

Mn-Zn 페라이트 소결체의 입자성장

충북대학교 정근민*, 김성수

Grain Growth of Sintered Mn-Zn Ferrites

Chungbuk National University, G. M. Jeong*, S. S. Kim

1. 서론

최근 전원변환기의 소형화, 경량화 (고주파화)에 부응하여 고주파 영역에서 고투자율과 저손실 특성이 우수한 Mn-Zn 페라이트의 개발이 요구되고 있다. Mn-Zn 페라이트의 투자율 (permeability), 자기손실은 제조공정 조건중 특히 입자의 미세조직에 의존하는 바가 크기 때문에 본 연구에서는 손실을 낮추기위해 일반적으로 사용하고 있는 CaO, SiO₂의 복합첨가시 첨가물의 양에 따른 Mn-Zn 페라이트에서의 입자성장거동 (정상입자성장, 비정상입자성장)에 대해 조사하였다.

2. 실험방법

시편의 제조는 대표적인 저손실재 조성인 Fe₂O₃ : MnO : ZnO의 mol 비율이 53 : 36 : 11로 설정하여 통상적인 세라믹 제조법을 이용하였다. Attritor를 이용하여 분말의 평균 입도가 약 1 μm인 Mn-Zn 페라이트 분말을 제조하고 Akashi[1], Otobel[2]등이 제시한 첨가물 (CaO, SiO₂)을 0 - 10 wt% 범위에 걸쳐 첨가하였다. 소결조건은 승온시에는 산소분위기, 냉각시는 질소분위기 하에서 소결온도 1350℃에서 소결시간을 각각 1, 3, 5, 10 시간으로 변화시켰으며 소결후 25% HF용액에서 30 초간 부식한후 미세조직을 관찰하였다. 평균입도 및 입도분포는 Image Analyzer 를 이용하여 분석하고, 약 100 개의 triple junction에서 단면이면각을 측정하였다.

3. 실험결과 및 고찰

Mn-Zn 페라이트 소결체에서 첨가물의 양에 따른 입자성장거동을 살펴보면 첨가물이 전혀 첨가되지 않은 경우 정상입자성장의 양상을 보였는데 이때 균일한 입자 size, 입계에 기공이 포획되어 있는 사실은 정상입자성장을 잘 설명해 주고 있다[3]. 또한, 이러한 입자성장의 양상은 $D^3 - D_0^3 = kt$ 라는 정상입자성장을 설명한 식에 잘 부합되었다. 반면 Mn-Zn 페라이트에 첨가물이 미량 첨가된 경우 (SiO₂ = 0.011 wt%, CaCO₃ = 0.08 wt%)에는 비정상적으로 성장한 큰 입자들을 볼 수 있었는데 정상적으로 성장한 입자들의 평균 입자크기가 30 - 40 μm인 반면 비정상적으로 성장한 입자의 크기는 수백 μm에 이른다. 이 경우 입자성장의 양상은 $D^2 - D_0^2 = kt$ 라는 비정상입자성장을 설명한 식을 만족하였고 이러한 비정상적으로 성장한 입자들은 거의 180° 에 가까운 flat한 입계와 입자내부에 많은 고립기공들을 포획하고 있는 전형적인 비정상입자성장 양상을 보여주었다. 또한, triple junction 에서의 단면이면각을 측정한 결과 정상입자성장의 연속적인 분포와는 달리 불연속적인 분포를 나타내었다. 이러한 비정상입자가 생긴 원인으로서는 여러가지

가 있겠지만 Mn-Zn 페라이트에 미량 첨가된 첨가물이 입계에 편석이 되어 입계구조의 anisotropy를 조장하여 비정상입자성장을 초래한 것으로 판단된다[4]. 또한, 첨가물이 다량 들어간 경우 ($\text{SiO}_2 = 5 \text{ wt\%}$, $\text{CaO} = 5 \text{ wt\%}$)는 고상소결과는 전혀다른 입자에 각이져 있고 입계 junction과 입계가 액상으로 완전히 젖어있는 액상소결의 경우로 정상적인 입자성장을 보였다.

4. 결론

Mn-Zn 페라이트 소결체에서의 입자성장거동을 살펴본 결과 첨가물에 매우 민감하다는 사실을 알 수 가 있었다. 첨가물이 전혀 들어가지 않은 경우와 첨가물의 양이 많은 경우 ($\text{SiO}_2 = 5 \text{ wt\%}$, $\text{CaO} = 5 \text{ wt\%}$) 즉, 액상소결의 경우에는 정상입자성장을 보였고 첨가물의 양이 미량인 경우 ($\text{SiO}_2 = 0.011 \text{ wt\%}$, $\text{CaO} = 0.08 \text{ wt\%}$) 즉, 고상소결의 경우에는 비정상입자성장을 보였다. 이 경우에는 triple junction에서의 dihedral angle의 분포가 불연속적으로 변화하는 것으로 보아 첨가물이 입계의 구조를 변화시켜서 입계에 너지의 anisotropy를 일으켜 비정상입자성장을 일으킨 것으로 보인다.

5. 참고문헌

- [1] Yan M. F. and Johnson Jr. D. W. Journal of American Ceramic Society, Vol. 61, No. 7-8, 1978.
- [2] Y. J. Park " Abnormal grain growth of Faceted Grains in Liquid Matrix ", Ph.D. Thesis, KAIST (1995)
- [3] G. C. Jain, B. K. Das and N. C. Goel " Grain growth during sintering of Mn-Zn ferrites ", Indian Journal of pure & Applied Physics, Vol. 14, February 1976, pp. 87-92
- [4] KEN HIROTA and OSAMU INOUE " Sodium Doped Mn-Zn Ferrites-Microstructure and Properties ", Am. Ceram. Soc. Bull, 66 [12] 1755-58 (1987)