

## 저온 소결용 Ni-Zn계 페라이트의 합성 및 전자기적 특성 연구

김철원·고재귀†  
숭실대학교 물리학과

### Study on Synthesis and Electromagnetic Properties of Ni-Zn Ferrite Sintered at Low Temperature

Chul Won Kim and Jae Gui Koh†

Department of Physics, Soong Sil University 1-1 Sangdo 5-Dong, Dongjak-Gu, Seoul 156-743

(2002년 6월 19일 받음, 2002년 8월 1일 최종수정본 받음)

**Abstract** The Ni-Zn synthetic ferrite were acquired from thermally decomposing the metal nitrates  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , and  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  at  $150^\circ\text{C}$  for 24 hours and was calcined at  $500^\circ\text{C}$ . Each of those was pulverized for 3, 6, 9, and 12 hours in a steel ball mill and was sintered between  $700^\circ\text{C}$  and  $1,000^\circ\text{C}$  for 1 hour, and then their microstructures and electromagnetic properties were examined. We could make the initial specimens chemically bonded in liquid at the temperature as low as  $150^\circ\text{C}$ , by using the melting points less than  $200^\circ\text{C}$  of the metal nitrates instead of the mechanical ball milling, then narrowed a distance between the particles into a molecular level, and thus lowered sintering temperature by at least  $200^\circ\text{C}$  to  $300^\circ\text{C}$ . Their initial permeability was 50 to 400 and their saturation magnetic induction density and coercive force 2,400 G and 0.3 Oe to 0.5 Oe each, which were similar to those of Ni-Zn ferrite synthesized in the conventional process. In the graph of initial permeability vs frequencies, we could observe a  $180^\circ$  rotation of the magnetic domain, which appears in a broad band of microwave near the resonance frequency.

**Key words** : metal nitrates, microstructure, initial permeability, magnetic induction

### 1. 서 론

페라이트 부품은 지금 재료, 통신, 전기 및 전자공학 등의 여러 분야에서 활용이 확립되어 매우 폭 넓고 다양한 조성과 특성 그리고 응용적인 측면을 이루고 있다.<sup>1)</sup> 그러나 최근 전자산업의 토대를 이루고 있는 전자부품산업은 표면실장기술(Surface Mounting Technology, SMT)의 진보와 함께 소형화, 경량화, 고밀도화, 고성능화 및 다기능화가 지속적으로 이루어지고 있다. 아울러 현재 전자산업 분야에서는 유단자 부품(lead component)의 부착 시스템(insertion system) 대신에 표면실장기술이 널리 채용되고 있다.<sup>2~5)</sup> 또한 각종 전자부품의 고성능화를 위해 소형화 및 박막화를 추구하고 있으므로, 기존의 벌크형태와 비교할 때 같은 기능을 가지면서도 특성의 향상을 위한 기술을 필요로 하게 되었다. 특히 표면실장기술이 발전하면서 페라이트 부품도 기존 벌크 형태를 적층칩 형태로 전환하고 있는 상태이며, 자성재료의 하나인 페라이트 역시 그 중요한 대상이 되고 있지만 칩 페라이트 부품을 제조하기 위해서는 페라이트 소재와 동시에 소결이 가능한 도전재료 및 적절한 인쇄기술의 개발이 중요하다. 일반적으로 적층형 칩 페라이트의 내

부 도체로서 은(Ag)을 사용하는데 은의 녹는점이  $960.5^\circ\text{C}$ 이므로 동시 소결이 가능한  $950^\circ\text{C}$  이하의 저온 소결용 재료의 개발 및 소결 기술의 확립이 필요하다.<sup>5~7)</sup>

최근까지 알려진 화학적으로 균질하고 미세한 페라이트 분말을 얻기 위한 방법으로는 공침법<sup>8~12)</sup>, 졸겔법<sup>12~16)</sup>, 수열합성법<sup>17,18)</sup> 그리고 최근에 산화물계 고온초전도체 합성에 응용되고 있는 유기산 열분해법<sup>19,20)</sup> 등이 있다. 유기산 열분해법을 제외한 다른 방법들에서는 원료로 사용되는 금속 알콕사이드(alkoxide)가 고가이고, 합성시간이 길며, 제조된 분말은 공기중의 수분과 반응하여 가수분해를 일으키는 불안정한 성질을 갖고 있다. 그러나 유기산 열분해법은 질산에 산화물 또는 금속을 용해시켜 각 금속이온들을 균일하게 분산시켜 유기산 염으로 만든 후 가열하여 용매를 증발시키고, 열분해시켜서 분말을 제조한다.<sup>19~22)</sup> 이 방법은 원료가 저렴하고 제조공정이 간단하며, 조성이 균질하고 미세한 분말을 얻을 수 있다는 장점이 있다.

본 연구는 질산 금속염들을 출발 원료로 한다는 점에서는 상기 유기산 염 열분해법과 유사성을 띄고 있지만, 여기서 유기산 열분해법<sup>22)</sup>은 최초 출발물질로 금속산화물을 사용하고 있으며 이것을 질산액에 용해 시키고 다시 구연산과의

† E-mail: jgkoh@ssu.ac.kr

반응 그리고 에틸렌글리콜을 첨가하는 등의 복잡한 공정을 거친 후 열분해를 시켜 합성하는 번거로움이 있다.

그러나 본 연구는 질산금속염  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  들을 출발 원료로 하여 페라이트 조성을 만드는 금속 산화물들의 중량 백분율을 적용하여 정량적으로 혼합하고 150°C 정도로 24시간동안 전기 오븐 속에 유지하여 최초 페라이트 분말을 얻었다. 이 분말의 미세조직 및 결정 구조를 조사하였으며, 이 페라이트분말을 300~1100°C의 100°C 간격으로 가소하여 얻은 분체에 대해서 SEM 및 XRD 그리고 VSM 및 B-H loop 측정을 시행했으며, 특히 500°C로 가소 후 소결을 행한 페라이트 소결체에 대한 미세조직 및 전자기적 특성을 고찰하였다.

