

Ba-Sol을 도포한 δ -FeOOH로부터 Ba-Ferrite 단결정 미립자의 제조와 그 자기적 특성

박영도 · 이훈하 · 이재형* · 오영우** · 김태옥

부산대학교 무기재료공학과

*한국화학시험검사소

**경남대학교 무기재료공학과

(1994년 11월 17일 접수)

The Preparation and Magnetic Properties of Single-Crystallite of Ba-Ferrite from Ba-Sol Coated δ -FeOOH

Young-Do Park, Hun-Ha Lee, Jae-Hyeung Lee and Tae-Ok Kim

Dept. of Inorg. Mater. Eng., Pusan Nat. Univ.

*Korea Testing and Research Institute for Chemical Industry

**Dept. of Inorg. Mater. Eng., Kyungnam Univ.

(Received November 17, 1994)

요 약

육각판상의 δ -FeOOH에 $Ba(OC_2H_5)_2$ 를 가수분해하여 제조한 Ba-Sol을 도포하여 80°C의 스테인레스판 위에 얇게 부어 건조후 열처리하는 방법으로 Ba-ferrite 미립자를 만들었다. δ -FeOOH에 Ba-Sol을 도포하여 Ba-ferrite를 제조하였을 때 $Ba(OC_2H_5)_2$ 의 가수분해의 정도에 따라서는 약간 차이는 있지만 617°C 부근에서 Ba-ferrite의 결정상이 생성되기 시작하였으며 800°C, 2 hr 열처리에 의해 Ba-ferrite의 단상을 얻을 수 있었다. δ -FeOOH에 Ba-Sol을 도포하여 Ba-ferrite 미립자를 제조할 때 700°C까지는 δ -FeOOH가 분해되어 α -Fe₂O₃로 열분해되면서 형성된 porous한 부분이 전자현미경상으로 관찰되었지만 800°C에서는 Ba-ferrite가 형성되면서 이러한 porous한 부분은 관찰되지 않았다. 800°C, 2 hr 열처리에 의해 형성된 Ba-ferrite는 격자상수($a_0=5.889243 \text{ \AA}$, $c_0=23.214502 \text{ \AA}$)값을 나타내었고, 이때의 평균입径은 1000 \AA 이었고, 포화자화 및 보자력은 각각 45.3 emu/g, 5200 Oe를 나타내었다.

ABSTRACT

Hexagonal δ -FeOOH was coated with Ba-Sol, which was produced by hydrolyzing $Ba(OC_2H_5)_2$. Ba-Sol coated δ -FeOOH spread on a stainless plate, dried at 80°C and then heat-treated. In this way, Ba-ferrite fine particles were produced. Although there was a difference in a degree of hydrolysis of $Ba(OC_2H_5)_2$, crystalline phase of Ba-ferrite appeared around 617°C, and Ba-ferrite single phase was obtained after heat treatment at 800°C for 2 hr. When Ba-ferrite was made from Ba-Sol coated δ -FeOOH, δ -FeOOH was thermally decomposed to α -Fe₂O₃ at 700°C, producing a porous structure which was observed by TEM photographs. But the porous structure was not observed at 800°C. Ba-ferrite, heat-treated at 800°C for 2 hr, had mean particle size of 1000 \AA , lattice parameter of $a_0=5.889243 \text{ \AA}$ and $c_0=23.214502 \text{ \AA}$, a saturation magnetization (σ_s) of 45.3 emu/g and a coercive force (H_c) of 5200 Oe.

Key words: Barium ferrite, δ -FeOOH, Barium ethoxide, Hydrolysis, Barium sol

1. 서 론

자기기록밀도를 높히는 유망한 수단으로써 수직자기 기록방식이 있고¹⁾, 그 매체로서는 스피터링 혹은 진공

증착법에 의해 제조된 Co-Cr 박막 등이 활발히 연구되고 있다. 그러나 종래의 도포형 자기기록매체 제조기술을 활용한 도포형 수직자기기록매체가 개발되면, 양산성이 뛰어나고, 가격도 낮출 수 있는 이점이 있다. 이러한

목적에 적합한 자성 분말로서 열적 안정성이 높은 Ba-Ferrite 미립자가 고온에서의 고상 소결후 분쇄하는 일반적인 방법을 사용하지 않고, ferrite 미립자를 직접 제조하는 방법으로써 유리 결정화법²⁾, 수용액에서의 공침법³⁾ 등등 여러가지 방법에 의해 제조될 수 있으며 일부 실용화되고 있다⁴⁾. 이들 방법 이외에도 금속 알록사이드의 가수분해법은 비정질체 합성법 등으로 많은 특징을 갖고 있는 것이 알려져 있고, 그 중에서도 액체 상태에서 마이크로 정도의 균질화 반응이 가능하고, 비정질 상태의 형성 및 미립자의 제조가 가능한 것 등은 미립자 결정을 합성하는 것에도 유리한 조건으로써 세라믹 미분원료의 합성에도 이용되고 있다⁵⁾.

그러나 각종 Ba-ferrite 미립자의 제조법은 복잡한 과정을 필요로 하기 때문에 단순한 과정으로 제조 되는 것이 바람직하다. 따라서 본 실험에서는 두 종류 이상의 알록사이드를 사용함으로써 생기는 비용과 Sol-Gel법 단점 중의 하나인 긴 합성시간에 대한 보완 및 Sol-Gel법의 저온 합성의 장점을 최대한 활용하여, 즉 Ba(OC₂H₅)₂를 가수분해시킨 Ba-Sol 용액에 육각판상의 δ-FeOOH를 첨가한 것을 건조 열처리하는 단순한 방법으로 육각판상의 Ba-ferrite를 제조하였다. 또한 Ba의 농도, 열처리 온도 및 Ba(OC₂H₅)₂의 가수분해 조건 등에 따라 제조된 Ba-ferrite의 형상의 변화 및 자기적 특징을 조사하였다.

