

열처리에 따른 실리카 피착 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 의 특성

이재영·변태봉·김대영·이현·한기현·손진군

산업과학기술연구소 신소재부문 전자성재료연구실

경북 포항시, 790-330

(1993년 2월 2일 받음, 1993년 6월 10일 최종수정본 받음)

자기기록매체에 적합한 실리카 피착 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 제조에 있어서 실리카 피착의 효과와 영향에 대하여 검토하였다. 특히 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 제조시 열처리단계에 있어서 실리카 피착의 효과와 분말의 특성과의 상관관계를 조사하는데 연구의 중점을 두었다. 수산화철 표면에 무기물질인 실리카성분을 물유리를 사용하여 피착한 시료와 피복하지않은 시료를 후속 열처리하여 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 를 제조한후 이들 분말의 특성을 조사하였다. $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 에 피복된 실리카 피착층은 환원시 과환원과 급속한 산화반응을 억제하는 확산장벽으로 작용하여 최종제품내에 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 의 혼입을 방지하기 때문에 실리카 피복된 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 는 높은 자화특성을 나타내었다. 또한 실리카 피착층은 소결 억제제로 작용하여 실리카가 피복된 시료의 경우 침상성이 우수하여 높은 보자력과 비표면적을 나타내었다.

I. 서 론

최근까지 자기기록매체로 다양한 종류의 자성매체가 개발되어 왔으나 경제적 측면이나 실용적측면에서 maghemite라 불리는 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 가 가장 많이 이용되고 있다 [1]. $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 의 자기적 성질은 고유의 결정구조인 스핀넬구조에 기인한 결정자기 이방성과 형상이 침상임에 기인한 형상자기이방성에 의존한다[2, 3]. 따라서 출발원료인 수산화철을 양호한 침상이 이루어지도록 하는 것과 열처리과정에서 침상성을 유지하도록 하는 것이 중요하다. 이 중 열처리조건은 최종분말의 자기적 특성 뿐만 아니라 비표면적, 충전밀도, 흡유량등 테이프 제조시 요구되는 제반 물리적 특성에도 큰 영향을 미친다.

$\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 제조시 열처리온도가 낮게되면 입자내에 상당량의 기공이 존재하게 되어 분말의 전자기적 특성은 저하하게 되고 흡유량이 증가하여 테이프 제조시 분산결합제(binder)소모량을 증가시킨다. 반면 열처리온도가 높게되면 열처리시 소결반응의 급속한 진행으로 분말의 침상성이 저하하여 형상이방특성이 감소하고 입자간 소결로 분산성에 악영향을 미친다[4, 5]. 이와 같은 침상

성소실과 입자간 소결을 억제하기 위하여 유기[6] 및 무기물[7, 8]을 열처리전에 수산화철 표면에 사전피복 시키는 연구가 주목받고 있다.

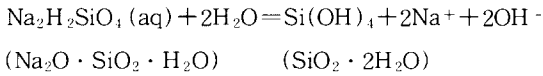
본 연구에는 무기물의 일종인 실리카 성분을 피착시킨 수산화철과 피착시키지 않은 수산화철을 환원온도등 열처리 조건을 달리하여 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 를 제조한 후 실리카 피복이 열처리시 분말의 자기적 특성과 물리적 특성에 미치는 효과를 비교 분석하였으며 특히 실리카 피착이 열처리시 분말의 물성변화에 미치는 영향과 그 원인을 조사하는데 연구의 중점을 두었다.

II. 실험방법

1. 수산화철 제조 및 실리카 피착

제철소 냉연공장에서 발생하는 폐산에서 불순성분인 Fe^{+3} , Al등을 제거한 정제된 염화제일철 수용액에 당량비($R = 2\text{NaOH} / \text{FeCl}_2$)를 $R = 2$ 가 되도록 가성소다를 투입하고 반응온도 40 °C, 반응시간 3시간으로 선정하여 공기를 불어넣는 용액반응을 일으킴으로써 $\alpha\text{-FeOOH}$ (goethite)를 합성하였다[9].

