

공침법을 이용한 바륨페라이트 제조시 첨가제에 의한 입자미세화
 Effect of additions on the formation of fine baferrite particles.

이 우철¹, 이효숙², 황연³, 안양규¹

1. 건양대학교, 2. 한국자원연구소, 3. 서울산업대학교

서론

마그네토플럼바이트 결정구조의 바륨페라이트는 수직방향의 이방성과 대기중 안정성으로 기록매체로 각광을 받고 있다. 고밀도자기기록을 위해서는 입자의 미세화가 필요하며, 페라이트 입자의 크기와 형태는 제조방법의 특징에 따라 조절될 수 있고, 이에 따라 물리적 특성도 달라진다. 이번 연구는 침전과정에서 여러 가지 입자미세화를 위한 첨가제를 가하여 바륨페라이트 입자의 크기 및 특성변화를 관찰하였다.

실험방법

FeCl₃ · 6H₂O와 BaCl₂ · 2H₂O를 일정 조성으로 증류수에 용해하여 금속 이온 용액을 제조하였다. 여기에 첨가제로 ethylene glycol, ethanol, urea, EDTA의 일정량을 가하고 완전히 혼합시킨 후 염기용액과 반응시켜 갈색의 침전물을 얻었다. 침전물은 중성이 될 때까지 80℃의 증류수로 수회 씻은 다음 여과하고 진공에서 건조시켰다. 건조된 침전물의 열처리시 입자성장을 억제하기 위하여 NaCl을 혼합한 후, 850℃에서 90분 동안 열처리하였다. 이때 형성된 입자의 크기와 물성변화를 관찰하기 위해 XRD, SEM, BET, SQUID, 및 TEM을 이용하였다.

실험결과 및 결론

본 실험에 사용한 첨가제의 종류와 량에 따른 침전물의 비표면적을 조사한 바 Table 1. 과 같다.

Table 1.

첨가제 종류에 따른 침전물의 비표면적 변화, 첨가량(3 wt. %)						
	Ethylene glycol	Trisodium citrate	EDTA	Urea	Ethanol	
비표면적 (m ² /g)	240	268	288	236	229	
첨가제의 량에 따른 침전물의 비표면적 변화						
EDTA(wt. %)	0.9	1.0	2.0	2.5	3	3.5
비표면적 (m ² /g)	216	250	265	267	288	288

금속수산화물 침전시 5 종류의 첨가제를 사용했을 때 형성된 침전물 입자는 첨가제를 전혀 사용하지 않았을 때보다 비표면적의 증가로 보아 입자가 미세화 되었음을 알 수 있었다. 침전물의 입자크기는 평균 7-10 nm로써 XRD결과 결정피크를 얻지 못했다. 첨가제중에서 EDTA 3%를 첨가했을 때 가장 미세한 침전물을 얻을 수 있었으나, 열처리 후 XRD 결과 α-Fe₂O₃가 함께 존재했다. 첨가제 EDTA를 제외한, 침전물에 NaCl을 첨가하여 850℃에서 90분 열처리 한 결과 열처리 산물은 모두 Ba-ferrite임을 XRD로 확인하였다. Ba-ferrite의 비표면적은 14m²/g-25m²/g 범위이었고, 열처리 전 침전물의 비표면적 변화와 같은 경향을 나타내었다.