## 2. 실험 방법

출발원료로는 시약급 질산금속염들을 기본 금속산화물들이 가지는 중량백분율  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ (65.6wt%),  $\text{ZnO}$ (17.3wt%),  $\text{NiO}$ (6.7wt%),  $\text{CuO}$ (10.4wt%)을 기준으로 하여 Fe, Zn, Ni, 그리고 Cu의 몰비에 맞도록 질산 금속염들  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 를 각각 정량적으로 칭량하여 1개의 용기 안에 모두 채우고 150°C의 전기오븐에 투입하여 24시간 동안 열분해 시켜서 조성이 균질한 페라이트분말을 얻었다. 동시에 TG 분석을 위해 질산금속혼합물을 승온속도 2.5°C/min로 하여 실온에서부터 1000°C까지 열분해를 행하여 질산금속염의 열분해 과정을 조사하였다. 또한 이들 질산금속염들 각각에 대한 열분해도 병행하여 혼합조성된 질산금속염의 경우와 비교분석을 시행하였다.

열분해를 통해서 얻은 분말을 300~1,100°C까지 100°C 간격으로 각각 1시간씩 가소를 시행하여 얻은 가소시료를 유자막으로 분쇄하고 이에 대한 입자의 크기는 레이저 입도 분석기로 입도를 측정하였으며, 분말의 형상을 SEM으로 관찰하였다. X-ray 회절시험기로 열분해 합성 분말과 가온도에서 가소한 분말의 상을 분석하여, 생성된 스피넬량을 조사하였다.

특히 500°C에서 1시간 가소한 시료에 대해서는 600 g 씩 정량으로 분리하여 3, 6, 9, 그리고 12시간씩 각각 습식 볼밀 분쇄를 행하였다. 볼밀 후 각 시료들을 150°C로 건조하여 분말을 얻었으며 일부는 볼밀 분쇄 후에 나타날 수 있는 입도차이를 조사하기 위해 입도분석을 시행하였고, 나머지 분말을 과립하여 40메시에 통과 시켜서 얻은 과립분말을 토로이달 금형 21.2 mm(외경) × 11.4 mm(내경)을 이용하여 성형 무게 9.0~9.2 g, 성형높이 11.3 mm~11.4 mm 되도록 성형하였으며, 소결은 700°C, 800°C, 900°C 그리고 1000°C로 각각 1시간씩 유지하여 로냉시켜서 소결체를 얻었다. 이들 토로이달 소결체들에 대해서는 주파수(1~1,000 MHz) 및 볼밀시간 그리고 소성온도에 따르는 초기 투자율 및 Q-값 특성을 조사하였으며, VSM 및 BH curve tracer를 이용하여 각 시편의 최대자속밀도, 잔류자속밀도 및 보자력을 측정하였다. 그리고 이들 시편들

의 파단면을 SEM으로 관찰하여 소결온도와의 관계를 검토하였다.

## 3. 결과 및 고찰

금속 질산염들의 열분해를 통해서 제조한 분말이 완전히 페라이트화 되는 시점을 조사하기 위하여 TG 분석 결과를 Fig. 1에 표시 하였다.<sup>23, 24)</sup> 이 그림에서 무게 감량이 200°C에서부터 시작되어 400°C 부근에서 완전히 종료되었다. 이는 400°C가 되는 지점에서 이미 페라이트화가 완료되고 있음을 보여주고 있는 것이다. 이는 일반적으로 850°C 부근과 1000°C 정도에서의 각각 가소와 소결을 행하는 것과 비교했을 때, 가소온도의 경우 450°C 그리고 소결의 경우 200°C 이상까지 낮추어서 시행할 수 있을 것으로 생각된다.

질산 금속염들을 열분해시켜서 얻은 페라이트 분말을 유자막으로 분쇄한 후 SEM으로 촬영한 미세조직 사진과 입도분포 결과를 Fig. 2에 표시하였다. Fig. 2(a) 사진에서 분말 입자의 크기는 1μm 이하로 미세하고 형상은 둥근 모양을 하고 있으며, 미세한 입자들이 뭉쳐져서 큰 덩어리를 이루고 있는 것을 알 수 있다. 이들 분말의 입도를 레이저 입도 분석기로 분석하여 Fig. 2(b)에 표시하였다. 입도 분포에는 피크가 두 개 나타나고 있으며, 10 μm 이상의 입자도 많이 존재하는 것을 볼 수 있다. 이는 그림에서 알 수 있는 바와 같이 입자가 큰 것들은 합성 분말을 유자막으로 분쇄시 완전히 분쇄되지 않은 미립이 뭉쳐져서 이루어진 입자들인 것이라 생각된다. 따라서 입도 분포에서 입자 크기가 작은 쪽만 고려한다면 입자의 크기는 1μm 이하로 생각할 수 있고 평균 입도는 0.5 μm 이하의 미립이라고 생각한다. 이렇게 미세한 입자들이 형성될 수 있었던 것은 유자막으로 분쇄하기 이전에 이들은 액체 상태에서 분자간 거리 정도로 결합되어져 있었으며, 이들 미립자의 크기는 나노 입자 정도로 미세하게 되었을 것을 생각할 수 있었다. 이와 같은 입자는 습식 볼밀로 분쇄한 입자가 평균 0.6 μm 정도<sup>22)</sup> 임을 고려할 때 더 미세하다는 것을 알 수 있다.

질산 금속염들을 열분해하여 얻은 페라이트 분말의 화학적 조성의 균질화를 XRD를 조사하여 그 회절 패턴을

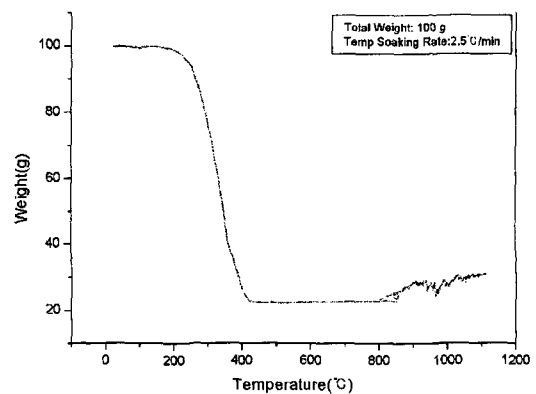


Fig. 1. TG graph on Ni-Zn ferrite powder synthesized from metal nitrate mixture.