일반적으로 사용되고 있는 실리카피착법이란 물유리가 일정 pH (pH = 8-10)에서 아래와 같이 가수분해하는 현상을 이용한 것이다[7, 8, 10, 18].



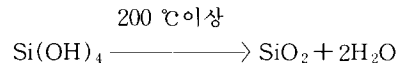
즉, 알칼리 영역에서 수산화철을 합성한 후 물유리를 투여하고 수세공정중에 pH가 저하할 때 수산화철 표면에 콜로이드상의 $\text{Si}(\text{OH})_4$ 형태로 실리카 성분을 피복시키는 조작을 말한다. 따라서 일반적인 방법을 사용할 경우 수세 도중에 이온으로 존재하는 Si 성분 및 콜로이드상의 $\text{Si}(\text{OH})_4$ 의 일부가 유실되어 실제 피착효율은 20-30% 정도 밖에 이르지 못한다. 본 연구에서는 피착효율을 높이기 위하여 피착방법을 달리하였다. 수산화철을 합성한 후 가압여과장치로 사용하여 여과하고 여과물을 금속 이온이 제거된 물을 사용하여 수세를 하였다. 이와같은 수세와 여과공정을 수차례 반복하여 수산화철 합성반응중 생성된 염화나트륨과 과잉의 알칼리를 용액의 pH가 8.5 이하가 될 때까지 제거하였다. 불순이온이 포함되지 않은 수산화철 여과 물(cake)를 0.5 몰 FeOOH /리터의 농도로 물을 사용하여 완전히 분산처리하였다. 분산된 수산화철 슬러리에 수산화철당 SiO_2 함량이 0.5 Wt.% 가 되도록 SiO_2 함량이 1 Wt.% 함유된 물유리수용액을 사용하여 계산된 부피로 투여하였다. 물유리 수용액 투여후 30분 이상교반처리하여 Si 성분을 수산화철 표면에 균일 피착시키고 여과하여 미량의 Na 성분을 제거한 후 건조하여 시료를 준비하였다[10].

수산화철당 SiO_2 함량이 0.5 Wt.% 가 되도록 피착시킨 시료를 습식분석한결과 0.48 Wt.% SiO_2 가 실제로 피착되어 피착효율은 95%를 상회하였다.

2. $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 의 제조 및 특성조사

SiO_2 성분을 피착처리한 goethite와 피착처리가 되지 않은 goethite를 400-600 °C로 탈수처리하여 hematite를 제조한 후 수소분위기에서 250-350 °C로 환원하고 250 °C에서 재산화 처리를 하여 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 및 실리카 피착 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 를 제조하였다.

수산화철 표면에 $\text{Si}(\text{OH})_4$ 형태로 피복된 실리카 성분은 열처리 과정에서 열에 의하여 아래와 같은 반응식을 통하여 실리카로 변화하기 때문에 실리카 피착 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 를 제조할 수 있었다.[8, 9, 10]



자기적 특성은 진동자력측정기(Toei 사 VSM-5)를 사용하여 인가자장 5 kOe 충전밀도 0.8 g/cm³ 조건으로 측정하였으며 분말내부의 기공유무, 분말형태등을 투과 전자현미경(Jeol, Jem-200 cx)을 사용하여 관찰하였다. X-선회절분석(Cu-K α)을 통하여 제조된 분말의 종류를 확인하고 시차열분석(DTA) 및 중량열분석(TGA)을 통해 열처리거동을 조사하였으며 비표면적측정장치(Micromeritics, ASP2000)를 이용하여 B.E.T법으로 분말의 비표면적을 측정하였다.