2. 실험방법

2.1. 출발원료의 제조

본 실험에서는 육각판상의 Ba-ferrite를 제조하기 위한 출발원료로서 육각판상의 δ-FeOOH를 사용하였다. 즉 미리 탈산소한 증류수에 2l/min의 질소를 불어 넣으면서 0.4M FeCl₂·4H₂O 수용액 400 ml와 2M NaOH 수용액 400 ml를 혼합하였다. 이 혼합액의 온도를 40°C로하여 공침시켜 만든 Fe(OH)₂를 2 hr 동안 숙성시킨 뒤 질소를 잠그고 30% H₂O₂ 50 ml를 Fe(OH)₂ 현탁액에 넣어 이를

급격히 산화시키고, 다시 25 ml를 넣어 δ-FeOOH 침전 물을 얻었다. 그리고 침전시 잔존해 있는 염을 제거하기 위하여 60°C 더운 물로 충분히 수세한 후 여과시켜 상온, P₂O₅ 하에서 하루동안 건조시켜, δ-FeOOH 분말을 얻었다.

2.2. Ba-ferrite 미립자의 제조

먼저 초미립의 δ-FeOOH를 60°C의 에탄올에 충분히 초음파 분산시킨 후 질소분위기 하에서 Ba(OC₂H₅)₂를 60°C의 에탄올에 용해시켜, 먼저 분산된 δ-FeOOH에 서서히 적하하였다. 이것을 1 hr 정도 초음파 분산을 유지한 후 80°C의 스테인레스 판위에 얇게 부어 건조시켰다.

또한 Ba(OC₂H₅)₂의 가수분해에 따라 제조된 Ba-ferrite 분말의 특성을 알아보기 위해 가수분해용으로서의 물의 양 및 촉매작용으로서의 HCl 양을 변화시켜 앞 실험과 같이 적하 건조시켜, 분말을 얻었으며, 공기중에서 열처리하여 Ba-ferrite 분말을 얻었다.

Table 1에서는 본 실험에서 사용한 Ba(OC₂H₅)₂, δ-FeOOH, HCl, 물 및 에탄올을 Ba(OC₂H₅)₂에 대한 몰비를 나타내었다.

2.3. 측정 및 분석

Ba-Sol이 도포된 δ-FeOOH의 열처리에 의해 제조된 육각판상 Ba-ferrite 분말의 상동정을 위하여 XRD(X-ray Diffractometer : Rigaku)로 회절조건은 CuK_α(Ni-Filtered), 40 kV~20 mA, scan speed 4°(2θ)/min, cps 1000으로 행하였다. 또한 시료의 열분해 및 상전이 특성을 조사함으로써 최적의 열처리 조건을 결정하기 위하여 열분석 장치(MAC Science Co., TG-DTA2000)를 사용하여 승온속도 5°C/min, 공기분위기에서 1100°C까지 시차열분석 및 열중량분석을 행하였다. 또한 분말의 열처리 온도에 따른 결합상태를 조사하기 위하여 FT-IR spectroscopy(Matson Instruments 6030 GALAXY series)를 사용하여 각 온도별로 2 hr동안 열처리한 시료와 KBr을 1 : 100의 무게비로 혼합한 후, 진공하에서 가압하여 pel-

Table 1. The Composition of Ba(OC₂H₅)₂, δ-FeOOH, Water, Ethanol and HCl to Prepare Ba-ferrite.

Composition	Ba(OC ₂ H ₅) ₂						
	A-1	B-1	C-1	D-1	C-2	C-3	C-4
HCl					0.05	0.05	0.1
δ-FeOOH	8	10	11	12	11	11	11
Ba(OC ₂ H ₅) ₂	1	1	1	1	1	1	1
H ₂ O					24.5	100	100
C ₂ H ₅ OH	113.3	113.3	113.3	113.3	113.3	113.3	113.3

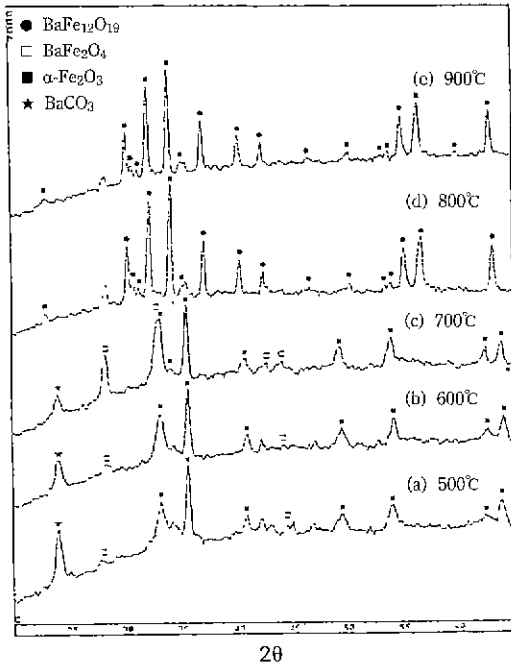


Fig. 1. X-ray diffraction patterns for Ba-ferrite thermally treated at (a) 500°C, (b) 600°C, (c) 700°C, (d) 800°C and (e) 900°C for 2 hr.

