

Ni_{0.5}Cu_{0.1}Zn_{0.4}Fe₂O₄ Ferrite-Rubber Composite의 전파흡수특성에 미치는 열처리 온도의 영향 및 Carbon 첨가효과

윤국태 · 이찬규

창원대학교 금속재료공학과, 경남 창원시 사림동 9, 641-773

박언준

(주)세라그린, 경남 밀양시 하남읍 양동리 179-4, 627-890

(2000년 10월 27일 받음, 2000년 12월 5일 최종수정본 받음)

Ni_{0.5}Cu_{0.1}Zn_{0.4}Fe₂O₄의 열처리 온도에 따른 결정구조와 형상, 입도 및 자기적 성질을 비교 분석하여 복합 ferrite 전파 흡수체의 분말이 가지는 특성에 의한 전파흡수특성과 carbon 첨가에 의한 자성손실과 도전손실의 복합손실의 제어 가능성을 고찰하였다. 1300 °C에서 열처리를 한 경우 입자크기가 커지고 보자력이 감소하였다. Network analyzer을 이용하여 복소투자율과 반사손실을 측정한 결과 1100 °C에서 열처리한 분말로 제작한 composite보다 1300 °C에서 열처리한 분말로 제작한 경우 저주파대역에서 자연공명현상이 일어나고 정합주파수가 낮아졌다. 또한 비교적 큰 자기손실(μ_r/μ_i)과 함께 유전손실(ϵ_r/ϵ_i)을 나타내었으며 전파흡수특성도 향상되었다. Carbon을 첨가한 경우 2개의 정합주파수가 나타남으로 자성손실과 도전손실이 복합적으로 나타남을 확인할 수 있었다.

I. 서 론

Ferrite는 마그네틱 코어, 인더터 및 트랜스포머 등의 제품의 핵심소재로 널리 사용되고 있다. 이러한 소재에 대한 연구는 높은 투자율과 낮은 손실을 갖는 연질 ferrite의 개발이 주종을 이루어왔다. 그러나 최근 전자 · 정보통신의 기술발달로 기능이 디지털화, 고속화되어 이미 전자기기의 이용확대와 다양화를 가져옴에 따라 필연적으로 EMC(electro-magnetic compatibility : 전자기 적합성, 전자환경 대응성 또는 전자환경 양립성) 및 EMI(electro-magnetic interference: 전자파장해) 문제가 발생하였다. 이러한 전자환경의 변화는 통신장애를 일으켜 중요 정보유실을 초래하게 되고, 산업로봇제어 등에서와 같이 낮은 소모전력에서 고속으로 동작하는 디지털 장치에 오동작을 일으켜 산업재해를 초래하며, 인체에 해를 미치거나 이외에도 건조물의 전파장해(ghost), 교량 및 철교 등에 의한 선박 레이더의 혀상 등 많은 문제를 발생시킨다. 따라서 이러한 EMI 대책에 적용할 수 있는 전자기적 손실재료 개발의 필요성이 대두되어 높은 손실을 갖는 ferrite가 주목을 받고 있다[1].

전파를 사용할 때 신뢰성을 높이기 위하여 불필요한 전파의 반사방지 등 전파공해 방지대책으로 송 · 수신방법의 개선 등이 검토되고 있지만 근본적 대책으로는 EMI를

방지하기 위해서 전자파 흡수(electromagnetic absorption)나 차폐(shielding)가 필요하다[2]. 여기서 전파흡수란 전파에너지가 열에너지 등의 다른 에너지로 변환되는 현상이며, 전자파 차폐는 전파가 소멸되는 것이 아니라 단지 기두는 형태로, 좁은 의미로서는 소기의 목적을 달성할 수 있으나, 넓은 의미에서는 차폐공간내의 전자기적 에너지의 증대에 의한 악영향도 있을 수 있다. 그러나 전자파 흡수는 반사 자체를 없애주는 것이므로 가장 능률적이다[3].

이에 따라 연구, 개발되고 있는 전파흡수재료는 carbon을 사용한 도전손실형, 강유전체의 유전손실을 이용한 유전손실형, 자성손실재인 ferrite를 사용한 공진형 등으로 나눌 수 있다. 특히 이중에서 ferrite의 자기공명손실을 이용한 전자파흡수체가 많이 개발되고 있다[4-6]. Ferrite는 일반적으로 소결형과 ferrite분말을 지지재와 혼합하여 제조한 복합형이 있는데, 소결형은 VHF(90~220 MHz), UHF(470~770 MHz)대역의 비교적 낮은 주파수 영역에서 우수한 전파흡수특성을 가지는 반면 복합형은 소결형에 비하여 사용주파수가 GHz영역의 고주파대역에서 응용되고 있다[7]. 특히 복합형은 제조가 간단하고 특성이 우수하여 다양하게 연구되고 있다.

