≪연구논문≫ Journal of the Korean Magnetics Society, Volume 20, Number 4, August 2010 DOI: 10.4283/JKMS.2010.20.4.134

공침법으로 합성한 바륨 페라이트(BaM) 분말의 결정구조와 자기적 성질

백인승 · 남인탁*
강원대학교 신소재공학과, 강원 춘천시 효자동 강원대학길1, 200-701

(2010년 6월 1일 받음, 2010년 8월 4일 최종수정본 받음, 2010년 8월 11일 게재확정)

바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 분말을 공침법을 이용하여 합성하였다. 출발물질의 조성은 Fe^{3+} : Ba^{2+} 몰 비를 8로 고정하고 Fe^{3+}와 Ba^{2+}의 상대적인 양을 조절하였다. pH(= 8, 9, 10), 열처리 온도와 시간에 따른 자기적 성질과 결정구조 입자형상의 변화를 XRD, FESEM, VSM을 이용하여 조사하였다. pH, Fe^{3+}와 Ba^{2+}의 상대적인 양 그리고 열처리 온도와 시간에 따라 보자력과 자화 값이 다양하게 나타났다. pH가 9인 경우에는 Fe^{3+}와 Ba^{2+}의 비가 14.4 : 1.8인 경우를 제외한 모든 분말에서 바륨 페라이트의 단일 상을 얻을 수 있었다. Fe^{3+}와 Ba^{2+}의 비가 12.8 : 1.6이며 공기중에서 900 °C로 열처리한 분말이 가장 큰 자화 값(65.7 emu/g)을 얻을 수 있었으며 산소분위기에서 900 °C로 열처리한 분말이 가장 큰 보자력 값(5280 Oe)을 얻을 수 있었다.

주제어 : M-type 바륨 페라이트, 공침법, 금속이온 몰 비, pH, 열처리 온도와 시간

I. 서 론

바륨페라이트($BaFe_{12}O_{19}$)는 매우 큰 결정 자기이방성과 높은 큐리온도, 큰 포화자화와 보자력을 갖으며 화학적 안정성과 부식저항성이 우수하고 자원적으로 풍부하여 지난 몇 십 년동안 산업 전반에 중요한 영구자석 재료로 널리 이용되고 있다. 이러한 바륨페라이트는 고밀도 자기기록재료로 사용되고 있으며 마이크로웨이브 주파수 범위에서 전자기파를 흡수한다[1-3]. 이렇게 다양한 분야에 적용되기 위해서는 뛰어난 분산성을 갖는 미세한 단자구 분말을 얻는 것이 중요하다. 그것은 분말을 합성하는 조건에 따라 미세구조와 자기적 성질이 달라지기 때문이다. 또한 낮은 열처리 온도에서 큰 포화자화와 보자력을 얻을 수 있어야 한다. 바륨페라이트가 이러한 높은 특성의 자기적 성질을 가지기 위해서는 그동안 수많은 연구가 진행되어 왔으며 사용 목적에 따라 고상반응법, 공침합성법, 유리결정화법, 수열합성법, 졸겔법 등 다양한 합성방법이 연구되어 왔다[4-12]. 이러한 합성방법에 따라 바륨페라이트의 생성온도, 입자크기 및 형태, 물성 등이 크게 다르다. 분말을 합성하는 방법 중에 일반적으로 많이 사용되는 기존의 고상반응법은 높은 소결온도를 요구하고 미세한 분말을 얻기 위해서는 분말의 분쇄공정이 필수적이며 이때 최종 제품의 오염을 피할 수가 없다. 따라서 본 연구에서는 저비용 기술이며 대량생산에 적합하고 비교적 입도가 균일하고 조성의 제어가 용이하며 낮은 열처리 온도에서 분말을 합성할 수 있는 공침법을 이용하여 분말을 합성하였다[13-15]. 낮은 열처리 온도에서 바륨페라이트가 단일 상을 형성하기 위해서는 Fe^{3+} : Ba^{2+}의 몰 비가 중요하다고 보고되어 있으며[16, 17], 특히 Fe^{3+} : Ba^{2+}의 몰 비가 8일 때가 단일상의 분말을 얻을 수 있으며 우수한 자기적 성질을 나타낸다고 보고되었다[18, 19]. 또한 pH가 단일상과 우수한 자기적 성질을 가진 분말을 합성하는데 영향을 미치며 또한 열처리 조건과 분위기도 영향을 미친다고 보고되었다[20, 21]. 본 연구에 앞서 진행한 실험에서 바륨페라이트를 공침법으로 합성하여 Fe^{3+} : Ba^{2+}의 몰 비가 8일 때의 우수한 자기적 성질을 나타내는 Fe^{3+}와 Ba^{2+}의 상대적인 양(Fe^{3+} : Ba^{2+} = 13.6 : 1.7-8 : 1)과 pH(≈ 8, 10), 그리고 열처리 조건을 조사하였다[22]. 실험 결과 Fe^{3+}와 Ba^{2+}의 상대적인 양과 pH에 따라 자기적인 성질에 큰 차이를 나타내었다. 따라서 본 연구에서는 바륨페라이트를 공침법으로 합성하여 Fe^{3+} : Ba^{2+}의 몰 비가 8일 때의 Fe^{3+}와 Ba^{2+}의 상대적인 양(Fe^{3+} : Ba^{2+} = 14.4 : 1.8-11.2 : 1.4)과 pH(= 8, 9, 10) 그리고 열처리 온도와 시간에 따른 자기적인 성질과 결정구조에 관하여 조사하였다.