let으로 성형하고 건조공기 분위기에서 측정하였다. 또한 시료의 열처리 온도에 따른 생성결정의 형상의 변화 및 입경의 변화를 주사 투과 전자현미경(STEM, Philips CM 20T, 가속전압 115 kV, 카메라 길이 700 mm)사진 및 회절패턴 등으로 조사하였으며, VSM(LDT Model 9500)으로 열처리 온도에 따른 생성 결정의 자기적 성질을 조사하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1. XRD 분석

Fig. 1은 Table 1의 C-3에 대하여 앞에서 언급한 실험 방법으로 행한 후 열처리 온도에 따른 XRD패턴을 나타낸 것이다. Ba^{2+} 와 Fe^{3+} 의 몰비에 따라 생성된 Ba-ferrite는 $Ba : Fe = 1 : 11$ 일 때가 Ba-ferrite의 단일상에 가장 가까운 것을 XRD로 확인하였다.

또한 $Ba(OC_2H_5)_2$ 의 가수분해 정도에 따른 열처리시 상변화를 조사하기 위하여, $Ba(OC_2H_5)_2$ 의 가수분해에 가장 크게 영향을 미치는 물의 양 및 촉매작용으로서의 HCl의 양을 변화시켜 실험을 행한 후 XRD 분석을 행하였다.

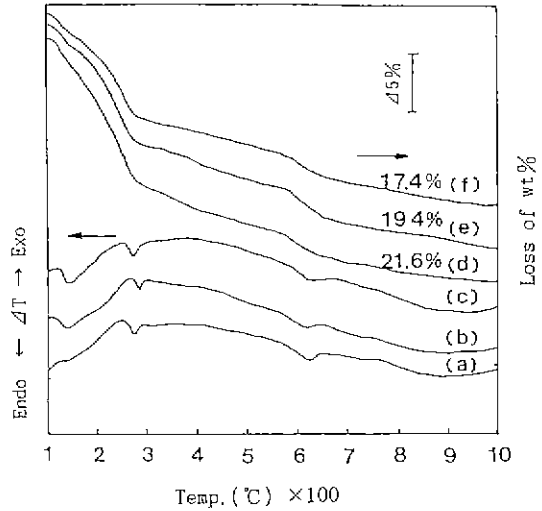


Fig. 2. (a) and (f) are DTA and TG curves, respectively, for the composition B-1, (b) and (d) for the composition C-3 and (c) and (e) for the composition D-1.

$Ba(OC_2H_5)_2$ 를 가수분해시키지 않았을 때에는 green sample에 약하나마 $BaCO_3$ 의 peak가 나타났다. 하지만 $Ba(OC_2H_5)_2$ 를 가수분해시키기 위해 물의 양 및 HCl의 양을 증가할수록 이 $BaCO_3$ peak의 세기는 줄어들었으며, 약간 broad한 형태를 하고 있었다.

$BaCO_3$ 존재의 원인에 대해서는 $Ba(OC_2H_5)_2$ 가 완전히 가수분해되지 않아 $Ba(OC_2H_5)_2$ 중의 에틸기가 탄화되어 $BaCO_3$ 로 되었다고도 생각할 수 있다 그러나 본 실험에 앞서 $Ba(OC_2H_5)_2$ 대신 $Ba(OH)_2 \cdot 8H_2O$ 를 사용하여 동일하게 실험해 본 결과도 마찬가지로 건조시료에 $BaCO_3$ peak의 존재를 확인할 수 있었다 이로써 $BaCO_3$ 의 존재에 대해서는 $Ba(OC_2H_5)_2$ 를 이용하여 Ba-ferrite를 제조하는 경우 $Ba(OC_2H_5)_2$ 는 수용액속에 녹아 있는 CO_3^{2-} 기 혹은 공기중의 탄산가스와 반응하여 $BaCO_3$ 를 형성하기 쉽기 때문인 것으로 생각된다. 또한 수용액속에 녹아 있는 CO_3^{2-} 기 혹은 공기중의 탄산가스와 반응하여 형성된 $BaCO_3$ 는 조성조건 C-3의 경우 800°C 열처리에 의해 없어진 것을 XRD로 확인하였다. 하지만 $Ba(OC_2H_5)_2$ 를 가수분해 시키지 않은 시료에서는 900°C 정도의 열처리에 의해 $BaCO_3$ peak가 없어졌다. 이는 $Ba(OC_2H_5)_2$ 를 가수분해시키지 않을 경우, $Ba(OC_2H_5)_2$ 중의 에틸기가 완전분해되기 어려워 거대분자를 형성하기 쉬우며, 이것이 탄소의 제공 인자로 기여하기 때문인 것으로 생각된다.

