

소결조건이 Ta_2O_5 첨가된 Mn-Zn 페라이트의 전력손실에 미치는 영향

황진현 · 한승기* · 한영호

성균관대학교 재료공학과

*이수세라믹(주)

Effects of Ta_2O_5 Addition and Sintering Condition on the Power Loss of Mn-Zn Ferrites

J.H. Hwang, S.K. Han* and Y.H. Han

Department of Materials Engineering Sung Kyun Kwan University, Suwon, Korea

*ISU ceramics

요약 고주파 저손실 재질로 사용되고 있는 Mn-Zn 페라이트의 제조공정 중 소결조건과 Ta_2O_5 첨가가 Mn-Zn 페라이트의 전력손실에 미치는 영향에 대해서 연구하였다. 등조성선을 따라 냉각하기 위하여 컴퓨터를 사용해서 정확하게 산소분압을 조절하였으며 적절한 등조성선을 선택함으로써 보다 좋은 손실특성을 얻을 수 있었다. $CaO-SiO_2$ 첨가계에 Ta_2O_5 를 0ppm에서 400ppm으로 변화시켜 가며 첨가하였으며, Ta_2O_5 가 400ppm 첨가되었을 경우 균일한 grain 성장과 더불어 낮은 전력손실을 나타내었다. 온도에 상응하는 상평형 산소분압을 정확히 맞춰 냉각할 경우 전력손실 최소값이 질소 분위기에서 냉각시킨 시편보다 높은 온도쪽으로 이동됨도 확인할 수 있었다.

Abstract The effects of Ta_2O_5 addition and oxygen partial pressure during sintering and cooling process have been investigated on the high frequency low loss Mn-Zn ferrites. The cooling step was precisely controlled by the computer aided mass flow controller. The isocompositional cooling curve improved the power loss characteristics. Ta_2O_5 was added to Mn-Zn ferrites in addition to $CaO-SiO_2$ additive system. The addition of 400 ppm Ta_2O_5 developed homogeneous grain size distribution and showed the lower power loss. The power loss minimum shifted to the higher temperature at the precisely controlled cooling process than at the nitrogen only cooling.

1. 서 론

전자기기의 소형화 추세로 전원공급장치(switching mode power supply)의 소형화가 불가피해지고 있다. SMPS 출력은 동작 주파수에 비례하여 증가하며 동일 효율을 나타내는데 있어 주파수의 증가는 자속의 단면적의 감소를 가져올 수 있으므로 SMPS의 소형화는 작동 주파수를 증가시킴으로서 가능해진다. 그러나 고주파에서 SMPS가 작동될 때 트랜스포머에서 eddy current loss에 의한 전력손실 때문에 발생된 열은 코아 자체의 온도 뿐만이 아니라 주위의 온도를 높여줌으로서 주변 부품의 성능을 저하시키게 된다. 따라서 soft ferrite는 SMPS의 고주파 영역으로의 사

용 범위가 확대됨에 따라 코아의 소형화와 함께 코아 물질의 전력손실을 최소화하는 방향으로 개발되고 있다. 일반적으로 SMPS 코아 재질로서 산화물 자성재료가 많이 쓰이고 있으며, 특히 Mn-Zn 페라이트는 다른 세라믹 페라이트 보다 투자율이 높고 포화 자화값이 크기 때문에 트랜스포머 재질로 많이 사용되고 있다¹⁾. 세라믹 연자성 재질이 금속보다 낮은 포화자속 밀도를 가지나, 보다 높은 전기 절연성을 갖고 있기 때문에 고주파 재질로 응용되고 있다. 페라이트코아의 전력손실은 hysteresis loss, eddy current loss, residual loss로 구성되어 있으며 수백 KHz 이상의 SMPS 작동 주파수에서는 eddy current loss가 전력손실의 주된 기구로 알려져 있다²⁾. Hysteresis

loss는 자구벽의 이동에 대한 방해 때문에 생기는 손실로서 자성체 안에 축적되는 에너지(hysteresis loop)가 열에너지로 변하여 자성체의 온도를 상승시키게 된다. Eddy current loss는 줄(Joule)열에 의한 온도의 상승으로 나타난다. 코아에 자속이 변화하면 이러한 변화를 방해하는 방향으로 기전력이 발생하여 전류(eddy current)가 흐르게 된다. 전류가 흐르면 도체(코아)의 저항에 의해 줄열이 발생하게 되는 데 이것이 바로 eddy current loss가 된다. Residual loss는 낮은 induction level에서만 중요하기 때문에 대용량 magnetic flux를 다루는 power application에서는 무시할 수 있다³⁾.

