

용융염내에서의 바륨페라이트 결정의 생성 및 그 자기적 특성

부산대학교 정지형* · 김창곤 · 윤석영 · 김태욱

Formation Process of Barium Ferrite Crystallites in Molten Salts and Its Magnetic Properties

Pusan University J.H. JUNG* · C.G. KIM · S.Y. YOON · T.O. KIM

1. 서론

오늘날 정보통신 기술의 발달은 고용량, 고집적, 단소화를 실현할 수 있는 재료의 개발 및 특성향상을 도모하고 있다. 갈수록 정보용량의 대용량화, 고집적화는 거부할 수 없는 시대의 요구이며 흐름이다. 바륨페라이트는 그 응용면으로써 microwave devices, magnetic recording media가 있으며 본 연구는 잘 분산된 육각판상의 바륨페라이트 분말을 제조하여 고집적화를 이룰 수 있는 수직자기기록용 매체로써 사용하고 자한다. 분말특성으로써 이방성을 가지도록 제조하는 방법중에서도 비교적 쉽게 형상을 제어할 수 있는 Molten Salt 법[1-3]으로 육각판상의 바륨페라이트를 제조하고자한다.

2. 실험방법

특급시약 Fe_2O_3 와 공침법에 의해 제조한 δ -FeOOH를 각각 $BaCO_3$ 와 0.5NaCl-0.5KCl과 혼합하여 알콜에서 8시간 ball milling한후 $650^\circ C$ 에서 $1050^\circ C$ 까지 2시간동안 반응시킨 후 더운 이온수으로써 Cl^- 검출되지 않을 때까지 수세하였다. 여기서 δ -FeOOH는 공침법에 의해 제조하였다. 이때 염과 산화물의 몰비는 1:1로 하였다.

3. 실험결과 및 고찰

δ -FeOOH를 precursor로 사용한 경우에는 $750^\circ C$ 에서부터 바륨페라이트의 주peak가 나타나며 Fe_2O_3 의 주peak는 상당히 감소함을 보인다. $950^\circ C$ 에서부터는 단상의 바륨페라이트가 생성되며 이때의 자기적 성질은 포화자화값이 $47.27 emu/g$ 이며 그이상의 온도에서는 변화가 없었다. 또한 보자력은 온도에 따라 증가하는 경향을 보이며 $950^\circ C$ 에서 $4042 Oe$ 이었다. 한편 Fe_2O_3 를 precursor로 사용하여 얻은 바륨페라이트 분말의 특성은 XRD pattern에서 $850^\circ C$ 에서 약간의 바륨페라이트의 주peak을 보이고 완전한 단상의 바륨페라이트는 δ -FeOOH를 precursor로 사용한 경우와 마찬가지로 $950^\circ C$ 에서 나타났다. 그

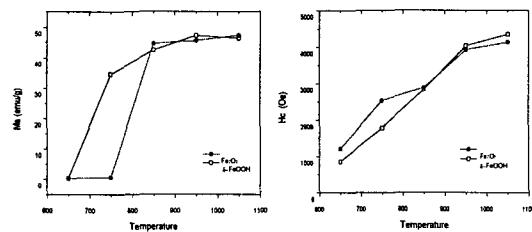


Fig.1 Magnetic properties of Ba=ferrite particles by using Fe_2O_3 and δ -FeOOH as precursors.

의 자성적 특성은 δ -FeOOH를 precursor로 사용한 경우와 비슷한 양상을 보이고 있다. 중요한 차이점은 SEM 사진에 의한 morphology로써 깨끗한 육각판상의 바륨페라이트는 δ -FeOOH를 precursor로 사용한 경우에서만 보여지고 있다. 이러한 morphology상에서의 현저한 차이는 δ -FeOOH가 육각판상의 형상을 가지고 200~300°C에서 열분해를 일으켜 Fe₂O₃가 되지만 육각판상의 형상은 그대로 유지하며 OH⁻가 표면에서 빠져나오므로 해서 표면이 다공성을 지니게 된다.[4] 이로써 용융염내에서 바륨이온이 표면에서 내부로의 확산이 용이하고 염이 액상을 형성하여 확산이 용이하게 하여 고상에서 보다 저온에서의 합성이 가능하다.[1-3,5] 용융염에 있어 생성입자의 형상은 출발물질의 영향을 많이 받는데 Kimura[3,6] 등이 제시한 이론에 의한다면 δ -FeOOH를 precursor로 사용한 경우는 탄산바륨이 δ -FeOOH보다 염에 대해 용해도가 커서 바륨이온이 용융염내를 이동 δ -FeOOH의 표면에서 반응하는 메카니즘이라고 생각되어진다.

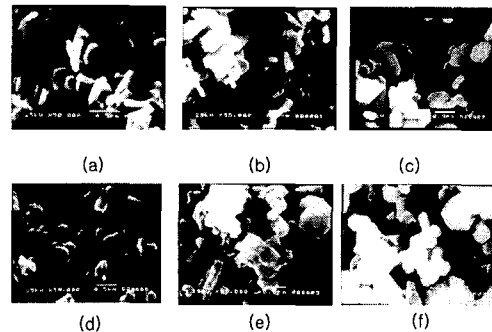


Fig.2 SEM photographs of Ba-ferrite powder obtained by heating a mixture of δ -FeOOH and BaCO₃ [(a),(b),(c)] and Fe₂O₃ and BaCO₃ [(d),(e),(f)] at 850, 950, 1050 °C for 2h, respectively in NaCl-KCl (F=1).

4.결론

δ -FeOOH 또는 Fe₂O₃를 precursor로 사용하여 얻은 바륨페라이트 분말을 비교할 때 δ -FeOOH를 사용한 것이 morphology가 육각판상으로 우수하였고 자기적 성질은 두 경우가 비슷하였으며 δ -FeOOH일 경우가 750°C에서 비교적 낮은 온도에서 바륨페라이트가 생성되었으며 950°C에서부터는 포화자화값의 변화가 없었다.

5.참고문헌

- [1]D.G. Wickham, *Ferrites:Proc.Int.Con.*,pp.105-107July(1970),Jpn
- [2]R.H. Arendt et al, "Lead Zirconate Titanate Ceramics from Molten Salt Solvent Synthesized Powders",*Mat.Res.Bull.*vol.14,pp.703-709(1979)
- [3]T.Kimura et al,"Morphology Control of Electronic Ceramic Powders by Molten Salt Synthesis",*Adv.in Ceram.*vol.21(Ceram.Powd.Sci.),pp169-177(1987)
- [4]T.Ishikawa et al,"Characterization of the Thermal Decomposition Products of δ -FeOOH by Fourier-transform Infrared Spectroscopy and N₂ Adsorption",*J.Chem.Soc.Faraday Trans.*, **88**(8),pp1173-1177(1992)
- [5]T.Kimura et al, "Products of Reaction Between PbO and Nb₂O₅ in Molten KCl or NaCl",*Comm.Am.Ceram.Soc.*Oct.(1993)
- [6]T.Kimura et al, "Preparation of Ferrite Power by Flux Method", *Ferrites:Proc.Int.Con.* ,pp.27-29,Sept(1980),Jpn