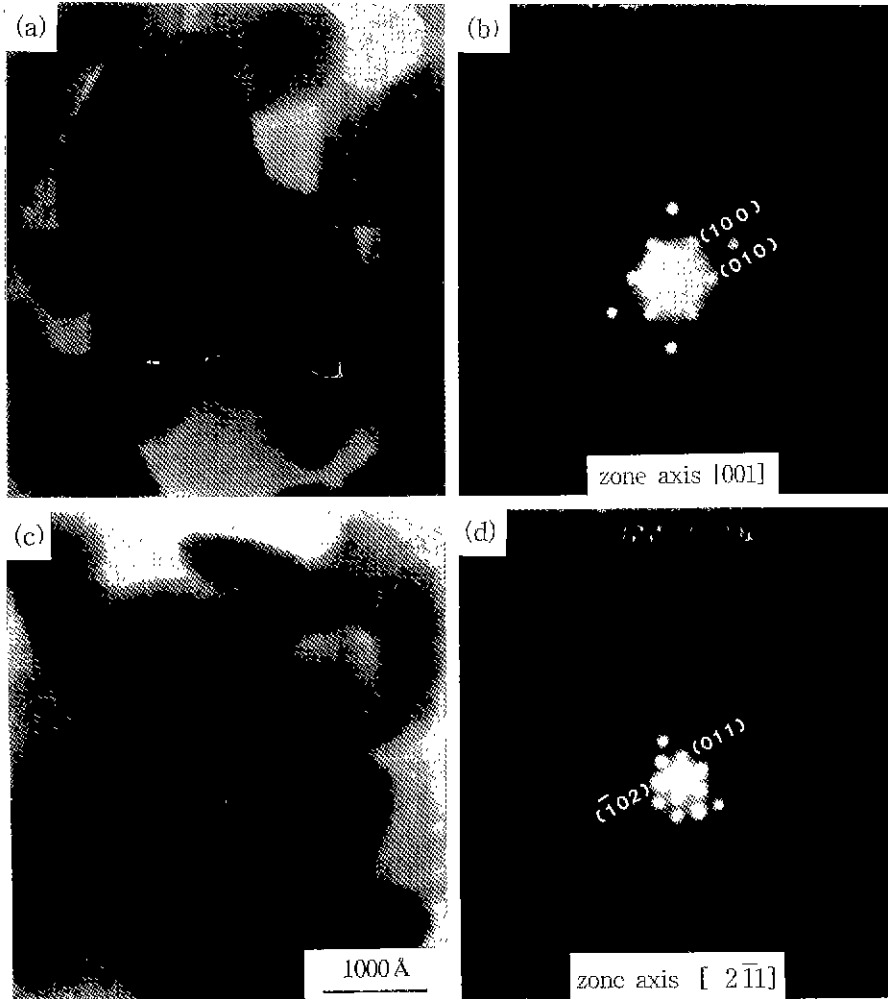


Fig. 3. (a) STEM photograph and (b) microdiffraction of powder dried from the composition C-3. (c) STEM photograph and (d) microdiffraction of powder heat-treated at 800°C for 2 hr from the composition C-3.

3.2. 열분석 특성

Fig. 2는 Table 1중에서 B-1, C-3, D-1에 대한 시차 열분석 및 열중량 분석을 행한 것이다. 승온속도 5°C/mm이었으며, 100~1100°C 사이에서 공기중에서 측정하였다.

이 열분석에 의하면 시료에 따른 큰 차이는 보이지 않지만 270~300°C 부근은 δ -FeOOH의 열분해 과정에서 알아본 것처럼 δ -FeOOH중의 OH^- 가 방출됨으로 인해 α -Fe₂O₃로의 상전이에 기인한 흡열로 생각되며, 617°C 부근에서 Ba-ferrite의 결정이 생성됨을 알 수 있다 이는 小田唄⁷⁾, Chiba⁸⁾ 등이 발표한 Sol-Gel법으로 Ba-ferrite를 제조하였을 때의 Ba-ferrite의 결정화 온도와 비

슷한 것을 알았다.

또한 Ba 양이 많을수록 이 결정화 온도는 약간 증가하는 경향을 보였으며, 가수분해시키지 않았을 때보다 Ba-ferrite의 결정화 온도는 감소함을 알 수 있다. 이는 Ba(OC₂H₅)₂가 가수분해되었을 때가 가수분해되지 않았을 때보다 Ba-Sol의 입자가 미세하기 때문인 것으로 생각된다. Ba(OC₂H₅)₂이 가수분해 되었을 때는 가수분해시키기 위해 첨가한 물 때문에 중량감소는 약간 증가하였다.

3.3. 전자현미경 분석

Fig. 3(a), (b)는 Ba-Sol을 도포한 δ -FeOOH를 건조하여



Fig. 4. STEM photograph of δ -FeOOH thermal treated at 800°C for 2 hr.

아직 열처리하지 않은 시료의 주사투과전자현미경 사진 및 CBED(Convergent Beam Electron Diffraction)을 나타낸 것이고, Fig. 3(c), (d)는 Table 1의 C-3 조성의 시료를 800°C, 2 hr 열처리한 시료에 대한 주사 투과 전자현미경 사진 및 CBED를 나타낸 것이다.

Fig. 4는 순수한 δ -FeOOH만을 800°C, 2 hr 열처리한 시료의 주사투과전자현미경 사진을 나타낸 것이며, Fig. 5 (a), (b), (c), (d)는 각각 Table 1의 C-3 조성의 시료를 600°C, 700°C, 800°C 및 900°C에서 2 hr 열처리한 시료의 전자현미경 사진을 나타낸 것이다. 이 사진에 의하면 δ -FeOOH가 250~300°C 부근에서 α -Fe₂O₃로 열분해되면서 형성된 공공들이¹⁰⁾ 순수한 δ -FeOOH를 800°C, 2 hr동안의 열처리에 의해서도 부분적으로 약간 porous한 부분을 나타내었다. 또한 δ -FeOOH에 Ba-Sol을 도포하였을 경우 700°C, 2 hr 열처리에 의해서도 입자내부에 porous한 부분을 관찰할 수 있었고, 800°C의 열처리에 의해서는 전자현미경사진상으로는 porous한 부분을 관찰할 수 없었다.