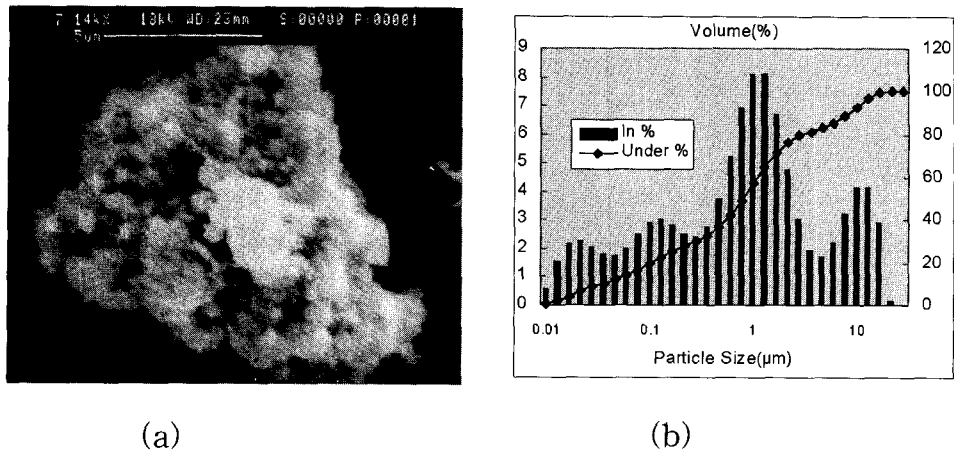


Fig. 2. SEM picture (a) and particle distribution (b) for initial synthetic ferrite caused by thermal decomposition of the metal nitrates.

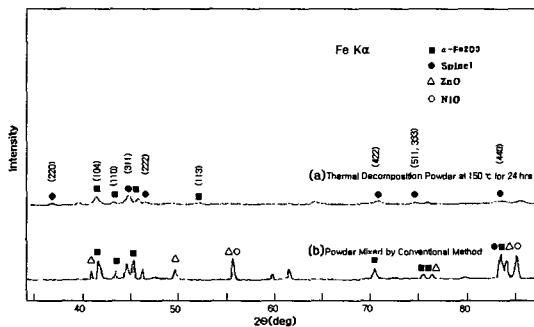


Fig. 3. XRD patterns of (a) thermal decomposition powder of metal nitrates and (b) powder mixed by conventional method.

Fig. 3에 표시하였다. 금속 산화물을 원료로 하여 불밀로 혼합한 분말의 회절 패턴도<sup>25)</sup>를 비교하기 위하여 함께 제시하였다. 혼합분말의 회절패턴에서는 각 산화물의 회절 강도가 명확히 나타나고 있지만, 금속 질산염의 열분해를 통해서 합성한 분말의 회절 패턴에서는 이들 회절 강도가 감소하고, 헤마타이트( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)의 (104)와 (110)<sup>26, 27)</sup>, ZnO의 (101)<sup>28, 19)</sup>, NiO의 (200) 그리고 CuO의 (111)면 등 주 피크만 약하게 나타나고, 새로운 상인 스피넬 상이 2 $\theta$ 가 37°, 45°, 47°, 76°, 그리고 84° 근방에서 나타났다.<sup>29)</sup> 이와 같은 스피넬 상의 양은 스피넬 (311)면의 강도와 헤마타이트(104)면의 강도의 비를 스피넬화로 나타내는 내부 표준법<sup>30)</sup>에 의하여 계산하면 약 50%가 얻어졌다. 이렇게 스피넬 상이 상당히 많이 형성되었다는 것은 금속 질산염의 열분해에 의한 방법이 페라이트 조성을 균질하게 한다는 것을 입증해 주고 있으므로, 가소를 보다 낮은 온도에서 행할 수 있고, 소결 또한 큰폭의 온도로 낮추어서 가능하다는 것을 보여주는 것이다.

질산 금속염들을 열분해하여 얻은 분말을 공기중에서 500~1100°C의 100°C간격으로 각각 1시간씩 가소하여, 가소한 분말에 대한 입도 분포를 Fig. 4에 표시하였다. 가소온도가 상승하면서 알갱이의 크기가 커지고 있는 것은 가소를 통해서 입자가 입경을 성장시켜 나가는 소결현상이 나

타나고 있음을 보여주고 있는 것이다. 이들은 각기 유자막으로 분쇄하여 측정된 것이기 때문에 대부분 유자막의 분쇄 정도에 따라서 입도분포가 크게 좌우됨을 알 수가 있다. 그림에서는 두 개의 피크가 나타나고 있으며, 10  $\mu$ m이상의 큰 입자는 그림에서 알 수 있듯이 미립이 응집된 것이라고 추정된다. 따라서 실제의 입경은 약 0.5  $\mu$ m 이하의 미립이 될 것으로 생각되었다.

최소 열분해 시료 및 가소 분말들에 대한 VSM 측정결과를 Fig. 5에 표시하였다. 분말 시료들에 대한 포화자화( $M_s$ )는 가소온도의 상승과 비례해서 증가하였으나 900°C 이상에서는 오히려 감소하였다. 900°C에서 45.98 emu/g을 얻었으며, 1000°C에서는 36 emu/g로 측정되었다. 이는 900°C 이상에서의 가소는 이미 과다 소결현상이 나타나는 것이며, 이때 이상 입자의 성장과 동시에 내부 기공이 확대되어  $M_s$ 가 떨어진 것이라고 판단된다. 보자력은 900  $M_s$ 에서 19.13 Oe와 1000°C에서 14.89 Oe로 측정되었다. 1000°C에서 보자력이 더 낮게 나타난 것은 입자의 성장이 더 크게 일어난 것에 기인하는 것으로 생각되어진다. 입경의 성장은 외부 자장의 민감도가 커지는 것을 고려했을 때, 1000°C에서의 보자력이 더 작아짐을 이해 될 수 있었다.

