

Ni-Cu-Zn Ferrite의 복합형 전파흡수체 특성 연구

민의홍 · 김문석 · 고재귀*

숭실대학교 자연과학대학 물리학과, 서울시 동작구 상도 5동 1-1, 156-743

(2007년 11월 5일 받음, 2007년 12월 18일 최종수정본 받음)

복합 전파흡수체로 사용할 Ni-Cu-Zn ferrite는 공침법을 사용하여 제조 하였고, 제조 시편의 물리적 특성 및 전파흡수특성은 소결온도 변화에 따라 고찰하였다. Ni-Cu-Zn ferrite의 스페셜 구조는 XRD pattern을 통하여 확인하였다. 소결온도가 1100 °C에서 흡수 능력도 좋아짐을 알 수 있었으며, 소결된 페라이트의 초투자율은 평균 50 정도로 나타났다. $Ni_{0.7}Cu_{0.2}Zn_{0.1}Fe_2O_4$ 조성에서 소결 온도가 1100 °C 일 때가 복합 전파흡수체로 사용할 조성임을 확인할 수 있었으며, 그 결과 복합 전파흡수체에서 사용할 수 있다고 사료된다.

주제어 : 전자파 장해, 복합 전파흡수체, 페라이트, 공침법

I. 서 론

현대 과학과 기술 산업의 발달로 전자부품들은 저 전력화, 소형화, 디지털화로 이어지고 있으며, 전파의 이용이 증가됨에 따라 전자파 장해(EMI : Electromagnetic interference) 및 전자기적 적합성(EMC : Electromagnetic compatibility)이 심각한 기술적 문제로 대두되고 있다[1-4]. 국제적으로 전자파 장해에 대한 규제가 엄격해지고 있음에도 불구하고 국내에서의 이 분야의 기술 기반은 미국, 일본 등과 비교하여 매우 뒤떨어져 있어 이와 관련된 우리나라 산업의 핵심을 이루는 수출업체에 지원을 해주지 못하고 있는 실정이다. Ferrite 전파흡수체는 소결형과 복합형으로 구성되며 일반적으로 소결형 ferrite는 수십 MHz~수백 MHz 영역의 저주파 대역에서 주로 사용되어지고 있고, 복합형 ferrite는 GHz 영역에서 전파흡수능이 우수하여 microwave용 전파흡수체로서 사용된다. 현재의 재료기술로는 각종의 복소유전율 및 복소투자율을 제어하는 것이 불가능 하므로 두께가 얕으며 광대역 특성을 가지는 전파흡수체를 실현하는 것은 쉬운 일이 아니다 [5-9].

복합형 ferrite 전파흡수체의 특성은 ferrite의 조성과 함량비 그리고 첨가물 등에 의하여 영향을 받는데 이는 복합체의 제조 인자에 의하여 복소유전율과 복소투자율이 제어되기 때문이다[10].

또한, 기존의 Ni-Cu-Zn ferrite sheet형 전파흡수체는 건식법을 이용한 방법으로 제조된 경우는 확인되나, 공침법을 이용한 Ni-Cu-Zn ferrite sheet형 전파흡수체 제조에 관한 연구는 미비한 상황이다.

본 연구는 Ni-Cu-Zn ferrite를 공침법으로 미분말 제조 및 소결온도를 변화시키면서 sheet형 전파흡수체를 제조하여 복합형 Ni-Cu-Zn ferrite의 물리적 특성 및 전파흡수 특성을 알아보고자 한다.

II. 실험 방법

Ni-Cu-Zn Ferrite 분말 합성에 사용된 출발원료는 일급 시약인 $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ (99.9 %), $NiSO_4 \cdot 6H_2O$ (99.9 %), $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ (99.9 %), $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ (99.9 %)을 사용하였으며, 시편의 조성은 mol%비로 Table I에 나타내었다. 그리고 Ni-Cu-Zn ferrite 제조는 공침법으로 행하였다[11]. 각 시약들은 칭량 후 중류수에 녹여 NaOH를 적하시키면서 공침을 시켰고, 80 °C에서 8시간 동안 교반을 행하며, 암모니아수로 pH 10을 유지하였다. 침전 된 분말들은 전기오븐에서 100 °C에서 24시간 동안 건조하였고, 건조된 분말을 중류수로 충분히 세척한 후 200 mesh로 분쇄 후 전기로에서 700 °C에서 4시간 가소하였다. 가소된 분말을 325 mesh로 분쇄하고 5 ton/cm²의 압력을 가하여 5 g씩 성형을 하였다. 성형된 시편을 전기로에서 승온속도 2 °C/min으로 승온 후 1100 °C에서 각각 4시간 동안 유지시키고 다시 하강속도 2 °C/min으로 100 °C까지 낮춘 후 노냉 시켰다. Ni-Cu-Zn ferrite 분말의 제조공정은 Fig 1에 나타내었다.