Mn-Zn 페라이트의 전기전도 기구는 스피넬 구조내의 octahedral site에 존재하는 ferrous 이온(Fe^{2+})과 ferric 이온(Fe^{3+}) 사이의 전자 hopping에 의하여 이루어지며, charge carrier의 농도는 ferrous 이온에 의하여 지배된다⁴⁾. 고주파에서 eddy current loss를 효과적으로 줄이기 위해서는 ferrous 이온의 농도를 감소시켜 코아의 저항을 높여야 한다. 그러나 ferrous 이온농도는 hysteresis loss와 밀접한 관계가 있는 자기이방성상수(K_1)를 zero로 하는 온도를 결정하기 때문에 ferrous 이온농도 제어에 의한 전기전도도 감소에는 한계가 있다. 낮은 전력손실을 나타내기 위해서는 먼저 화학조성 면에서 저손실의 기본특성을 만족시키는 조성을 선택해야 하며, 공정면에서 미세 구조의 제어를 통해 작은 grain 크기를 갖도록 해야한다. 동시에 산화물 첨가제를 넣어 입계에 고저항층을 형성시킴으로서 eddy current의 loop를 효과적으로 차단시키는 방법과 소결과 냉각시 산소분압을 조절하여 grain과 grain boundary의 산화상태에 영향을 주어 절연특성을 향상시키는 방법을 고려할 수 있다. 일반적으로 전력손실은 다양한 산화물 첨가제에 의하여 낮출 수 있다. 첨가되는 산화물이 grain boundary에 편석되어 절연층을 형성하기 때문이다⁵⁾. 대표적인 산화물로는 CaO , SiO_2 , Ta_2O_5 , Nb_2O_5 등이 있으며 이중 Ta_2O_5 는 저온소결제로서 grain 성장을 억제하는 효과가⁶⁾, Nb_2O_5 는 고온에서 낮은 전력손실을 얻는데 효과적이라고 알려져 있다⁶⁾. 일반적으로 CaO 와 SiO_2 는 Mn-Zn ferrite에 첨가되는 대표적

인 산화물이다. 이러한 첨가제에 제 3의 산화물을 첨가함으로서 첨가제에 의한 효과를 극대화할 수 있는데, Mochizuki 등은 CaO 와 SiO_2 첨가제에 제 3의 첨가제로 Na_2CO_3 , La_2O_3 , HfO_2 를 첨가하여 그 효과를 보고한 바 있다⁷⁾. 본 실험에서는 기존의 실험을 통하여 $CaO-SiO_2$ 첨가량을 정한 상태에서 Ta_2O_5 를 제 3의 첨가제로 선택하여 그에 따른 전자기적 물성을 관찰하였다. Ta_2O_5 첨가효과는 $CaO-SiO_2$ 계에 첨가됨으로서, 초기투자율은 증가하고 hysteresis loss는 감소하며 loss-factor는 낮아진다는 보고가 있다⁸⁾. 재질의 비저항값이 ferrous 이온의 농도와 입계물질의 절연저항값에 따라 결정되기 때문에 저손실 페라이트를 개발하려는 목적에서 많은 연구자들이 ferrous 이온농도를 사용하여 소결조건과 손실특성의 상호관계를 보고한 바 있다^{4), 9), 10)}. 소결온도와 산소분압의 함수로 Mn-Zn 페라이트내의 ferrous 이온의 양을 결정하려는 노력이 Blank¹¹⁾, Morineau¹²⁾, Slick¹³⁾ 등에 의하여 이루어졌다. 이들은 온도와 산소분압의 함수로 ferrous 이온의 양을 측정하여 Mn-Zn 페라이트의 단일상 영역을 결정하였다. Ferrous 이온의 양은 온도-산소분압 조건에 따라 일정하게 유지되며, 조성에 관계없이 일정한 기울기를 갖는다는 사실이 관찰되었다. 온도와 산소분압의 관계를 다음과 같은 식으로 나타내었다¹¹⁾.

$$\log P_{O_2} = A - \frac{14540}{T} \quad (\text{Eq. 1})$$

P_{O_2} : oxygen partial pressure

A : atmosphere parameter

T : temperature($^{\circ}\text{K}$)

Fig. 1은 냉각시 온도와 산소분압의 관계로부터 Mn-Zn 페라이트의 스피넬 안정영역을 나타낸 상평형도이다¹³⁾. 스피넬이 안정한 영역, 스피넬과 $\alpha-\text{Fe}_2\text{O}_3$ 가 안정한 영역, $\alpha-\text{Fe}_2\text{O}_3$ 과 $\beta-\text{Mn}_2\text{O}_3$ 가 안정한 영역의 3부분으로, 상경계를 사이에 두고 나뉘어지고 있음을 알 수 있다. 각 영역내에 있는 등기울기의 선들은 등조성선으로서 일정한 ferrous 이온의 양을 나타내는 선들이다. 윗쪽의 선으로 올라갈수록 적은 ferrous 이온의 양을 가짐을 나타낸다. 또한 특정 상영역에 위치하기 위한 변수가 온도와 산소분압임을 알 수 있다. Mn-Zn 페라이트의 기본구조는 스피넬상이며 그 구조

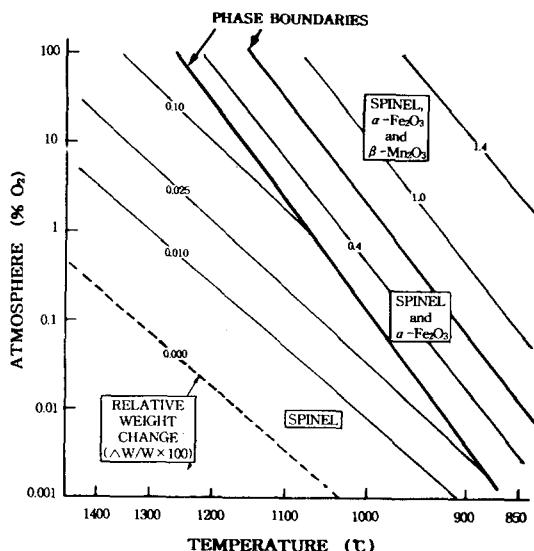


Fig. 1. Equilibrium weight changes as oxygen in the Mn-Zn system¹¹⁾.