II. 실 험

$BaFe_{12}O_{19}$ 분말을 공침법을 이용하여 합성하였다. 출발 물질은 $Ba(NO_3)_2$와 $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$로 하였고 조성은 Fe^{3+} : Ba^{2+}의 몰 비를 8로 고정하고 Fe^{3+}와 Ba^{2+}의 상대적인 양을 조절하였다(11.2 : 1.4, 12 : 1.5, 12.8 : 1.6, 14.4 : 1.8). 출발물질을 탈 이온수에 용해시켜 혼합 한 후 3몰의 NaOH 용액을 이용하여 침전시키고 얻어진 침전물은 decanting과 세척을 하였으며 반복 횟수에 따라서 각각의 pH가 8, 9, 10이 되도록 하였다. pH 조절 후에 여과지를 이용해 여과하였으며 걸러진 침전물을 100 °C에서 6시간 동안 오븐에서 건조하였다. 건조

*Tel: (033) 250-6263, E-mail: itnam@kangwon.ac.kr

된 분말은 마노유발을 이용해 분쇄한 후 상자형로를 이용하여 공기 분위기에서 열처리 하거나 관상로를 이용하여 산소 분위기에서 열처리 하였다. 열처리는 서로 다른 분위기(공기, 산소)에서, 열처리 온도는 800 ºC, 850 ºC, 900 ºC로, 유지 시간은 각각 2시간과 4시간으로 하였다. 열처리 온도는 M-type이 생성되는 온도이면서 결정립 성장에 의해 자기적 성질이 저하되는 것을 고려하였다. 분말을 로에 장입한 후 분당 5 ºC씩 승온 하였으며 열처리가 끝난 분말은 노냉을 하였다. 열처리 후 마노유발을 이용해 분쇄하였으며 전체적인 실험 과정과 다양한 변수들은 Fig. 1과 Fig. 2에 나타내었다.

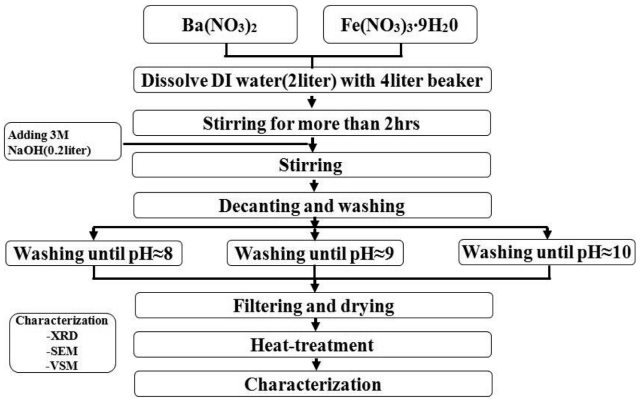

Fig. 1. Experimental procedure.

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.

III. 실험결과 및 고찰

제조된 분말의 결정구조를 조사하기 위하여 XRD회절 분석을 하였으며 그 결과를 Fig. 3과 Fig. 4 그리고 Fig. 5에 나타내었다. pH에 따라서 XRD 패턴이 다르게 나타나는데 이것은 공침과정에서 금속수산화물이 생성되는 pH 영역의 차이로 인한 결과로 여겨진다. 공침 시 금속수산화물을 생성하는 pH 영역은 Ba(II)의 경우 13-14 이상이며 Fe(III)는 2-3 이상이다[23]. 하지만 높은 pH 영역에서는 $NaNO_3$와 같은 불순물이 다량으로 존재하여 800 ºC와 같은 낮은 열처리 온도에서는 증발하지 못해 단일상 생성에 영향을 미친 것으로 판단된다. Fig. 3은 pH가 8일 때 Fe^{3+} : Ba^{2+}의 비가 12.8 : 1.6 이며 열처리 중 서로 다른 분위기(공기, 산소)에서 제조한 분말의 열처리 온도와 시간에 따른 XRD 패턴 분석 결과이다. 그림에서 알 수 있듯이 pH가 8인 경우에는 열처리 온도와 시간에 따라 peak의 강도는 약간의 차이를 보였으며 모든 샘플에서 α-Fe_2O_3상이 존재하는 것을 알 수 있다. pH가 8인

Fe^{3+}:Ba^{2+} = ①11.2:1.4 ②12:1.5 ③12.8:1.6 ④14.4:1.8

pH≈8

atmosphere	air				O_2			
temperature	800 ℃		900 ℃		800 ℃		900 ℃	
time	2hrs	4hrs	2hrs	4hrs	2hrs	4hrs	2hrs	4hrs
sample	①②③④	①②③④	①②③④	①②③④	①②③④	①②③④	①②③④	①②③④

pH≈9

atmosphere	air			O_2		
temperature	800 ℃	850 ℃	900 ℃	800 ℃	850 ℃	900 ℃
time	2hrs					
sample	①②③④	①②③④	①②③④	①②③④	①②③④	①②③④

pH≈10

atmosphere	air			O_2		
temperature	800 ℃	850 ℃	900 ℃	800 ℃	850 ℃	900 ℃
time	2hrs					
sample	①②③④	①②③④	①②③④	①②③④	①②③④	①②③④

Fig. 2. Design of experiments.