Ba-Sol을 도포한 δ -FeOOH의 건조시료에서의 aspect ratio는 4.5~5 정도였고, 이 건조시료를 700°C 열처리하였을 때는 aspect ratio가 4.5, 900°C, 2 hr 열처리에 의해서는 약 4를 나타내었다. 이처럼 열처리 온도가 올

라갈수록 입자는 상대적으로 c축으로 약간 증가하였으며, 전체적으로 건조시료 보다 900°C 열처리했을 때 입자크기는 약 2~2.5배 일성장이 일어났으며, 800°C, 2 hr 열처리하였을 때의 평균입자크기는 1000 Å을 나타내었다.

3.4. 적외선 분광분석

Ba(OC₂H₅)₂의 가수분해 및 δ -FeOOH의 열분해 그리고 Ba-ferrite의 형성과정을 조사하기 위하여 적외선 분광분석을 행한 결과 다음과 같은 결과를 얻었다

Ba(OC₂H₅)₂를 사용하여 Ba-ferrite를 제조하는 경우 Ba(OC₂H₅)₂는 수화 용액속에 녹아 있는 CO₂기 혹은 공기 중의 탄산가스와 반응하여 탄산염(BaCO₃)을 형성하기 쉽다고 보고하고 있다¹¹⁾.

Fig. 6은 Ba-Sol을 도포한 δ -FeOOH를 각 온도에서 열처리한 시료에 대한 적외선 분광분석을 나타낸 것이다. 즉 Table 1의 C-3에 대하여 승온속도 3°C/min, 각 온도에서 2 hr 동안 열처리한 시료에 대하여 측정한 것이다.

이 적외선 분광분석에 의하면 건조시료의 1575 cm⁻¹, 1420 cm⁻¹ 흡수대는 각각 COO의 비조화 진동 및 조화 진동에 의한 것이며, 1380 cm⁻¹에서의 약한 흡수대는 알콕사이드의 특성 진동대로써 반응하지 않은 미량의 알콕시기의 C-H 진동에 해당된다^{10) 13)}.

본 실험에서 측정된 1380 cm⁻¹에서의 흡수대는 극미량이었음을 알 수 있으며, 이는 Ba(OC₂H₅)₂가 대부분 가수분해 되었음을 알 수 있다. 1050 cm⁻¹ 흡수대는 C-O 진동에 의한 것이며, 860 cm⁻¹ 흡수대는(CO₃ out of plane deformation-scissor motion) CO₃⁻²기에 의한 것이라 생각된다¹⁴⁾.

또한 930 cm⁻¹ 부근의 약한 흡수대는 δ -FeOOH에서의 Fe-O-H bending에 의한 것이며, 800 cm⁻¹ 부근의 약한 흡수대는 δ -FeOOH에서의 Fe-O stretching vibration에 의한 것이며¹⁵⁾, 이들은 400°C 이상에서는 관찰되지 않았다. 이는 400°C 정도까지의 열처리로 δ -FeOOH의 H⁺가 입자의 표면으로 이동하면서 OH⁻기와 결합하여 물이 생성되어 없어지며, Fe³⁺ 이온은 더욱 안정한 자리로 이동하여 α -Fe₂O₃로 되기 때문이다.

200°C의 온도에서도 미량의 C-H 관련 진동대(1380 cm⁻¹)를 관찰할 수 있으나, 400°C 열처리로 완전히 사라지는 것을 볼 수 있다.

Fig. 7에서는 800~400 cm⁻¹ 주파수 범위에서의 peaks를 관찰하였다. 400°C, 2 hr동안 열처리된 시료에서는 530 cm⁻¹과 460 cm⁻¹에서 2개의 흡수 peak를 보였다. 이는 300°C 부근에서 δ -FeOOH가 α -Fe₂O₃로 전이 되면서 전이된 α -Fe₂O₃의 skelton vibration에 의한 것이다¹⁵⁾.