가소된 미분말은 X-선 회절분석기 및 SEM(Scanning Electron Microscope)을 이용하여 Ni-Cu-Zn ferrite 분말의

Table I. Chemical composition ratio of ferrite powders (mol%).

$NiSO_4 \cdot 6H_2O$	$CuSO_4 \cdot 5H_2O$	$ZnSO_4 \cdot 7H_2O$	$FeSO_4 \cdot 7H_2O$
35.7	10.2	5.1	49

*Tel: (02) 820-0421, E-mail: jgkoh@ssu.ac.kr

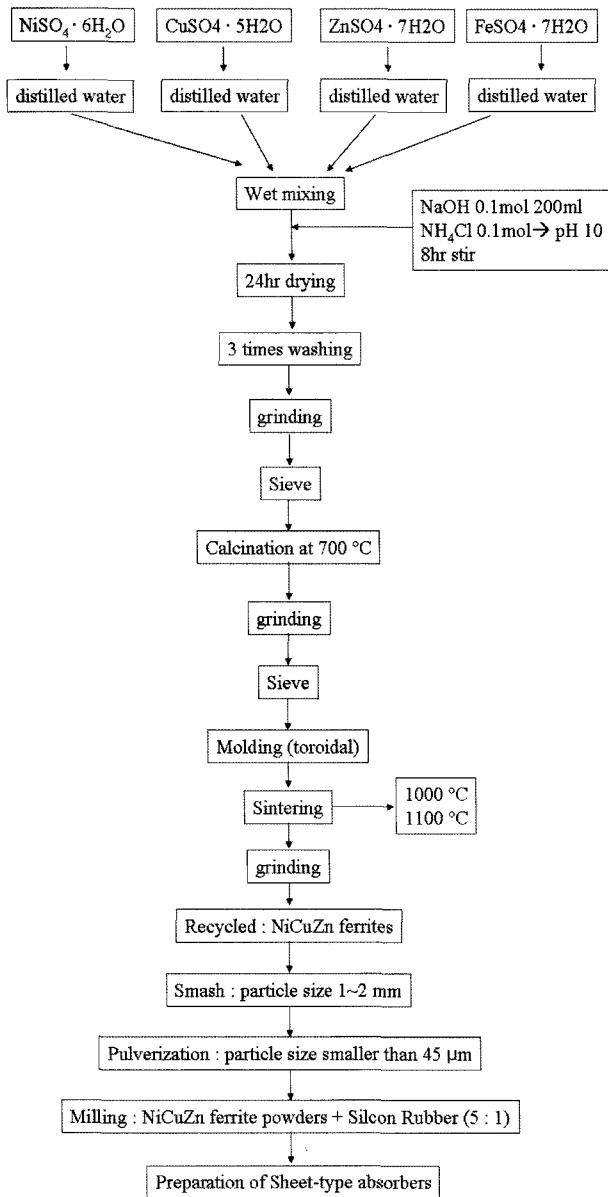


Fig. 1. Experimental procedure.

결정상을 확인 및 분말 크기 및 미세구조를 알아보았으며, 소결시킨 시료는 LCR meter로 초투자율과 손실계수를 측정하였다. 시트형 전파흡수체를 제조하기 위하여 소결시킨 Ni-Cu-Zn 분말을 분쇄 후 rubber와 5:1 비율로 혼합하였으며, 이렇게 제조된 시트형 전파흡수체의 전파흡수 특성은 Network Analyzer(Agilent)를 이용하여 측정하였다.

III. 결과 및 고찰

Fig. 2는 700 °C에서 4시간 동안 열처리하여 합성된 시료들의 X-선 회절분석 결과인데, Ni-Cu-Zn spinel 상이 나타나 있음을 알 수 있었다.