III. 결과 및 고찰

1. 환원시 포화자화값에 미치는 실리카피착의 영향

$\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 를 제조함에 있어서 환원온도는 자성체 자체의 결정성 뿐만아니라 자성체의 순도에 큰 영향을 미치기 때문에 자기적 성질중 포화자화 값의 변화에 영향을 준다. Fig.1은 수산화철당 SiO_2 함량이 0.5 Wt.%가 되도록

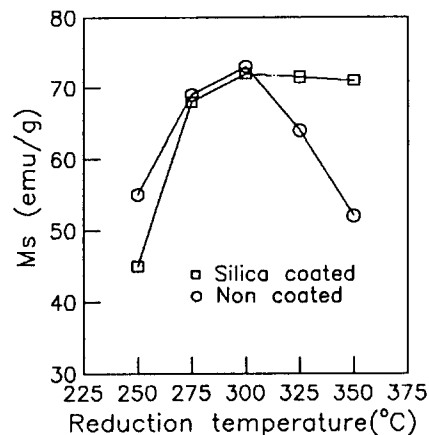


Fig. 1. Saturated magnetization of $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ and silica coated $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ with reduction temperature.

록 피착매인 물유리를 투입하여 실리카 성분이 피복된 수산화철과 실리카 성분이 피복되지 않은 수산화철을 500 °C에서 탈수하여 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 를 제조한 후 환원온도를 달리 하여 환원하고 250 °C에서 산화하여 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 를 제조함

에 따른 포화자화값의 변화를 나타낸 것이다. 300 °C까지는 피착시료와 비피착시료 모두 환원온도가 증가함에 따라 포화자화값이 증가하지만 325 °C 이상에서는 실리카 피착된 시료의 경우 계속적으로 양호한 특성을 나타내는 반면 실리카 피착이 되지 않은 시료는 포화자화값이 급격히 감소하는 경향을 나타내었다. 저온부에서의 낮은 자화값은 완전한 환원반응의 미진행으로 매우 작은 자화값을 갖는 반자성물질(antiferromagnetic material)인 미환원된 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 가 혼재하기 때문임을 Fig.2의 (a)로부터 확인할 수 있었다.

한편, 실리카 피착을 하지 않은 시료에 있어서의 고온부에서 자화값의 저하는 과환원에 기인된 것으로 생각된다. 즉 높은 포화자화값을 얻기 위해서는 Fig.2의 (c)와

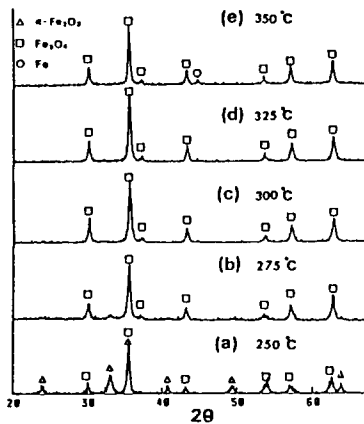


Fig. 2. X-ray diffraction patterns of non-coated and reduced products at various reduction temperatures.

같이 Fe_3O_4 로의 균일한 환원반응이 일어나야 한다. 그러나 Fig.2의 (e)와 같이 고온환원처리의 영향으로 일부가 금속 Fe로 과환원 될 경우, 후속열처리인 재산화과정을 거치게 되면 자성체인 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 로 산화되는 것이 아니라 강한 발열반응을 나타내며 상당량이 비자성물질인 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 로 산화되기 때문에 포화자화값은 감소하였다. Fig.1에서 실리카 피착하지 않은 시료의 경우 포화자화값의 감소는 325 °C부터 발생하였지만 Fig.2의 XRD 분석상에는 과환원된 금속 Fe량이 적기 때문에 관찰되지 않았다. 따라서 325 °C에서 환원된 실리카 피착되지 않은 시료와 피착된 시료를 산화성 분위기에서 시차열분석(DTA)과 중량분석(TGA)을 하여 포화자화값의 감소 원인을 조사한 결과를 Fig.3에 나타내었다.

