

# 공침법으로 합성한 바륨 페라이트(BaM) 분말의 결정구조와 자기적 성질

백인승\*, 남인택  
강원대학교 신소재공학과

## 1. 서론

M-type 바륨페라이트( $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ )는 페리자성 산화물로서 화학적 안정성과 부식저항성 및 양산성이 우수하여 상업적으로 중요한 영구자석으로 많이 이용되고 있다. magnetoplumbite-type(hexagonal)구조인 바륨페라이트는 육각 판상에 수직인 c축을 자화용이축으로 하는 매우 큰 결정자기이방성으로 인해 높은 보자력(6700 Oe)과 큰 포화자화(72 emu/g), 높은 큐리 온도( $450^\circ\text{C}$ )를 갖는다[1]. 이러한 바륨페라이트는 자기기록 재료로 사용되고 있으며[2], 마이크로웨이브 주파수 범위에서 전자기파를 흡수한다[3].  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ 의 자기적 성질에 관해서는 그동안 수많은 연구가 진행되어 왔으며 낮은 열처리 온도에서  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ 의 단일 상을 형성하기 위해서는  $\text{Fe}^{3+}:\text{Ba}^{2+}$ 의 몰 비가 중요하다고 보고되었다[4,5]. 따라서 본 연구에서는 바륨 페라이트를 공침법으로 합성하여  $\text{Fe}^{3+}:\text{Ba}^{2+}$ 의 몰 비가 8일 때의  $\text{Fe}^{3+}$ 와  $\text{Ba}^{2+}$ 의 상대적인 양과 pH 그리고 열처리 온도와 시간에 따른 자기적인 성질과 미세구조, 결정구조에 관하여 조사하였다.

## 2. 실험방법

$\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  분말을 공침법을 이용하여 합성하였다. 출발 물질은  $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ 와  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 로 하였고 조성은  $\text{Fe}^{3+}:\text{Ba}^{2+}$ 의 몰 비를 8로 고정하고  $\text{Fe}^{3+}$ 와  $\text{Ba}^{2+}$ 의 상대적인 비를 조절하였다(11.2:1.4, 12:1.5, 12.8:1.6, 14.4:1.8). 출발물질은 탈 이온수에 용해시켜 혼합 한 후 3몰의 NaOH 용액을 이용하여 침전시키고 얻어진 침전물은 decanting과 세척하였으며 반복 횟수에 따라서 각각의 pH가 8, 9, 10이 되도록 하였다. pH 조절 후에 여과지를 이용해 여과하였으며 걸러진 침전물은  $100^\circ\text{C}$ 에서 6시간 동안 오븐에서 건조하였다. 건조된 분말은 마노유발을 이용해 분쇄한 후 상자형로를 이용하여 공기 분위기에서 열처리 하거나 관상로를 이용하여 산소분위기에서 열처리 하였다. 제조된 분말의 결정성은 Philips사의 X'pert PRO X선회절분석기를 이용하여 조사하였고, 자기적 특성은 Lake Shore 7300 model의 진동시료형 자력계(VSM)로 최대 13 kOe를 인가하여 상온에서 측정하였다. 분말의 형상은 HITACHI사(S-4300)의 전계방사형 주사전자현미경(FESEM)을 이용하였다.

## 3. 실험결과 및 고찰

제조된 분말의 결정구조를 조사하기 위하여 XRD회절 분석을 하였으며 그 결과를 Fig. 1에 나타내었다. 분석 결과 pH가 8과 10일 때와는  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{BaFe}_2\text{O}_4$ , Fe 또는 비정질상이 나타났지만 pH가 9인 경우에는 열처리 온도가  $800^\circ\text{C}$  이상에서  $\text{Fe}^{3+}:\text{Ba}^{2+}=14.4:1.8$ 을 제외한 모든 분말이 M-type 바륨 페라이트의 단일상과 거의 일치하는 것을 알 수 있다. 이 결과로부터 알 수 있는 것은 pH가 9인 경우에는  $\text{Fe}^{3+}$ 와  $\text{Ba}^{2+}$ 의 상대적인 양을 조절하면  $800^\circ\text{C}$ 에서도 단일상의 M-type 바륨 페라이트를 얻을 수 있다는 것이다. 자기적 특성을 알아보기 위해 몰 비가  $\text{Fe}^{3+}:\text{Ba}^{2+}=12.8:1.6$ , pH가 9인 분말의 열처리 온도에 따른 자기적 특성을 Fig. 2에 그래프로 나타내었다. 공기중에서 열처리 한 분말은 열처리 온도가 증가함에 따라 자화 값과 보자력 값 모두 증가하는 것을 알 수 있으며 산소 분위기에서 열처리 한 분말은 열처리 온도가 증가함에 따라 자화 값은 증가 하였으나 보자력 값은  $850^\circ\text{C}$ 에서 감소하였다가  $900^\circ\text{C}$ 에서는 다시 증가 하는 것을 알 수 있다.