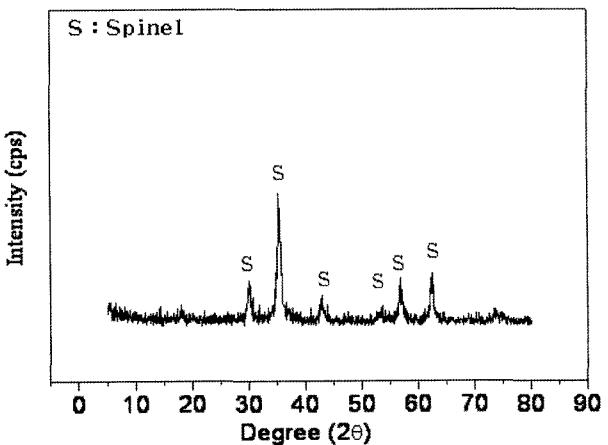


Fig. 2. X-ray diffraction pattern of Ni-Cu-Zn ferrite.

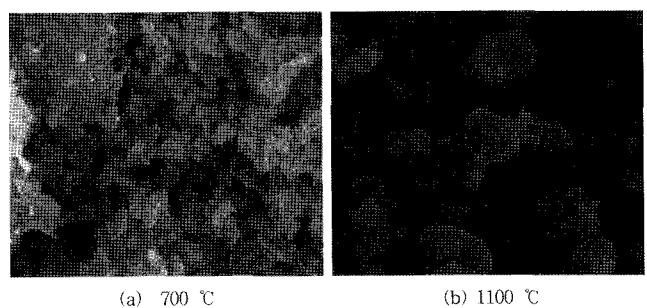


Fig. 3. SEM photographs of Ni-Cu-Zn ferrite powders after; (a) calcination at 700 °C, (b) sintering at 1100 °C.

Fig. 3은 가소 온도 700 °C와 소결 온도 1100 °C에서의 주사 전자 현미경(SEM)으로 관찰한 결과인데 SEM에 의한 입자의 모양은 일반적으로 구형을 하고 있으며, 이는 spinel 결정의 외형적인 특징임을 알 수 있다. 1100 °C에서는 700 °C 보다 응집이 잘 되어있고, 입계에 분포되어 있는 기공과 함께 균일하고 미세하게 분포된 이차상들을 볼 수 있다. 승온 속도와 하강 속도를 2 °C/min로 하고 유지시간을 4시간으로 하였을 때 평균입경이 2 μm임을 알 수 있었다.

제조된 미분말의 주파수특성과 손실계수를 측정하기 위하여 시편들을 토로이드 형태로 준비하여, 시편에 직경 0.2 mm의 코일을 균일하게 10회씩 감아 초투자율 및 Q값을 측정하였다. 초투자율과 손실을 분석하기 위해 LF-Impedance Analyzer(Hewlett Packard, 4182A)를 사용하여 1 kHz~13 MHz에서 다음과 같은 식에 의하여 계산하였다[12].

$$\mu_s' = \frac{l_t \cdot L}{\mu_0 \cdot A \cdot \omega \cdot N^2} \quad (1)$$

$$\mu_s'' = \frac{l_t \cdot (R_{eff} - R_\infty)}{\mu_0 \cdot A \cdot \omega \cdot N^2} \quad (2)$$

μ'_s : Serial mode에서 측정한 복소 투자율의 실수 성분
 μ''_s : Serial mode에서 측정한 복소 투자율의 허수 성분
 l_t : 시료의 평균자로[m]
 L : 시료의 자기 인덕턴스[H]
 μ_0 : 진공투자율[H/m]
 A : 시료의 단면적
 N : 권선수
 R_{eff} : 시료를 포함한 coil의 손실 저항[Ω]
 R_ω : 코일만의 저항[Ω]
 ω : 각 주파수[rad/s]

위의 식(1, 2)을 이용하여 소결온도에 따른 초투자율 변화를 Fig 4에 나타냈는데, 초투자율 크기는 거의 일정하지만 소결온도가 1100 °C 일 때 조금 더 높은 초투자율을 보였다.

