

수열합성에 의한 Barium ferrite 단결정 미립자의 제조

부산대학교 이 재 호* 이 형 진
 김 창 곤 김 태 옥
 산업과학기술연구소 변 태 봉

PREPARATION OF SINGLE CRYSTALLITES OF
 BARIUM FERRITE BY
 HYDROTHERMAL SYNTHESIS

Pusan National University, J. H. LEE* H. J. LEE
 C. G. KIM T. O. KIM
 R I S T T. B. BYEON

1. 서론

Magnetoplumbite형의 Barium ferrite는 c축이 자화용이축으로서 결정자기이방성이 크고 화학적으로 안정하며, 높은 전기저항 특성을 나타내므로 고밀도 수직자기기록매체^{1)~3)}로서 각광을 받고 있다. 본 연구에서는 제조공정상 energy적으로 유리하며, 생성물의 입형 및 분산성 등이 우수한 것으로 알려지고 있는 수열합성법을 이용하여 Barium ferrite제조하고 생성 mechanism 과 특성을 조사하였다.

2. 실험방법

출발시료로 $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ 와 $Ba(NO_3)_2$ 을 사용하여 혼합용액을 만들어서 NaOH에 첨가하여 반응시료인 알카리 현탄액을 생성시킨 후 고압솥에 장입하여 수열반응 시켜 시료분말을 제조하였다. 수열합성된 시료분말과 그열처리 시료분말의 결정성과 특성을 조사하였다.

3. 실험결과 및 고찰

수열합성온도 300°C에서 Ba와Fe의 조성비를 1:8, 1:10, 1:12로 변화시켜본 결과 1:8에서는 과량의 Ba로 인하여 $BaCO_3$ 가 생성되며, 1:12에서는 $\alpha-Fe_2O_3$ 가 생성된 반면에 1:10에서는 Ba-ferrite 단일상이 생성이 되었다. 수열법에서 액성의 중요성을 감안하여 알카리 물비를 변화시킨 결과 R값이 낮을수록 결정성이 증가함을 SEM 관찰 결과 알수있었다. 수열합성분말의 결정성을 높이기 위하여 열처리를 850°C, 900°C, 950°C에서 1hr행하였다. 전자현미경 관찰 및 자성(σ_s , mHc, σ_r , S.R)을 측정해본 결과 수열합성시료들에 비해 거의 2배이상 증가하였다.



[As Hydrothermalsynthesize Ba-ferrite power] [Heat treated at 900°C for 1hr Ba-ferrite power]

수열합성한 분말과 열처리한 분말을 산처리⁽⁴⁾하여 입자표면과 내부 평균조성을 조사한 결과 과량의 Ba^{2+} 가 입자표면에 존재하였고 leaching한 시료들을 전자 현미경으로 관찰한 결과 입자들의 모서리가 산에 녹아 나온 것을 알수 있었다.

4. 결론

- 1) Ba-ferrite는 조성비가 1:10에서 단일상을 형성하며 알카리몰비 R이 2에서 우수한 결정성을 보인다.
- 2) R이 증가할수록 균일하고, 미세한 입자가 생성되나, R이 감소함에 따라 자기적 특성이 향상되고, 900°C 열처리 후에는 55.8(emu/g)의 포화자화를 나타낸다.
- 3) 수열합성 분말 입자표면에는 Barium이 과잉으로 존재하고 내부에 들어감에 따라 Ba-ferrite의 화학양론조성에 접근한다.
- 4) Ba-ferrite의 결정화과정은 입자표면과 내부층의 조성차이로 Ba^{2+} 이온이 Fe_2O_3 결정구조 내부로 확산 진행되는 과정으로 추정할 수 있다.
- 5) 열처리에 의해 자기적 특성은 약2배 향상된다.

5. 참고문헌

- ① T. Fugiwara; IEEE Trans. Mag, MAG-21, No5, 707-709 (1985).
- ② T.Ido et al; ibid, MAG-22, No5, 704-706 (1986).
- ③ S.Iwasaki et al; ibid, MAG-13, No5, 1272-1277 (1977).
- ④ W. Ross et al; Jourual dc physique Cl,supplement au n4, Tome 38, April Cl-35(1977).