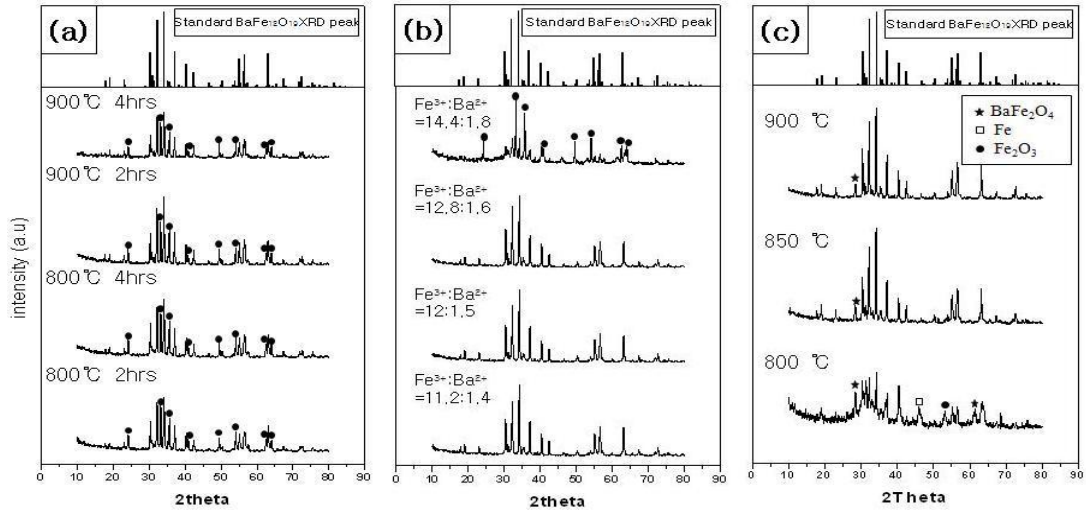


Fig. 1. X-ray diffraction patterns of BaM powders synthesized by co-precipitation with different pH, calcination temperature and time (atmosphere:O<sub>2</sub>). [(a) pH ≈ 8, Fe<sup>3+</sup>:Ba<sup>2+</sup>=12.8:1.6 (b) pH ≈ 9, temp: 800 °C (c) pH ≈ 10, Fe<sup>3+</sup>:Ba<sup>2+</sup>=12.8:1.6]

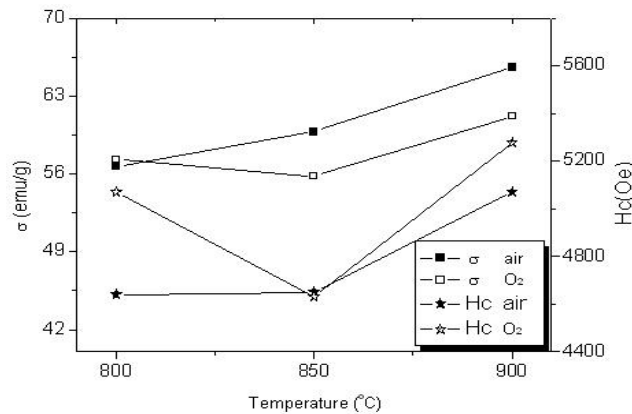


Fig. 2. Magnetic properties versus calcination temperature for BaM powders (Fe<sup>3+</sup>:Ba<sup>2+</sup> = 12.8:1.6, pH ≈ 9, time: 2 hrs).

#### 4. 결론

M-type 바륨 페라이트가 pH가 8과 10일 때에는 비정질상과 α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>상, BaFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>상의 영향으로 인해서 800°C의 열처리 온도에서는 자화 값과 보자력 값이 적게 나타났다. 또한 pH가 9인 분말은 몰 비가 Fe<sup>3+</sup>:Ba<sup>2+</sup>=14.4:1.8을 제외 하고 대체로 단일상의 구조가 나타나는 것을 확인하였으며, 몰 비가 Fe<sup>3+</sup>:Ba<sup>2+</sup>=12.8:1.6인 분말을 공기 중에서 900°C로 열처리한 것이 가장 큰 자화 값(65.6 emu/g)을 가지며 산소 분위기에서 900°C로 열처리한 것이 가장 큰 보자력 값(5280 Oe)을 갖는 것을 알 수 있다.

#### 5. 참고문헌

- [1] X. Liu, J. Wang, L.M. Gan, S.C. Ng, J. Ding, J. Magn. Magn. Mater., **184**, 344 (1998).
- [2] T. Fujiwara, IEEE Trans. Magn., **21**, 1480 (1985).
- [3] V.B. Bregar, IEEE Trans. Magn., **40**, 1679 (2004).
- [4] Ugur Topal, Husnu Ozkanb, Lev Dorosinskii, J. Alloy. Comp., **428**, 17 (2007).
- [5] S.R. Janasi, M. Emura, F.J.G. Landgraf, D. Rodrigues, J. Magn. Magn. Mater., **238**, 168 (2002).