Ferrite는 조성에 의해 특성이 변화하지만 동일 조성에서도 미세조직이 복소투자율(complex permeability)과 복소유전율(complex permittivity)에 영향을 미치며 정합주

파수, 정합두께 및 대역폭 등으로 평가되는 전파흡수체의 성능을 나타내기 위해 이들의 허수부를 크게 하여야 한다. NiZn ferrite에 Cu^{2+} 를 치환하는 경우 자기특성을 손상시키지 않고 저온 소결을 가능케 함으로써 유력한 재료기술의 하나로서 이용된다[8]. 따라서 본 연구에서는 열처리 온도를 달리하여 미세조직이 변화된 NiCuZn ferrite 분말을 제조한 후 rubber와 복합화하여 복소유전율, 복소유전율의 주파수 분산특성을 고찰하고 ferrite 분말의 보자력측정과 미세조직의 관찰에 의해 전파흡수특성과의 상관관계를 검토하고자 하였다. 또한 동일 조건의 ferrite-rubber composite에 carbon을 첨가함으로써 composite의 자성손실에 도전손실을 복합화하고 이의 제어 가능성을 고찰하였다.

II. 실험방법

본 실험에서는 출발원료로 시약급인 Fe_2O_3 , NiO , ZnO , 및 CuO 분말을 사용하여 $\text{Ni}_{0.5}\text{Cu}_{0.1}\text{Zn}_{0.4}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 의 조성을 갖도록 평량하여 시편을 제작하였다. 그리고 composite를 제작하기 위한 rubber는 일반적으로 사용하는 silicone rubber를 사용하였다. 각 원료는 평량한 후 10시간 동안 불필링하고 전기 오븐을 이용하여 100 °C에서 24시간 동안 충분히 건조하였다. 복합형 등방성 ferrite를 제조하기 위해 가장 보편화된 제조방법인 전식법을 사용하였는데, 건조된 분말을 박스형 전기로를 사용하여 1100 °C, 1300 °C에서 2시간 동안 각각 열처리하여 $\text{Ni}_{0.5}\text{Cu}_{0.1}\text{Zn}_{0.4}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 를 합성하였다. 열처리 후 약간의 응집된 덩어리는 유발에서 약하게 분쇄하였다. Composite로 제작하기 위한 열처리된 ferrite 분말의 합량은 내경 3.05 mm, 외경 6.95 mm, 두께 4 mm 규격에 따라 NiZn ferrite의 이론밀도를 곱하여 소결체에 대한 무게를 구한 후, 이것에 대한 57 wt.%로 하였다. 그리고 silicone rubber:ferrite = 1:4의 중량비로 혼합한 후, 200 kg/cm²의 압력을 가하여 동축형 composite 시편을 제작하였다. 그리고 carbon 분말은 rubber의 50 wt.%를 사용하였다.

합성된 ferrite 분말 입자형태 및 크기 등 미세조직을 Hitachi사의 SEM(Scanning Electron Microscopy)으로 관찰하였다. 결정구조해석을 위해 Philips사의 XRD(X-Ray Diffractometry)를 이용하여 분석을 하였으며, 자기적 특성을 평가하기 위하여 VSM(Vibrating Sample Magnetometer) 분석을 행하였다. 그리고 rubber와 혼합하여 제작한 ferrite-rubber composite의 전자기적 특성 및 전파흡

수특성을 network analyzer(Wiltron VNA 360B)을 이용하여 반사손실(reflection loss), 복소유전율(ϵ'_r , ϵ''_r), 복소투자율(μ'_r , μ''_r)을 측정하였다. 그리고 1300 °C에서 열처리한 분말로 제작한 composite의 경우는 측정된 반사손실에 의해 재료정수를 반사법(one-port method)을 사용하여 계산하였다. 기존의 off-set hold에 의한 틈으로 발생한 오차를 없애기 위해 flash holder를 sample holder로 사용하고 network analyzer의 port와 sample holder 사이에 틈이 없이 밀착시키면, reference plane에서의 반사계수 $S_{11}(l)$ 은 전체의 반사계수 $S_{11}'(l)$ 과 같게 된다. 그러므로 short sample의 측정치로 전체 반사계수를 측정할 필요 없이 sample 길이가 l 일 때와 $2l$ 일 때의 임피던스만 계산하면 된다. 이를 이용하여 1300 °C에서 열처리한 분말로 제작한 composite의 복소유전율과 복소투자율을 구하였다.

