

B3

δ -FeOOH의 제조과정이 그 형태와 자성에 미치는 영향

부산대학교 박영도*
이훈하
김태옥

Effects of Preparation on the Morphology and Magnetic Properties of δ -FeOOH

Pusan Univ Y. D. PARK*
H. H. LEE
T. O. KIM

1. 서론

δ -FeOOH를 얻는 반응과정은 용해석출 반응인 α -, γ -FeOOH와는 달리 topotaxy형 고상반응의 전형적 인 예이다. 즉 δ -FeOOH는 hexagonal $Fe(OH)_2$ plate like 입자의 topotaxial 산화반응에 의하여 형성되 기 때문에 대개 hexagonal plate를 나타낸다. γ -FeOOH를 출발물질로한 γ - Fe_2O_3 나 acicular α -FeOOH를 출발물질로한 Ba-ferrite 등 α -, 와 γ -FeOOH에 대한 관심도는 높으나 δ -FeOOH에 대한 관심도는 낮았 다. 따라서 본 발표에서는 δ -FeOOH제조과정이 그 형태와 자성에 미치는 영향을 조사하였다.

2. 실험방법

미리 탈산소한 증류수에 0.4M $FeCl_2 \cdot 4H_2O$ 400mL와 2M NaOH 400mL를 혼합하고 산화를 방지하기 위하여 N_2 분위기 하에서 반응 온도를 20~60°C로 10°C 간격으로 $Fe(OH)_2$ 침전물을 얻었다. 여기에 30% H_2O_2 50 mL를 넣고 잠시후 25mL를 더 첨가하여 급격히 산화시켰다. 산화된 slurry를 pH7인 증류수로 여러번 수세 한후 여과시켰으며 20°C 공기중 실리카겔하에서 하루동안 건조시켰다. 1차 실험에서 얻은 최적의 반응온 도인 40°C에 고정시키고 0.4M $FeCl_2 \cdot 4H_2O$ 400mL에 NaOH첨가량을 변화시키면서 위와 같은 실험을 반복하여 δ -FeOOH를 제조하였으며, 여기에서 얻은 최적의 조건인 반응온도 40°C, $[OH^-]/[Fe^{2+}] = R$ 에서 침전물 $Fe(OH)_2$ 의 숙성 시간을 변화시키면서 δ -FeOOH를 제조하였다. 제조한 δ -FeOOH분체특성과 자기적성질을 XRD, TEM, VSM, ICP등으로 조사하였다.

3. 실험결과 및 고찰

제조된 δ -FeOOH의 미립자는 침전물 $Fe(OH)_2$ 의 반응온도가 높을수록 입자크기가 증가하였으며 40°C일 때 포화자화가 21 emu/g이었고 반응온도가 높을수록 보자력은 증가하였다. 반응온도가 40°C일때 δ -FeOOH미립자는 입자크기가 ~1000 Å의 육각판상을 나타내고 포화자화는 21 emu/g, 보자력은 300 Oe정 도로 제조조건에 따라 변화가 많았다.

4. 참고문헌

- ① A. W. Simpson, J. Appl. Phys. 33(3) 1203(1962)
- ② O. Muller, R. Wilson, W. Krakow, J. Material Science 14 2929(1979)
- ③ M. Pernet, X. Obradors, J. Fontcuberta, J. C. Joubert IEEE Trans. Mag. Mag. 20(5) 1524(1984)
- ④ T. Ishikawa, Wei Yan Cai, K. Kandori, J. Chem. Soc. Faraday Trans 88(8) 1173(1992)
- ⑤ S. Okamoto, Kogyo Kagaku Zasshi, 67 1850(1964)