로 인하여 원하는 전·자기적 특성을 얻을 수 있다. 따라서 소결과 냉각시 산소 분압을 적절히 조절하여 페라이트의 최종 상이 이러한 스피넬 안정 영역내에 머무르도록 하는 것이 중요하다. 등조성선을 따라 산소분압을 조절하지 않을 경우는 환원성 분위기인 질소 분위기하($0.01\sim0.001\% O_2$)에서 냉각시킴으로서 이러한 스피넬 안정영역에 머무르도록 하고 있다. 온도에 상응하는 산소분압을 조절하여 페라이트의 산화상태(Fe^{2+} 이온의 양)를 조절할 수 있는 상평형영역은 산소 확산속도 때문에 소결온도로 부터 대략 $1000^{\circ}C$ 까지이며 이온도영역에서 산소분압조절이 매우 중요하다. 온도가 $1000^{\circ}C$ 이하로 낮아지게 되면 산소의 확산계수가 낮기 때문에 페라이트의 산화상태를 상평형에 따라 변화시켜주기 매우 어렵다.

본 연구에서는 고주파에서 낮은 전력손실을 얻기 위하여 소결공정을 통하여 다음과 같은 실험을 수행하였다. 1) 입계 고저항층을 형성하여 고주파에서 효과적으로 전력손실을 낮추는 산화물 첨가제로서 Ta_2O_5 를 선택하였다. 2) 일정한 Fe^{2+}/Fe^{3+} ratio를 갖게하기 위하여 산소분압을 조절하면서 등조성선을 따라가면서 냉각조건을 변화시킬 때 나타나는 전자기적 특성을 연구하였다.

Table 1. Impurities in calcined powder

불순물	Na ₂ O	NiO	Cr ₂ O ₃	CaO	SiO ₂
함량(ppm)	42	101	210	25	82
분석방법	A.A	A.A	A.A	A.A	XRF

2. 실험 방법

출발조성으로 고주파 저손실재질의 기본특성을 만족시키는 조성인 54mol% Fe_2O_3 -37mol% MnO -9mol% ZnO 를 선택하였다¹⁵⁾. 적은 양의 첨가제를 넣는 실험의 경우 원료 자체가 포함하고 있는 불순물의 함량이 중요하다. 본 실험에서는 Fe_2O_3 원료는 50ppm 이하의 SiO_2 를 불순물로 포함하고 BET $4.25m^2/g$ 인 hematite를 사용하였고, $MnCO_3$ 와 ZnO 는 순도 99.9 + %인 Aldrich사의 G.R.급 시약을 사용하였다. 하소 후 전체 불순물 함량을 Table 1에 나타내었다.

칭량한 원료 분말을 스테인레스볼과 jar를 이용하여 습식법으로 혼합한 뒤 알루미나 도가니에 담아 $900^{\circ}C$ 에서 4시간 동안 하소하였다. 하소가 끝난 분말을 조분쇄한뒤 첨가제로 $CaO-SiO_2$ system 300ppm과 Ta_2O_5 를 넣어 planetary type의 mill을 이용하여 3시간 동안 미분쇄하였다. 밀링이 끝난 slurry에 바인더로 PVA(polyvinyl alcohol)를 액상형태로 1wt% 넣은 후 atomizer type의 분무건조기를 이용하여 건조시켰다. 건조가 끝난 과립화 된 분말에 윤활제로 Zn stearate를 0.2wt% 첨가한 뒤 약 1.7ton/cm²의 압력으로 외경 30mm, 내경 20mm, 높이 10mm를 가지는 toroid 형태의 성형체를 만들었다. 소결은 tube furnace를 사용하여 end cap이 부착된 alumina tube 내에서 $1330^{\circ}C$ 에서 3시간 동안 수행하였다. 냉각시 등조성선을 따라가기 위하여 컴퓨터와 MFC(mass flow controller)를 이용하여 상평형에 따른 산소분압을 정확하게 조절하였다. 이때 분위기 gas는 air, O_2 , N_2 (<50ppm O_2 함유)를 사용하였다. 상온 비저항의 측정은 코아를 직육면체의 시편으로 가공한 후 직류 4 전극법으로 Keithley 224 전류공급기와 Keithley 2000 DMM을 사용하였다. 전력손실은 watt-meter를 이용하여 2000 Gauss의 자속밀도와 100KHz 하에서 온도에 따른 단위부피

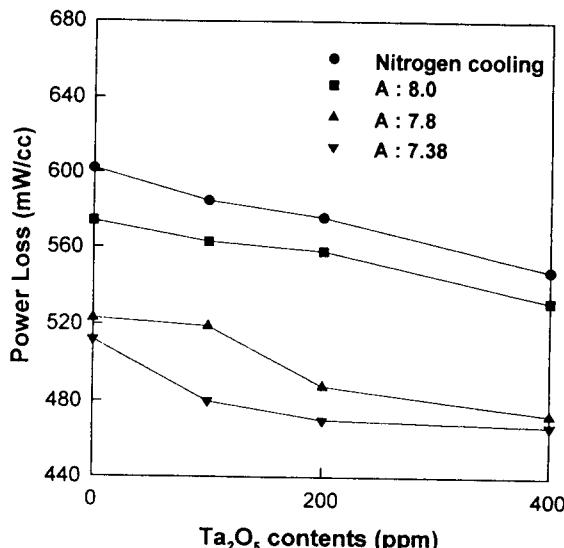


Fig. 2. Power loss of Mn-Zn ferrites at various atmosphere parameters as a function of Ta_2O_5 content (100°C, 200mT, 100KHz)

당 손실을 측정하였다. 미세조직은 광학현미경과 image analyzer를 사용하여 관찰하였다.