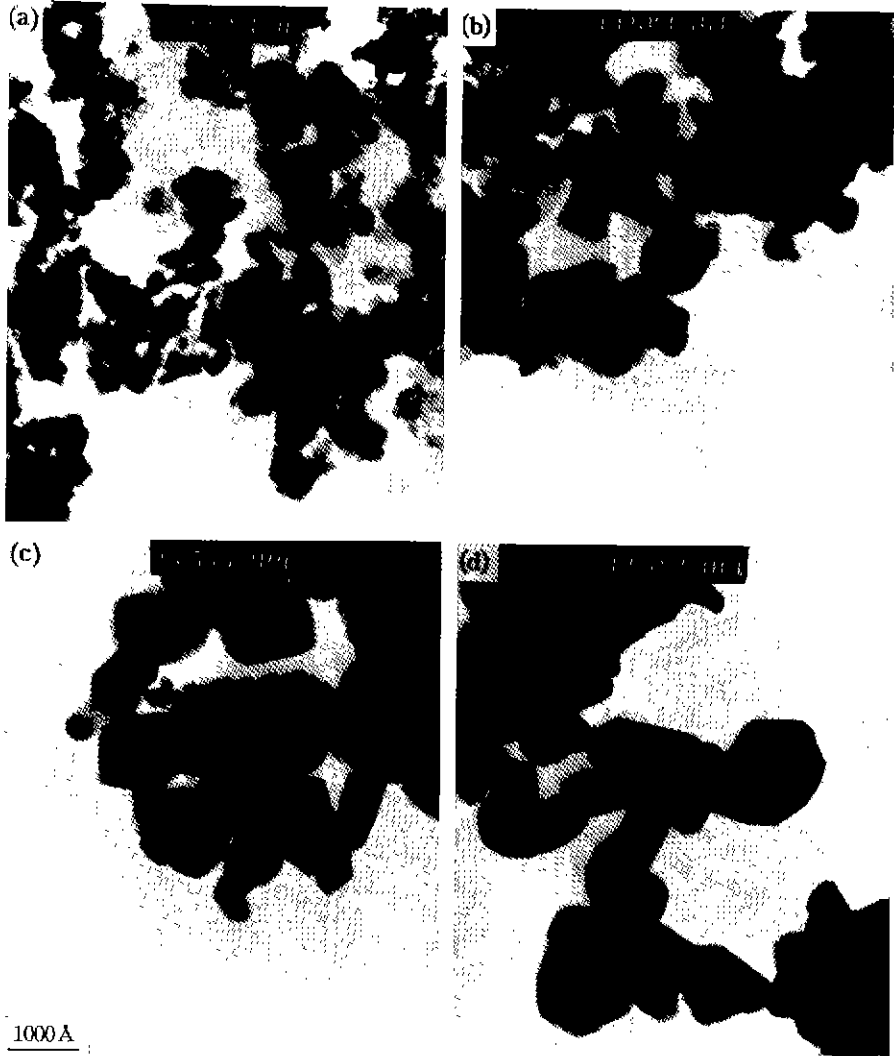


Fig. 5. STEM photograph of Ba-sol coated δ -FeOOH thermally treated at (a) 600°C, (b) 700°C, (c) 800°C and (d) 900°C for 2 hr.

700°C에 이르러서는 Ba-ferrite의 결정화가 이루어 지면서 575 cm^{-1} 과 430 cm^{-1} 에서 두드러진 흡수를 보이고 있다. 이것은 2종류의 Fe^{3+} 자리에 기인한 것이다. 즉 FeO_4 4배위와 FeO_6 의 6배위에 의한 것이다¹⁶⁾.

3.5. 자기적 특성

Fig. 8에서는 Ba과 Fe의 농도에 있어서 열처리 온도에 따른 포화자화의 변화를 나타낸 것이다. 포화자화는 700~800°C의 범위에서 급격히 증가함을 알 수 있으며, 이는 이 온도 범위에서 Ba-ferrite의 결정이 생성되기 때문이다.

포화자화는 열처리 온도에 따라 증가하였으며, Ba : Fe가 1 : 1이고 1000°C의 열처리 일 때, 52 emu/g를 나타내었다.

Fig. 9에서는 Ba과 Fe의 농도에 있어서 열처리 온도에 따른 잔류자화의 변화를 나타낸 것이다. 잔류자화는 상 전이나 열처리 온도에 따라 민감하게 변하였다.

자기적 일축 결정자기 이방성을 가지는 Ba-ferrite의 잔류자화는 대개 포화자화의 절반으로 알려져 있다. 그러나 본 실험에서는 각형비가 0.6 정도를 나타내었으며, 이는 이론적인 값보다 20% 정도 크다. 이는 주사투과 전자현미경 사진에서 보여진 것처럼 Ba-ferrite의 입성장

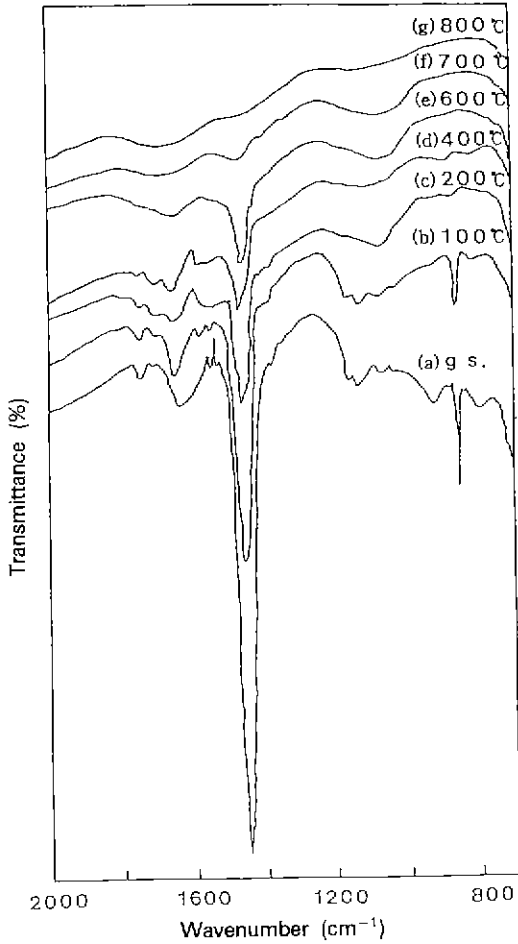


Fig. 6. FT-IR spectra of Ba-Sol coated δ -FeOOH thermally treated at various temperatures: (a) g.s., (b) 100°C, (c) 200°C, (d) 400°C, (e) 600°C, (f) 700°C and (g) 800°C.

효과 때문인 것으로 생각된다.

또한 Fig. 10는 열처리 온도에 따른 보자력의 변화를 보여준다. 측정 시료들은 입자들의 응집체들이다. 따라서 보자력에 대해서는 다음의 식을 이용하는 것이 더 유용하다⁹⁾.

$$H_c = 0.48[2K/M_s - (N_{\perp} - N_{\parallel})M_s] \quad (1)$$

여기서 K는 결정 자기 이방성 상수이고 N_{\perp} 와 N_{\parallel} 는 각각 plate-shaped particle의 plain에 수직 또는 수평한 antimagnetic field constants이다.