실리카가 피복된 Fe_3O_4 는 낮은 온도에서 산화되기 시

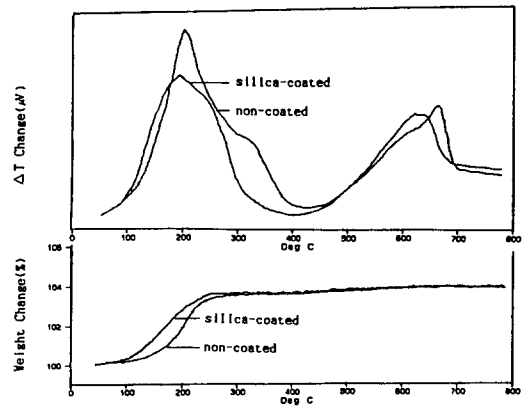


Fig. 3. DTA and TGA curves of magnetite and silica coated magnetite.

작하여 완전한 산화 반응이 진행되었으나 실리카가 피복되지 않은 Fe_3O_4 는 높은 온도에서 산화가 시작되어 산화가 진행됨에 따라 급격한 속도로 반응이 진행되는 급산화 반응의 양상을 나타내었다. 실리카가 피착된 시료는 탈수와 환원공정에서 내부기공의 소멸 등이 용이하지 않기 때문에 높은 비표면적($25 \text{ m}^2/\text{g}$)을 갖게 되어 보다 저온부에서 산화반응은 시작되게 된다. 그러나 산화반응이란 산소분자가 Fe_3O_4 계면으로 이동하고 산화철내의 Fe 원자가 산소분자쪽으로 이동하는 확산반응[11]이므로 실리카가 피착되면 실리카 피착층이 이들 분자또는 원자의 확산의 장벽(barrier) 역할을 하게 되어 급격한 산화반응을 억제하는 역할을 하게 된다. 반면 실리카 피착층이 없는 시료의 경우 낮은 비표면적($15 \text{ m}^2/\text{g}$)으로 반응성이 작아 산화해시 온도는 낮지만 산화확산에 대한 장벽이 없기 때문에 일단 산화반응이 시작되면 급격한 발열반응을 수반하여 순간적으로 산화반응이 진행된다. 따라서 실리카 피착되지 않은 시료는 200 °C 부근에서 생긴 강력한 산화반응의 결과로 300 °C 부근에서 작은 발열 peak가 발생하였다.

이 minor peak의 원인을 조사하기 위하여 325 °C에서 환원된 실리카 피착이 되지 않은 시료를 250-550 °C까지 온도를 변화시키면서 30분간 산화하여 그 생성물을 XRD로 분석한 결과를 Fig.4에 나타내었다. Fig.2의 (c)와 Fig.4를 비교하여 볼 때 환원 산물에서는 검출되지 않던 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 가 250 °C 이상에서 30분간 산화를 하면 나타나기 시작하며 산화온도가 높아짐에 따라 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 의 혼입량이 증가하였다. 따라서 실리카가 피착되지 않은 시료의 자화값 저하 및 minor peak의 원인은 미량의 Fe가

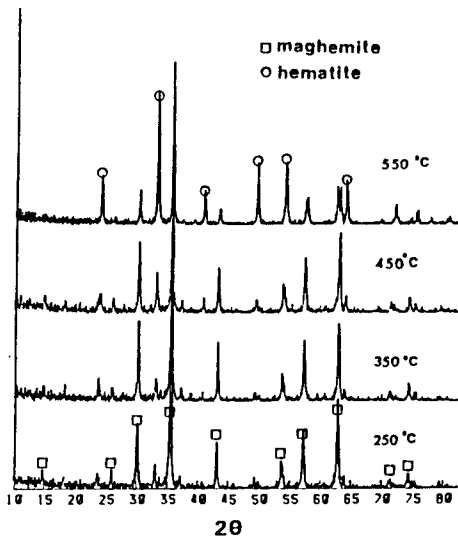


Fig. 4. X-ray diffraction patterns of non-coated and oxidized products at various oxidation temperature.

