

## 초음파 분무 열분해법으로 합성한 NiZn 페라이트 분말의 미세구조 및 자기 특성

요업기술원 남중희\*, 김민상, 박상진, 김효태, 정상진

### MICROSTRUCTURE AND MAGNETIC PROPERTY OF NiZn-FERRITE POWDER SYNTHESIZED BY ULTRASONIC SPRAY PYROLYSIS PROCESS

KICET Joong-Hee NAM\*, Min Sang KIM, Sang Jin PARK, Hyo Tae KIM, Sang Jin JUNG

#### 1. 서론

다성분계 세라믹스에 대하여 초미립 및 나노 분말을 제조하기 위해 공침법, 비정질 citrate법, 무기 금속염을 이용한 sol-gel법, 분무 열분해법 등과 같이 비교적 단순한 공정이면서 입도 분포가 좁고 재현성이 우수한 구형의 초미립 또는 나노 분말의 제조에 적합한 방법들이 많이 연구되고 있다[1-3].

분무 열분해법은 출발물질로 용액을 사용하고 미세한 액적(droplet)을 초음파 분무 후 열분해하여 분말을 합성하는 방법으로, 입자의 조성이 균질하고 구형의 형상을 갖는 우수한 결정상을 얻을 수 있다. 특히, 별도의 열처리 공정 없이 출발물질에서 최종 생성물까지 연속 공정화가 가능하며, 미량의 성분을 첨가할 때에도 균일한 화학 반응을 유도할 수 있는 장점을 갖고 있다.

이 연구에서는 metal nitrates를 사용하여 균질한 수용액을 제조하여 초음파 분무 열분해(Ultrasonic Spray Pyrolysis, USP)법으로 NiZn 페라이트 입자를 합성하였으며, 그 특성 변화를 검토하였다.

#### 2. 실험방법

$Ni_{1-x}Zn_xFe_2O_4(x=0.0\sim 1.0)$ 의 조성에 대해 USP 공정을 이용하여 페라이트 분말을 합성하기 위하여 stock solution의 농도는 0.1M로 하고, 출발 원료인 각 성분의 metal nitrates와  $H_2O$ 를 일정 비율로 칭량하여 충분히 혼합한 후 각각의 solution을 합하여 1ℓ의 반응 용기 내에서 교반시켰다. 그리고, 교반시킨 혼합 상태의 용액을 초음파로 분무하여 미세 액적을 형성시켜 air blowing 시키면서 furnace로 보내어 열분해되도록 하였으며, furnace 온도는 900℃로 고정하였다. 제조된 분말에 대하여 XRD, FE-SEM, VSM, TEM 등의 분석을 통하여 특성 평가하였다.

#### 3. 결과

이 연구에서는 NiZn 페라이트 분말을 제조함에 있어서 USP 공정을 사용하였으며, 합성한 분말 입자의 미세구조 및 자기 특성을 검토하고자 하였다. 특히, 연속 공정으로서 분무에서 열처리까지 동시에 이루어짐으로써 단일상의 스피넬 구조를 갖는 NiZn 페라이트 분말을 얻을 수 있었다(Fig. 1). 특히, Fig. 2에 나타난 바와 같이, 열분해 과정에서 형성된 구형의 입자는 nano-pore들이 관찰되었으며, 이러한 NiZn 페라이트 분말의 나노 구조가 자기 특성에 미치는 영향을 검토하였다.

합성한 NiZn 페라이트 분말의 자기 특성에 대한 온도 의존성을 검토하기 위해 상온과 저온(77 K)에서 VSM으로 포화자화( $M_s$ ) 및 보자력( $H_c$ )을 측정한 결과, 77 K에서의  $M_s$  및  $H_c$  값이 상온의 경우보다 현저하게 큼을 확인할 수 있었다(Fig. 3). 즉, 이 연구에서 합성한 NiZn 페라이트 분말의 나노 크기 입자들이 열분해 과정에서 무질서한 배열을 갖는 solid layer를 형성함으로써, 전체적으로는 superparamagnetic behavior를 나타내는 것[4]이라고 판단된다.

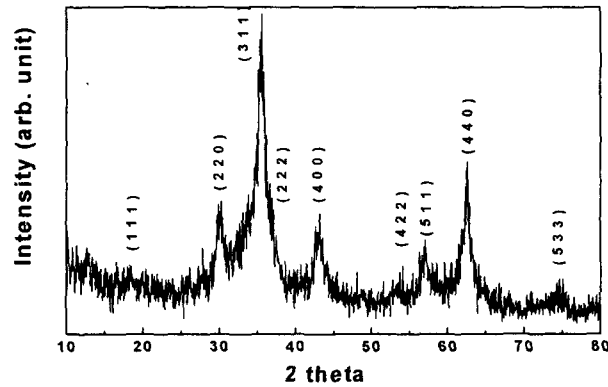


Fig. 1. XRD pattern of  $Ni_{0.6}Zn_{0.4}Fe_2O_4$  powder fired at  $900^\circ C$  by USP process.

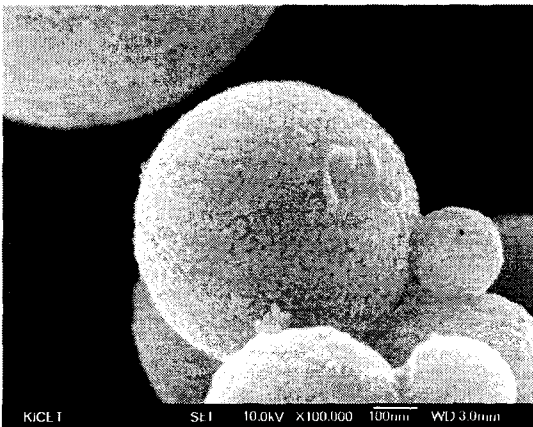


Fig. 2. FE-SEM image of  $Ni_{1-x}Zn_xFe_2O_4$  ( $x=0.4$ ) powder prepared by ultrasonic spray pyrolysis process in this study.

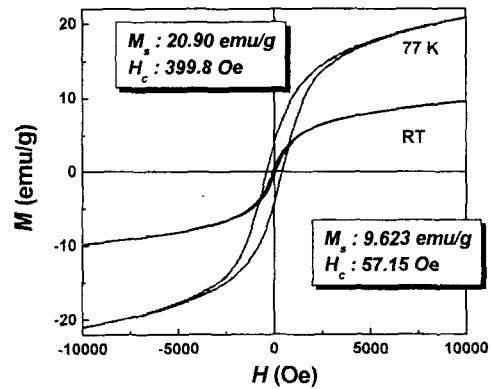


Fig. 3. Magnetic measurement of  $Ni_{1-x}Zn_xFe_2O_4$  ( $x=0.4$ ) powder measured at room temperature and 77 K.

#### 4. 참고문헌

- [1] S. H. Zhang, G. L. Messing and M. Borden, *J. Am. Ceram. Soc.*, 73(1), 61(1990).
- [2] 김복희, 이정형, 윤연현, 최의석, 정웅기, *한국요업학회지*, 32(10), 1169(1995).
- [3] G. H. Maher, C. E. Hutching and S. D. Ross, *Am. Ceram. Soc. Bull.*, 72(5), 72(1993).
- [4] S. Chikazumi, *Physics of Magnetism*, John Wiley & Sons, Inc. (1964).