입성장의 단계에서 결정 자기 이방성은 보자력에 많은 영향을 미치며 따라서 식 (1)의 오른쪽 첫항에 의해 지

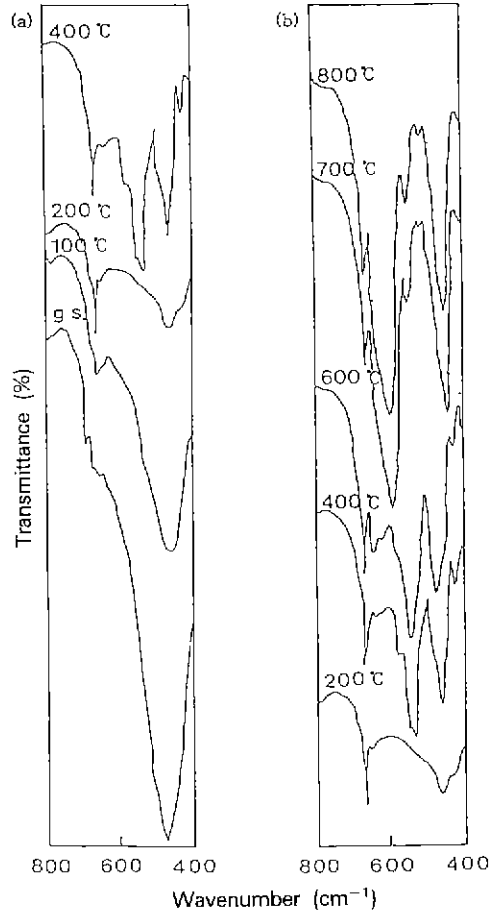


Fig. 7. FT-IR spectra of Ba-Sol coated δ -FeOOH thermally treated at various temperatures: (a) g.s.~400°C, (b) 200°C~800°C.

배된다. 만약 입자의 형상 효과를 가지는 자기 이방성이 보자력에 영향을 미친다면 그것은 둘째항을 고려하여야 한다.

900°C 이하의 소결온도의 경우에 보자력의 증가는 α -Fe₂O₃가 hexagonal Ba-ferrite로의 상전이에 비례한다. 즉 M_s 는 감소하고 K는 증가하기 때문이다. 한편 소결 온도가 900°C를 넘으면, $N_{\perp} - N_{\parallel}$ 증가 때문에 보자력은 감소한다.

4. 결 론

육각관상의 δ -FeOOH에 Ba(OC₂H₅)₂를 가수분해시켜 제조한 Ba-Sol을 도포하여 이를 스테인레스판 위에 얇게 부어 건조한 후 열처리하는 방법으로 Ba-ferrite 미립자를

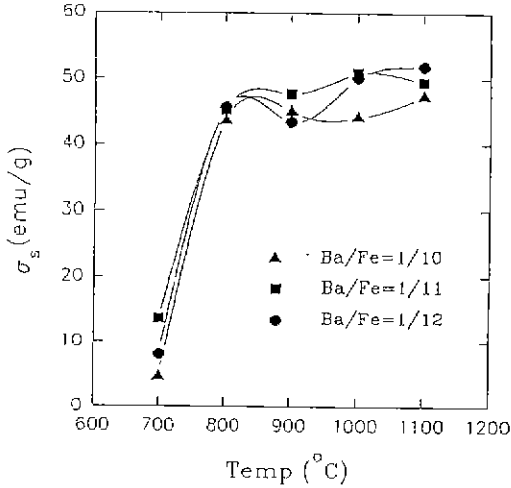


Fig. 8. The variation of saturation magnetization of the compositions of B-1 (▲), C-3 (■) and D-1 (●) as a function of the thermal treatment temperature.

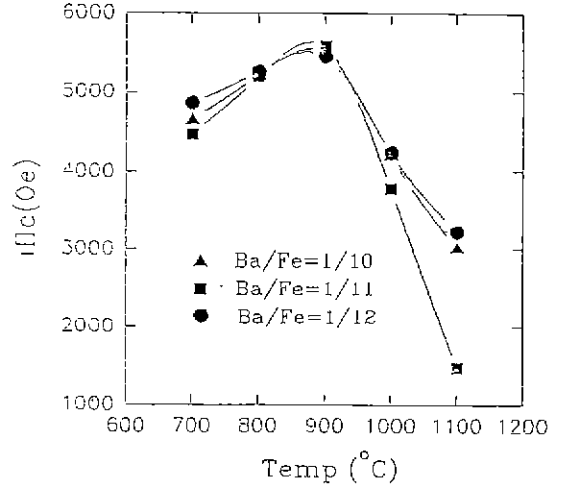


Fig. 10. The variation of coercivity of the compositions of B-1 (▲), C-3 (■) and D-1 (●) as a function of the thermal treatment temperature.