혼재한 상태에서 산화가 이루어져 발생한 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 의 생성 또는 강력한 발열반응으로 국부적으로 온도가 상승하여 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 의 일부가 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 로 천이 하기 때문으로 생각할 수 있다. 한편, Fig.3에서 산화된 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 는 공공(vacancy)을 포함하는 불안정한 구조를 갖는 물질이기 때문에 450 °C 이상의 고온에서는 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 로 모두 천이 하면서 발열 피크를 나타내었다.[12]

이상의 내용을 종합하면 실리카 피착처리는 환원시 Fe로의 과환원을 방지하고 산화시 급속한 산화반응을 억제하여 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 의 혼입이 억제되어 자화 특성을 향상시키는 역할을 하는 것을 확인할 수 있었다.

2. 보자력에 미치는 실리카 피착의 영향

자기기록 매체에 있어서 보자력이란 기록밀도와 매우 관계깊은 인자로서 자성체 자체의 결정이방성 뿐만 아니라 형상 이방성에 크게 의존한다. 따라서 제조공정 여하에 따라 분말의 형상이 결정되기 때문에 제조공정 특히 열처리 조건에 따라 보자력 특성은 크게 달라진다.

Fig.5는 $\alpha\text{-FeOOH}$ 시료를 사용하여 수산화철당 SiO_2 함량이 0.5 Wt.%가 되도록 물유리를 투입하여 실리카 성분을 피착시킨 시료와 시키지 않은 시료에 대하여 탈수온도를 각기 달리하고 환원온도를 달리함으로써 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 를 제조하여 자기적 특성중 보자력 및 각형비에 미치는 영향을 나타낸 것이다. 먼저 환원온도가 탈수온도에 비하여

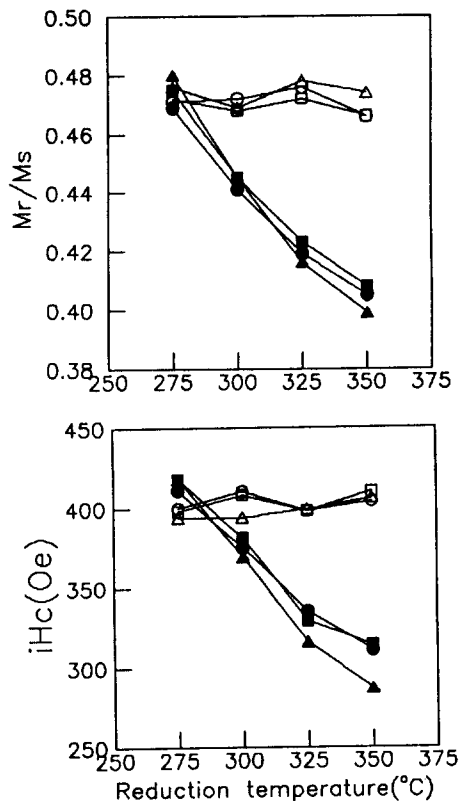


Fig. 5. Coercivity of $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ (■▲●) and silica coated $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ (□△○) with reduction and dehydration temperature. (○●: 400°C □■: 500°C △▲: 600°C)

큰 영향을 미친다는 것을 알 수 있으며 그 원인은 열처리 시 상변태 기구가 다르기 때문에 기인한다.

알파 수산화철 자체는 orthorhombic 구조를 하고 있으나 실제 내부의 산소배열만을 보면 탈수반응후의 상(phase)인 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 와 유사한 hexagonal 구조를 갖기 때문에 topotactic반응[13]에 의하여 내부구조의 많은 변화없이 쉽게 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 로 천이하기 때문에 형상에는 큰 변화를 주지 못한다. 그러나 환원반응시에는 산화철 내부의 철원자가 수소가 존재하는 계면으로 확산되어나오는 반응이 일어나며 환원반응시 생성되는 공공(vacancy)은 확산원(diffusion source)으로 작용하기 때문에 환원과 동시에 급속한 확산이 일어나는 일종의 활성화소결(activated sintering)이 진행된다[14, 15, 16]. 따라서 환원반응시 매우 큰 형상변화가 일어나고 환원온도를 약간만 달리하여도 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 의 침상성에는 큰 변화가 일어나서 보자력 특성도 크게 변화하게 된다.