III. 결과 및 고찰

합성된 ferrite 분말의 특성을 평가하기 위해 XRD, SEM 및 VSM 분석을 행하였다. Fig. 1은 1100 °C, 1300 °C에서 각각 2시간 동안 열처리한 $\text{Ni}_{0.5}\text{Cu}_{0.1}\text{Zn}_{0.4}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 의 XRD 분석결과이다. 산화물을 이용한 NiZn ferrite의 경우의 spinel화는 900 °C 이상에서 진행한다. Ni-Zn에 Cu를 치환하면 $\text{CuO}-\text{Fe}_2\text{O}_3$ 2성분간의 약 1075 °C 공융점 이상의 열처리 온도에서 분말내 액상이 일부 형성되어 물질이 동이 용이해져 spinel화를 촉진시키고 분말의 close pore 가 NiZn ferrite보다 감소할 것으로 생각된다. 따라서 본 실험에서는 1100 °C에서 열처리함으로써 완전하게 spinel 구조를 가지는 시료를 제조하고자 하였는데, 분석 결과 모든 상이 완전한 spinel 구조를 형성한 것을 알 수 있다.

일반적으로 하소온도가 증가함에 따라서 하소시 생성되

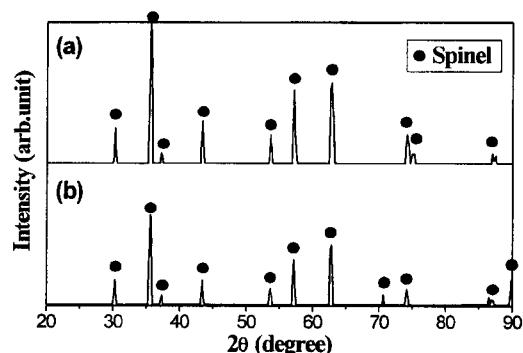


Fig. 1. X-ray diffraction patterns of $\text{Ni}_{0.5}\text{Cu}_{0.1}\text{Zn}_{0.4}\text{Fe}_2\text{O}_4$ powders heat-treated at (a) 1300 °C and (b) 1100 °C for 2 hours.

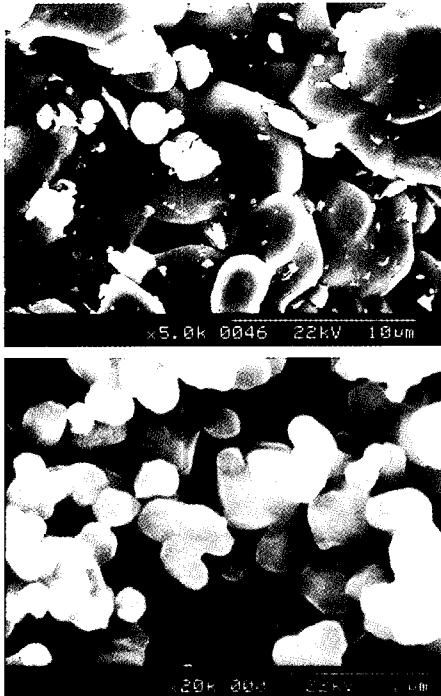


Fig. 2. Scanning electron micrographs of $\text{Ni}_{0.5}\text{Cu}_{0.1}\text{Zn}_{0.4}\text{Fe}_2\text{O}_4$ powders heat-treated at (a) $1300\text{ }^\circ\text{C}$ and (b) $1100\text{ }^\circ\text{C}$ for 2 hours.

는 반응상의 1차 입자간에 소결현상이 일어나게 되고 2차(응집) 입자내의 미세구조도 하소온도에 따라서 변하게 된다. 하소온도 증가에 따라서 개개의 2차 입자는 치밀화가 촉진되어서 기공이 없는 단결정에 가까운 치밀도를 가지게 되고 최종적으로 2차 입자간에는 소결과정에서와 같이 neck 형상을 가지게 된다. Fig. 2는 $1100\text{ }^\circ\text{C}$, $1300\text{ }^\circ\text{C}$ 에서 2시간 동안 열처리한 분말의 SEM 분석결과이다. $1100\text{ }^\circ\text{C}$ 의 경우 $0.5\sim1.5\text{ }\mu\text{m}$ 의 평균입경을 나타내며 $1300\text{ }^\circ\text{C}$ 의 경우는 $3\sim10\text{ }\mu\text{m}$ 의 평균입경으로 크게 입자성장하였으며, 각 온도에서 모두 neck 형상을 관찰할 수 있으므로 소결현상이 일어났음을 확인할 수 있었다. Ferrite의 분말의 크기에 따라 복합재 전파흡수체의 흡수능에 영향을 미친다는 보고가 있으며[9, 10], 일반적으로 GHz대의 전파흡수체로 사용 가능한 ferrite 분말의 입자크기는 $1\sim5\text{ }\mu\text{m}$ 이내로 알려져 있는데[11], $1100\text{ }^\circ\text{C}$ 열처리 분말의 경우 이 조건을 만족하고 있으며, $1300\text{ }^\circ\text{C}$ 에서는 $10\text{ }\mu\text{m}$ 까지 입자가 성장하는 미세조직변화를 가져왔다. 입자모양은 일반적으로 구형을 하고 있으며 이는 spinel 결정의 외형적인 특징이라 볼 수 있다. Ferrite 입자크기 제어에 의해 공명주파수를 변화시키는 것이 가능함으로 입자크기에 의한 복합 ferrite 전파흡수체의 정합주파수를 변화시킬 수 있다. 입자크기가 작