Fig. 5는 손실 계수 변화를 주파수에 따라 측정한 데이터이다. Q값이 높다는 것은 손실이 적다는 것으로서 100 kHz 영역에서 Q값이 높게 측정되었다. 손실이 많으면 그 만큼 흡수 능력도 좋으므로 제작한 분말이 소결형 전파흡수체로 MHz 대역에서 사용 할 수 있음을 확인하였다.

Fig 6은 $Ni_{0.7}Cu_{0.2}Zn_{0.1}Fe_2O_4$ 조성으로 제조한 두께 0.9 mm 복합형 전파흡수체를 Network Analyzer(HP8753ES)를 이용하여 반사 손실(reflection loss)을 측정하였다. 제조된 복

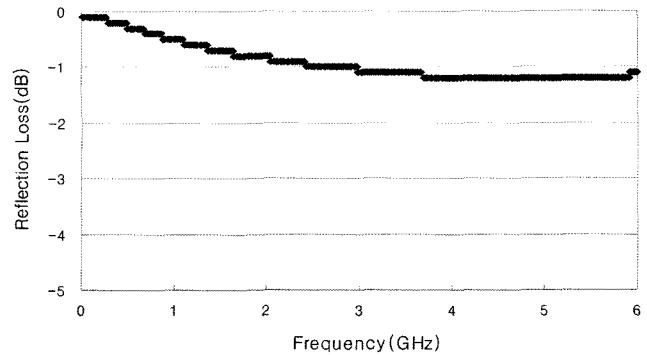


Fig. 6. Microwave absorbing characteristics of the Ni-Cu-Zn ferrite-rubber composite absorbers (0.9 mm thickness).

합형 전파흡수체는 3~6 GHz의 주파수 대역에서 확인한 결과 -1.2 dB의 반사 감쇄율로 나타났다. 다른 문헌[13]에서 발표 한 값을 비교하여 볼 때 시편의 두께가 1 mm인 경우의 값과 유사하였고, $Ni_{0.7}Cu_{0.2}Zn_{0.1}Fe_2O_4$ 조성의 미분말로 제조한 복합형 전파흡수체는 두께가 얇을 때 광대역 특성의 전파흡수체로 사용하기에는 약간의 어려움이 있을 것으로 사료되지만, 두께가 수 mm 이상으로 커지면 특정주파수에서 정합주파수를 지니는 복합형 전파흡수체로 사용 가능하다고 판단된다.

IV. 결 론

$Ni-Cu-Zn$ ferrite를 공침법으로 제조한 후 소결온도를 1000 °C, 1100 °C로 변화시켜 $Ni-Cu-Zn$ ferrite 미분말을 제조하였다. 합성한 미분말의 미세조직, 결정구조 및 전기적 특성을 분석하였고, ferrite-rubber composite를 제작하여 전파흡수 특성을 분석, 비교하였다. 합성한 $Ni-Cu-Zn$ ferrite 분말들은 spinel 구조를 지니고 있음을 확인하였고, 크기가 2 μm 인 소결된 미분말을 얻었다. 소결된 미분말은 평균 50 정도의 초투자율과 100 kHz 영역에서 Q값이 높게 측정되었고, MHz 이상 영역에서는 Q값이 현저하게 낮아짐을 관찰하였다. 또한 S-parameter를 측정하여 반사 감쇄율을 계산한 결과 두께 0.9 mm인 $Ni_{0.7}Cu_{0.2}Zn_{0.1}Fe_2O_4$ 조성의 시트형 전파흡수체는 3~6 GHz의 주파수 대역에서 -1.2 dB의 반사 감쇄율이 관찰되었고, 기존의 건식법으로 제조한 Ni-Zn 페라이트 전파흡수체와 비교해 볼 때, 본 실험에서 사용한 시편의 두께 0.9 mm보다 수 mm 이상 더 두꺼워져야 복합 ferrite 전파흡수체로 서 용용이 가능할 것으로 사료된다.

감사의 글

「본 연구는 숭실대학교 교내 연구비 지원으로 이루어졌다」

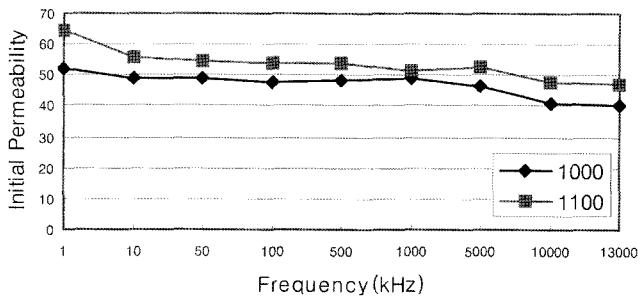


Fig. 4. Frequency dependance of initial permeability of Ni-Cu-Zn ferrite powders after sintering at 1000 °C and 1100 °C.