Fig. 6은 500°C로 1시간 가소한 후 3, 6, 9 그리고 12시간씩 불밀 분쇄를 행하고 이들을 700~1000°C에서 1시간동안 소결한 시편들의 파단면을 SEM으로 관찰한 것이다. 기공은 소결온도가 상승하면서 감소하였다. 페라이트 입자는 소결 온도가 높을수록 성장하여 조대화되었다. 800°C에서 소결한 시편은 기공이 대부분 입계에 존재하고 평균 입자 크기는 약 2  $\mu$ m 정도이며, 비교적 균일한 입자 분포를 보이고 있다. 반면에 1000°C에서 소결한 시편은 800°C에서 소결한 시편보다 기공의 수는 줄고 기공의 크기는 훨씬 커졌으며, 기공의 위치는 입계 내부와 입계에 고르게 분포되어 있다. 입자의 평균 크기는 5  $\mu$ m으로 상당히 커졌으며, 비정상적인 입자성장도 많이 관찰되었다. 이러한 미세조직은 기계적으로 혼합한 분말을 사용한 경우보다 소결온도가 약 200~300°C 정도 낮은 조건에서 얻어졌다. 페라이트

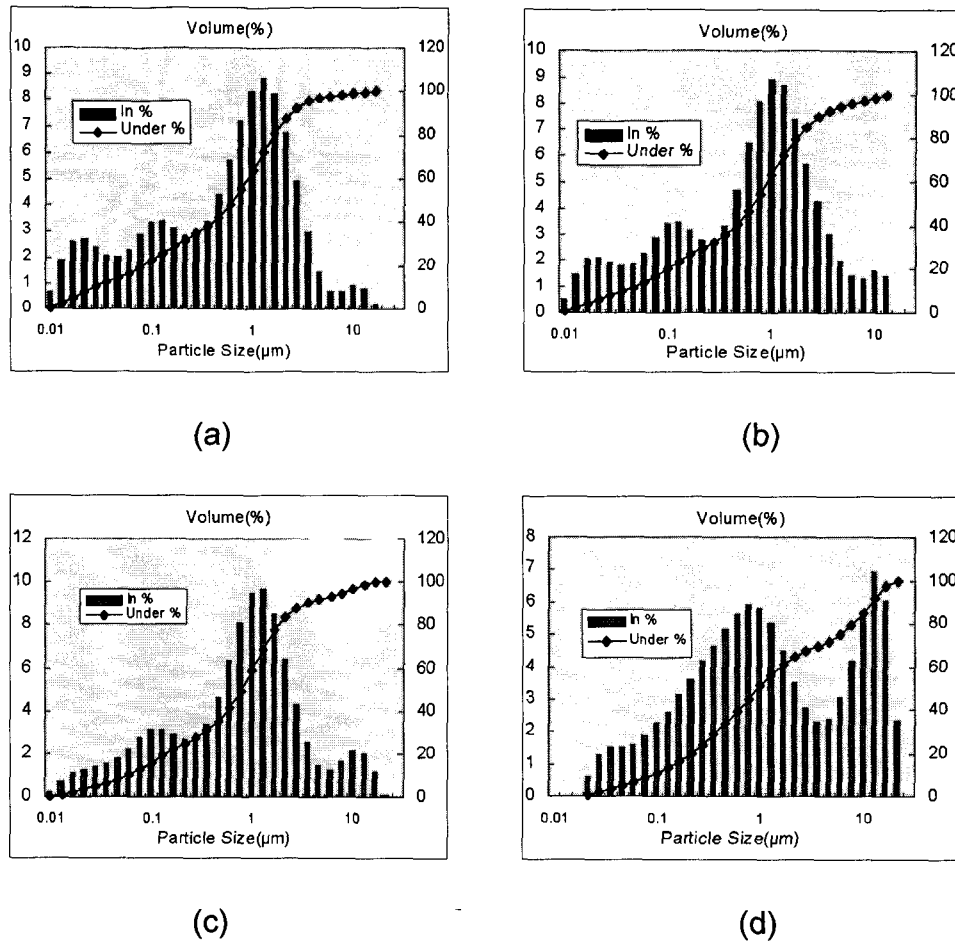


Fig. 4. Particle size distribution of the powder specimens calcined at (a) 500°C, (b) 700°C, (c) 900°C and (d) 1,000°C for 1 hour after thermal decomposition.

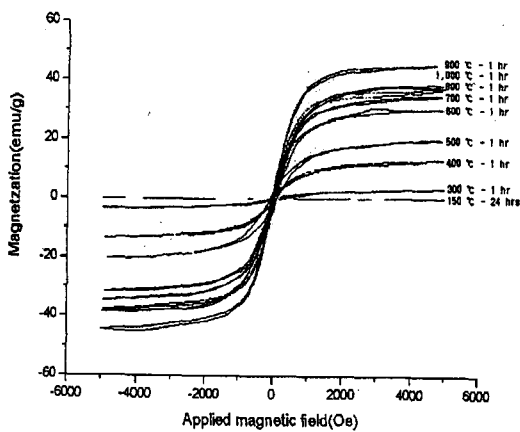


Fig. 5. M-H loop of ferrite specimens calcined with thermal decomposition powder.

의 전자기적인 특성은 적절한 소결 온도에서는 최상이 되는 것이지만 소결온도가 높을수록 소결체의 치밀화도는 커지고 입자 성장이 빠르게 일어난다.