또한 Fig.5에서 알 수 있는 바와같이 silica피착이 되지 않은 시료는 환원온도가 증가함에 따라 보자력과 각형비가 급속하게 감소하는 경향을 나타내었다. 그러나 실리카가 피착된 시료의 경우 환원온도가 높아짐에 따라 300 °C 까지는 보자력이 오히려 증가하였으며 그 이후 환원온도가 높아지더라도 크게 보자력 감소가 일어나지 않았다.



Fig. 6. TEM photographs of $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ and silica coated $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ produced at various reduction temperature.

- ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$): (a) 275 °C (b) 300 °C
 (c) 325 °C (d) 350 °C
 Si- $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$: (e) 275 °C (f) 300 °C
 (g) 325 °C (h) 350 °C

이와같은 현상은 Fig.6의 열처리 온도에 따른 분말의 형상변화과정을 관찰함으로써 이해할 수 있었다. 실리카를 피착시키지 않은 시료(Fig.6(a)~(d))는 열처리 온도가 높아짐에 따라 급격한 소결반응이 진행되어 침상성이 붕괴되고 이로 인하여 보자력 특성이 저하하였다. 그러나 실리카 피착을 시킨 시료의 경우 (Fig.6(e)-(h)), 소결성이 급격히 저하하여 저온은 물론 고온에서도 입자의 침상성을 그대로 유지함에 따라 형상이방성의 감소 요

인이 생기지 않기 때문에 고온부에서도 높은 보자력 특성을 나타내었다.

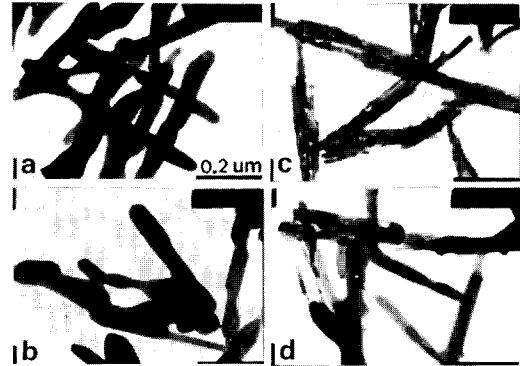


Fig. 7. TEM photographs of $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ and Si- $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ produced at different reduction temperature.

- (a) $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ at 275 °C
 (b) $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ at 325 °C
 (c) Si- $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ at 275 °C
 (d) Si- $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ at 325 °C

Fig. 7 은 환원온도를 달리하여 제조된 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 와 실리카 피착 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 의 고배율 확대조직이다. 낮은 온도인 275 °C에서 환원된 실리카 피착시료의 경우(Fig.7 (c)), 확산에 대한 저항성이 크기 때문에 환원시 충분히 기공소멸이 되지않아 분말 내부에 상당한 기공이 잔류하고 있음을 알 수 있다. 그러나 환원온도를 325 °C로 높여 제조된 실리카 피착시료의 경우 (Fig.7 (d)), 분말 전체 형태에 큰 변화 없이 내부 기공이 상당히 감소함으로써 내부기공으로 인한 반자장 (demagnetizing field)이 [17] 감소하여 Fig 5. 와 같이 환원온도가 높아짐에 따라 보자력 및 각형비가 다소 증가하는 경향을 나타내었다고 생각된다. 반면 실리카 피착이 되지않은 시료는 (Fig.7 (a, b)) 낮은 온도에서도 급격한 소결반응이 진행되어 내부기공이 거의 소멸된 상태이기 때문에 온도상승에도 기공감소효과가 뚜렷하지 못하며 오히려 입자의 침상성 소실 및 입자간 소결로 인한 형상 이방성 감소로 온도 증가에 따라 보자력이 급격히 감소하는 결과를 초래하였다.

