

수열합성법으로 제조된 $Ba_2Co_2Fe_{12}O_{22}$ 분말의 자기적 성질과 미세구조에 미치는 합성조건 영향

조광목*, 남인탁

강원대학교 신소재공학과, 강원도 춘천시 효자동 강원대학길1

1. 서론

Planar magnetic anisotropy를 가지는 Y-type hexagonal ferrites는 고주파대역에서 기존의 spinel ferrites보다 안정적이며 자기적 성질이 우수하여 전자파흡수제나 마이크로파소자로의 적용가능성이 검토되고 있다. Y-type hexagonal ferrites는 여러 가지 방법으로 합성이 가능하며 단일상과 우수한 자기적 성질을 위해 금속이온 첨가 등 많은 연구가 이루어지고 있다[1-7].

본 연구에서는 수열합성법을 이용하여 Y-type 바리움 페라이트 단일상 합성과 자기적 성질에 영향을 미치는 pH와 열처리 온도, autoclave 내에서의 합성시간에 대하여 조사하였다.

2. 실험방법

$Ba_2Co_2Fe_{12}O_{22}$ 분말을 수열합성법을 이용하여 제조하였다. 출발물질로 $Ba(NO_3)_2$, $Co(NO_3)_2$, $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ 를 사용하였다. 출발물질을 조성비에 따라 무게를 잰 후 비이커에 이온수와 함께 교반시켜 충분히 용해시켜준 후 NaOH 용액을 넣어 침전시켜 주었다. 침전물을 autoclave chamber 내에 넣어 200°C에서 각각 1, 5, 20시간 동안 교반을 시키면서 1차 합성을 하였다. 1차 합성물을 비이커에 부어 이온수를 사용하여 pH를 각각 13, 12, 10이 될 때까지 washing을 실시하였다. 혼합물은 filtering을 거친 후 dry oven을 사용하여 100°C에서 4시간 동안 건조하였다. 건조한 혼합물을 mortar와 pestle을 사용하여 30분 이상 분쇄한 후에 tube type furnace를 사용하여 열처리하였다. 열처리는 1000~1250°C까지 50°C 단위로 산소분위기에서 행하였으며 승온은 분당 5°C로 하고 각각의 열처리 온도에서 6시간 동안 유지시킨 후 노냉하였다. XRD와 VSM측정은 샘플을 다시 mortar와 pestle을 사용하여 30분 이상 분쇄한 후 실시하였다. 바리움 페라이트의 상분석과 자기적 성질을 각각 XRD (Panalytical, X'pert pro)와 VSM(Lakeshore Cryotronics, Lakeshore VSM7300)을 사용하여 조사하였다. 분말의 미세구조는 FESEM(Hitachi, S-4300)을 이용하여 관찰하였다.

3. 실험결과 및 고찰

$Ba_2Co_2Fe_{12}O_{22}$ 분말의 X-선 회절 실험결과를 Fig. 1에 나타내었다. Autoclave내에서의 합성온도 200°C, 합성시간 5시간 이상, pH가 13일 때 하소온도 1000°C에서 단일상의 Y-type 바리움 페라이트($Ba_2Co_2Fe_{12}O_{22}$)를 얻을 수 있었다. VSM측정을 통한 시료의 자기이력곡선과 자기적 성질을 Fig. 2에 나타내었다. Autoclave내에서의 합성온도 200°C, 합성시간 20시간, pH가 13인 샘플의 상온에서 측정된 포화자화는 열처리온도의 증가에 따라 증가하였다. Autoclave내에서의 합성온도 200°C, 합성시간 5시간, pH가 13인 샘플을 1200°C에서 열처리한 결과 이론치와 비슷한 포화자화값(33.1 emu/g)을 나타내었다.

4. 결론

Y-type 바리움 페라이트($Ba_2Co_2Fe_{12}O_{22}$)를 수열합성법으로 제조하였다. Autoclave내에서의 합성온도, 합성시간 그리고 pH를 조절해 줌으로써 Y-type 바리움 페라이트($Ba_2Co_2Fe_{12}O_{22}$) 단일 상의 생성온도를 1000°C로 낮출 수 있었다. 입자의 모양은 육각관상을 띄었으며 열처리 온도의 증가에 따라 그 크기가 증가하였다.

