

## 바륨페라이트의 열처리 조건과 합성방법에 따른 자기적 성질 및 입자크기 변화 연구

### Effects of the annealing conditions and synthesis methods on the magnetic properties and particles size of barium ferrite powders.

이우철 · 안양규 · 황연\* · 김택수\*\*

건양대학교 화학과 · \*한국자원연구소 · \*\*한국원자력연구소

최근 바륨페라이트 입자는 새로운 자기 기록 매체의 이용 가능성 때문에 많은 연구자들의 관심을 모으고 있다. 높은 보자력과 포화 자화값은 바륨페라이트의 큰 장점인데 자기 기록 매체로 이용되기 위해서 꼭 필요한 요소이다. 기록매체로 이용되기 위한 또 하나의 조건은 미세한 입자 크기이다. 바륨페라이트를 합성하기 위한 여러 합성 방법중 이번엔 공침법과 졸-겔법을 이용한 것은 수십~수백 나노 크기의 입자를 제조할 수 있기 때문이다. 특히 졸-겔법은 공침법에 비해 미세한 바륨페라이트 분말 제조가 가능하며 요즘 많은 연구가 되고 있는 박막제조에 이 합성방법이 이용되고 있다. 본 연구에서는 바륨페라이트 분말을 공침법과 졸겔법으로 합성하였으며 합성방법과 열처리 조건에 따른 자기적 특성 및 입자크기 변화를 조사하였다. 공침법에서는  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 와  $\text{BaCl}_2$ 를 몰비 12:1로 취해 탈 이온수에 용해시키고 염기를 가해 얻은 침전물을  $700^\circ\text{C}$  이상에서 열처리 시켜 바륨페라이트 분말을 얻을수 있었다. 합성시 금속이온 혼합 용액의 pH가 13이상일 때 바륨페라이트의 단일상이 형성되었고 이때 100~200나노 이하의 입자 크기를 나타내었다. 열처리 조건의 변화 즉, 열처리 온도와 승온속도의 변화에 따라 결정화된 바륨페라이트의 결정크기 및 자기적 성질이 변함을 VSM로 확인할 수 있었다. 졸-겔법에서는  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 와  $\text{BaCO}_3$ 를 몰비 12:1로 취해 ethylene glycol에 첨가해  $80^\circ\text{C}$ 로 가열해 주므로써 바륨페라이트 전구물질인 겔이 형성되었고 이것을 열처리하여 바륨페라이트를 얻었다. 반응 초기는  $\text{Fe}^{3+}$ 와 ethylene glycol이 결합해  $\text{Fe}(\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{OH})_3$ 의 금속알콕사이드를 형성한다. 다음으로 ethylene glycol이 떨어지고  $\text{H}_2\text{O}$ 가 금속이온과 결합하여  $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 의 금속하이드록사이드를 형성한다. 두 분자의 금속하이드록사이드는 축합반응을 일으켜 분자사이  $\text{H}_2\text{O}$ 분자가 빠지고 Fe-O-Fe 사슬을 형성하게 되어 겔화가 일어나게 된다. 이렇게 여러 화학반응을 거치기 때문에 합성 조건이 까다롭고 각각의 조건은 최종 생성물의 물성에 영향을 준다. 열처리 후 불순물로는  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{BaFe}_2\text{O}_4$  이 약간 형성됨을 XRD분석을 통해 알수 있었다. 불순물의 형성에는 반응온도, ethylene glycol 량, 반응시간 등이 관여함을 실험을 통해 알 수 있었다. 졸-겔법으로 바륨페라이트를 제조할 때 열처리 조건은 공침법과 차이를 갖는다. 졸-겔법에서는  $380^\circ\text{C}$ 에서 유기물을 제거하는 단계가 필요하며 이 단계는 바륨페라이트의 단일상을 형성하는데 아주 중요하다. 졸-겔법으로 제조된 바륨페라이트의 결정크기는 공침법을 사용한 것 보다 작은 100나노 이하의 크기를 갖는다. 공침법과 졸-겔법의 합성조건 변화 및 열처리 조건에 따른 바륨페라이트의 상변화를 관찰하기 위해서 XRD(X-ray diffractometer)를 이용하였으며 자기적 성질의 변화는 VSM(Vibrating sample magnetometer), 입자의 형태와 크기는 SEM(Scanning electron micrograph)을 통해 확인하였다.