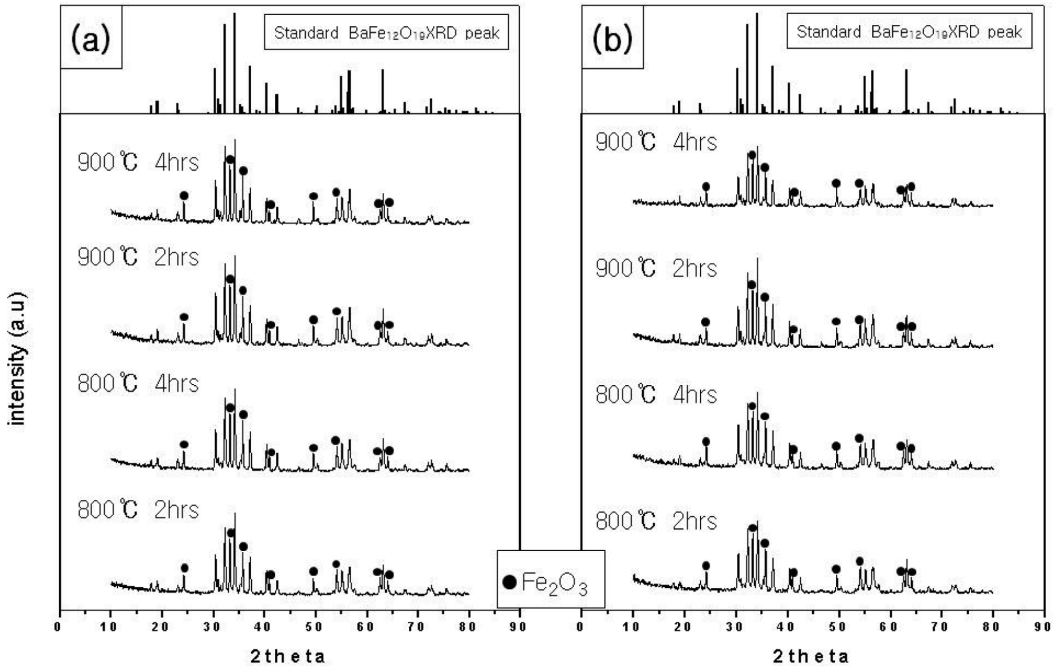

Fig. 3. X-ray diffraction patterns of BaM powders with different calcination temperature and time (Fe^{3+} : Ba^{2+} = 12.8 : 1.6, pH ≈ 8). (a) air (b) O_2.

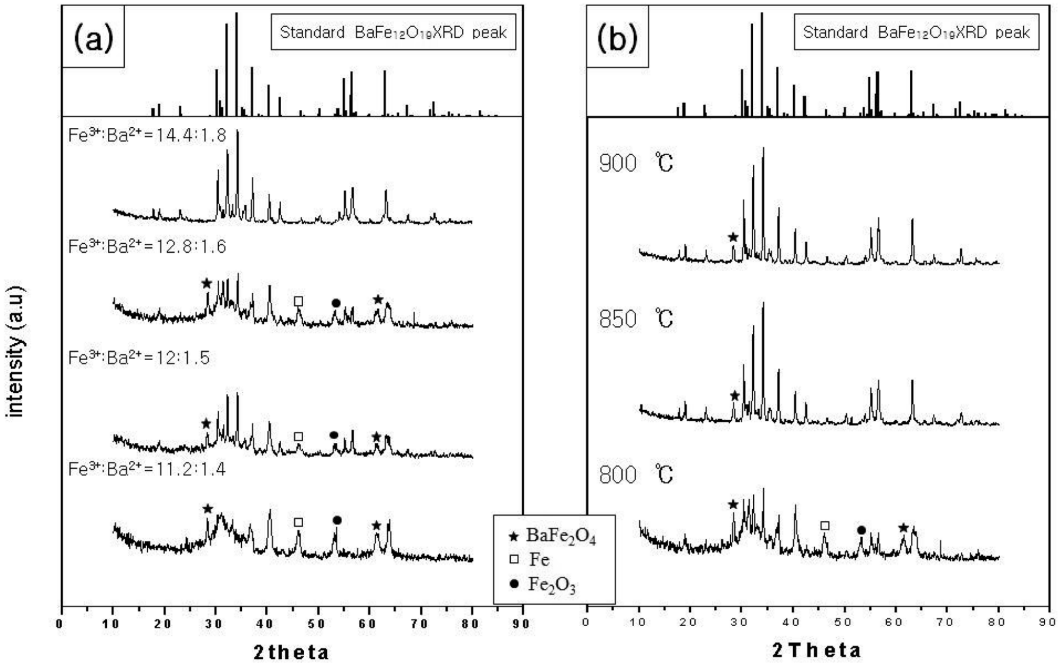

Fig. 4. X-ray diffraction patterns of BaM powders with different Fe^{3+} : Ba^{2+} mole ratio and calcination temperature (time: 2 hrs, atmosphere: air, pH ≈ 10). (a) 800 °C (b) Fe^{3+} : Ba^{2+} = 12.8 : 1.6.

경우에는 Fe^{3+} : Ba^{2+}의 상대적인 양에 따른 XRD분석 결과도 Fig. 3과 거의 비슷한 패턴 양상으로 α-Fe_2O_3의 peak가 나타났다. 이와 같이 pH가 8인 경우에는 적용한 모든 열처리 온도와 시간, 분위기 그리고 Fe^{3+} : Ba^{2+}의 상대적인 양을 다르게 하여도 M-type과 중간상인 α-Fe_2O_3상이 함께 존재함을 알 수 있다. 이것은 낮은 pH로 인해서 Ba^{2+} 이온의 침전이 원활하게 이루어 지지 않아서 decanting과 세척 과정에서 Ba^{2+} 이온이 손실되었기 때문이라고 판단된다. Fig. 4는 pH가 10일 때 Fe^{3+} : Ba^{2+}의 상대적인 양과 열처리 온도를 다르게 하여 제조한 분말의 XRD 패턴 분석 결과를 나타낸 것이다.

Fig. 4의 (a)는 Fe^{3+} : Ba^{2+}의 상대적인 양을 다르게 하여 공기 중에서 800 °C로 열처리한 분말의 XRD 패턴을 나타내었다. pH가 10인 경우에 Fe^{3+} : Ba^{2+}의 상대적인 양에 따라서 패턴 생성이 다르게 나타났다. Fe^{3+} : Ba^{2+} = 14.4 : 1.8인 경우를 제외하고는 M-type peak 뿐만 아니라 $BaFe_2O_4$와 Fe 그리고 α-Fe_2O_3와 같은 peak가 나타났으며 비정질상이 존재하였다. Fig. 4의 (b)는 Fe^{3+} : Ba^{2+} = 12.8 : 1.6인 경우에 열처리 온도에 따른 XRD 패턴을 나타내었다. 열처리 온도가 증가하면 비정질상과 Fe, α-Fe_2O_3상이 나타나지 않는다는 것을 알 수 있다. 이렇게 800 °C에서 열처리 한 것과 다르게 열처리 온도가 증가하면 비정질상과 Fe, α-Fe_2O_3상이 나타나지 않는 것은 높은 pH(pH ≈ 10)로 인해서 열처리 전에 $NaNO_3$와 같은 불순물의 많은 양이 잔존하고 있는데 800 °C와 같은 낮은 열처리 온도로 인해서 분해되어 증발하지 못한 $NaNO_3$가 잔존하고 있기 때문이라고 판단된다. Fe^{3+} : Ba^{2+} = 14.4 : 1.8인 경우에는 다른 분말과 달리 단일상의 M-type 바륨 페라이트의 peak가 나타나는데, 이것은 불순물을 무시할 수 있을 만큼의 Fe^{3+}와 Ba^{2+}양이 충분했기 때문이라고 판단된다. Fig. 5는 pH가 9일 때 Fe^{3+} : Ba^{2+}의 상대적인 양을 다르게 하여 제조한 분말의 XRD 패턴 분석 결과를 나타낸 것이다. 분석 결과 pH가 10일 때와는 반대로 Fe^{3+} : Ba^{2+} = 14.4 : 1.8를 제