3. 결과 및 고찰

Fig. 2에 냉각조건과 Ta_2O_5 첨가량이 전력손실에 미치는 영향을 나타내었다. 냉각시 환원성 분위기인 질소 분위기에서 냉각을 시킨 경우 보다는 상평형에 따라 산소분압을 조절 (Eq. 1의 A값 조절)할 경우 낮은 전력손실을 나타내고 있다. 또한 모든 냉각조건에서 Ta_2O_5 양이 0에서 400ppm으로 증가함에 따라 전력손실은 낮아지고 있음을 알 수 있다. 산소분압을 Eq. 1에 의한 상평형식에 따라 조절하지 않고 질소분위기에서만 냉각할 때 나타나는 높은 전력손실은 스피넬상이 상평형을 이루지 못하고 냉각되기 때문에 균일한 ferrous 이온농도의 스피넬상을 갖지 못하기 때문에 나타나는 현상으로 보인다. 냉각시 A(atmosphere parameter) 값이 감소함에 따라 전력손실이 낮아지는 현상이 관찰되었다. A 값을 8.0, 7.8, 7.38로 선택하여 등조성을 따라 냉각시켜서 ferrous 이온이 일정하게 유지되는 균일한 농도의 스피넬상을 얻을 수 있도록 온도에 상응하는 분압을 조절하였다. 일반적으로 초기투자율의 제2최대치(second peak maximum)가 나타나는 온도(T_{spm})에서 전력손실은 최소가,

자기이방성상수(K_1)는 zero가 된다¹⁶⁾. 그리고 ferrous 이온농도와 T_{spm} 은 밀접한 관계를 가지고 있으며 ferrous 이온농도가 증가함에 따라 T_{spm} 은 낮아진다고 알려져 있다⁷⁾. A 값은 이러한 ferrous 이온 농도를 지배하는 factor로서 전력손실의 최소값이 나타나는 온도에 영향을 준다. A 값이 증가하여 높은 산화상태가 되면 T_{spm} 은 높아지며 ferrous 이온농도의 감소로 절연저항이 커지게되어 eddy current loss는 줄어들게 된다. 그러나 이러한 eddy current loss 감소효과는 hysteresis loss와 연관된 K_1 값의 온도의존성을 고려해 볼 때 매우 제한적이다. Fig. 2에서처럼 A 값이 7.38로 낮아질수록 ferrous 이온의 증가로 eddy current loss에 의한 높은 전력손실이 예측되나 Ta_2O_5 첨가량에 상관없이 낮은 전력손실을 보이고 있는 이유는 T_{spm} 과 연관된 hysteresis loss의 보다 큰 감소에 원인이 있다고 사료된다. Hysteresis loss 면에서 보면 T_{spm} 에서 K_1 은 zero가 되고 hysteresis loss는 최소가 되기 때문에 T_{spm} 을 조절하여 효과적으로 전력손실을 감소시킬 수 있다. Fig. 3에서 Ta_2O_5 400ppm 첨가된 경우의 A 값에 따른 전력손실을 온도에 따라 표시하였다. A 값이 7.38로 감소할수록 전력손실 최소값이 나타나는 온도가 상대적으로 낮은 온도인 100°C에 가까워짐을 알 수 있다. 이러한 현상은 T_{spm} 이 100°C에서 나

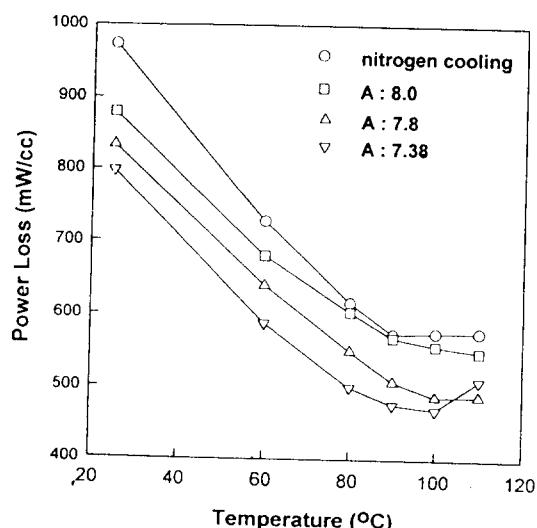


Fig. 3. Temperature dependence of power loss at various atmosphere parameters (200mT, 100KHz).

타남에 따른 hysteresis loss의 감소효과 때문이라 생각되며 모든 Ta_2O_5 첨가수준에서 동일한 결과를 얻었다. 이러한 현상은 다음 절에서 언급되겠지만, Ta_2O_5 는 입계물질로서 첨가량에 관계없이 T_{spm} 에 영향을 주지 않는 것으로 보인다. 따라서 선택되어진 A값의 범위내에서 상대적으로 낮은 A값은 eddy current loss 면에서 불리하지만 hysteresis loss 면에서는 유리한 산소분압조건이 될 수 있다.