Fig. 7는 불밀 시간에 따르는 주파수 vs 초투자율 특성을 소결온도별로 표시하였다. 불밀에 의한 공명주파수의 이동은 거의 확인할 수 없지만 불밀효과에 의한 투자율의 변화 즉 소결에 의한 입자성장에는 영향을 주고 있음을 알 수

가 있다. 700~1000°C에서 소결된 시편들은 각 소결온도에서 주파수 1MHz에서 측정하였을 때 초투자율은 50, 210~260, 300~410, 그리고 300~350 정도로 나타났다. 소결온도가 고온으로 갈수록 불밀분쇄의 효과를 확인할 수가 있으며, 900°C에서 불밀을 3~6시간 시행한 시편들에서 최고의 초투자율 410을 나타내었다. 그리고 1000°C에서 소결한 시편들은 오히려 초투자율이 감소하고 있는데 이는 입자의 크기는 크게 증가하고 있으나, 결정립이 성장하면서 결정립 내부의 작은 기공들은 줄어들지만 발달하는 기공은 더 크게 성장하여 자벽의 이동시 pinning 현상으로 초투자율은 오히려 감소하는 것이라고 생각된다.<sup>31)</sup>

소결온도가 증가할수록 초투자율은 증가하지만, 공명 주파수는 낮은 주파수 쪽으로 이동하였다. 이것은 아래 방정식(1)<sup>32)</sup>에 의해서 설명되어질 수 있다.

$$\omega\mu = 2vI_s / (3\mu_0) \quad (1)$$

여기서,  $\omega$ : 공명 주파수,  $\mu$ : 상대 투자율,  $v$ : 자기회전상수,  $I_s$ : 포화자화,  $\mu_0$ : 진공중 투자율이다.  $\omega = 2\pi f$ 를 적용하면 초투자율이 급격히 감소하는 Snoek의 한계라인<sup>32)</sup>이 만들어지며 이 공명 주파수와 초투자율의 관계는 반비례 관계에 의해서 투자율이 커지면은 오히려 공명주파수대는 떨

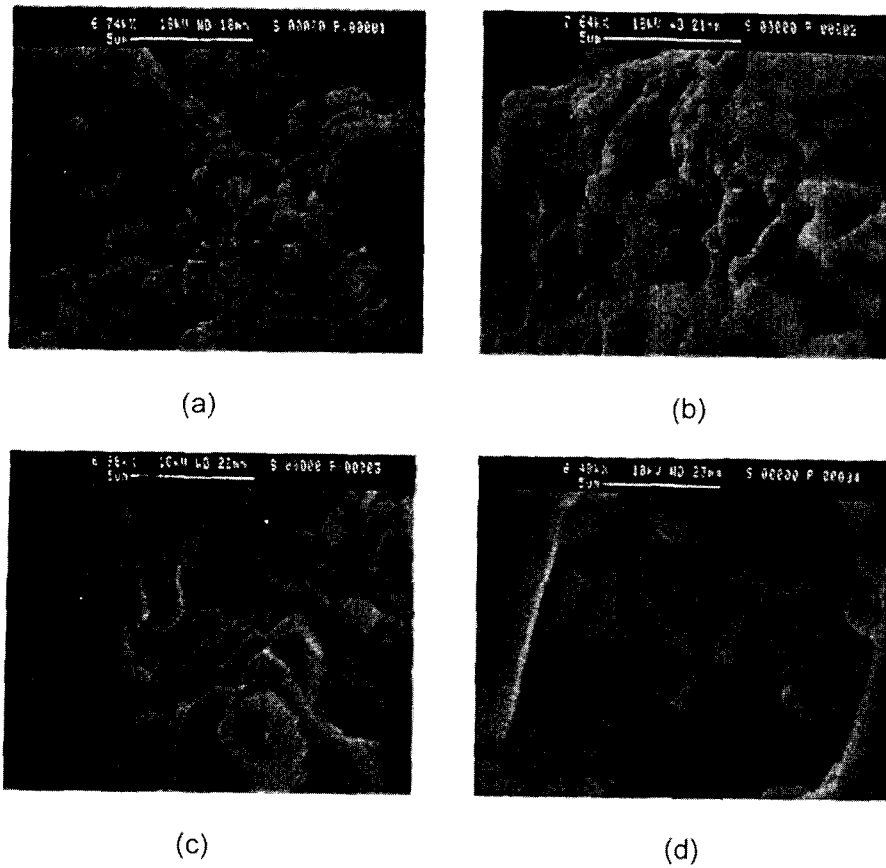


Fig. 6. SEM photographs of specimens sintered at (a) 700°C, (b) 800°C, (c) 900°C and (d) 1,000°C for 1 hour after being calcined at 500°C for 1 hour.

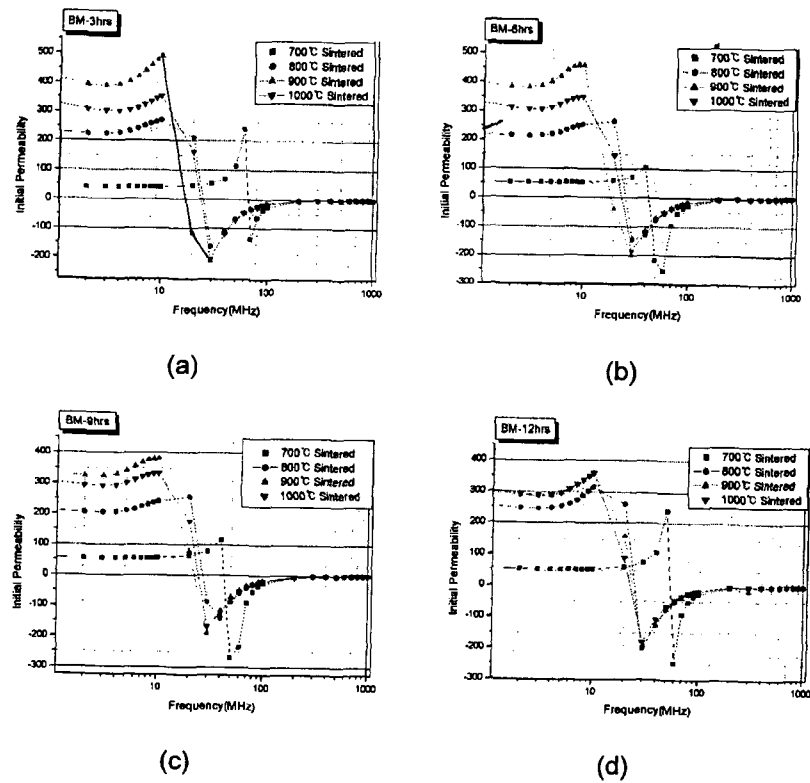


Fig. 7. Initial permeability vs. frequency for sintering temperatures of 700°C, 800°C, 900°C and 1,000°C according to milling times of (a) 3 hours, (b) 6 hours, (c) 9 hours and (d) 12 hours.

