

Ni-Zn-Ferrite의 AgO첨가에 따른 소결 특성과 자기적 특성 (Characterization of Ni-Zn-Ferrite added with AgO and its magnetic property)

홍승희*, 박지환, 김종렬

한양대학교 공과대학 금속재료공학과, 경기도 안산시 상록구 사1동 1271

1. 서론

휴대용 전자기기의 발달로 인하여 전자제품들의 고주파화 및 소형화에 대한 요구가 계속적으로 증가하고 있다. 이러한 요구에 부응하기 위하여 전자기 부품 또한 보다 소형화, one-chip화 되고 있다. 전자기 부품 중 수동소자(R, L, C)는 현재 개별적 chip형으로 널리 사용되고 있으나 모듈에 사용되는 모든 수동소자를 저온동시소성(LTCC : low temperature co-fired ceramics)하여 소형화, 고기능성, 원가절감을 동시에 추구하려는 추세에 있다[1],[2],[3]. 저온동시소성 연구는 현재까지 캐패시터 소자의 개발에 주력하고 있으나 통합적인 모듈의 구현은 물론 전자기파의 간섭의 효과를 차단하기 위해서는 새로운 인덕터 소재의 개발이 절실한 실정이다. 현재까지 저온동시소성용 재료로서 각광받고 있는 소재는 Ni-Zn-Ferrite계로서 이 재료는 다른 ferrite계에 비하여 비교적 높은 주파수 대역에서 응용이 가능하고, 비저항이 매우 높아 인덕터로 제조시 손실을 줄일 수 있고, 열적 안정성이 뛰어나 과거에서 부터 널리 사용되어진 재료이다.[4] 그러나 저융점의 전극과 동시소성을 위해서는 현재 벌크의 소결 온도가 약 1200 °C인 ferrite의 소결 온도를 900 °C이하로 낮추어 전극재료와의 확산과 수축을 방지하여야 한다.[5] 따라서 본 연구에서는 다성분계 ferrite를 저온동시소성하기 위하여 비표면적이 매우 큰 나노입자로 제조하고, 소결 조제로 AgO를 첨가하여 AgO의 첨가량에 따른 소결 특성과 자기적 특성을 알아보고자 하였다.

2. 실험방법

AgO 소결 조제의 첨가에 따른 소결 거동의 변화와 자기적 특성을 관찰하기 위하여 분말의 조성은 (0.5)Ni-(0.5)Zn-Ferrite에 AgO를 0.1wt%, 0.5wt%, 1wt%, 3wt%, 5wt%를 첨가하는 것으로 하였다. 나노 분말의 제조는 99.9%의 Ni(NO₃)₂·6H₂O, Zn(NO₃)₂·6H₂O, Ag(NO₃), Fe(NO₃)₂·9H₂O의 단일성분계 금속염(nitrate)을 에탄올에 용해하여 화학적인 기상법으로 합성하여 나노분말을 제조하였다. 합성한 4성분계 분말은 700°C에서 1시간 하소한 후 20시간동안 습식으로 ball milling하여 각기 다른 조성의 분말을 제조하였다. 소결을 하기 위한 분말의 성형은 5φ와 10φ 몰드로 행하였으며, 성형 압력에 따른 소결 특성을 고찰하기 위하여 성형 압력을 0.5ton, 1ton, 1.5ton으로 다르게 행하였다. 성형체의 소결은 상압 튜브 로에서 800°C, 850°C, 900°C, 950°C, 1000°C에서 5시간동안 행하였다. 이와 같이 제조한 Ni-Zn-Ferrite + X wt%AgO 분말의 특성을 다음과 같이 알아보았다. 밀도는 아르키메데스 법을 이용하여 측정하였고, XRD를 이용하여 분말과 소결체의 상분석을 하였으며, SEM과 TEM으로 미세구조를 분석하였고, 소결체의 포화 자화, 자기이방성상수, 보자력, 투자율 등은 VSM, permeability measuring system으로 측정하였다.