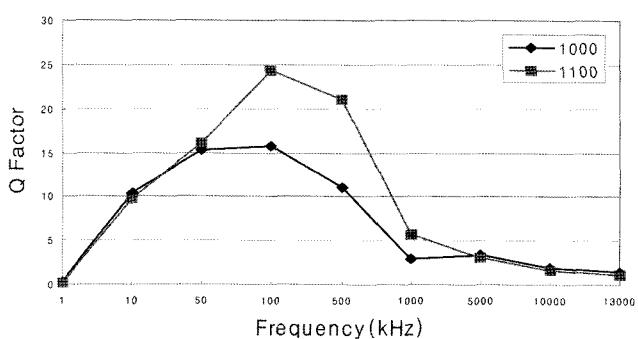


Fig. 5. Q Factor dependance of Ni-Cu-Zn ferrite powders after sintering at 1000 °C and 1100 °C.

이에 감사드립니다.

참고문헌

- [1] D. Stoppels, J. of Magn. Magn. Mater., **160**, 323 (1996).
- [2] S. S. Kim, D. H. Han, and S. B. Jo, IEEE Trans. Mag., **35**(6), 4554 (1994).
- [3] Y. J. Lee, Y. C. Yoon, and S. S. Kim, Kor. J. of Mater. Research, **12**(2), 160 (2002).
- [4] H. Su, H. Zhang, X. Tang, and Y. Jing, J. of Magn. Magn. Mater., **302**, 278 (2006).
- [5] Y. Nie, H. He, Z. Zhao, R. Gong, and H. Yu, J. of Magn. Magn. Mater., **306**, 125 (2006).
- [6] Y. Naito, J. Phys. IV, **7**, C1-405(1997).
- [7] S. Sugimoto, K. Okayama, S. Kondo, H. Ota, M. Kimura, Y. Yoshida, H. Nakamura, D. Book, T. Kagotani, and M. Homma, Mater. Trans., JIM, **39**(10), 1080 (1998).
- [8] S. B. Cho and J. H. Oh, J. of Kor. Mag. Soc., **6**(2), 115 (1993).
- [9] S. S. Kim, J. of Kor. Mag. Soc., **4**(3), 285 (1994).
- [10] K. T. Yoon, Ch. K. Lee, and Y. J. Park, J. of Kor. Mag. Soc., **11**(1), 14 (2001).
- [11] M. S. Kim and J. G. Koh, J. of Kor. Mag. Soc., **15**(5), 282 (2005).
- [12] J. G. Koh and J. M. Song, Basic and Application of Magnetic physics, Soongsil Univ. press, Seoul, pp 161-198 (2005).
- [13] Y. Hwang, S. K. Kwon, H. S. Lee, H. J. Je, and S. I. Park, J. of Kor. Ceramic. Soc., **38**(12), 1162 (2001).

A Study on the Microwave Absorber Properties of Ni-Cu-Zn Ferrites Composite

Eui Hong Min, Moon Suk Kim, and Jae Gui Koh*

Department of Physics, Soongsil University, Seoul 156-743, Korea

(Received 5 November 2007, in final form 18 December 2007)

Ni-Cu-Zn ferrites were prepared by the co-precipitation. Physical properties and Microwave absorbing properties were investigated in Ni-Cu-Zn ferrite for the aim of microwave absorbers. From the analysis of X-ray diffraction patterns, we can see that all the particles have only a single phase spinel structure. The loss factor was maximum at sintering temperature 1100 °C. The initial permeability of sintered ferrite obtained was an average of 50. We found that the $(\text{Ni}_{0.7}\text{Cu}_{0.2}\text{Zn}_{0.1}\text{O})_{1.02}(\text{Fe}_2\text{O}_3)_{0.98}$ can be used in ferrite rubber composite microwave absorber when sintering temperature at 1100 °C.

Keywords : electromagnetic interference (EMI), microwave absorber, ferrite, co-precipitation