

## 자동 연소 법에 의한 $Ni_{1-x}-Zn_x$ ferrite 나노 입자의 합성 및 Permalloy 코팅 특성

최광보\*, 김영식, 김병철, 김성배

주) 창성중앙연구소

### $Ni_{1-x}-Zn_x$ ferrite nano-particles prepared by the auto-combustion method and the characteristics of the coated permallroy

#### 1. 서론

$Ni_{1-x}-Zn_x$  ferrite는 매우 큰 저항과 적은 eddy current loss를 가지고 있어 transformer core나 radio frequency coil같은 high power device등의 전자 재료로 이용된다[1].  $Ni_{1-x}-Zn_x$  ferrite의 합성에는 여러 가지 방법이 이용되고 있으나 oxide/carbonate를 이용하여 1200°C 이상의 고온의 열을 가해 하소하는 solid-state reaction과 diethylamine을 이용하여 metal nitrate를 공침 하는 coprecipitation방법, sol-gel 방법 등의 wet chemical method가 가장 일반적이다[2-3]. solid-state reaction방법은 공정은 단순하나 ballmill등의 mechanical 공정상의 불순물 제거가 힘들고 합성되는 입자의 크기 제어가 힘들다는 단점을 지닌다. 반면 wet chemical method는 이러한 solid-state reaction의 단점을 보완할 수 있는 방법으로 최근 들어 많이 연구되고 있다. 본 연구에서는 metal sulfate를 이용하여 gel을 형성하고, gel을 연소하여  $Ni_{1-x}-Zn_x$  ferrite를 합성하는 auto-combustion 방법을 적용하였으며 합성되어진 ferrite를 Permalloy분말에 코팅하여 자기적 특성을 조사하였다.

#### 2. 연구방법

##### \* $Ni_{1-x}-Zn_x$ ferrite nano-particle의 합성

$NiSO_4$ ,  $ZnSO_4$ ,  $FeSO_4$ 를 적절한 당량비율로( $[Ni]+[Zn]+[Fe]=1M$ ) 섞고 물로 희석한다. 3M Citric acid 용액 150ml를 금속용액에 넣고 40°C에서 교반하며 30분간 가열한다. 가열된 용액을 높은 점성도를 가지는 gel을 형성할 때까지 150°C에서 건조한다. 건조된 gel을 자기 전개 연소반응이 일어나도록 200°C 온도에서 가열한 후 각각의 온도 (500°C, 800°C, 1000°C)에서 2시간 하소한다.

##### \*Permalloy 코팅

$NiSO_4$ ,  $ZnSO_4$ ,  $FeSO_4$ 를 적절한 당량비율로( $[Ni]+[Zn]+[Fe]=1M$ ) 섞고 물로 희석한다. 3M Citric acid 용액 150ml를 금속용액에 넣고 40°C에서 교반하며 30min간 가열한다. 가열된 용액 속에 적당량의 Permalloy분말을 넣고 높은 점성도를 가지는 분말이 포함된 gel을 형성할 때까지 150°C에서 건조한다. 건조된 gel을 자기 전개 연소반응이 일어나도록 200°C 온도에서 가열한 후 각각의 온도 (500°C, 800°C, 1000°C) 1시간 하소한다.

##### \*Characterization

입자의 XRD 및 SEM 분석은 Rigaku D/max-RC, Jeol T-330A 측정되었으며 자기적 특성은 VSM, LCR Meter[Agilent 4294A], B-H Analyzer [Iwatsu SY-8217]로 측정되었다.

#### 3. 실험결과 및 고찰

합성되는  $Ni_{1-x}-Zn_x$  ferrite 입자의 크기는 Ni, Zn, Fe등의 농도에 영향을 받았으며 Ni/Zn=1의 조건에서 합성된  $Ni_{0.5}-Zn_{0.5}$  ferrite는 약 500nm의 평균 크기를 갖는 균일한 입자가 합성되었다. Fig 1은 1000°C 에서 2시간 하소한 후 합성되어진  $Ni_{0.5}-Zn_{0.5}$  ferrite nano-particle의 SEM 사진이다. 합성되어진  $Ni_{0.5}-Zn_{0.5}$  ferrite nano-particle은 0.3-0.6 $\mu m$ 의 크기를 가졌으며 1000°C 하소로 인한 소착현상을 보였다. 이러한 소착현상은 고온에서 진행된 하소의 결과이며 하소의 온도가 낮아지면 소착현상도 감소하였다. Fig 2는 1000°C 에서 2시간 하소한 후 합성되어진  $Ni_{0.5}-Zn_{0.5}$  ferrite nano-particle의 XRD data이다. 합성된  $Ni_{0.5}-Zn_{0.5}$  ferrite는 spinel 구

조를 가졌으며 nano-meter 크기의 결정 사이지를 가졌다.