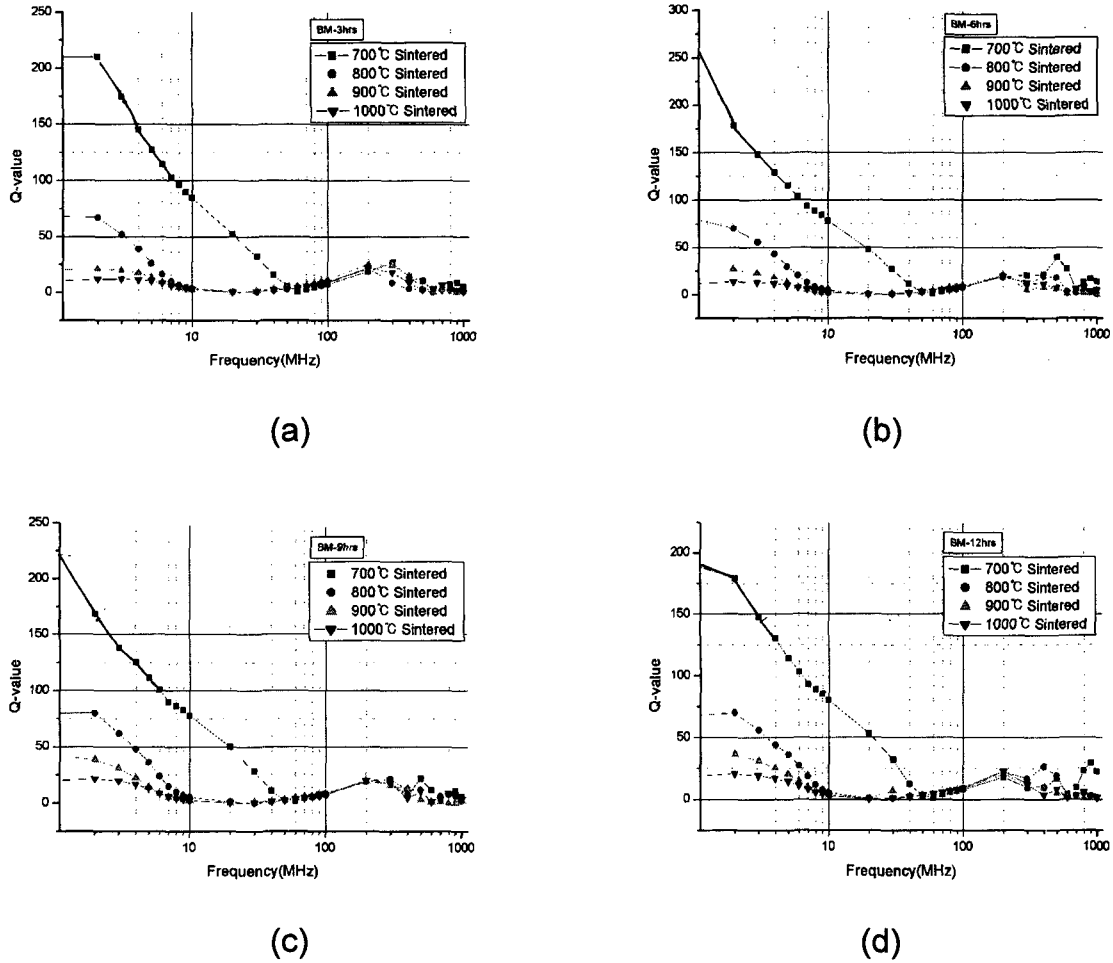


Fig. 8. Q-value vs. frequency for sintering temperatures of 700°C, 800°C, 900°C and 1,000°C according to milling times of (a) 3 hours, (b) 6 hours, (c) 9 hours and (d) 12 hours, respectively after calcining at 500°C for 1 hour.

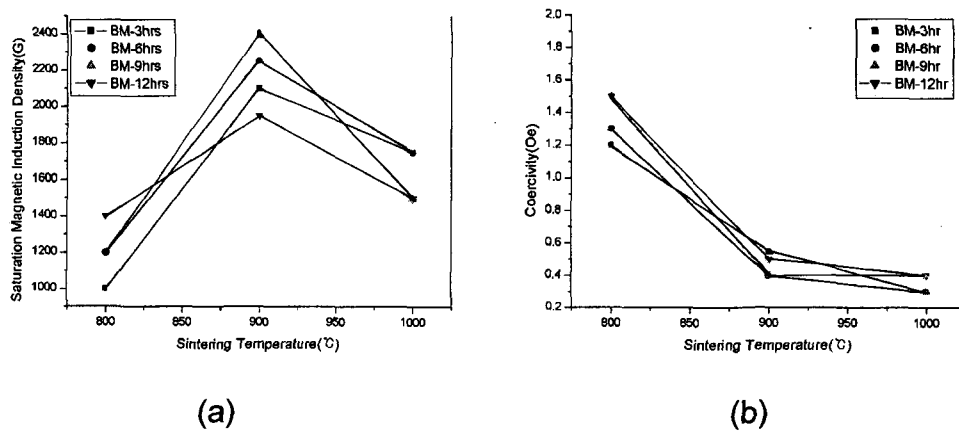


Fig. 9. (a) Maximum magnetic induction density ( $B_m$ ) and (b) coercivity ( $H_c$ ) for sintering temperatures according to milling times of 3 hours, 6 hours, 9 hours and 12 hours after calcining at 500°C for 1 hour.

