °C에서 53.8 °C로 증

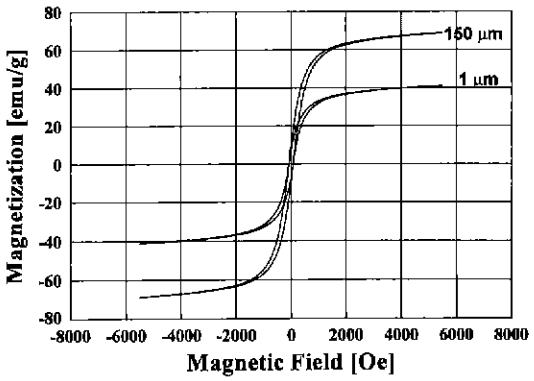

Fig. 8. Saturation magnetization versus applied field for ferrite powders prepared by combustion reaction under various ZnO size.

가하였다. Fig. 8은 ZnO 입도에 따른 연소합성으로 제조된 NiZn 페라이트의 자성적 특성이다. ZnO의 초기 평균입도가 1 μm 일 때에는 보자력, 최대자화, 잔류자화 및 각형비가 각각 13.24 Oe, 43.88 emu/g, 1.27 emu/g, 0.0034 emu/gOe이었으나 ZnO의 입도가 150 μm로 증가하면 11.83 Oe, 68.87 emu/g, 1.23 emu/g, 0.0028 emu/gOe로 변화하였으며 큐리 온도는 37.8 °C에서 43.9 °C로 증가하였다. 이상으로부터, 연소합성 중의 산소압이 증가하거나 ZnO의 초기 입도가 증가하면 연자성 특성이 증가함을 알 수 있다.

IV. 결 론

Fe, NiO, ZnO, Fe_2O_3 혼합체를 산소압과 ZnO 분말의 입도를 달리하고 고온연소합성하여 다음과 같은 결과를 얻었다.

1. 연소합성된 생성물의 미세조직은 결정립도가 증가하였으며 소결된 구역이 관찰되었다. 연소합성된 생성물에서(Zn, Ni)Fe_2O_4상이 존재하였으며 연소합성 중의 산소압이 증가하면 spinel의 상대적인 회절강도가 증가하였다.

2. 8.0 MPa의 압분압력에서 연소온도와 연소속도는 산소분압이 0.5 기압에서 1.0 기압으로 증가하면 645 °C, 3.8 mm/sec에서 1163 °C, 9.1 mm/sec으로 증가하였다. 압분압력이 8.0 MPa 이상으로 증가하면 연소속도는 감소하였으며 15.0 MPa이상에서는 연소파가 전파되지 않았다. 초기 ZnO 입도가 1 μm에서 150 μm로 증가하면 연소온도와 연소속도는 각각 1135 °C, 7.3 mm/sec에서 1153 °C와 8.8 mm/sec으로 변화하였다.

3. 산소압에 따른 열역학적 안정성과 겉보기 활성화 에너지 변화를 고려할 때 압분압력과 ZnO 입도에 따른 연소온도와 연소속도의 변화는 산소압과 밀접한 관계가 있었다.

4. 연소반응 중의 산소압이 1 기압에서 10 기압으로 증가하면 생성물의 보자력, 최대자화, 잔류자화 및 각형비는 각각 13.24 Oe, 68.87 emu/g, 1.23 emu/g, 0.0028 emu/gOe에서 7.99 Oe, 75.84 emu/g, 0.791 emu/g, 0.001937 emu/gOe로 변화하였으며, 큐리 온도는 43.9 °C에서 53.8 °C로 증가하였다.

5. ZnO의 초기 평균입도가 1 μm에서 150 μm로 증가하면 보자력, 최대자화, 잔류자화, 각형비 및 큐리 온도가 각각 13.24 Oe, 43.88 emu/g, 1.27 emu/g, 0.0034 emu/gOe, 37.8 °C에서 11.83 Oe, 68.87 emu/g, 1.23 emu/g, 0.0028 emu/gOe, 53.8 °C로 변화하였다.

감사의 글

본 연구는 1997년도 한국학술진흥재단 대학부설연구소 과제 연구비에 의하여 연구되어 이에 감사드립니다

참 고 문 헌

[1] A. M. Abden, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, **185**, 199(1998).
[2] A. Dias and V T. L. Buono, Journal of Materials Research, **12**(12), 3278(1997).
[3] D. G. Inorganic Synthesis, **9**, 152(1967).
[4] T. T. Srinivasan and P. Ravindranathan, Journal of Applied Physics, **63**, 3789(1988).
[5] F. J. Schnettler and D. W. Johnson, Syntehsized Microstructure in Ferrite, Tokyo Press, Japan (1971), pp. 121-124.
[6] P. B. Avakyan, E. L. Nersizyan, M. D. Nersesy, V. G. Andree and A. M. Saldaguei, International Journal of SHS, **5**(3), 241(1996).
[7] A. G. Merzhanov, Vestn. Akad. Nauk SSSR, **10**, 76(1976).
[8] Y. Choi and N. I. Cho, Journal of Materials Science Letters, accepted in July, 1998.
[9] 한유동, 연쇄고온합성기구개발, 한국기계연구원, (1995), pp. 13-73.
[10] A. G. Strunina and T. M. Martemyanova, Combustion Expl. Shock Waves (English Transactions), **10**, 2(1974).
[11] C. A. Borisova, Klim. Flz.(English Translation), **5**(6), 822 (1986).
[12] M. W. Chase et al., JANAF Thermodynamic Tables 3rd ed., (1986)

한국자기학회지 Volume 9, Number 2, 1999

Effect of Zinc Oxide Size and Oxygen Pressure on the Magnetic Properties of (Ni, Zn) Ferrite Powders Prepared by Self-propagating High Temperature Synthesis

Yong Choi, Nam Ihn Cho* and Y. D. Hahn**

**Department of Metallurgical and Materials Engineering, Department of Electrical Engineering, Sunmoon University, # 100 Kalsan-Ri, Tangjeoung-Myun, Asan, Chung Nam, 336-840 Korea*

***Korea Institute of Metal and Machinery, Changwon, Kyung Nam, (641-110) Korea*

(Received 25 January 1999, in final form 10 March 1999)

$(Ni,Zn)Fe_2O_4$ powders were prepared through self-propagating high temperature synthesis reaction and the effects of initial zinc oxide powder size and oxygen pressure on the magnetic properties of the final combustion products were studied. The ferrite powders were combustion synthesized with iron, iron oxide, nickel oxide, and zinc oxide powders under various oxygen pressures of 0.5~10 atmosphere after blended in n-hexane solution for 5 minutes with a spex mill, followed by dried at 120 °C in vacuum for 24 hours. The maximum combustion temperature and propagating rate were about 1250 °C and 9.8 mm/sec under the tap density, which were decreased with decreasing ZnO size and oxygen pressure. The final product had porous microstructure with spinel peaks in X-ray spectra. As the ZnO particle size in the reactant powders and oxygen pressure during the combustion reaction increase, coercive force, maximum magnetization, residual magnetization, squareness ratio were changed from 13 24 Oe, 43.88 emu/g, 1.27 emu/g, 0.0034 emu/gOe, 37.8 °C to 11.83 Oe, 68.87 emu/g, 1.23 emu/g, 0.00280 emu/gOe, 43.9 °C and 7.99 Oe, 75.84 emu/g, 0.791 emu/g, 0.001937 emu/gOe, 53.8 °C, respectively. Considering the apparent activation energy changes with oxygen pressure, the combustion reaction significantly depended on initial oxygen pressure and ZnO particle size.