Permalloy분말의  $Ni_{1-x}Zn_x$  ferrite의 코팅은 Ni, Zn, Fe의 조성에 관계없이 수  $\mu m$ 까지 균일하게 잘 이루어졌다.

Fig 3은 Permalloy,  $Ni_{0.5}Zn_{0.5}$  ferrite, Permalloy +  $Ni_{0.5}Zn_{0.5}$  ferrite의 VSM 측정 결과이다. 3가지 물질의 VSM 측정결과  $M_s$  값은 Permalloy단독의 경우 80[emu/g],  $Ni_{0.5}Zn_{0.5}$  ferrite의 경우 70[emu/g], Permalloy +  $Ni_{0.5}Zn_{0.5}$  ferrite의 경우 60[emu/g]으로 나타났다.

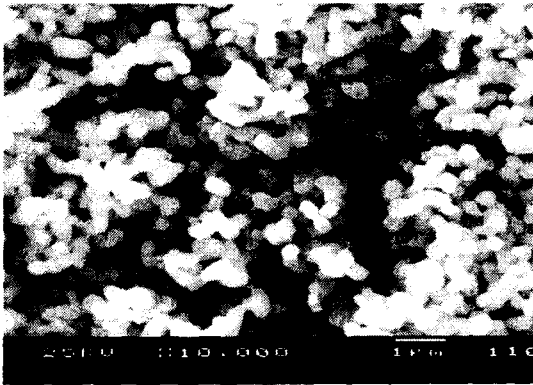


Fig 1. 1000°C 2시간 하소한 후 합성되어진  $Ni_{0.5}Zn_{0.5}$  ferrite nano-particle의 SEM 사진.

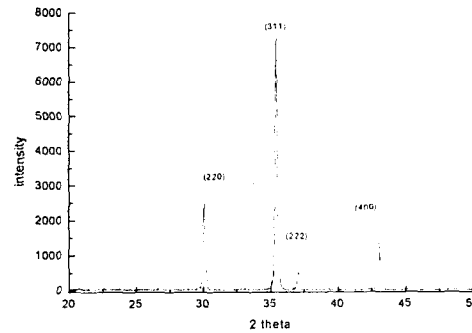


Fig 2. 1000°C 에서 2시간 하소한 후 합성되어진  $Ni_{0.5}Zn_{0.5}$  ferrite nano-particle의 XRD pattern.

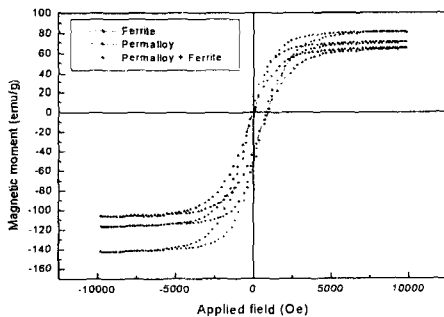


Fig 3. Permalloy,  $Ni_{0.5}Zn_{0.5}$  ferrite, Permalloy +  $Ni_{0.5}Zn_{0.5}$  ferrite의 Magnetization curves.

#### 4. 결론

$Ni_{1-x}Zn_x$  ferrite는  $NiSO_4$ ,  $ZnSO_4$ ,  $FeSO_4$ 와 Citric acid를 출발물질로 하여 auto-combustion방법으로 합성하였다. 합성되어진  $Ni_{1-x}Zn_x$  ferrite 입자는 수백 나노미터의 균일한 크기를 가졌다.

Permalloy분말 표면에 코팅되어진  $Ni_{1-x}Zn_x$  ferrite는 수  $\mu m$ 까지 코팅이 가능하였으며 우수한 자기적인 특성을 나타내었다.

#### 5. 참고문헌

1. E.M.. Gundlach, P.K. Gallagher, Thermochim. Acta 318 (1998) 15.
2. P.S. Anil Kumar, J.J. Shorotri, S.D. Kulkarni, C.E. Deshpande, S.K. Date, Mater. lett. 27 (1996) 293
3. A.Goldman, Modern Ferrite Technology, Van Nostrand Reinhold, Newyork, 1990, p. 15\