3. 실리카피착이 비표면적 특성에 미치는 영향

분말의 비표면적은 분말의 크기, 형태, 내부기공유무에 따라 크게 변화하며 분말의 전자기적특성에 큰 영향을 줄 뿐 아니라 다른 물리적 특성인 충전밀도, 흡유량등에도

직간접적으로 관련이 된다. 일반적으로 자성체의 비표면적이 작게되면 입자의 침상성이 불량하고 입자가 조대하다는 것을 의미하기 때문에 자성체의 전자기적 특성이 불량하고 기록밀도에도 악영향을 미친다. 반면 비표면적이 크다는 것은 입자가 작아 기록밀도가 좋다는 것을 의미하나 내부기공으로 인한 비이상적인 비표면적의 증가는 자성체의 전자특성을 해칠뿐만 아니라 자성체를 tape에 coating할 때 많은량의 분산매를 흡수하기 때문에 비표면적은 자성매체의 자기특성과 함께 매우 중요한 물리적 의미를 갖는다.

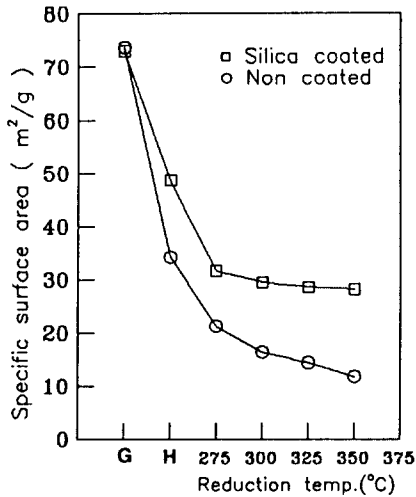


Fig. 8. Specific surface area of $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ and Si- $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ at different heat-treatment condition.

Fig.8은 실리카를 피복시킨 수산화철과 피착시키지 않은 수산화철(G = goethite)을 600 °C에서 탈수하고(H = hematite) 각각의 환원온도에서 환원한 후 250 °C에서 산화하여 제조된 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 의 비표면적의 변화를 도시한 그림이다. 실리카를 피착시킨 시료와 시키지 않은 시료에 있어서 수산화철 상태에서는 73 m²/g 정도의 거의 동일한 비표면적을 갖는다는 것을 알 수 있다. 즉 실리카 피착시 콜로이드상[18]의 얇은 피막이 수산화철 표면에 고르게 피복되기 때문에 분말의 물성은 크게 변화하지 않는다. 그러나 열처리를 하여 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 로 변화시키면 피착유무에 따라 시료는 커다란 비표면적의 변화를 나타내게 됨을 알 수 있다. 실리카가 피착되지 않은 시료는 확산성(diffusivity)이 크기 때문에 열처리시 쉽게 기공이 소멸되고 입간소결(intersparticle sintering)이 진행되기 때문에 침상성이 붕괴되면서 쉽게 비표면적이(34.2 m²/g)

감소한다. 반면 실리카가 피착된 시료는 열처리시 확산반응이 억제되기 때문에 내부기공 소멸이 용이하지 않고 입자간 소결도 거의 진행하지 못하여 높은 비표면적(48.7 m²/g)을 나타내었다.

한편, 환원온도를 달리하여 제조한 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 의 경우 실리카 피착된 시료는 열처리 온도가 275 °C에서 350 °C로 높아짐에 따라 Fig.6, Fig.7에서 볼 수 있는 바와같이 침상성이 거의 유지 되기 때문에 내부기공 소멸에 의한 약간의 비표면적 감소만을 나타내었지만(31.6 m²/g → 28.2 m²/g) 실리카 피착이 되지않은 시료는 확산 억제장벽이 존재하지 않기 때문에 급격한 소결반응의 진행으로 침상성이 붕괴되고 이에따라 비표면적이 급격히 저하(21.3 m²/g → 11.8 m²/g) 하는 현상을 나타내었다.

IV. 결 론

$\alpha\text{-FeOOH}$ 에 실리카 성분을 피복한 시료와 피복하지 않은 시료를 탈수, 환원, 산화 과정을 거쳐 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 를 제조하여 실리카 피착이 열처리시 분말의 특성에 미치는 영향을 검토한 결과는 다음과 같다.