을수록 정합주파수가 높은 주파수로 이동하는데 이는 입자가 작을수록 높은 주파수에서 공명이 일어나기 때문이다[9]. 따라서, SEM 분석결과 $1300\text{ }^\circ\text{C}$ 에서 열처리를 한 분말의 경우 입자크기가 $1100\text{ }^\circ\text{C}$ 보다 크므로 복소투자율의 주파수분산은 커지고, 낮은 주파수에서 공명이 일어나며 이에 정합주파수도 비교적 저주파대역에서 나타남을 예상할 수 있었으며, 복소투자율의 주파수 분산 및 반사손실을 측정한 결과 잘 일치하였다.

각 온도에서 합성된 분말의 자기적 성질의 변화를 관찰하기 위해 VSM 분석을 한 결과 $1100\text{ }^\circ\text{C}$ 열처리 분말의 경우 H_c (coercive force, 보자력)이 10.6 Oe , $1300\text{ }^\circ\text{C}$ 에서 합성된 분말의 경우는 7.7 Oe 로 다소 보자력이 감소하였다. $1100\text{ }^\circ\text{C}$ 열처리 분말의 SEM 분석결과 $0.5\text{ }\mu\text{m}\sim1.5\text{ }\mu\text{m}$ 의 입자크기이며 1개의 입자에 자구가 1개 있는 single-domain 입자형태일 가능성성이 있고, $1300\text{ }^\circ\text{C}$ 로 열처리 온도가 높아짐에 따라 입자의 크기가 $10\text{ }\mu\text{m}$ 까지 성장하여 자벽이 형성되어 multi-domain를 형성한 것으로 판단된다. 단자구 입자에서 자화의 회전은 존재하는 이방성에 의한 힘, 즉 결정 · 모양 · 응력이방성 등의 저항 때문에 어려워 지며, 단자구로 되는 임계직경에서 보자력은 최대가 되고, 일반적으로 단자구의 영역에서 보자력은 입자크기에 반비례한다[12]. 따라서 $1300\text{ }^\circ\text{C}$ 에서 보자력이 감소한 것으로 생각된다. 또한 입자 치밀화에 의해 pore, 내부응력 등 격자결함이 감소하면 보자력이 감소된다.

자기공명이론에 의하면 자연공명주파수(f_r)은 이방성자계(H_a)에 비례하며, 다음과 같이 나타낼 수 있다[13].

$$f_r = \frac{v}{2\pi} H_a \dots \quad (1)$$

여기서 v 는 자이로 자기정수(gyromagnetic constant)이다. 보자력은 일반적으로 이방성자계에 비례하도록 보자력이 증가하면 자연공명주파수가 커진다. 본 실험에서는 각 합성온도에 따라 보자력이 10.6 Oe , 7.7 Oe 로 차이가 비교적 적었으나 $1100\text{ }^\circ\text{C}$ 에서 합성된 분말의 경우가 보자력이 크므로 식 (1)에 의해 더 높은 공명 주파수를 가짐을 예상할 수 있다. 복소투자율의 주파수 의존성을 측정한 결과, Fig. 4에서 자연공명 주파수는 $1100\text{ }^\circ\text{C}$ 에서 약 4 GHz , $1300\text{ }^\circ\text{C}$ 에서 열처리한 분말로 제작한 composite는 약 1 GHz 로 판단되며, 식 (1)에 의한 예상과 일치하고 있다.

Figs 3, 4는 제조된 $\text{Ni}_{0.5}\text{Cu}_{0.1}\text{Zn}_{0.4}\text{Fe}_2\text{O}_4$ -rubber composite의 전자기적 특성을 파악하기 위하여 복소유전율(ϵ' , ϵ'')과 복소투자율(μ_r' , μ_r'')의 재료정수를 $1100\text{ }^\circ\text{C}$ 합성분말의 composite는 network analyzer에서 직접 측정을 하고,