Otsuki 등에 의하면 전력손실은 eddy current loss와 hysteresis loss로 구성되어 있으며 약 100KHz 정도의 주파수에서 두가지 손실이 50:50으로 기여한다고 보고하였다⁹⁾. 반면 Stijntjes 등은 500 KHz 까지는 전체손실에서 eddy current loss가 차지하는 비중은 작으며 상대적으로 hysteresis loss가 중요하다고 보고한 바 있다¹⁶⁾. 본 실험결과 100KHz의 주파수 영역에서는 두가지 전력손실 기구중 hysteresis loss의 감소가 전체 전력손실을 낮추는 주된 요인이라 사료된다. Fig. 4는 Ta_2O_5 400ppm 첨가된 시편의 전력손실을 주파수로 나눈값(P_L/f)을 주파수의 함수로 냉각조건에 따라 나타낸 것이다. Otsuki 등이²⁾ 사용한 방법으로 기울기는 eddy current loss를, y 절편은 hysteresis loss를 나타낸 값이다. A 값이 낮아짐에 따라 나타나는 특징있는 현상은 y

절편의 큰 감소이다. 기울기의 변화보다는 y 절편의 변화가 두드러지는 것으로 보아 hysteresis loss의 감소가 낮은 전력손실을 얻는 데 더욱 큰 기여를 한 것으로 보이며, 이러한 현상은 Fig. 2에서 A 값이 감소함에 따라 나타나는 낮은 전력손실이 hysteresis loss의 감소에 따른 효과라고 가정한 것과 일치한 결과이다.

Fig. 5에 Ta_2O_5 첨가량에 따른 전력손실을 4가지 Ta_2O_5 의 첨가 level에서 온도의 함수로 나타내었다. 온도가 증가함에 따라 전력손실은 감소하였으며, 전력손실의 최소값이 나타나는 온도는 100°C 이상에서 나타남을 관찰할 수 있었다. 또한 전력손실의 최소값이 나타나는 온도는 첨가량과 무관하다는 사실도 확인하였다. Ta_2O_5 첨가량이 0에서 400ppm으로 증가함에 따라 모든 온도에서 전력손실은 감소하였고 최소값이 나타나는 온도가 첨가량과 무관한 것으로 미루어 보아 Ta_2O_5 가 스피넬격자 내에 용해되어 ferrous 이온농도를 변화시킨 것으로 보이지 않는다. 이러한 결과는 Ishino 등이 보고한 Ta_2O_5 첨가는 전력손실을 감소시키며 최소값이 나타나는 온도와 무관하다는 결과와 일치하는 현상이다. 그들은 Ta_2O_5 는 입내물질이기 보다는 입계물질로 간주하였다¹⁷⁾.

Fig. 6에는 주파수로 나눈 전력손실(P_L/f)을

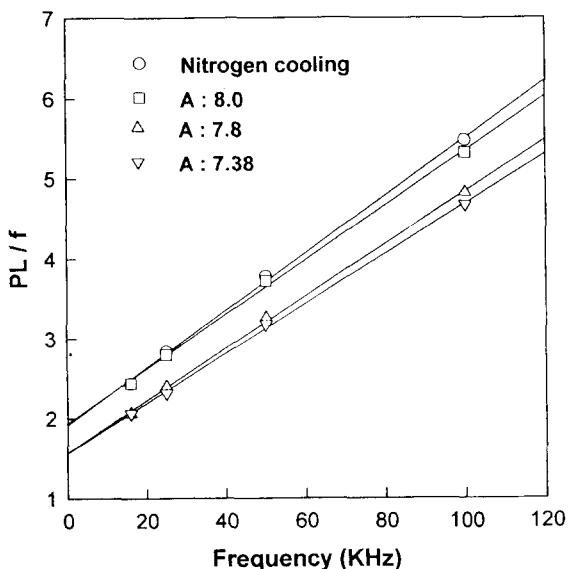


Fig. 4. Power loss/frequency(P_L/f) at various atmosphere parameters as a function of frequency (100°C, 200mT).

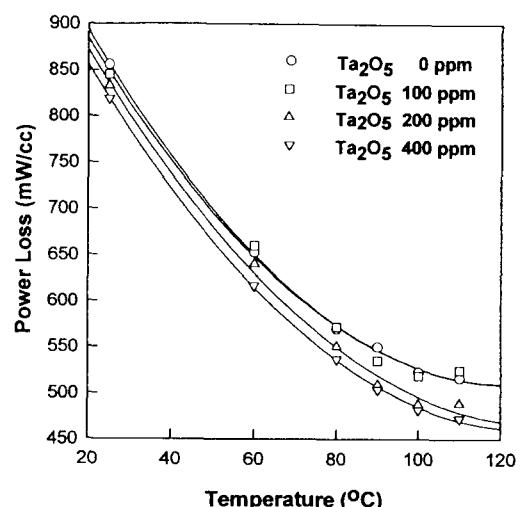


Fig. 5. Temperature dependence of power loss at various Ta_2O_5 contents (200mT, 100KHz, A=7.8).

