

마이크로파 조사를 이용한 균일산화침전법에 의한 산화철 분말 제조 연구

서울시립대학교 김 정 수*
 재료공학과 신 정 목
 정 덕 교
 송 오 성

PREPARATION OF IRON OXIDE POWDERS BY THE HOMOGENEOUS OXIDATIVE PRECIPITATION UNDER
 MICROWAVE IRRADIATION

The University of Seoul J. S. Kim*
 Department Materials Science and Engineering J. M. Shin
 D. K. Jung
 O. S. Song

1. 서 론

기존의 증탕가열 산화침전법은 α -FeOOH 외에도 β -FeOOH, γ -FeOOH, δ -FeOOH, α -Fe₂O₃, γ -Fe₂O₃ 및 Fe₃O₄가 생성되며, 크기도 불균일한 침전물을 얻기 쉬운 단점이 있었다[1]. 이런 단점을 극복하기 위해서 본 연구에서는 물분자에 회전운동을 일으켜서 수용액을 빠르고 균일하게 가열하는 마이크로파 조사법과 균일침전법의[2] 장점만을 활용하여 여러 가지 산화철 염으로부터 고밀도 자기기록용 산화철 분말의 합성을 시도하였다. 제이철 염인 Fe(NH₄)₂(SO₄)₂, FeSO₄수용액으로부터 α -FeOOH 분말 및 γ -Fe₂O₃를 제조하고 또한, 자기적 성질을 측정하여 고밀도 기록재료로서의 응용 가능성을 확인하고자 하였다.

2. 실험방법

산화철 분말 제조에 사용한 시약은 제이철 염으로 Fe(NH₄)₂(SO₄)₂·6H₂O, FeSO₄·7H₂O를 택하고, 침전제로는 (NH₂)₂CO를 사용하였다. 각각의 제이철 염 0.1M과 요소 수용액 0.2 M을 혼합하고, 2.45GHz 마이크로파를 6분간 조사하여 침전혼합물을 얻었다. 생성된 침전혼합물은 원심분리기로 2,000rpm에서 5분간 처리하여 침전물을 얻었고, 이차 증류수와 isopropanol로 세척한 후 건조시켰다. 결정상 분석은 X-선 회절분석기로 확인하였고, TEM을 사용하여 미세구조를 관찰하였다. 제조된 분말의 자기적 성질은 각각 \pm 5,000 Oe의 자계를 가하여 진동자력계로 측정하였다.

3. 실험결과 및 고찰

3.1. 산화철 분말의 결정상 분석

분말의 X-선 회절패턴은 Fig. 1과 같다. X-선 회절도에서 Fe(NH₄)₂(SO₄)₂로부터 얻어진 산화철은 α -FeOOH임을 알 수 있었다. 그러나 FeSO₄로부터 얻은 산화철은 α -FeOOH와 γ -Fe₂O₃로 이루어져 있음을 확인할 수 있었다.

Fig. 1. XRD rocking curves of iron oxide powders from (a) Fe(NH₄)₂(SO₄)₂, (b) FeSO₄.

3.2. α -FeOOH 입자 모양

Fig. 2에 각각의 제이철 염으로부터 제조된 산화철 분말의 입자모양을 15만 배로 관찰한 결과를 나타내었다. $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2$ 및 FeSO_4 염으로부터 얻어진 분말의 모양은 균일한 침상형으로 길이 $0.2\mu\text{m}$ 정도이고 각형비(aspect ratio)가 10:1 정도를 나타내었다. 일반적으로 전구체로 사용한 $\alpha\text{-FeOOH}$ 입자의 모양과 크기가 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 로 되기까지 변하지 않기 때문에 $\alpha\text{-FeOOH}$ 입자의 모양과 크기를 조절하는 것은 자기기록용 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 분말 제조에 매우 중요하다. $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 를 자기기록 자성체로 사용하기 위해서는 침상형 모양의 입자 길이가 $0.1\text{-}0.7\mu\text{m}$ 정도여야 한다. 본 연구에서 $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2$ 와 FeSO_4 수용액으로부터 제조된 분말은 고밀도 자기기록용 자성체인 미세균일침상 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 의 전구체로서 적합한 모양과 크기라고 판단되었다.

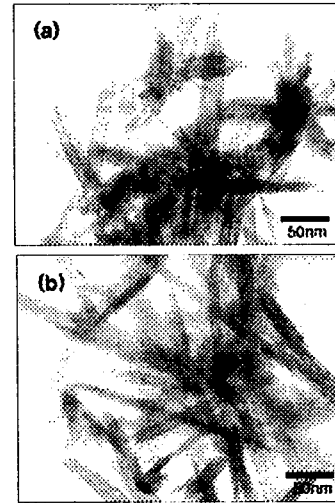


Fig. 2. The TEM image of iron oxide powders from (a) $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2$, (b) FeSO_4 and under 6min microwave irradiation.

3.3. 산화철 분말의 자기적 성질

Fig. 3에 자화이력곡선을 나타냈다. $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2$ 수용액으로부터 제조된 $\alpha\text{-FeOOH}$ 는 20emu 정도의 작은 포화 자화와 66 Oe 정도의 보자력을 보였다. FeSO_4 염에서 제조된 분말의 경우는 X선 분석에서 알 수 있듯이 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 로서 약 200emu 정도의 포화 자화와 78 Oe 정도의 보자력으로 강자성체 물성을 나타내었다. 이로부터 $\alpha\text{-FeOOH}$ 와 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 의 상비는 1:1 정도로 예측되었다.

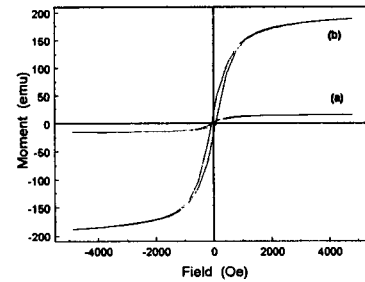


Fig. 3. Hysteresis loops of iron oxide powders from (a) $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2$, (b) FeSO_4 .

4. 결론

$\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2$ 은 $\alpha\text{-FeOOH}$, FeSO_4 는 $\alpha\text{-FeOOH}$ 와 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 의 혼합상이 생성됨을 X-선 회절분석기로 확인하였다. 특히 $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2$ 와 FeSO_4 수용액의 균일 침전반응으로 순수한 $\alpha\text{-FeOOH}$ 로 얻은 입자는 투과전자현미경 분석을 하여 길이가 $0.2\mu\text{m}$ 정도이고 각형비(aspect ratio)가 10:1인 균일한 침상형 모양으로 판단되었다. 마이크로웨이브 조사법은 미세균일한 산화철을 제조하는데 유용하였고 공정조건에 따라 선택적으로 산화분말을 제조하는 것이 가능하다고 판단되었다. 또한 $\alpha\text{-FeOOH}$ 는 자기기록용 자성체인 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 의 전구체로 사용하기에 적합한 모양과 크기를 보여 향후의 고밀도 기록매체 제조에 응용이 기대되었다.

5. 참고문헌

- [1] K. Parida and J. Das, J. Colloid Interface Sci., **178**, 586 (1996).
- [2] Y. T. Moon, D. K. Kim, and C. H. Kim, J. Am. Chem. Soc., **78**, 1103 (1995).