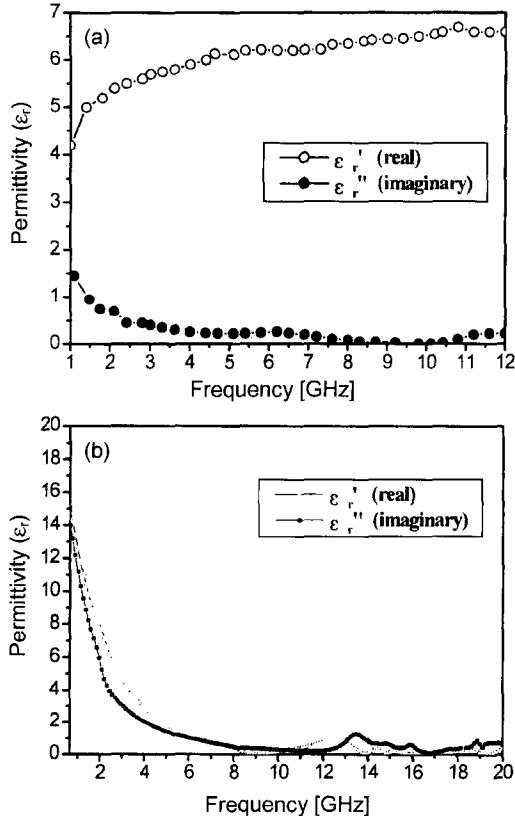


Fig. 3. Relative permittivity versus frequency spectrum plot of the ferrite-rubber composite. Ferrite powders were heat-treated at (a) 1100 °C and (b) 1300 °C.

1300 °C의 경우는 network analyzer에 의해 측정된 반사 손실을 이용하여 one-port method에 의해 계산한 결과이다. Figs 3(a), (b)는 복소유전율의 주파수 의존성을 나타낸 것으로, Fig. 3(a)에서 유전율 실수항 ϵ_r' 값의 측정 결과 주파수 변화에 따라 4.2~6.5의 값으로 주파수에 따라 증가하는 경향을 보인다. 손실을 나타내는 허수항 ϵ_r'' 은 주파수 증가에 대하여 지수적으로 감소하여 측정주파수인 1~12 GHz내에서 대부분 1이하의 값을 나타내었다. 이에 의해 전체 측정 주파수 대역에서 ϵ_r' 가 ϵ_r'' 보다 크기 때문에 유전손실(ϵ_r''/ϵ_r')은 매우 작아진다. 따라서 1100 °C에서 열처리한 분말로 제작한 composite에서 유전손실은 거의 전파흡수에 기여하지 못하고 투자율의 허수부와 실수부로 나타내어지는 자기손실($\tan\delta = \mu_r''/\mu_r'$)에 의한 순수 자성손실에 의해 전파흡수가 이루어짐을 알 수 있다. Fig. 3(b)의 1300 °C에서 합성된 분말로 제조한 composite의 경우 실수항은 주파수 증가에 대하여 지수적으로 감소하고, 10~14 GHz에서 미약한 bounding을 보였다. 그리고

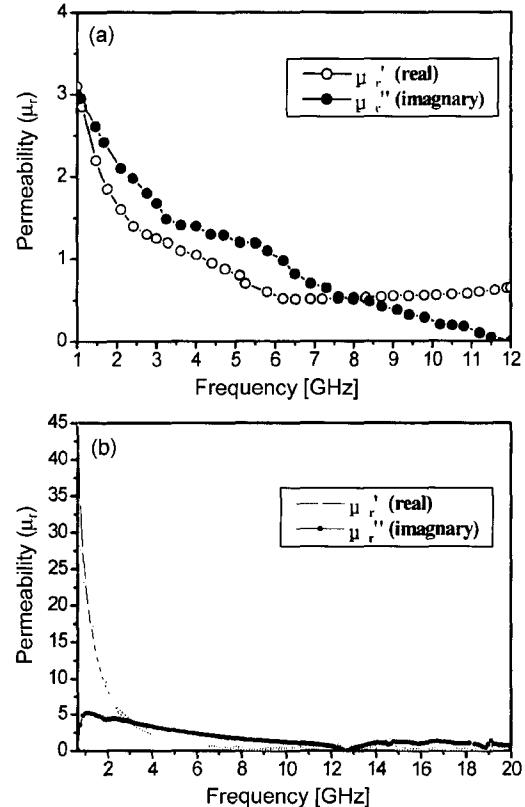


Fig. 4. Relative permeability versus frequency spectrum plot of the ferrite-rubber composite. Ferrite powders were heat-treated at (a) 1100 °C and (b) 1300 °C.