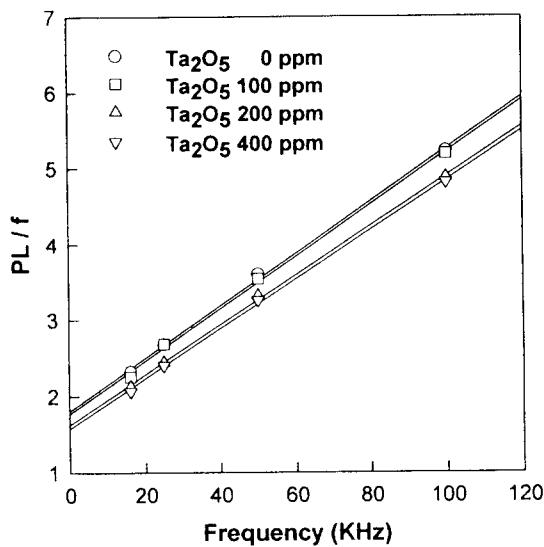


Fig. 6. Power loss/frequency (P_L/f) at various Ta_2O_5 contents as a function of frequency($100^\circ C$, $200mT$, $A=7.8$).

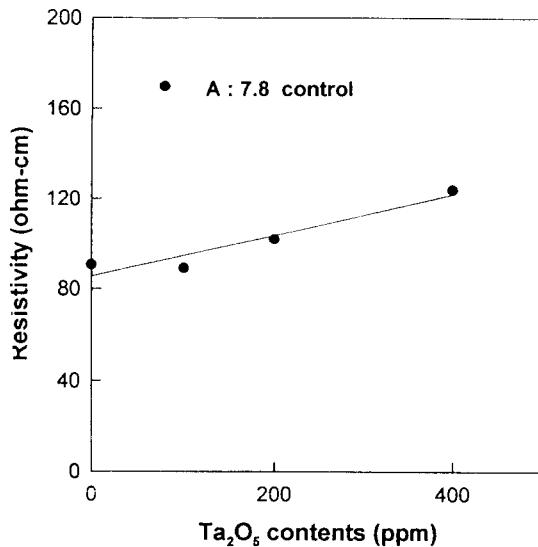


Fig. 7. Effect of Ta_2O_5 contents on the bulk resistivity at room temperature.

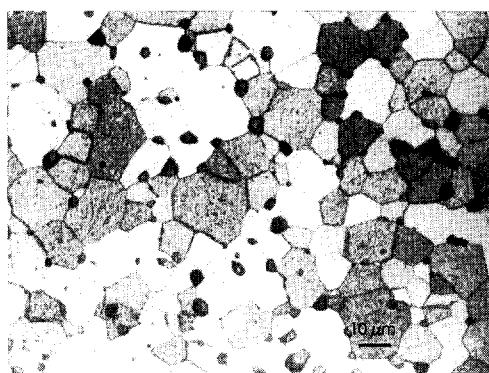
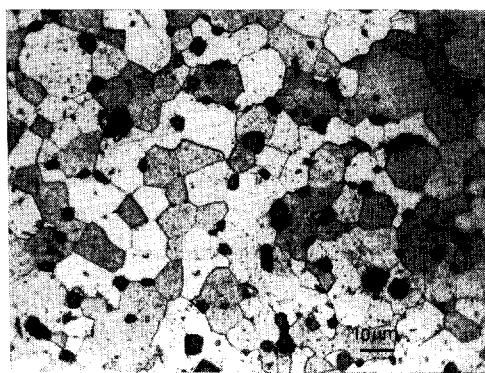


Fig. 8. Microstructure of a) undoped and b) Ta_2O_5 400ppm doped.

4가지 Ta_2O_5 첨가 level에 대하여 주파수 함수로 나타내었다. Ta_2O_5 가 0에서 400ppm으로 증가함에 따라 기울기는 미세한 감소를 보였고, y절편은 0, 100ppm 들어간 시편들보다는 200, 400ppm 들어간 시편들에서 낮은 값을 나타내었다. 기울기의 변화보다는 y 절편의 변화가 더욱 큰 것으로 보아, 첨가량이 증가함에 따라 eddy current loss 보다는 hysteresis loss가 더욱 크게 감소되었음을 알 수 있다. Fig. 7에는 첨가량 변화가 bulk 절연저항에 미치는 효과를 나타내었다. Ta_2O_5 첨가량이 증가함에 따라 비저항은 약간 증가함을 알 수 있는데 이는 앞서 설명한 eddy current loss의

미세한 감소의 원인으로 사료된다.

Fig. 8에는 Ta_2O_5 첨가되지 않은 시편과 400ppm 첨가된 시편에서 미세구조변화를 나타낸 사진이다. Ta_2O_5 가 첨가되지 않았을 경우 조직상의 특징은 큰 grain과 작은 grain이 상대적으로 불균일하게 분포되어 있음을 관찰할 수 있으며 400ppm 첨가되었을 경우는 중간 크기의 grain들이 보다 균일하게 분포되어 있다. Linear intercept method를 이용하여 평균 입자크기를 측정해 본 결과 Ta_2O_5 를 첨가하지 않았을 때 $13.1\mu m$ 을, 400ppm 첨가되었을 때는 그 크기가 $15.6\mu m$ 을 나타내었다. Fig. 9에 grain 크기별 분포를 나타내었다. Ta_2O_5

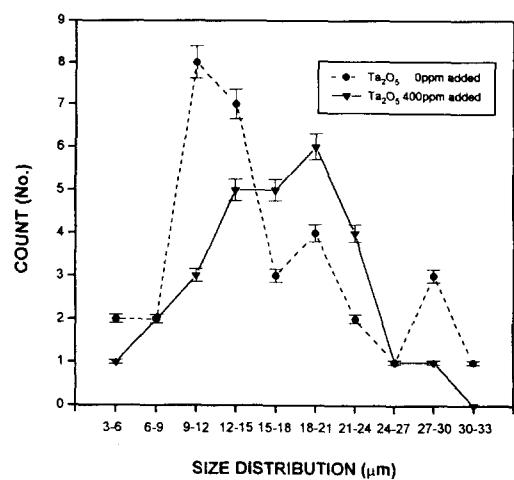


Fig. 9. Grain size distribution of undoped and Ta_2O_5 400ppm doped.