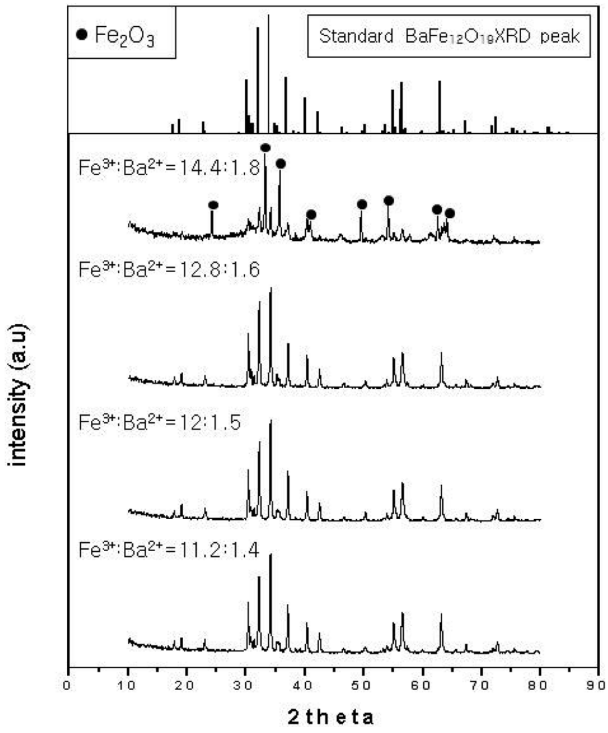

Fig. 5. X-ray diffraction patterns of BaM powders with different Fe^{3+} : Ba^{2+} mole ratio (calcination temperature: 800 °C, time: 2 hrs, atmosphere: O_2, pH ≈ 9).

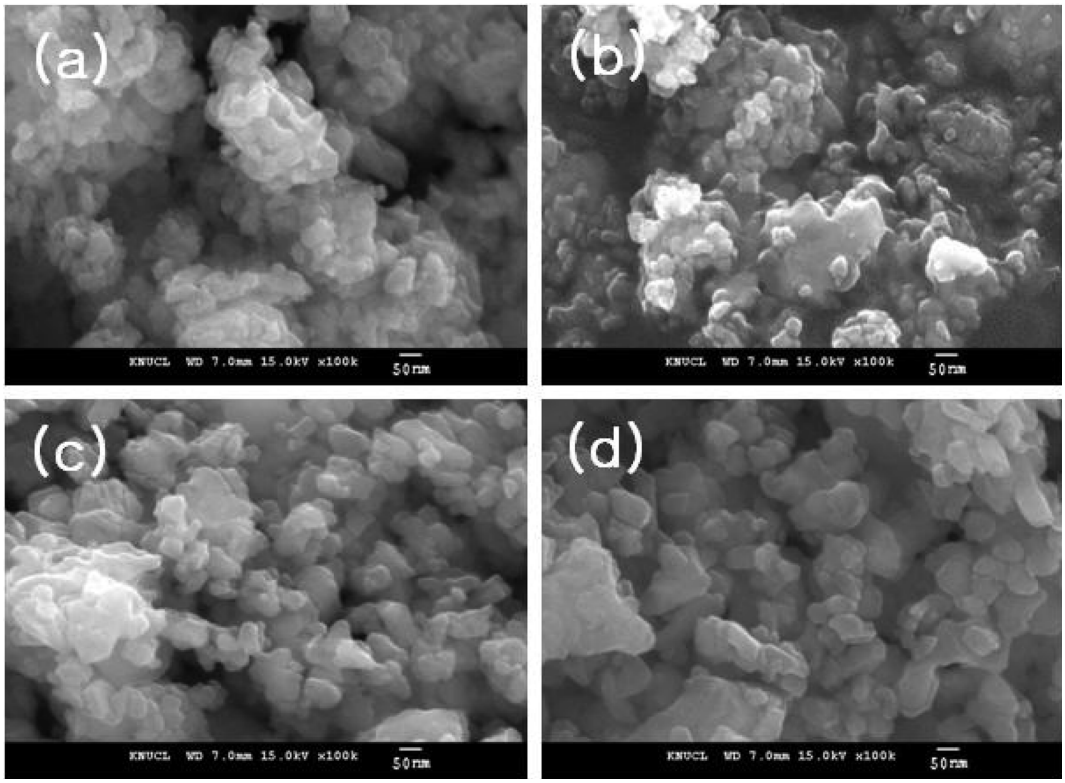

Fig. 6. FESEM micrographs of BaM powders with different calcination temperature and time (Fe^{3+} : Ba^{2+} = 12.8 : 1.6, atmosphere: air, pH ≈ 8). (a) 800 °C, 2 hrs (b) 800 °C, 4 hrs (c) 900 °C, 2 hrs (d) 900 °C, 4 hrs.

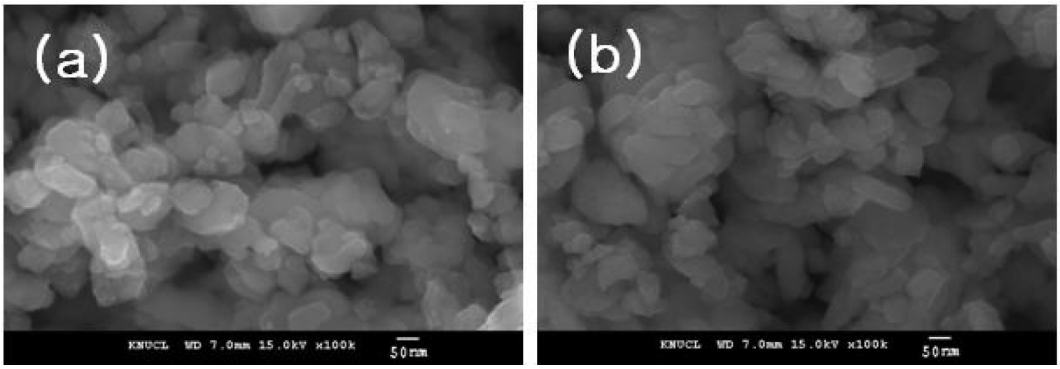

Fig. 7. FESEM micrographs of BaM powders with different atmosphere (Fe^{3+} : Ba^{2+} = 12.8 : 1.6, calcination temperature: 900 °C, time: 2 hrs, pH ≈ 9). (a) air (b) O_2.