유전손실을 나타내는 ϵ_r'' 도 지수적으로 감소하여 12~17 GHz 범위에서 미약한 bounding을 보였다. 두 온도에서 제조된 각각의 composite의 유전율을 비교하여 보면 1300 °C에서 열처리된 경우 유전손실의 영향이 비교적 클 것으로 생각된다. 만약 주파수 변화에 분극 기구가 변하지 않으면, 유전 상수는 주파수에 무관하게 된다. 이와 달리 Fig. 3(b)와 같이 유전특성이 급격히 감소하는 것은 분극의 3가지 유형인 전자, 이온, 배향의 분극 중 어느 한가지 분극 기구가 높은 주파수 때문에 발생하지 않기 때문에 유판된다. Figs 4(a), (b)는 각 열처리온도에 따른 Ni_{0.5}Cu_{0.1}Zn_{0.4}Fe₂O₄-rubber composite의 복소투자율의 주파수 의존성을 나타낸 것이다. Fig. 4(a)에서 투자율의 실수항을 나타내는 μ_r' 은 4 GHz이하에서 3.1~1.1의 값을 가지며, 4 GHz이상에서 의미를 가지지 않는 1이하의 값을 나타냄을 알 수 있다. Ferrite 전파흡수체는 자성손실을 이용한 것으로서 자성손실은 공명현상에 의하여 주로 발생하는데 공명현상 이후 투자율의 실수항과 허수항이 모두

감소한다[14]. 본 실험에서 μ_r' 과 μ_r'' 은 주파수 증가에 대하여 지수적으로 감소하는 현상으로 보아 1~12 GHz는 복합 ferrite 전파흡수체의 공명주파수 이후 영역으로 판단되며, 자연공명주파수보다 높은 주파수에서는 $\mu_r' \approx 1$ 이 되므로 약 4 GHz에서 자연공명현상이 일어난 것으로 판단된다. 자기적 손실을 나타내는 투자율 허수항 μ_r'' 은 6 GHz 이하에서 1~3의 값을, 그 이상에서 1 이하의 값을 가진다. Fig. 4(b)는 1300 °C에서 합성한 분말로 제작한 복합 전파흡수체의 복소투자율의 주파수의존성 거동으로 μ_r' 은 주파수에 대하여 전형적인 지수적 감쇠특성을 보이며 10~15 GHz 범위에서 미약한 bounding을 보인다. 자기적 손실 μ_r'' 은 저주파 대역(약 1 GHz)에서 자연공명으로 판단되는 1차 bounding이 존재하는 것을 알 수 있다. 12.7~20 GHz에서 2차 bounding이 보인다. 투자율 주파수 분산 특성에서 관찰한 자기공명 이후 반사손실은 증대하게 되며, Fig. 5의 반사손실 graph를 보면 자연공명 이후 반사손실이 커지는 것을 알 수 있다. 이상의 결과는 열처리 온도로 μ_r'' 의 조절과 함께 전파흡수특성의 제어 가능성을 보여준다.

제조된 $\text{Ni}_{0.5}\text{Cu}_{0.1}\text{Zn}_{0.4}\text{Fe}_2\text{O}_4$ -rubber composite를 4 mm 두께로 제조한 시료의 주파수에 따른 반사손실(reflection loss/[dB])을 측정한 결과를 Fig. 5에 나타내었다. 1100 °C에서 합성한 분말의 복합전파흡수체의 경우 2개의 정합주파수가 보이고 8.9~10 GHz 대역에서 실용 가능한 20 dB 이상의 반사손실을 가지며, 9.4 GHz에서 약 35 dB의 최대 반사손실을 가진다. 흡수손실은 공명주파수 이상에서 커진다. 각 온도에서 합성된 분말의 보자력 관계에서 보았던 1100 °C의 공명주파수 f_r 이 비교적 크므로 최대손실이 나타나는 주파수도 1300 °C에서 합성한 분말의 composite로

다 높은 주파수에서 나타남을 예상할 수 있다. 1300 °C에서 열처리한 경우 1개의 정합주파수만이 나타나며 8.4 GHz 대역에서 약 37 dB을 가졌다. 1300 °C에서 합성한 분말로 제작된 composite의 경우 1100 °C보다 실용 가능한 주파수대역이 증가하고, 반사손실도 향상되었다. 보자력을 측정한 결과 1100 °C에서 합성된 분말로 제작된 composite의 보자력이 크므로 반사손실이 클 것으로 예상된다. 그러나 반사손실 측정결과를 보면 1300 °C에서 합성한 분말의 composite의 경우가 다소 특성이 향상되었다. 복소유전율의 증가는 비저항의 감소를 가져오고, 이에 와전류 손실이 증가하게 된다[15]. 그리고, ferrite 재료의 자기손실은 (외부자장에 의한)이력손실, 와전류손실, (공명현상에 의한)잔류손실로 나타나며[16], 여기서 주파수에 비례하여 와전류손실은 증가하고, 잔류손실은 공명주파수 이하에서는 거의 주파수에 무관하게 일정한 값을 갖다가 공명주파수 이상에서 급격히 증가하여 손실에 가장 크게 기여한다[17]. 따라서 와전류 현상에 의한 손실이 전체 손실에 미치는 영향은 주파수가 증가할수록 감소하고 잔류손실의 영향이 크게 된다. 즉, 주된 손실 변수는 복소투자율 허수항이며 유전손실과 이에 의한 와전류손실이 복합적으로 나타남을 알 수 있다. 본 실험에서는 소결형과는 달리 복합형 ferrite이므로 와전류 손실의 영향은 미약할 것으로 판단되며, 1300 °C에서 열처리된 분말로 제작한 composite에서 손실항 μ_r'' 가 크며 유전손실도 1100 °C보다 크다. 이와 같이 손실은 여러 변수에 의해 복합적으로 이루어지며, 상기와 같은 이유로 1300 °C에서 합성한 분말로 제작한 composite의 반사손실이 커지는 것으로 생각된다.