- 1) 실리카 피착처리는 환원시 Fe 로의 과환원을 방지하고 산화시 급격한 산화반응을 억제하여 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 에 비자성 물질인 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 의 혼입을 방지하기 때문에 최종생성물의 자화특성을 향상시킨다.
- 2) 실리카 피착처리는 열처리 과정중 급속한 소결반응을 억제하고 입자간 소결을 방지하여 침상성의 향상이 이루어지기 때문에 보자력 및 각형비등을 향상시킨다.
- 3) 실리카 피착된 시료는 열처리시 입자형태를 유지하기 때문에 높은 비표면적값을 나타내지만 피착되지 않은 시료는 입내 소결 및 입자간 소결로 비표면적이 적고 온도 증가에 따라 급격히 비표면적은 감소한다.

참 고 문 헌

[1] G.Bate, IEEE Trans. Magn., **14**(4), 136 (1978)
 [2] T. Sueyoshi and Amemiya, J. Magn. Magn. Mat., **12**, 939 (1983)
 [3] A.H.Morrish, Morphology and Physical Properties of Gamma Iron Oxide, Springer-Verlay, New York, 171, (1980)
 [4] T.Sueyoshi et al, J.Appl. Phys., **53**(3), 2570 (1982)

- [5] A.R.Corradi, IEEE Trans. Magn., **MAG-15** (3), 1068 (1979)
- [6] Leonard M. et al, United States Patent 4176172 (1979)
- [7] Lutz Leitner, United States Patent 3947502 (1976)
- [8] 오재희, 김종식, 유병환, 한국요업학회지, **22**(6), 21 (1985)
- [9] 변태봉, 이재영, 김대영, 손진균, 권순주, 대한금속학회지, **29**(8), 911 (1992)
- [10] 이재영, 김대영, 손진균, 이현, 대한민국 특허 출원 번호 제 26493호 (1992)
- [11] Karl Hauffe, Oxidation of Metal, Pleum Press, New York, 14 (1960)
- [12] K. Inoue and, K. Shibato J. Electrochem. Soc., **131**(10), 2435 (1984)
- [13] H. Naonno and K. Nakai, J. of Colloid and Interface Science, **120**(2), 439(1987)
- [14] 이재영, Ferrous Oxalate로 부터 다공질 철 분말의 제조 및 소결, 연세대학교 대학원 학위논문, 34 (1987)
- [15] A.Hedvall., Metal. U.Erz., **30**, 168 (1933)
- [16] P. K. Higgin and Z. A Munir, Powder Metallurgy, **4**, 188 (1978)
- [17] 岡本祥一, セラミクス化學, 日本窯業協會, 155 (1982)
- [18] 신윤경, 정량분석, 동명사, 서울, 230 (1979)

Characteristics of Silica Coated γ -Fe₂O₃ with Heat-treatment

J. Y. Lee, T. B. Byeon,
D. Y. Kim, H. Lee, K. H. Han, and J. G. Sohn
*Research Institute of Industrial Science & Technology,
Soft Magnetic Material Laboratory, Pohang 790-330, Korea*

(Received 2 February 1993, in final form 10 June 1993)

This paper presents a study on the effects of silica coating in the production of γ -Fe₂O₃ powders suitable for magnetic recording media. Emphasis has been put on investigating the relationship between the powder characteristics and the effects of silica coating in the heat-treatment stage of γ -Fe₂O₃ production. After we prepared non-coated γ -Fe₂O₃ and silica coated γ -Fe₂O₃ with coating water glass on the surface of goethite and heattreatment process, we compared and investigated powder characteristics. As silica coated layer played a role of preventing the powders from overreduction to metal iron and rapid oxidation, silica coated γ -Fe₂O₃ showed superior magnetization value due to inhibiting the adulteration of α -Fe₂O₃ into the final product. When silica coated layer acted as a sintering restrainer, silica coated γ -Fe₂O₃ showed high coercivity and specific surface area due to good acicularity.