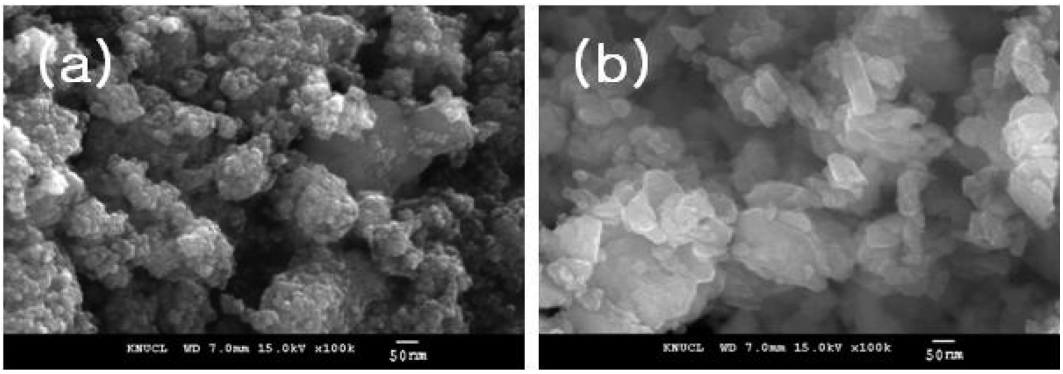

Fig. 8. FESEM micrographs of BaM powders with different Fe^{3+} : Ba^{2+} (calcination temperature: 800 °C, time: 2 hrs, atmosphere: air, pH ≈ 10). (a) Fe^{3+} : Ba^{2+} = 11.2 : 1.4 (b) Fe^{3+} : Ba^{2+} = 14.4 : 1.8.

외하고 제조한 모든 분말이 M-type 바륨 페라이트의 단일상과 거의 일치하는 것을 알 수 있다. pH가 9인 경우에는 Fe^{3+}와 Ba^{2+}의 상대적인 양이 Fe^{3+} : Ba^{2+} = 14.4 : 1.8인 경우에만 α-Fe_2O_3상이 잔존하고 있는데 이것은 다른 분말들 보다 상대적으로 많은 양의 Fe^{3+}와 Ba^{2+}로 인해서 단일상을 형성하는데 있어서 $NaNO_3$와 같은 불순물의 영향을 적게 받기 때문에 α-Fe_2O_3상이 잔존하는 것으로 판단된다. 이 결과로부터 알 수 있는 것은 pH가 9인 경우에는 Fe^{3+}와 Ba^{2+}의 상대적인 양을 조절하면 800 °C에서도 단일상의 M-type 바륨 페라이트를 얻을 수 있다는 것이다. 제조된 분말의 표면 형상을 관찰하기 위해서 FESEM을 이용해 Fig. 6, Fig. 7, Fig. 8에 나타내었다. Fig. 6은 pH가 8일 때 Fe^{3+} : Ba^{2+}의 몰 비가 12.8 : 1.6인 분말의 열처리 온도와 시간에 따른 표면형상의 변화를 FESEM으로 관찰한 것이다. 열처리 시간에 따른 분말의 형상에는 큰 차이를 보이지 않았으나, 열처리 온도에 따라서는 입자의 형태나 크기에 영향을 미친 것으로 보인다. 800 °C에서 열처리한 분말은 입자의 크기가 불규칙하고 응집되어 있으나 900 °C에서 열처리한 분말은 입자의 크기가 더 크고 전반적으로 형태가 균일하며 판상의 형상을 나타내고 있다. Fig. 7은 pH가 9일 때 Fe^{3+} : Ba^{2+}의 몰 비가 12.8 : 1.6인 분말을 열처리 중 서로 다른 분위기에 따른 표면형상의 변화를 FESEM으로 관찰한 것이다. 그림에서 알 수 있듯이 열처리 중 서로 다른 분위기에 따른 M-type 바륨 페라이트의 표면형상에는 큰 차이를 보이지 않았다. Fig. 8은 pH가 10일 때 800 °C에서 열처리 한 분말을 Fe^{3+}와 Ba^{2+}의 상대적인 양에 따른 표면 형상의 변화를 FESEM으로 관찰한 것이다. Fe^{3+}와 Ba^{2+}의 몰 비는 제조한 분말 중 상대적인 양의 차이가 가장 큰 (a) Fe^{3+} : Ba^{2+} = 11.2 : 1.4와 (b) Fe^{3+} : Ba^{2+} = 14.4 : 1.8로 관찰을 하였다. (a)는 입자가 응집하고 있고 판상의 형태를 나타내지 않는다는 것을 알 수 있는데 이것은 pH가 10일 때 XRD 분석 결과와 동일하게 비정질의 형태를 나타낸다는 것을 알 수 있다. (b)는 (a)에 비하여 비교적 입자의 크기가 고르고 입자의 형태가 판상인 것을 알 수 있는데 이것 또한 앞서 분석한 XRD분석 결과와 동일한 것을 알 수 있다. Fig. 9는 pH가 8일 때 Fe^{3+} : Ba^{2+}의 몰 비가 12.8 : 1.6이며 열처리 중 서로 다른 분위기(공기, 산소)에서 제조한 분말의 열처리 온도와 시간에 따른 자기이력곡선의 변화를 나타내었다. 공기중에서 열처리한 분말의 경우 열처리 유지 시간이 증가