동일한 조건에서 carbon에 의한 도전손실을 자성손실과

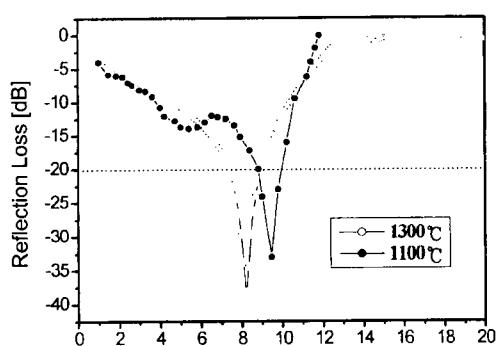


Fig. 5. The microwave absorbing characteristics of the ferrite-rubber composite absorbers (4 mm thickness).

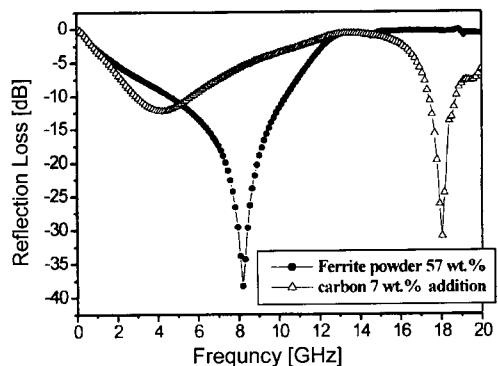


Fig. 6. The microwave absorbing characteristics of the ferrite-rubber-carbon composite absorbers (4 mm thickness). Ferrite powders were heat-treated at 1300 °C.

복합화하여 전파흡수특성의 변화를 고찰하여 제어가능성을 검토하기 위해 1300 °C에서 열처리한 분말 ferrite 함량을 57 wt.%, Carbon 함량을 7 wt.% 첨가한 ferrite-rubber-carbon composite에 대한 반사손실을 측정하여 Fig. 6에 나타내었다. carbon을 첨가하지 않은 ferrite-rubber composite의 정합주파수와는 달리 자성손실로 생각되는 8.4 GHz 주파수대역이 약 4 GHz의 저주파측으로 크게 이동하고 반사감쇠량이 감소하였다. 그리고 약 18 GHz의 고주파대에서 정합주파수가 형성되어 2개의 정합주파수가 뚜렷하게 형성되었다. 높은 정합주파수 측의 손실은 도전손실에 의해 나타난 현상으로 생각되는데 낮은 정합주파수에서의 반사감쇠량은 약 12 dB 정도이며, 높은 정합주파수측은 약 31 dB로 높은 정합주파수측의 반사감쇠량이 상대적으로 큼을 알 수 있다. 이로써 carbon의 첨가에 의해 자성손실과 도전손실의 복합손실의 제어가능성을 확인하였다.

IV. 결 론

Ni_{0.5}Cu_{0.1}Zn_{0.4}Fe₂O₄를 1100 °C와 1300 °C에서 각각 합성하여 미세조직 및 결정구조, 자기적 특성을 분석하고 ferrite-rubber composite를 제작하여 전파흡수특성을 분석, 비교하였다. 이로써 열처리 온도의 영향을 검토하였으며, 1300 °C에서 합성한 ferrite에 carbon을 첨가하여 복합손실의 제어가능성을 확인한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1100 °C, 1300 °C에서 전식법으로 각각 2시간 열처리를 하여 제조한 ferrite는 모두 완전한 spinel구조를 이루었으며, 구형에 가까운 형태로 1100 °C의 경우 0.5~1.5 μm, 1300 °C에서 열처리한 분말은 3~10 μm의 평균 입경을 나타내었다. 이로써 동일 치환원소, 조성에서 분말입자의 크기가 크면 정합주파수가 낮은 주파수대로 이동함을 확인하였다. 그리고 VSM 분석결과 보자력이 1100 °C 열처리 분말의 경우 10.6 Oe, 1300 °C는 7.7 Oe로 보자력의 대소 관계에서 1100 °C에서 합성한 분말이 더 높은 자연공명주