어지는 것을 보여준다. 본 실험의 결과는 Snoek의 한계라인을 가지며 또한 수식의 예측과 일치하다는 것을 알 수가 있다. 그리고 Fig. 7에서 볼 수 있는 것은 자화의 방향이 180° 회전하고 있음을 시사해 주는 것이다. 통상 마이크로

주파수 대역인 300 MHz~3000 MHz에서 나타나는 강자성 공명의 현상으로 인한 Fraday회전현상<sup>33)</sup>으로 기인한 것으로 생각된다. 자화율이 증가하지만 오히려 Fig. 8에서 볼 수 있는 것처럼 주파수의 증가에 따라 오히려 Q값이 떨

어짐으로써 공명 주파수가 함께 낮아졌다고 생각된다. 주파수에 따르는 Q값의 하락역시 Q와 초 투자율의 관계를 표시해 주는 아래의 방정식(2)<sup>34)</sup>에 의해서 설명이 가능하다.

$$\frac{\tan\delta}{\mu} = \frac{1}{\mu Q} \quad (2)$$

Fig. 9은 최대 자속밀도와 보자력의 관계를 나타내었다. 일반적으로 소결온도가 증가하면서 최대 자속밀도는 상승하고 보자력은 하강한다. 본 실험에서도 소결온도가 상승하면서 최대 자속밀도가 증가하고 있다. 이는 자속밀도는 소결체의 치밀화와 밀접한 관계가 있는 것으로 결정입자 내부에서 반자계를 형성하는 기공을 감소 시켜서 자속밀도를 증가시키는 것<sup>35)</sup>으로 900°C에서 가장 치밀화 되었다고 볼 수 있으며 그 이상의 온도에서는 기공이 필요이상으로 확장되어 오히려 자속밀도들을 감소시키는 요인이 되었을 것이라고 생각한다. 그림에서처럼 보자력은 소결온도와 비례하여 작아지고 있으며 불밀의 조건에 따라서 다소의 차이를 보이고 있다. 최대자속 밀도가 최고치로 나타난 것은 900°C에서 소결한 시편 중에서는 9시간 불밀한 것이며 2400 G로 나타났으며, 보자력은 1000°C에서 소결한 불밀 9시간에서 최소치를 보였다. 본 실험에서 가소 후 불밀의 효과는 작게 나타난 것은 질산금속염의 열분해에 의해서 만들어진 시료의 최초 입도 자체가 0.5  $\mu\text{m}$  미만의 미립이었기 때문인 것으로 생각된다.

#### 4. 결 론

질산금속염의 열분해를 통해 합성한 저온 소결용 Ni-Zn계 페라이트 분말 및 이 분말을 시료로 하여 가소온도 300~1,100°C에서 각각 얻어진 분말들의 입도분포, 미세조직, XRD패턴 등을 분석하고, 또 질산금속염의 혼합물의 분해점을 알려주는 TG분석, 특히 500°C에서 1시간 동안 가소하여 얻은 분말에 대해 불밀 시간을 3, 6, 9, 12 시간씩 각각 달리하여 얻어진 시편들에 대해 소결을 각각 700°C, 800°C, 900°C, 1,000°C로하여 얻어진 소결 시편들에 대한 미세조직 그리고 전자기적 특성을 분석한 결과를 통해 다음과 같은 결론을 얻었다.

1) 입도분포의 결과는 1 $\mu\text{m}$ ~10 $\mu\text{m}$  사이에서 불밀시간이 증가할수록 1  $\mu\text{m}$  쪽을 치우쳐 짐을 확인하였다. 실제의 입경은 다른 SEM 사진의 결과에서 보여주는 것처럼 1  $\mu\text{m}$  이하의 알갱이들이 뭉쳐져 있는 덩어리들을 보여주고 있는 것으로 보아서 0.5  $\mu\text{m}$  이하의 미립인 것으로 생각된다.

2) 최초 150°C, 24시간동안 열분해를 통해 얻어진 시료는 이미 스피넬 단일 상이 약하게 만들어 지고 있으며, TG 그래프의 결과도 200°C에서 분해가 시작 되어 400°C에서 이미 분해가 완료되어 페라이트 단일상이 완성되었음을 보여준다.

3) 최초 열분해 시료 및 300°C~1,100°C에서 얻어진 가소 후 얻어진 분말 시료들에 대해서 얻어진 SEM의 결과는 미립알갱들의 상태 변화가 너무 미세하여서 명확한 구분이 가진 않으나, 고온에서 가소한 시료에서는 고상반응이 이루

어져서 일체형 덩어리로 변화하였다. 그리고 XRD 패턴은 최초 열분해 시료에서부터 단일 스피넬 상이 나타났으며, 700°C 이상에서는 스피넬 피크들이 최고의 강도를 보여 주었다. 900°C에서 가소한 분말에서 시료들 중 최고치인 45.98 emu/g의 포화자자화를 얻었다.

4) 소결체에서 얻어진 SEM의 결과들은 소결 온도의 상승과 함께 입계가 성장하였다. 하지만 과다 입계의 성장이 오히려 초투자율 최대자속밀도 등을 낮추는 역할을 하였다.

5) 초투자율, 최대자속 밀도, 보자력 등의 결과들은 최적 소결온도가 800~900°C 정도에서 정하여 질수 있음을 추론할 수 있으며, 가소온도 역시 TG 그래프의 결과와 XRD 패턴의 결과에서 400 부근으로 낮추어 시행할 수 있음을 보여 주었다.

6) 공명 주파수 대역은 소결온도가 낮아 질수록 높은 주파수 대역(~100 MHz)으로 이동하였다. 초투자율 및 최대자속 밀도의 특성은 소결온도의 상승과 함께 증가하였으나, 최고 소결온도인 1000°C에서는 오히려 감소하였는데, 이는 이상 입계의 출현 및 입계 내의 기공이 너무 크게 나타난 것이라고 생각된다.