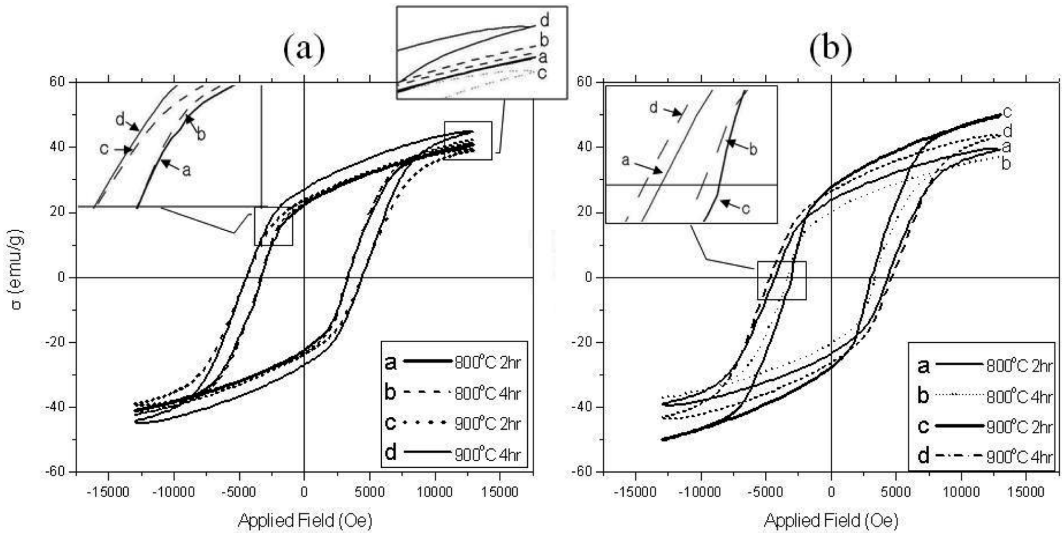

Fig. 9. Hysteresis curves of BaM powders with different calcination temperature and time (Fe^{3+} : Ba^{2+} = 12.8 : 1.6, pH ≈ 8). (a) air (b) O_2.

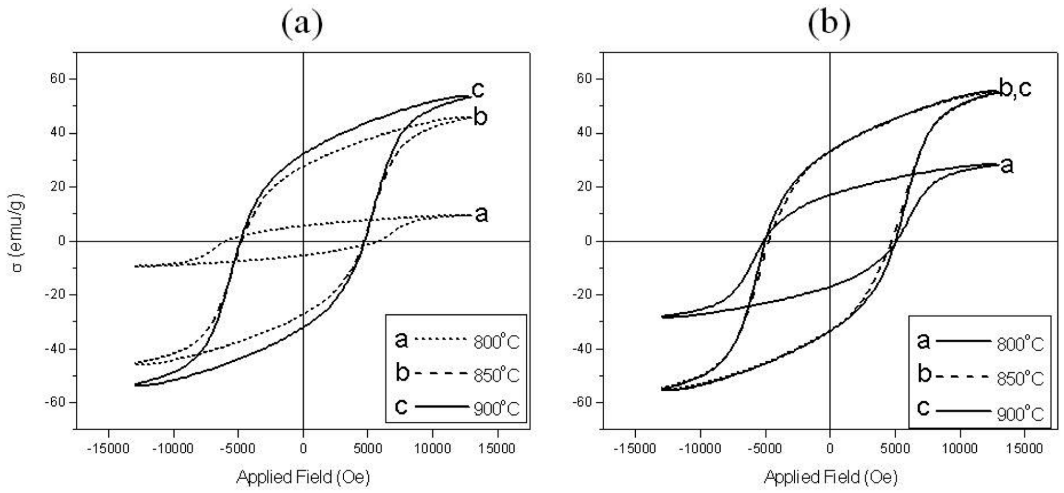

Fig. 10. Hysteresis curves of BaM powders with different calcination temperature (Fe^{3+} : Ba^{2+} = 12.8 : 1.6, pH ≈ 10, time: 2 hrs). (a) air (b) O_2.

하면 자화 값과 보자력 값이 모두 증가하는 경향을 보였으나 열처리 온도가 증가함에 따라 자화 값은 소폭 증가하였으나 보자력 값은 큰 폭으로 증가함을 알 수 있다. 산소분위기에서 열처리한 경우에는 열처리 온도가 증가함에 따라 자화 값은 증가하였으나 유지시간 증가에 따라서는 감소하는 경향을 보였으며 보자력 값은 열처리 유지시간과 온도에 따라 대체적으로 감소하였으나 900 ºC에서 4시간 동안 열처리한 분말만 높은 보자력 값을 나타내었다. Fig. 10은 pH가 10일 때 Fe^{3+} : Ba^{2+}의 몰 비가 12.8 : 1.6이며 열처리 중 서로 다른 분위기(공기, 산소)에서 2시간 동안 열처리하여 제조한 분말의 열처리 온도에 따른 자기이력곡선의 변화를 나타내었다. 800 ºC에서 열처리한 분말의 경우 자화 값이 특히 작게 나타났는데 이것은 XRD 분석결과에서 알 수 있는 것처럼 비정질상이 존재하기 때문이라고 판단된다. 열처리 온도가 850 ºC 이상에서 XRD 분석 결과 M-type 바륨 페라이트 단일상과 거의 일치하게 되는데 자성 특성 또한 자화 값이 큰 폭으로 증가 하는 것을 알 수 있다. 또한 공기중에서 열처리한 분말보다 산소 분위기에서 열처리한 분말의 자화 값과 보자력 값 모두 높은 것을 알 수 있다. XRD 분석 결과에서 pH가 9인 경우에는 몰 비가 Fe^{3+} : Ba^{2+} = 14.4 : 1.8인 분말을 제외한 다른 몰 비의 분말에서는 800 ºC 이상에서 M-type 바륨 페라이트의 단일상의 구조를 갖고 있었는데 자성 특성의 경우도 pH가 9에서 제조한 분말이 대체적으로 높은 자화 값과 보자력 값을 나타내었다. 그 중에서도 가장 높은 값을 갖고 있는 Fe^{3+} : Ba^{2+} = 12.8 : 1.6의 분말에서 열처리 온도에 따른 자기적 특성을 Fig. 11에 그래프로 나타내었다. 공기중에서 열처리