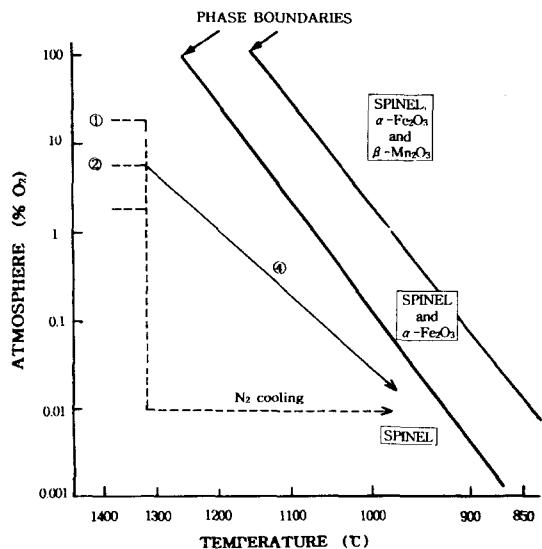


Fig. 10. Schematic diagram of experimental conditions for four different cooling curves (① : 21%, ② : 5.3%, ③ : 2%-N₂ cooling and ④ -P_{o₂} control).

가 첨가되지 않았을 경우 작은 grain의 숫자가 많긴 하나 grain 크기 분포가 작은 것과 큰 것으로 양분해 있는 반면, 400ppm 첨가된 시편은 중간크기에 상대적으로 집중해서 분포해 있음을 주목해야 한다. 평균 grain 크기가 Ta_2O_5 400ppm 첨가된 경우에 더 큰 이유로는 바로 이러한 중간크기 grain의 숫자가 많기 때문이며 Ta_2O_5 가 첨가됨으로서 전력손실이 낮아지는 원인은 이러한 균일한 grain 분포에 따른 hysteresis loss의 감소에 있다고 사료된다.

Ishino 등은 Ta_2O_5 가 첨가됨으로서 어느 첨가량 수준까지는 hysteresis loss의 감소를 가져오며 그 이상을 넘어가면 점진적으로 hysteresis loss가 증가한다고 보고하였고, 적정첨가량 하에서는 밀도증가가 나타나며 과대 grain 성장에 의해 야기되는 residual stress 때문에 hysteresis loss가 증가한다고 설명하고 있다^[17]. 그러나 사용한 Ta_2O_5 의 첨가 수준 내에서는 그러한 과대 grain 성장은 관찰할 수 없었다. 일반적으로 Ta_2O_5 는 grain 성장을 억제하는 것으로 알려져 있으나, 실험결과 grain 성장 억제에 대한 확실한 효과는 관찰할 수 없었으며 첨가시 나타나는 효과로는 Ta_2O_5 가 첨가되지 않았을 때 발생하는 작은 grain과 큰 grain의 불균일한 분포가 줄어들고 입자가 보다 균일하게 분포하는 현상을 관찰할 수 있었다.

Fig. 10에 소결과 냉각시 산소분압이 T_{spm} 의 이동에 미치는 영향을 알아보기 위하여 실험에 사용된 상평형조건을 나타내었다. 먼저 소결시 산소분압의 영향을 알아보기 위하여 소결시 산소분압을 1330°C에서 A 값 8.0, 7.8, 7.38에 각각 해당하는 21%, 5.3%, 2%로 변화시켰으며 냉각은 질소분위기에서 수행하였다(Fig. 10에서 ①, ②, ③). 그리고 한조건에서만 냉각시 등조성선을 따라가며 산소분압을 조절하였다(Fig. 10에서 ④). 이에 대한 결과가 Fig. 11에 나타나있다. 질소분위기에서 냉각할때 소결시 산소분압이 증가할수록 T_{spm} 은 높아짐을 알 수 있고, 냉각시 산소분압을 조절하여 등조성선을 따라가는 경우에는 그 온도가 더욱 높아지는 현상을 관찰할 수 있었다. Mn-Zn ferrite 코아가 전원변환장치(SMPs)로서 전자기기에 사용될 때 코아의 전력손실은 온도가 증가함에 따라 감소하는 현상이 요구된다. 따라서 전력손실의 최소가 나타나는 T_{spm} 을 코아 사용온도인 100°C 근처 또는 그 이상이 되도록 하는 것이 바람직하다. 이러한 T_{spm} 은 선택되어진 초기 조성과 연관성을 가지고 있으며 processing이 진행되는 동안 여러가지 다른 공정 변수, 산화물 첨가제, 소결과 냉각시 산소분압, 소결온도 등에 의해서도 크게 영향을 받을 수 있다^[18]. Fig. 1을 보면 같은 온도에서 높은 산소분압으로 유지시킨 경우 ferrous 이온농도 감소에 의하여

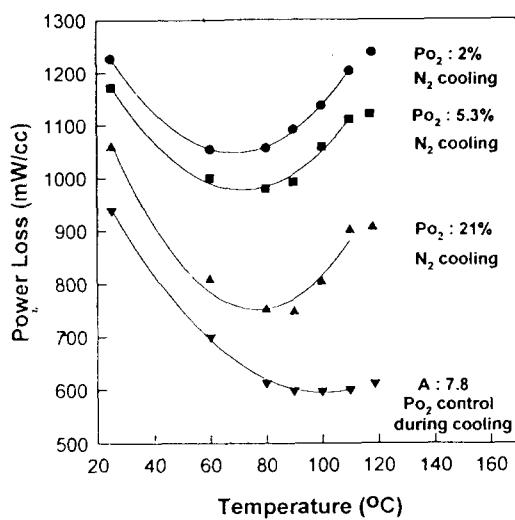


Fig. 11. Temperature dependence of power loss at various cooling conditions (200mT, 100KHz).