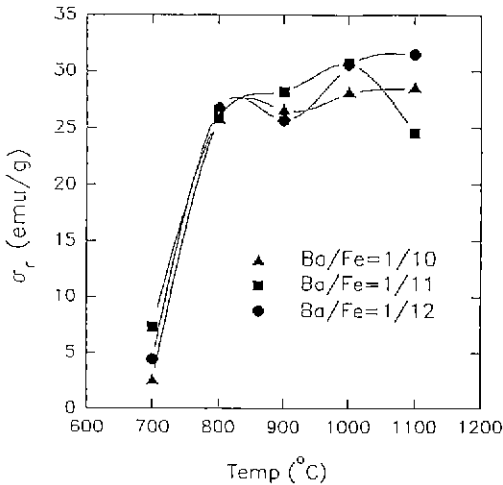


Fig. 9. The variation of residual magnetization of the compositions of B-1 (▲), C-3 (■) and D-1 (●) as a function of the thermal treatment temperature.

제조한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 순수한 δ -FeOOH만을 800°C, 2 hr 동안 열처리하였을 때 부분적으로 약간 porous한 α -Fe₂O₃를 전자현미경 사진으로 관찰하였다.

2. δ -FeOOH에 Ba-Sol을 도포하여 Ba-ferrite를 제조하였을 때 Ba(OC₂H₅)₂의 가수분해의 정도에 따라서는

약간 차이는 있지만 617°C 부근에서 Ba-ferrite의 결정상이 생성되기 시작하였으며 800°C, 2 hr 열처리에 의해 Ba-ferrite의 단상을 얻을 수 있었다.

3. δ -FeOOH에 Ba-Sol을 도포하여 Ba-ferrite 미립자를 제조할 때 700°C까지는 δ -FeOOH가 분해되어 α -Fe₂O₃로 열분해되면서 형성된 porous한 부분이 전자현미경상으로 관찰되었지만 800°C에서는 Ba-ferrite가 형성되면서 이러한 porous한 부분은 관찰되지 않았다.

4. 800°C, 2 hr 열처리에 의해 형성된 Ba-ferrite는 격자상수($a_0=5.889243 \text{ \AA}$, $c_0=-23.214502 \text{ \AA}$)값을 나타내었고, 이때의 평균입径은 1000 \AA 이었고, 포화자화 및 보자력은 각각 45.3 emu/g, 52000e를 나타내었다.

REFERENCES

1. S. Iwasaki and Y. Nakamura, "An Analysis for the Magnetization Mode for High Density Recording," *IEEE Trans. Magn.*, **MAG-13**, 5, 1272 (1977).
2. O. Kubo, T. Ido and H. Yokoyama, "Properties of Ba Ferrite Particles for Perpendicular Magnetic Recording Media," *IEEE Trans. Magn.*, **MAG-18**, 6, 1122 (1982).
3. M. Kiyama, "Conditions for the Formation of BaO and Fe₂O₃ from Aqueous Suspensions," *Bull. Chem. Soc. Jpn.*, **49**, 7, 1855 (1976).
4. 尾上 彰, 山森一, 石崎有義. "バリウムフェライト3.5인치4Mバイトフロッピーディスク," *東芝レビ*, **43**, 11, 17 (1988).

5. 作花, 境野, 高橋編, “ガラスハンドブック,” 朝倉書店, 1013 (1975).
6. S. Kumar, G.L. Messung and W.B. White, “Metal Organic Resin Derived Barium Titanate: I, Formation of Barium Titanium Oxycarbonate Intermediate,” *J. Am. Ceram. Soc.*, **76**(3), 617-624 (1993).
7. 小田喜一, 吉尾哲夫, 平田浩一, 大岡一夫, 高橋克明, “金屬アルコキシドかりのハリウムフェラスシの作成,” 粉體および粉末冶金, **29**(5), 12-17 (1981).
8. M. Chiba, C. Uemura and Y. Koizumi, *Ferrite*, (ICF6), 89-92 (1992).
9. 박영도, 이훈하, 김태욱, “급격산화법에 의해 제조된 δ -FeOOH의 열분해 과정,” 요업학회지, **31**(12), 1501-1506 (1994).
10. D.J. Eichorst and D.A. Payne, “Sol-gel Processing of Lithium Niobate Thin Layers on Silicon,” *Mat. Res. Soc. Symp Proc.*, **121**, 773-778 (1988).
11. M.I. Yanovskaya, E.P. Turevskaya, A.P. Leonov, S.A. Yu and N. Venevtsev, “Formation of LiNbO₃ powders and Thin Film by Hydrolysis of Metal Alkoxides,” *J. Mat. Sci.*, **23**, 395-399 (1988).
12. G. Alt, D. Hennings, G. de with, “Dielectric Properties of Fine Grained Barium Titanate Ceramics,” *J. Appl. Phys.*, **58**(4), 1659-1625 (1985)
13. X. Chen, A. Il Kingon and O. Auciello, “AC Conductivity and Dielectric Properties Sol-gel PZT Thin Films for Ferroelectric Memory Applications,” International Symposium on Applications of Ferroelectrics, 229-232 (1992).
14. T. Yoko, K. Kamiya and K. Tanaka, “Preparation of Multipre Oxide BaTiO₃ Fibres by the Sol-gel Method,” *J. Mat. Sci.*, **25**, 3922-3923 (1990).
15. T. Ishikawa, W.Y. Cai and K. Kandori, “Characterization of the Thermal Decomposition Products of δ -FeOOH by Fourier-transform Infrared Spectroscopy and N₂ Adsorption,” *J. Chem. Soc. Faraday Trans.*, **88** (8), 1173-1177 (1992).
16. K. Higuchi, S. Naka and S.I. Hirano, “Synthesis of La³⁺-Doped Barium Hexaferrite by Hydrolysis of Organometallic Compounds,” *Advanced Ceramic Materials*, **1**(1), 104-107 (1986).