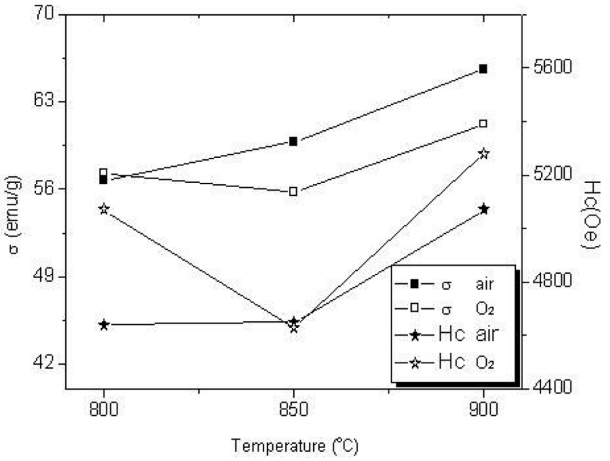

Fig. 11. Magnetic properties change with calcination temperature (Fe^{3+} : Ba^{2+} = 12.8 : 1.6, pH ≈ 9, time: 2 hrs).

한 분말은 열처리 온도가 증가함에 따라 자화 값과 보자력 값 모두 증가하는 것을 알 수 있으며 산소 분위기에서 열처리 한 분말은 850 ºC에서 보자력 값이 감소하였으나 900 ºC에서는 다시 증가 하였고 열처리 온도가 증가함에 따라 자화 값은 증가 하는 것을 알 수 있다. pH가 9에서 제조한 분말 중 M-type 바륨 페라이트의 단일상의 구조를 갖는 몰 비가 Fe^{3+} : Ba^{2+} = 12.8 : 1.6인 분말을 산소 분위기에서 낮은 열처리 온도인 800 ºC로 열처리 하였을 때 자화 값은 57.3 emu/g, 보자력 값은 5070 Oe으로 이론적인 포화 자화 값인 72 emu/g과 보자력 값 6700 Oe에는[24] 못 미치지만 기존에 선행되었던 연구와 비슷하거나 더 높은 값을 나타냄을 확인 할 수 있었다[17-19]. 또한 공기중에서 900 ºC로 열처리한 분말이 가장 큰 자화 값(65.6 emu/g)을 가지며 산소 분위기에서 900 ºC로 열처리한 분말이 가장 큰 보자력 값(5280 Oe)을 갖는 것을 알 수 있다. 자기적 성질 분석 결과 서로 다른 분위기(공기, 산소)에서 열처리 하는 것이 열처리 온도에 따라서 자기적 특성이 다르게 나타났으며 이것은 공침법으로 제조된 바륨 페라이트는 중간생성물인 바륨을 고용한 α-Fe_2O_3로부터 합성되고[15] 열처리 분위기에 따라서 중간생성물에서 바륨 페라이트로 전이되어 구조적으로 안정되는 온도가 다르다는 것을 알 수 있다. Table I과 Table II 그리고 Table III에는 VSM으로 분석한 모든 시료들의 자기적 성질을 정리하여 나타내었다.

Table I. Magnetic properties of the samples as a function of the relative amount of Fe^{3+} : Ba^{2+} and heat treatment conditions at pH ≈ 8 (*Hmax* = 13 kOe).

Conditions / Fe^{3+} : Ba^{2+}	Atmosphere	Air				O_2			
	Temperature and time	800 ºC		900 ºC		800 ºC		900 ºC	
		2 hrs	4 hrs	2 hrs	4 hrs	2 hrs	4 hrs	2 hrs	4 hrs
11.2 : 1.4	σ (emu/g)	15.1	34	40.2	46.7	4.8	13.8	40.1	38.4
	Hc (oe)	4500	4240	5200	5280	5060	4270	4590	5250
12 : 1.5	σ (emu/g)	28.2	36.9	36.5	40	10.7	23.9	38.7	38.8
	Hc (oe)	4180	3900	4980	5140	4800	3820	4400	5080
12.8 : 1.6	σ (emu/g)	41	42.4	39.3	44.8	39.3	37.3	50	43.7
	Hc (oe)	3300	3330	4430	4480	4310	3390	3010	4680
14.4 : 1.8	σ (emu/g)	23.5	24.8	24.6	26.7	20	19.6	23.7	23.3
	Hc (oe)	5770	5819	5737	5766	5687	5693	5785	5781

Table II. Magnetic properties of the samples as a function of the relative amount of Fe^{3+} : Ba^{2+} and heat treatment conditions at pH ≈ 9 (*Hmax* = 13 kOe).

Conditions / Fe^{3+} : Ba^{2+}	Atmosphere	Air			O_2		
	Temperature	800 ºC	850 ºC	900 ºC	800 ºC	850 ºC	900 ºC
11.2 : 1.4	σ (emu/g)	53.5	56.2	53.9	54	55.5	60.3
	Hc (oe)	4300	4310	4720	4750	4200	4850
12 : 1.5	σ (emu/g)	50.8	57.8	52.6	56.6	61.5	56.8
	Hc (oe)	4280	4300	4760	4820	4150	4870
12.8 : 1.6	σ (emu/g)	56.7	59.8	65.6	57.3	55.8	61.2
	Hc (oe)	4640	4650	5070	5070	4630	5280
14.4 : 1.8	σ (emu/g)	4.2	35.6	41.2	9.5	31	39.2
	Hc (oe)	4990	5070	5290	5570	5140	5780

Table III. Magnetic properties of the samples as a function of the relative amount of Fe^{3+} : Ba^{2+} and heat treatment conditions at pH ≈ 10 (*Hmax* = 13 kOe).