T_{spm} 은 보다 높은 온도쪽으로 이동할 것이다. Fig. 10-①, ②, ③에서 소결시 서로 다른 산소 분압을 유지한후 냉각조건을 모두 같은 질소 분위기에서 온도를 내려주면 소결시 분압조건에 의하여 T_{spm} 이 결정됨을 알 수 있다. 이러한 현상은 본실험 조건하에서는 냉각조건만으로는 소결시 결정된 ferrous 이온농도가 완전히 냉각조건에 의하여 보정되지 않음을 알수 있다. 높은 분압조건에서 소결된 시편에서 T_{spm} 이 보다 높은온도에서 나타남을 알 수 있다. Fig. 10-④에서 처럼 질소분위기 대신 등조성 선을 따라 상대적으로 높은 산소분압에서 냉각할 때는 T_{spm} 이 보다 높은 온도로 이동하였다. 이러한 결과는 ferrous이온농도에 의하여 T_{spm} 이 결정되는 현상과 잘 일치한다. 그리고 등조성 냉각시 균일한 ferrous 이온 농도분포를 갖는 스피넬구조를 얻을수 있어 보다 낮은 전력손실을 얻을 수 있었다.

4. 결 론

1) 냉각시 적절히 선택한 A(atmosphere parameter) 값에 따라 냉각온도에 상응하는 산소분압을 조절할 경우 보다 낮은 전력손실 특성을 얻을 수 있었다.

2) 모든 냉각조건에서 Ta_2O_5 를 첨가함에 따라 전력손실은 낮아졌으며 hysteresis loss의 감소가 주 원인이라 사료된다.

3) Ta_2O_5 첨가시 T_{spm} 은 변하지 않았으며, Ta_2O_5 는 격자내에 용해하여 ferrous 이온농도를 변화시킬 만큼 충분한 용해도를 갖지 않은 것으로 판단된다.

4) CaO-SiO₂ system에 Ta_2O_5 를 첨가함으로서 bulk의 절연저항은 증가하였으며 균일한 grain의 성장을 얻을 수 있었다.

5) 질소분위기에서 냉각했을때 소결시 산소분압에 따른 T_{spm} 의 이동을 관찰하였으며 소결시 높은 산소분압일 수록 높은 T_{spm} 을 나타내었다.

6) 냉각시 산화성 분위기로 등조성선을 따라가며 냉각시킬 경우 T_{spm} 이 보다 높은 온도로 이동하였고 낮은 전력손실을 나타내었다.

감사의 글

본 연구는 92년도 교육부 신소재분야 연구 지원에 의해 이루어 졌음

참 고 문 헌

1. E. C. Snelling, Soft Ferrite, Butterworths & Co, ppl (1988)
2. E. Otsuki, S. Yamada, T. Otsuki, K. Shoji, T. Sato, J. Appl. Phys., vol. 69 pp5942 (1991)
3. C. R. Hendricks, D. Sullivan, Ceramic Bulletin, vol. 70, No. 5, pp817 (1991)
4. H. Rikukawa, I. Sasaki, Advances in Ferrites, pp215 (1988)
5. Magnetic materials in Japan, Elsevier Advanced Technology, pp241 (1991)
6. unpublished data(발표 예정)
7. Takashi Mochizuki, Int. Conf. Ferrites, pp53 (1992)
8. L. Fodorm, B. Hidasi, B. Vecsey, Period. Polytech. Electr. Eng., Vol.28, No.1, pp15 (1984)
9. E. Otsuki, Int. Conf. Ferrites, pp59(1992)
10. T. Otsuka, E. Otsuki, T. Sato, K. Shoji, Int. Conf. Ferrites, pp317 (1992)
11. J.M. Blank, J. Appl. Phys., vol.32, pp376 (1961)
12. R. Morineau, M. Paulus, Phys. Stat. Sol. (a), 20, pp373 (1973)
13. P.I. Slick, Ferrites, Ed. by Y. Hoshino, S.

- Iida, M. Sugimoto, Univ. Park. Press,
pp210 (1970)
14. A. Goldman, Modern Ferrite Technology,
Van Nostrand, pp165 (1990)
15. E. Roess, Advances in Ferrite, vol. 1, Oxford IBH publishing, pp129 (1989)
16. G. W. Stijntjes, J. J. Roelofsma, 4th Int.
Conf. Ferrites, pp493 (1984)
17. K. Ishino, S. Satoh, Y. Takahashi, K.
Iwasaki, N. Obata, Int. Conf. Ferrites,
pp1173 (1992)
18. M. J. Tsay, C. S. Lu, M. J. Tung, C. J.
Chen, Grain Boundaries and Interfacial
Phenomena in Electronic Ceramics, pp111
(1993)