파수를 가지는 것을 알 수 있었다. 1300 °C에서 합성한 분말로 제작된 ferrite-rubber composite의 반사손실을 측정한 결과 높은 자기손실(μ_r/μ_0)과 함께 유전손실(ϵ_r/ϵ_0)을 나타냄을 알 수 있었고, 그 결과 1100 °C에서 합성한 분말로 제작된 composite보다 반사손실이 크게 나타났다. 동일 조건에서 carbon을 첨가한 결과 약 4 GHz와 18 GHz에서 2개의 정합주파수가 형성되었으며, 자성손실과 도전손실의 복합손실의 제어 가능성을 확인하였다.

참 고 문 헌

- [1] K. Ishino and Y. Narumiya, Am. Ceram. Soc. Bull., **66**(10), 1469(1987).
- [2] David A. Weston, Electromagnetic compatibility, Marcel Dekker 1st Ed., (1991).
- [3] 關康雄, 電波吸收體と電波暗室, シーエムシー(1985).
- [4] H. D. Im, K. T. Youn, and C. G. Lee, Korean J. Mat. Res., **9**(12), 1234(1999).
- [5] J. Y. Shin, J. H. Oh, J. of Kor. Cera. Soc., **31**(1), 11(1994).
- [6] 内藤喜誌, 末武國弘, 藤原英二, 佐藤正明, 電子通信學會論文集, **52-B**(4), 242(1969).
- [7] Y. Naito, K. Suetake, IEEE Trans. MTT., **19**(1), 65 (1971).
- [8] 平賀貞太郎, 奥谷克伸, 尾島輝彦, 電子材料シリーズ フェライト, 丸善(株)出版社業部, (1986).
- [9] 石野建, 橋本康雄, 化學と工業., **28**(9), 114-118(1975).
- [10] M. T. Johnson, E. G. Visser, IEEE Trans. Magn., **26**, 1987 (1990).
- [11] 柳田博明 外 増補, ニューセラミックスの發展, 化學工業社 (1980), p. 85.
- [12] B. D. Cullity, Introduction to Magnetic Materials, Addison-Wesley Pub. Co., (1972).
- [13] S. Chikazumi, Physics of Ferromagnetism, 2nd Ed., Clarendon Press, Oxford(1997).
- [14] J. Smit, H. P. J. Wijn, Philip's Technical Library, 268 (1959).
- [15] 内藤喜之, 電波吸收體, Ohm社, (1987), p. 54.
- [16] E. C. Snelling, Soft Ferrite-properties and Applications, 2nd Ed., Butterworths, (1988), p. 37.
- [17] 末踏加工技術協會編, 신시대의 자성재료, 工業調查會, (1981), p. 115.

Effect of Carbon Addition and Influence of Heat-treatment Temperature on Electromagnetic Wave Absorbing Properties of $\text{Ni}_{0.5}\text{Cu}_{0.1}\text{Zn}_{0.4}\text{Fe}_2\text{O}_4$ -Rubber Composite

Kuk-Tae Youn and Chan-Gyu Lee

Department of Metallurgy and Materials Science, Changwon National University,
#9 Sarim-Dong, Chang-won, Kyungnam, 641-773, Korea

Youn-Joon Park

Ceragreen Co.,Ltd, Yangdong-Ri, Hanam-Up, Miryang, Kyungnam, 627-890, Korea

(Received 27 October 2000, in final form 5 December 2000)

The structure, shape, size, and magnetic properties of $\text{Ni}_{0.5}\text{Cu}_{0.1}\text{Zn}_{0.4}\text{Fe}_2\text{O}_4$ have been investigated as a function of annealing temperatures. In order to control the microwave absorbing properties of ferrite-rubber composite and the complex losses (magnetic loss and conduction loss), the effect of carbon addition was also studied. It was found that the coercive force decreased with increasing heat-treatment temperatures. Relative complex permeability and reflection loss were measured by the network analyzer. As a result, the natural resonance occurred in the low frequency range, and the matching frequency of the ferrite-rubber composite prepared at 1300 °C was found to be lower. As heat-treatment temperatures were increased, the magnetic loss (μ_r''/μ_r') and the dielectric loss (ϵ_r''/ϵ_r') were increased. It was caused that the absorption characteristics of the absorber were improved. The conduction loss and magnetic loss were expected to be occurred together because two matching frequencies were shown with carbon addition. It was confirmed that the matching frequency of the microwave absorber could be controlled by controlling heat-treatment temperatures and carbon additions.