3. 실험결과 및 고찰

Ni-Zn-Ferrite에 AgO를 첨가하여 제조한 분말을 XRD를 이용하여 결정상 분석결과 700°C 이상에서 1시간 하소한 분말에서 Ni-Zn-Ferrite는 완전한 spinel상으로 존재하는 것을 알 수 있었다. 소결체의 경우 800°C 이상 모든 온도 조건에서 spinel상이 존재함을 알 수 있었다. 700°C 하소 한 분말을 Scherrer식을 이용하여 입자 크기를 계산한 결과 25-30nm로 나타났다. Fig. 1.은 700°C에서 1시간 등

안 하소환 (0.5)Ni-(0.5)Zn-Ferrite+AgO(1wt%)의 분말을 TEM으로 관찰한 사진이다. 사진에서 보여지는바와 같이 입자 크기는 30-40nm로, Scherrer식을 이용하여 입자 크기를 계산한 결과와 일치함을 알 수 있었다.

소결체의 밀도는 AgO의 첨가량이 증가함에 따라서 증가를 보였고, 이는 소결 조제로 사용된 AgO가 소결체 내에 일부 액상을 형성하면서 물질 이동이 용이해짐에 따라 기공율이 감소하여 소결체를 치밀화 시켰을 것으로 판단된다.

AgO첨가에 따른 VSM 측정 결과 AgO의 첨가량이 증가함에 따라서 포화 자화값이 감소하는 경향을 나타내었으며, 투자율의 경우도 AgO의 첨가량이 증가함에 따라서 감소하는 경향을 나타내었다. 이는 AgO의 첨가량이 증가되면 소결 조제로 사용되는 AgO가 결정 입계에 액상으로 편석 되어 균일한 결정립을 형성하지 못하고, 입계 편석 현상으로 인한 내부 응력이 증가하여 투자율이 감소하는 것으로 판단된다.

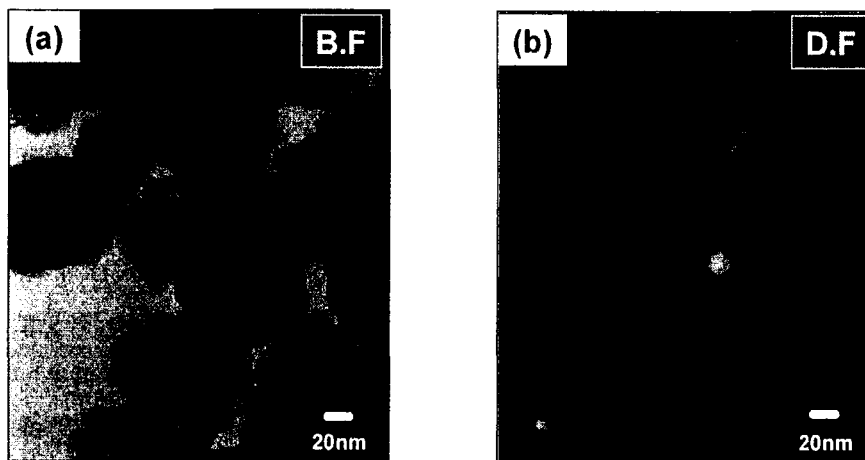


Fig. 1. TEM microstructure of Ni-Zn-Ferrite + AgO(1wt%) calcined at 700°C for 1hr.

4. 참고문헌

[1]Chi-Shiung Hsi, De-Fuang Chen, Fang-Min Shieh, Shen-Li Fu, *Mater. Chem. Phys.* 9505, 1-6, (2002).
 [2]Chul Won Kim, Jae Gui Koh, *J. Magn. Magn. Mater.* 257 , 355-368,(2003).
 [3]C.Y. Ysay, K.S. Liu, T.F Lin, I.N. Lin, *J. Magn. Magn. Mater.* 209, 189-192, (2000).
 [4]T. Nakamura, *J. Magn. Magn. Mater.* 168, 285-291, (1997).
 [5]Xiwei Qi, Ji Zhou, ZhenXing Yue, Zhilun Gui, Longtu Li, *J. Magn. Magn. Mater.* 251, 316-322, (2002).