Conditions / Fe^{3+} : Ba^{2+}	Atmosphere	Air			O_2		
	Temperature	800 °C	850 °C	900 °C	800 °C	850 °C	900 °C
11.2 : 1.4	σ (emu/g)	0.65	21.2	50.8	2.3	45.4	51.7
	Hc (oe)	1670	4660	3790	4840	3800	3990
12 : 1.5	σ (emu/g)	16.2	49.1	51.3	28.8	53.2	52.5
	Hc (oe)	5570	4430	4560	4760	4270	4690
12.8 : 1.6	σ (emu/g)	9.5	45.9	53.6	28.3	54.9	55.5
	Hc (oe)	5920	4720	4860	5140	4730	5000
14.4 : 1.8	σ (emu/g)	51.4	54.8	53.2	52.8	56	54.1
	Hc (oe)	4440	4610	4860	4480	4820	4910

IV. 결 론

Fe^{3+} : Ba^{2+} 몰 비가 8일 때 Fe^{3+}와 Ba^{2+}의 양을 조절하고 서로 다른 분위기(공기, 산소)에서 열처리 온도와 시간 그리고 pH의 변화에 따라 공침법으로 합성한 M-type 바륨페라이트의 결정구조와 자기적 성질을 조사하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

pH ≈ 9인 경우에는 몰 비가 Fe^{3+} : Ba^{2+} = 14.4 : 1.8을 제외하고는 800 °C 이상에서 M-type 바륨 페라이트 단일 상을 합성할 수 있었다. 분말의 표면 형상 분석 결과 800 °C에서 열처리 한 분말은 입자의 크기가 불규칙 하고 응집하고 있으나 900 °C 이상에서는 판상의 형태를 나타내었다. 자기적 성질에 있어서는 pH가 8과 10일 때에는 비정질 상과 α-Fe_2O_3 상과 같은 영향으로 인해서 800 °C의 열처리 온도에서는 자화 값과 보자력 값이 적게 나타났다. 하지만 pH가 9일 때에는 단일상의 구조를 이루고 있어서 열처리 온도가 800 °C인 경우에도 높은 자화 값과 보자력 값을 얻을 수 있었다. 열처리 분위기에서는 대체적으로 산소분위기에서 열처리한 분말의 자기적 성질이 높게 나타났으며 열처리 온도를 증가 할수록 자화 값이 높게 나타났고 열처리 시간에 따른 변화는 미비하였다. pH가 10인 경우에는 Fe^{3+}와 Ba^{2+}의 양이 증가할수록 자화 값과 보자력 값이 증가하는 경향을 보였으며 pH가 8과 9인 경우에는 Fe^{3+} : Ba^{2+} = 12.8 : 1.6일 때가 가장 자기적 성질이 뛰어난 것을 확인 할 수 있었다.

감사의 글

본 연구는 강원대학교 공동 실험 실습관의 지원에 의해 수행되었습니다.

참고문헌

[1] X. Liu, J. Wang, L. M. Gan, S. C. Ng, and 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] K. K. Mallick, P. Shepherd, and R. J. Green, J. Eur. Ceram. Soc. **27**, 2045 (2007).
[5] J. Matutes-Aquino, S. Dıaz-Castanon, M. Mirabal-Garcıa, and S. A. Palomares-Sanchez, J. Script. Mater. **42**, 295 (2000).
[6] S. E. Jacobo, L. Civale, and M. A. Blesa, J. Magn. Magn. Mater. **260**, 37 (2003).
[7] O. Abe and M. Narita, J. Solid. State. Ionic. **101**, 103 (1997).
[8] G. Xu, H. Ma, M. Zhong, J. Zhou, Y. Yue, and Z. He, J. Magn. Magn. Mater. **301**, 383 (2006).
[9] X. Liu, J. Wang, L. M. Gan, and S. C. Ng, J. Magn. Magn. Mater. **195**, 452 (1999).
[10] D. Mishra, S. Anand, R. K. Panda, and R. P. Das, J. Mater. Chem. Phys. **86**, 132 (2004).
[11] M. El-Hilo, H. Pfeiffer, K. OGrady, W. Schuppel, E. Sinn, P. Gornert, M. Rosler, D. P. E. Dickson, and R. W. Chantrell, J. Magn. Magn. Mater. **129**, 339 (1994).
[12] H. Sozeri, J. Magn. Magn. Mater. **321**, 2717 (2009).
[13] H. Sakai, K. Hanawa, and K. Aoyagi, IEEE Trans. Magn. **28**, 3355 (1992).
[14] S. E. Jacobo, C. Domingo-Pascual, R. Rodriguez-Clemente, and M. A. Blessa, J. Mater. Sci. **32**, 1025 (1997).
[15] H. S. Shin, J. Kor. Ceram. Soc. **34**, 1045 (1997).
[16] U. Topal, H. Ozkan, and L. Dorosinskii, J. Alloy. Comp. **428**, 17 (2007).
[17] S. R. Janasi, M. Emura, F. J. G. Landgraf, and D. Rodrigues, J. Magn. Magn. Mater. **238**, 168 (2002).
[18] M. Radwan, M. M. Rashad, and M. M. Hessien, J. Mater. Proc. Tech. **181**, 106 (2007).
[19] M. M. Rashad, M. Radwan, and M. M. Hessien, J. Alloys. Comp. **453**, 304 (2008).
[20] H. F. Yu, and P. C. Liu, J. Alloys. Comp. **416**, 222 (2006).
[21] S. R. Janasi, D. Rodrigues, M. Emura, and F. J. G. Landgraf, Phys. Stat. Sol., **185**, 479 (2001).
[22] I. S. Baek and I. T. Nam, J. Kor. Mag. Soc. **19**, 209 (2009).
[23] 배철훈, 이홍림, 세라믹 제조공정, (ITC 2003) pp. 154~180.

[24] V. Pillai, P. Kumar, M. S. Multani, and D. O. Shah, Colloids Surf. A: Physicochem. Eng. Aspects. **80**, 69 (1993).

Magnetic Properties and Structure of Co-precipitated Barium Ferrite (BaM) Powders

In Seung Baek and In Tak Nam*
Department of Advanced Materials Science and Engineering, Kangwon National University, Chuncheon 200-701, Korea

(Received 1 June 2010, Received in final form 4 August 2010, Accepted 11 August 2010)

Barium ferrite ($BaFe_{12}O_{19}$) powders were synthesized by the co-precipitation method. Fe^{3+} : