

NiCuZn Ferrite 분말제조에 있어서 Ball Mill 분쇄 공정 중에 혼입되는 불순물의 함량

고재천 · 류병환

한국화학연구소 화학공정연구센터

(1999년 7월 9일 받음, 1999년 8월 15일 최종수정본 받음)

공업적으로 세라믹공정에 많이 사용되고 있는 습식 볼밀링으로 NiCuZn ferrite 제조과정 중 혼입되는 불순물의 양을 조사 검토하였다. NiO, CuO, ZnO 및 Fe₂O₃의 화학조성을 변화시켜 25 vol%로 혼합하고 스테인레스 볼밀로 습식방법을 이용하여 18시간 분쇄한 후 건조시켜 700 °C 3시간 하소하였다. 하소한 분말을 다시 상기와 같은 방법으로 65시간 스테인레스 볼 밀로 최종 분쇄하여 저온소결용 NiCuZn ferrite(NCZF) 소재를 제조하였다. NCZF 연자성 소재를 만드는 동안 혼합 분쇄과정에서 혼입되는 불순물인 스테인레스 스틸의 양은 산화철 및 산화니켈의 함량에 많은 영향을 받았고, 하소 후의 분쇄과정에서 혼입되는 불순물의 양은 결정화된 정도에 따라 영향을 받았다. 전자기적 특성을 갖는 화학조성의 조절을 위하여, 출발원료의 함량에 따라 분쇄과정에서 혼입되는 스테인레스 스틸의 함량을 도출하는 경험식을 유도하였다.

I. 서 론

최근 전자부품의 발전방향은 표면실장기술의 진보와 함께 전자제품의 소형화, 경량화 및 고밀도화로 부품의 chip 화에서 복합화로 기술의 발전이 집약되어 가고 있다[1-3]. 이러한 표면 실장용 칩이나 복합화를 위한 화학조성의 변화에 대한 전자기적 특성 및 동시소성에 의한 수축율 등은 매우 중요하여 많은 연구결과들이 발표된바 있다[7]. 칩 인덕터나 칩 트랜스포머의 소재로 NiCuZn 페라이트 화합물을 사용[2, 3, 9]하여 닥터 브레이드와 스크린 프린팅 방법에 의하여 내부도선과 함께 적층하고 소성하여 칩을 제조하고 있다. 적층칩에 사용되는 내부 도선과 외부전극은 일반적으로 Ag paste가 사용되고 소성시에 Ag의 확산에 의한 전자기적 특성의 저하를 막기 위하여 Ag의 용점인 960 °C보다 낮은 온도에서 소결이 가능한 페라이트 소재 개발이 필수적이다[4]. 저온소결에 대한 연구는 CuO와 Fe₂O₃의 화학적 함량비에 초점을 두어 자기적 특성과 저온소결을 연구[6-9, 16]하거나 혹은 저온 소결조제를 투입하는 방법[11-13]을 사용한다. 세라믹 공정에서 균일한 화학조성과 저온소결을 위해 입자의 미분화[1]는 필수적이지만 미분화를 위한 분쇄 공정에서 불순물의 혼입은 피할 수 없는 공정상의 문제점으로 남아있다. 특히 정밀한 적층칩의 제조에 있어 혼입되는 불순물은 전자기적 특성 및 소결온도에 많은 영향을 주고 있는 실정이다.

본 연구는 적층칩용 저온소결 NCZF 분말을 만들기 위한 공정제어를 목적으로 혼합 분쇄과정 중에 혼입되는 불

순물의 양을 분말의 조건에 따라 조사 검토하였다. 혼합 분쇄공정은 스테인레스 스틸 볼밀을 이용하여 습식 볼밀 공정 중에 혼입되는 스테인레스 스틸의 함량을 추적하여 초기 화학적 조성변화로 인하여 분쇄과정 중에 혼입되는 철분의 함량과 최종의 NiCuZn ferrite의 화학조성에 대하여 고찰하였다.

II. 실험방법

2.1 원료

NiCuZn Ferrite칩 제조의 원료는 표 1과 같이 산화철은 포항제철에서 산세척 후 부산물로 얻어진 것을 사용하였으며, 잔존하는 염소를 제거하기 위하여 암모니아수로 중화한 후 세척하여 100 ppm이하로 만들어 사용하였다. 나머지 원료는 모두 Aldrich사(U.S.A.) 시약을 사용하였다.

2.2 습식 볼 밀링의 조건 및 스테인레스 스틸의 혼입량 측정

습식 볼 밀링에 사용한 용기와 볼은 모두 스테인레스

Table 1. Raw materials

Components	M.W.	Purity (%)	Density (g/cm ³)	Average particle size (μm)
Fe ₂ O ₃	159.69	98	5.24	0.8
NiO	74.69	97.36	6.67	14.48
CuO	79.55	99	6.4	11.25
ZnO	81.38	99.9	5.6	1.54

304 재질이다. 용기의 크기는 직경이 92.3 mm이고 용적이 1리터인 것을 사용하였고 불의 크기는 직경이 8 mm (5/16")인 것으로 용기부피의 50 %를 채워 사용하였다. 슬러리의 농도는 25 vol%로 조절하여 사용하였다. 분산제로 폴리 아크릴산 폴리머(Polyacrylic acid ammonium salt; 분자량 15,000, Cerasperse 5468CF, SAN NOPCO, Korea)를 산화물 총량에 대하여 0.7 wt% 혼합하고 증류수를 채워 슬러리의 양을 300 mL로 만들어 채웠으며 스테인레스 용기의 회전수는 임계 회전수의 약60 %인 80 rpm으로 고정하여 분쇄조작[5]을 하였다.

혼합산화물은 18시간 불밀 분쇄 및 건조 후 700 °C에서 3시간 하소하여 NCZF의 분쇄용 원료로 사용하였으며, 하소물의 분쇄는 원료분쇄와 같은 방법으로 65시간 불밀링 하였다.

분쇄과정 중 혼입된 스테인레스 스틸 함량 측정은 분쇄가 완료된 시점에서 분쇄물을 분리하고 세척 후 용기와 불을 건조하여 사용 전후의 무게로부터 스테인레스 스틸 함량을 측정하였다. 분쇄물 분리 후 약 300 mL의 증류수를 넣고 약 40 rpm의 저속으로 5분간 회전시켜 불과 용기를 세척하였으며, 이 과정에서 마모되는 스테인레스 스틸의 양은 무시하였다.

III. 결과 및 고찰

3.1 원료 산화철의 결집에 의한 불순물의 혼입 영향

NCZF 연자성 분말을 만드는 방법은 각각의 산화물을 스피넬 결정구조를 갖도록 정량적으로 무게를 달아 혼합 분쇄와 하소 그리고 다시 분쇄공정을 거쳐서 저온 소결용 NCZF 분말을 제조한다. 이러한 혼합과 분쇄공정과정에서 외부로부터 불순물의 혼입은 필연적으로 따르게 마련이다. 이러한 불순물의 혼입을 최소화하기 위하여 경도가 강한 지르코니아 불과 용기를 이용한 분쇄방법을 사용하기도 하지만, 공업적으로 대량의 분말을 취급할 때는 일반적으로 스테인레스 불과 용기를 사용하여 분말의 제조비용을 줄인다. 혼입되는 불순물을 연자성 재료에 사용되는 금속 성분으로 구성된 재질을 사용하여 분쇄과정 중에 혼입되는 불순물의 양을 조절 할 수 있다면 가장 좋은 공정이 될 것이다. 따라서 스테인레스 불과 용기를 사용하여 분쇄

할 경우, 오차범위 내에서 전자기적인 특성에 큰 영향을 주지 않는 가장 안전하고 저렴한 공정이 될 수 있을 것으로 본다. 본 연구에 사용한 분쇄용 불과 용기는 스테인레스 304재질을 사용하였으며, 그 성분은 표 2와 같이 약 70 %가 철 성분이고 주요성분으로 크롬이 18~20 %, 니켈이 8~12 %, 그리고 나머지는 모두 1~2 %의 망간과 실리콘으로서 구성되어 있으므로, 불밀과정중에 혼입되는 불순물은 이들 성분으로 구성되어진다. NCZF연자성 분말의 제조 시에 혼입될 불순물의 양을 조사하기 위하여 스피넬 결정구조인 $(NiO)_a(CuO)_b(ZnO)_c(Fe_2O_3)_{1-x}$ (단 $a+b+c=1$)에서 산화철은 이론적인 합량비인 1 mole비에서 x mole비만큼 결손양으로 평량하여 제조한다.

본 연구에서는 산화철 결손양 즉 x를 0.03에서 0.1까지 변화시켜가면서 습식 불 밀 분쇄 과정 중에 불순물로서 혼입되는 스테인레스 스틸의 혼입량을 측정하였다. 그림 1에서와 같이 2가 금속의 화학조성비를 고정하여 총 몰 비를 1.0으로 일정하게 한 후, 단지 산화철의 몰 비를 스피넬 구조의 부족분 함량으로 변화시켜 원료를 배합하여 스테인레스 불 밀로서 분쇄하였을 경우, 혼합산화물의 분쇄 시에 혼입되는 스테인레스 스틸의 혼입율은 산화철의 부족분이 크면 클수록 증가되고 있다. 그러나 하소를 하여 스피넬 구조의 NCZF 분말을 만든 후 같은 조건으로 분쇄 시에 산화철의 부족분 변화에 대하여 스테인레스 스틸의 혼입율 즉 기울기의 변화는 상대적으로 매우 적게 나타나고 있다.

이와 같이 혼합산화물의 분쇄 시에 혼입되는 스테인레스 스틸의 양이 하소된 NCZF 분말을 분쇄 할 경우보다 증가한 이유를 다음과 같이 설명할 수 있다. 분쇄시 마모율에 가장 영향을 주는 인자로 분쇄물과 불밀의 경도와 그리고 혼합 산화물의 입자 크기와 형상 등이 고려된다. 사용한 산화물의 입자크기는 표 1과 같고 경도는 표 3과 같다. 사용된 원료에서 경도가 가장 강한 것은 산화철이고 산화니켈은 다음으로 강하다. 또한 산화니켈과 산화구리의 입자는 상대적으로 다른 분말보다 큰 입자이므로 분쇄과정 중에 스테인레스의 마손율은 경도와 입자의 크기에 영향을 받는다. 상대적으로 입자의 크기가 큰 산화니켈이나 산화구리 중에서 특히 경도가 큰 산화니켈의 영향을 많이 받을 것이다. 이는 상대적으로 큰 입자가 불과 용기의

Table 2. Chemical composition of stainless steel 304. Unit; %

Carbon	Mn	P	S	Si	Cr	Ni	Fe	
0.08 max	2.0 max	0.045 max	0.030 max	1.00 max	18.00	20.00	8.00/12.00	70.925/64.925

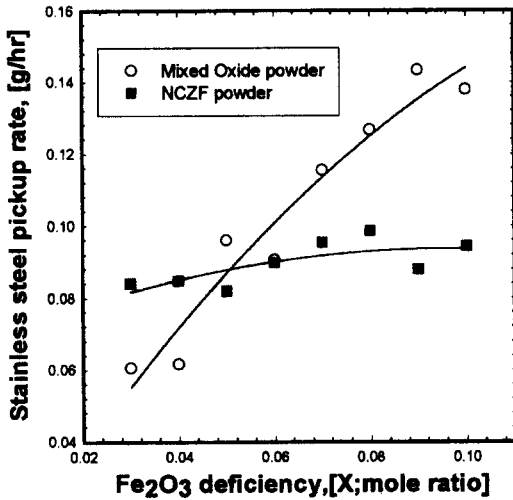


Fig. 1. Rate of stainless steel pickup dependency of iron oxide deficiency during the ball milling of mixed oxide and NCZF powder at $(\text{Ni}_{0.15}\text{Cu}_{0.25}\text{Zn}_{0.6})\text{O}(\text{Fe}_2\text{O}_3)_{(1-x)}$ condition.

벽면에 충돌 에너지를 많이 받음으로서 스테인레스 스틸의 마손율(rate of abrasion)이 증가된 것으로 보인다. 따라서 그림 1과 같이 혼합 산화물의 분쇄 과정 중에 산화철의 부족분이 많아질수록, 상대적으로 입자가 큰 2가 산화금속의 함량이 많아져 스테인레스 스틸의 마손율이 더욱 커진 것으로 보인다. 그러나 NCZF 분말을 분쇄할 경우 마손율의 변화가 그다지 크지 않은 것은 혼합산화물을 1차 분쇄하여 일정한 평균입자의 분말로 만든 후 700 °C에서 3 시간 하소하여 얻어진 NCZF분말을 사용하였으므로 하소 후 생성된 NCZF의 결정입자는 균일하고 일정한 화학조성을 가지고 있을 것이다.

표 3에서와 같이 스피넬계 결정의 모스(mohs)경도는 7~8인데 비하여 스테인레스 스틸과 유사한 Fe-Ni alloy의 모스경도가 4~5정도이므로 스테인레스 스틸의 마손율이 높을 것으로 보이나 그 변화는 경도가 적은 혼합산화물의 분쇄 중에 혼입되는 것보다 적다. 그 이유로서 하소된

Table 3. Hardness of raw materials*

Materials	Formula	Mohs Hardness
Hematite	Fe ₂ O ₃	6~6.5
Nickel oxide	NiO	5.5
Copper oxide	CuO	3.5~4
Zinc oxide	ZnO	4~5
Spinel ferrite	MFe ₂ O ₃	7~8
Iron-Nickel Alloy	Fe-Ni	4~5

Data from <http://www.minerals.net/resources/hardness.htm>
<http://web.wt.net/~data/mineral/chemical.html>

NCZF 분말은 스피넬계 결정분말로 이루어져 있으나 낮은 온도에서 하소를 행하였으므로 형성된 NCZF결정입자는 매우 작고 또한 입도분포가 일정하여 분쇄 에너지가 고루 분산되어 불순물 혼입이 적은 것으로 생각된다. 철 부족분이 많으면 많을수록 완만하게 마손율이 증가한 것은 실험범위에서 철 부족분이 많을수록 산소이온의 빈자리를 통한 양이온의 확산을 용이하게 하여 소결이 촉진되어 스피넬계 결정이 상대적으로 커졌기 때문에 마손율이 완만히 증가한 것으로 생각되며, 산화니켈 함량이 많은 경우 그림 4에서와 같이 미소결된 산화니켈의 영향으로 마손율이 더욱 높게 나타난 것으로 추정된다.

3.2 2가 금속산화물의 화학조성 변화에 의한 영향

본 실험은 스피넬계 결정구조식에서 산화철의 부족분(x)을 0.06 몰로 고정하고 2가 금속 산화물의 혼합조성을 1.0으로 일정하게 고정하여 2가 금속 산화물의 혼합비를 변화시켰을 때, 혼합 산화물의 혼합 및 분쇄와 하소, 그리고 하소 후 얻어진 NCZF분말의 분쇄는 앞서 행한 실험조건과 같은 조건으로 행하여 각각의 공정에 혼입되는 스테인레스 스틸의 양을 측정하였다.

그림 2는 산화철 부족분(x)을 0.06으로 고정하고 2가 금속산화물인 산화구리(CuO), 산화아연(ZnO)과 산화니켈(NiO)의 몰 비를 변화시켜 2가 금속산화물인 산화니켈의 몰 변화에 대하여 얻어진 스테인레스 스틸의 마손율을 나타낸 것이다. 그림 2에서 혼합산화물의 분쇄 시에 볼 밀로

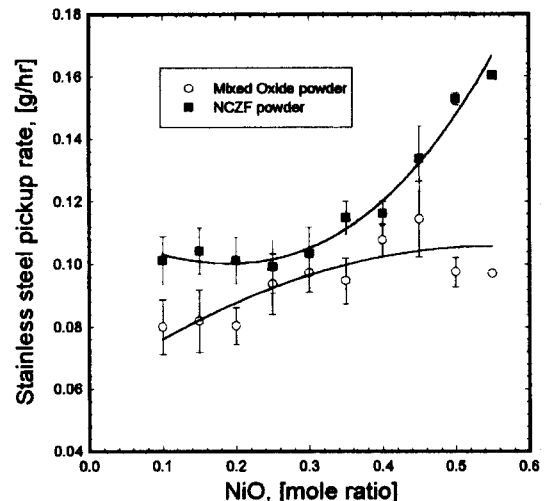


Fig. 2. Pickup rate of stainless steel dependent on NiO mole ratio in mixed oxide and NCZF powder during ball milling at iron oxide deficiency $x=0.06$.

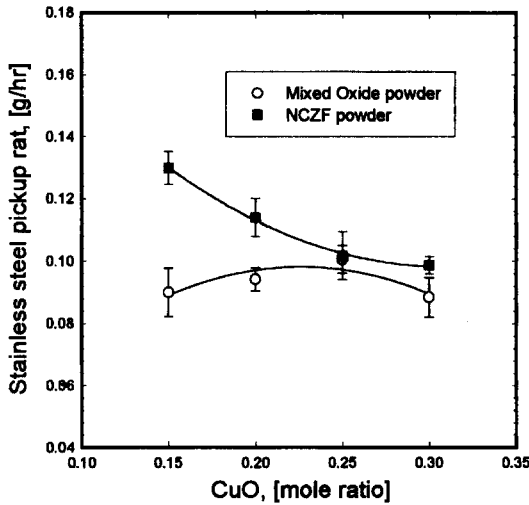


Fig. 3. Pickup rate of stainless steel dependent on CuO mole ratio in mixed oxide and NCZF powder during ball milling at iron oxide deficiency $x=0.06$.

부터 혼입되는 스테인레스 스틸의 마손율은 산화니켈의 함량이 증가할수록 증가되고 있으며 또한 하소한 NCZF 분말의 분쇄 시에도 증가함을 보였다. 혼합산화물의 분말을 분쇄할 때, 산화니켈의 함량이 증가함에 따라 스테인레스 스틸의 마손율이 높게 나타나는 것은 그림 1에서 설명한 바와 같이 입자가 큰 산화니켈의 함량이 증가된 때문으로 본다. 또한 NCZF의 분말을 분쇄할 때도 산화니켈의 함량이 증가함에 따라서 마손율이 증가한 것은 니켈의 함량이 증가함에 따라서 700 °C에서 하소한 NCZF 결정분말은 완전한 스피넬로 형성되지 못하여 일부가 니켈분말 상태로 존재하므로 산화니켈의 입자에 의하여 스테인레스 스틸의 마손율이 증가한 것으로 생각된다.

특히 그림 3에서 보면 명확히 알 수 있는데 2가 금속 산화물 중에 산화구리의 함량변화에 대하여 혼합산화물 분쇄시, 앞서 그림 1에서 설명한 바와 같이 입자가 상대적으로 큰 산화구리의 함량이 증가하면 스테인레스 스틸의 마손율 또한 증가 할 것으로 예상되며 따라서 혼합 산화물의 분쇄에서 미약하나마 증가하는 추세이다. 그러나, NCZF 분말의 분쇄 시에는 산화구리의 증가에 대하여 스테인레스 스틸의 마손율이 산화구리 0.25 몰 비까지 줄어 든다. 이는 산화구리의 함량이 0.25 몰 비 이상에서 700 °C인 하소 온도에서 NCZF 스피넬 결정이 대부분 형성되어 앞서 설명한 바와 같이 마손율이 감소한 것으로 생각되어진다. 따라서 산화구리의 함량이 0.25 몰 비 이하인 경우 700 °C에서 하소는 잘 이루어지지 않음을 알 수 있

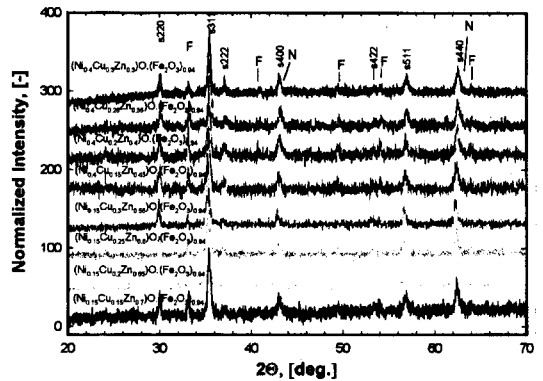


Fig. 4. Typical XRD patterns of NCZF powder at different chemical composition and at 700 °C, 3 hrs calcination (S: spinel, F: Fe₂O₃, N: Nickel oxide).

고, 하소가 완전히 이루어지지 않은 NCZF 분말의 분쇄는 하소되지 않은 산화니켈의 영향을 받아 스테인레스 스틸의 마손율을 높인 것으로 본다.

이상의 현상은 그림 4와 같이 700 °C에서 하소한 NCZF 분말의 XRD에서 나타난 것과 같이 산화니켈의 농도 증가는 일정한 하소온도에서 완전한 스피넬계 결정을 만들기 어렵고[16] 또한 저온소결을 위하여 투입하는 산화구리의 농도가 낮아질 때에도 같은 현상[14, 16]을 가져와 NCZF의 연자성 분쇄 시 소결되지 못하고 남아있던 산화니켈의 영향으로 인하여 스테인레스 스틸의 마손율이 증가한 것으로 보인다.

이상의 실험결과를 정리하여, 분쇄 공정 중에 볼 밀로부터 혼입되는 스테인레스 스틸의 양을 화학조성변화에 대하여 실험식(1)으로 최소자승법을 이용하여 상수를 구하고 이를 표 4로 나타내었다. 상기의 식은 불순물로 혼입되는 성분을 예측 조절하므로서 목표한 화학조성을 만들어 전자기적 특성을 더욱 정밀히 조절할 수 있도록 할 것이다.

또한 그림 5는 실험식에 의하여 계산한 결과와 실험결과를 보인 것으로 30 %오차 범위 내에서 일치함을 보여

Table 4. Coefficients of experimental equation(1)

Coefficients	Mixed Oxide powder	NCZF powder
a	3.857	0.784
b	0.203	0.191
c	0.107	-0.361
d	1.166	-0.0167
R	0.793	0.810

R ; Correlation coefficient

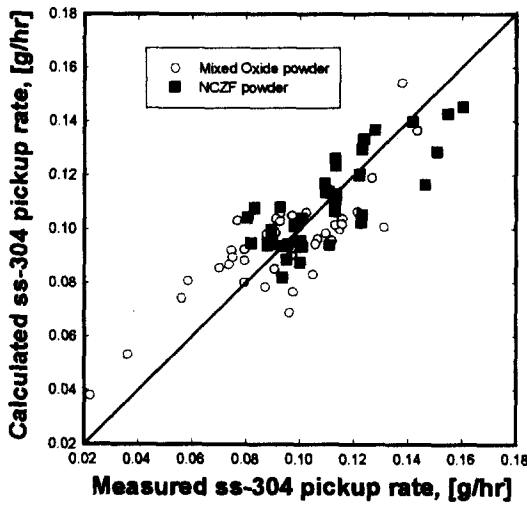


Fig. 5. Relationship between the measured ss-304 pickup rate and calculated data from equation (1) during ball milling.

주고 있다.

$$R = a * N^b * C^c * X^d \quad (1)$$

R : Rate of stainless steel pickup (g/hr)

N : NiO mole ratio at mixed oxide powder (-)

C : CuO mole ratio at mixed oxide powder (-)

X : Deficiency of Fe₂O₃ mole ratio at mixed oxide powder (-)

a,b,c,d : Coefficients

표 4와 같이 최소자승법에 의하여 구한 상수를 검토하여 보면 볼 밀링에 의하여 혼입되는 스테인레스 스틸의 양은 산화철의 철 부족분(x)에 대하여 가장 많은 영향을 받은 것으로 나타났으며, 다음은 산화니켈이었다. 산화구리는 농도 비에 반비례하여 감소하고 있음을 보여주고 있다. 산화구리의 함량이 많으면 스피넬계의 NCZF 분말이 잘 형성[6, 14, 15]되어 스테인레스 스틸의 혼입율이 높아질 것으로 예상되었다. 즉 NCZF의 경도는 산화니켈 및 기타 원료의 경도보다 높아 하소가 잘 되어 완전한 스피넬이 형성된 NCZF 분말인 경우 분쇄과정에서 스테인레스 스틸의 불순물 혼입이 많을 것으로 충분히 예상되나 실험 결과는 상이한 현상을 보였다. 이와 같은 현상은 산화구리의 함량이 많으면 하소온도를 낮추므로 NCZF의 결정은 균일하게 쉽게 만들어진다. 이러한 NCZF분말은 일정한 결정입자와 화학조성을 가져 분쇄에너지의 분산으로 스테인레스 스틸의 마모율을 상대적으로 줄어든게 한 것으로 생

각되어진다. 이는 원료 산화철 부족분(x)에 대하여 같은 현상을 보여 주고 있는데 그 영향은 크지 않으나 감소 경향은 뚜렷이 나타나고 있다. 이는 산화철의 결핍(부족분)에 의하여 산소이온의 빈자리를 통한 양이온의 확산을 용이하게 하여 소결이 촉진되어 하소온도를 낮추므로 NCZF의 균일한 결정 생성이 촉진된다. 따라서 균일한 NCZF의 결정은 분쇄 과정 중에 분쇄 에너지를 분산시켜 스테인레스 스틸의 마모율을 줄인 것으로 같이 설명할 수 있다.

이상과 같이 NCZF연자성 분말을 제조할 시에 분쇄조건에 대하여 혼합산화물의 입자크기와 분포 및 하소정도에 따라서 분쇄 시 혼입되는 불순물로서의 스테인레스 스틸의 마손량이 변화됨을 보여 주고 있으므로 연자성의 전자기적 특성 및 저온소결을 제어하기 위한 화학조성의 정밀 조절을 위하여 매우 중요하며 따라서 불순물의 혼입에 대한 세심한 공정상의 검토가 필요하다.

IV. 결 론

NCZF 연자성 분말의 제조과정에서 스테인레스 스틸 볼 밀 분쇄 시 불순물 혼입에 대하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. NCZF 연자성 분말을 만들기 위하여 스테인레스 볼 밀로 혼합 산화물의 분쇄시에 혼입되는 스테인레스 스틸은 혼합 산화물의 초기 농도와 입자에 많은 영향을 받는다.
2. 혼합 산화물의 분쇄 시 마모되어 혼입되는 스테인레스 스틸의 양은 산화철의 부족분 및 산화니켈의 농도 증가에 따라 증가하고 있다.
3. NCZF의 분쇄시 혼입되는 스테인레스 스틸의 양은 하소에 의하여 형성된 스피넬 결정정도에 비례하여 감소한다.