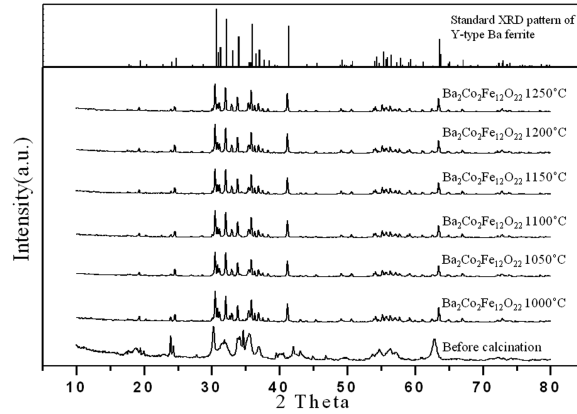


Fig. 1. XRD patterns of powders calcined at different temperatures (autoclave reaction time=5hr, pH=13).

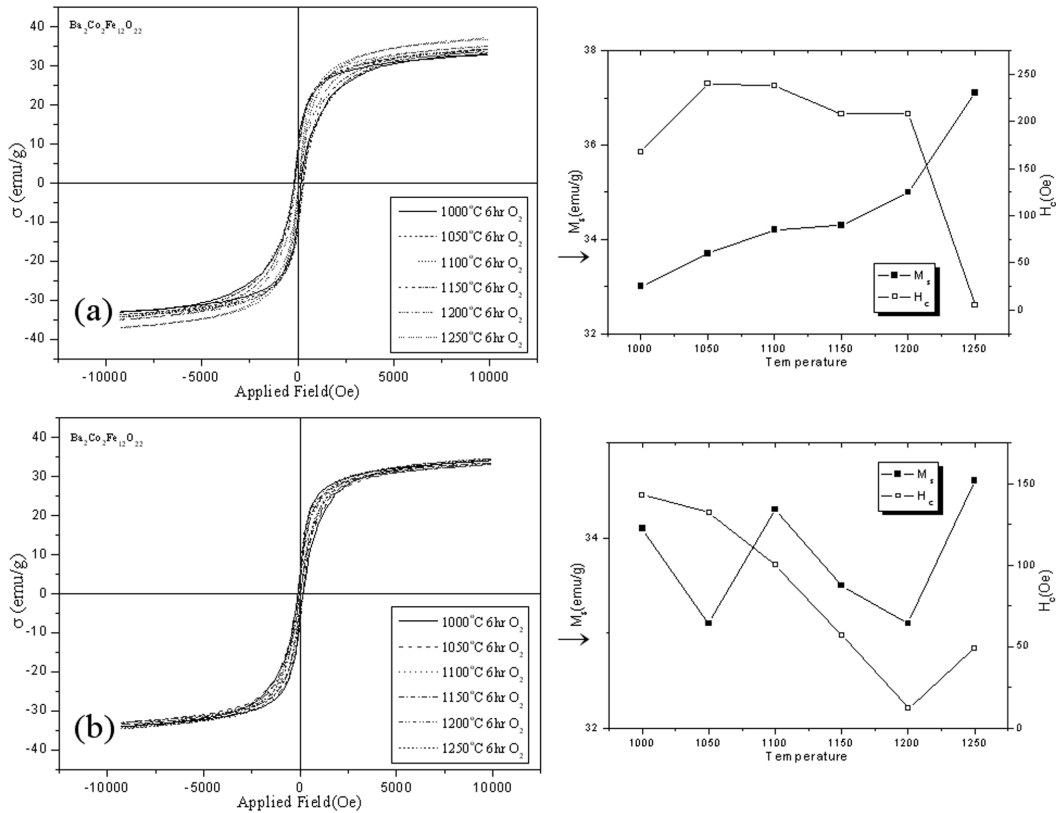


Fig. 2. Hysteresis loops and magnetic properties of powders calcined at different temperatures. (autoclave reaction time: a. 20hr, b. 5hr, pH=13).

5. 참고문헌

- [1] Y. Bai, J. Zhou, Z. Gui, L. Li, J. Magn. Magn. Mater., **246**, 140 (2002).
- [2] Y. Bai, J. Zhou, Z. Gui, Z. Yue, L. Li, J. Magn. Magn. Mater., **264**, 44 (2003).
- [3] Y. Bai, J. Zhou, Z. Gui, L. Li, Mater. Lett., **57**, 807 (2002).
- [4] N. Chand Pramanik, T. Fujii, M. Nakanishi, J. Takada, S. Seok, Mater. Lett., **60**, 2718 (2006).
- [5] H. Hsiang, R. Yao, Mater. Chem. Phys., **104**, 1 (2007).
- [6] Y. Bai, J. Zhou, Z. Gui, L. Li, J. Am. Ceram. Soc., **88**, 318 (2005).
- [7] Y. Bai, J. Zhou, Z. Gui, B. Li, L. Li, J. Electroceram., **21**, 349 (2008).