7) 공명주파수 대역은 10MHz에서 60MHz로 나타났으며, 이 때 초투자율 곡선의 변화는 자구의 180° 회전현상이 나타나고 있음을 보여주었다.

질산금속염의 열분해법을 이용한 조성 변화 내지는 첨가제 등의 연구는 더 낮은 소결점을 모색할 수 있으며, 앞으로 강자성 공명 현상을 좀 더 명확히 규명 할 수 있도록 이 분야의 측정 항목이 더 보강되어야 할 것이다.

#### 참 고 문 헌

1. E.C. Snelling, Soft Ferrites/properties and applications 2<sup>nd</sup> ed., p.1 (Butterworths, London, 1988).
2. H. Momoi, A. Nakano, T. Nomura, Proc. of the 6<sup>th</sup> International Conference on Ferrites, Kyoto, Japan, p.1202 (1992).
3. Masayuki Fujimoto, J. of Am. Ceram. Soc. 77(11), 2873 (1994).
4. A. Nakano, T. Aoki, H. Momoi, T. Suzuki, and T. Nomura, Proc. of the 8<sup>th</sup> International Conference on Ferrites, Kyoto, Japan, p.1117 (2000).
5. N. Taguchi, T. Yamaguchi, Y. Okino, and H. Kishi, Proc. of the 8<sup>th</sup> International Conference on Ferrites, Kyoto, Japan, p.1122 (2000).
6. J.H. Nam, H.H. Jung, J.Y. Shin, J.H. Oh, IEEE Trans. Magn., 31(6), 3985 (1995).
7. Lu Mingyue, Proc. of the 8<sup>th</sup> International Conference on Ferrites, Kyoto, Japan, p.1151 (2000).
8. J.H. Lee, J.G. Koh, J. of Kor. Mag. Soc., 11(5), 218 (2001).
9. Hiroshi Yamamoto and Hirota Seki, IEEE Trans. Magn., 35(5), 3277 (1999).
10. Suzilene R. Janasi, Daniel Rodrigurs, Fernando J.G.

- Landgraf, and Mafilia Emura, IEEE Trans. Magn., **36** (5), 3327 (2000).
11. R.E. Park, N.K. Kang, K.H. Park, and J.H. Oh, J. of Kor. Inst. of Metals, **28** (11), 983 (1990).
  12. W.C. KIM, S.J. Kim, Y.R. Uhm, and C.S. Kim, IEEE Trans. Magn., **37** (4), 2362 (2001).
  13. Y.J. Oh, H.S. Choi, J.Y. Choi, J. of Kor. Cer. Soc., **37** (5), 426 (2000).
  14. S.Y. Ann, G.J. Yang, Y.G. Ryu, J. of Kor. Mag. Soc., **11** (4), 168 (2001).
  15. W.C. Kim, Y.S. Yi, and C.S. Kim, J. of Magnetism, **5** (4), 111 (2000).
  16. Jung Gi Kim\*, Kyung Hunn Han, Chang Hyo Lee and Jae Yoon Jeong, JKPS, **38** (6), 798 (2001).
  17. K.H. Yi, B.H. Yi, and S.G. Kim, J. of Kor. Cer. Soc., **24** (1), 18 (1987).
  18. J.S. Kim, J.R. Ann, and H.J. Ryu, Kor. J. of Materials Research, **10** (3), 224 (2000).
  19. Asaka-T, Okazawa-Y, Tachikawa-K, J. of Japan Inst. of Metal, **56** (6), 715 (1992).
  20. Asaka-T, Shiomi-Y, Tachikawa-K, J. of Japan Inst. of Metal, **56** (6), 722 (1992).
  21. J.W. Jung, W.J. Yi, J. of Kor, Powder Metallurgy Inst., **2** (1), 29 (1995).
  22. J.W. Jung, W.J. Yi, Kor. J. of Materials Research, **5** (5), 513 (1995).
  23. W.C. KIM, S.J. Kim, Y.R. Uhm, and C.S. Kim, IEEE Trans. Magn., **37** (4), 2362 (2001).
  24. Y.J. Oh, H.S. Choi, J.Y. Choi, J. of Kor. Cer. Soc., **37** (5), 426 (2000).
  25. J.W. Jung, W.J. Yi, J. of Kor, Powder Metallurgy Inst., **2** (1), 31 (1995).
  26. Kato, M.J. Kim, and I.H. Seo, Analysis of X-ray diffraction, Bando Publishing Co., (1993), p.211.
  27. Jung Gi Kim\*, Kyung Hunn Han, Chang Hyo Lee and Jae Yoon Jeong, JKPS, **38** (6), 799 (2001).
  28. Sang Woo Whangbo, Hong Kyu Jang, Sang Gon Kim, Man Ho Cho, Kwangho Jeong and Chung Nam Whang\*, JKPS, **37** (4), 457-458 (2000).
  29. Soon Jin So\*, and Choon Bae Park, JKPS, **38** (4), 417-418 (2001).
  30. B.D. Cullity, Elements of X-Ray Diffraction 2<sup>nd</sup> ed., Addison-Wisley Publishing Co., Inc., pp360-36 (1978) 3.
  31. J.G. Koh, J.M. Song, Basics and Applications of Magnetic Physics, Soongsil Uni. Press, Seoul, p. 176 (2001).
  32. J.W. Cho, S.B. Jin, H.W. Moon, Y.Z. Sin, Kor. Ins. Electrical & Electronic Mat. Eng. **8** (6), 748 (1995).
  33. Soshin Chikazumi, Physics of Ferromagnetism 2<sup>nd</sup> ed., Clarendon Press, Oxford, 556~562 (1997)
  34. Alex Goldman, Handbook of Modern Ferromagnetic Materials, Kluwer Academic Publishers, Boston/Dordrecht /London, pp.71-72 (1999).
  35. J.G. Koh, J.M. Song, Basics and Applications of Magnetic Physics, Soongsil Uni. Press, Seoul, p. 186 (2001).