따라서, NCZF연자성 분말을 제조할 때에 분쇄조건에 대하여 혼합산화물의 입자경과 분포 및 하소정도에 의하여 분쇄 시에 혼입되는 스테인레스 스틸의 양이 변화됨을 보여 주고 있으므로, 연자성의 전자기적 특성을 제어하기 위하여 화학조성의 정밀제어 뿐만 아니라 불순물의 혼입에 대한 세심한 공정상의 검토가 필요하다.

참 고 문 헌

- [1] 中野教之, 野村武史, *エレクトロニク・セラミクス, 國際フェライト會議(ICF6特集, 3月號, 65-71(1993).*
- [2] Takeshi Nomura and Atsuyuki Nakano, *Ferrite Proceedings of the Sixth International Conference on Fer-*

rite(ICF6) Tokyo and Kyoto, Japan 1992 by the Japan Society of the Powder and Powder Metallurgy, 1198-1201(1992).

[3] 齋藤 論, 中野教之, 野村武史, 粉體および粉末冶金, **40**(8), 809-814(1993).

[4] 中野教之, 桃井 博, 野村武史, 粉體および粉末冶金, **39**(8), 612-617(1992).

[5] Hans-Juergen Arpe, *et al*, "Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry", B2, Unit Operation I, VCH Publishers, (1988) 5,21-5,23.

[6] A.Tawfik, M. M. Barakat, M. A. Henaish, S. A. Olofa, *Advanced Ceramics*, **23**(6), 367-369(1991).

[7] 김경용, 이종규, 김왕섭, 최환, 한국요업학회지, **28**(9), 657-682(1991).

[8] 김경용, 이종규, 김왕섭, 최환, 전자공학회 논문지, 28호 A(11), 880-885(1991).

[9] Masayki Fujimoto, *J. Am. Ceram. Soc.*, **77**(11), 2873-2878(1994).

[10] S. A. Olofa, *J. Magn. Magn. Mater.*, **131**, 103-106(1994).

[11] JP 8-310855(1996).

[12] JP 6-310352(1994).

[13] USP 5626789(1997).

[14] 고상기, 김병호, 김경용, 한국요업학회지, **34**(10), 1074-1082(1997).

[15] 고재귀, 한국요업학회지, **7**(1), 13-17(1997).

[16] 신재영, 박지호, 박진채, 한중수, 송병무, 한국요업학회지, **7**(1), 18-24(1997).

[17] Masayki Fujimoto, Ken-Ichi Hoshi, Mutsuo Nakazawa and Shoichi Sekiguchi, *Jpn. J. Appl. Phys.*, **32**, Part1 (12A), 5532-5536(1993).

Impurity Pick-Up for the Preparation of NiCuZn Ferrite Powder Using Ball Milling Process

Jae-Cheon Koh and Beyong-Hwan Ryu

Korea Research Institute of Chemical Technology, Chemical Process and Engineering Center

(Received 9 July 1999, in final form 15 August 1999)

The pick up impurity was studied for preparing the NiCuZn ferrite powder by a ball milling method that usually uses in the industrial ceramic process. The raw materials of NiO, CuO, ZnO, and Fe₂O₃ powder were weighted according to various spinel composition and mixed for 18 hrs by a wet ball milling method after that the slurry was followed by spray dried and calcined at 700 °C 3 hrs. The calcined NCZF powder was finally ball milled during 65 hrs as same method. The stainless steel ball and jar are used as mixing and milling equipment and the solid concentration of the slurry was 25 vol%. The impurities, stainless steel pickup, were effected by the composition of raw materials especially iron oxide, nickel oxide in the mixing process and by the rate of calcine of NiCuZn ferrite in final milling process. The empirical equation of stainless steel pickup was driven in the wet ball milling system. Finally, the composition of NiCuZn ferrite could be controlled by the empirical equation.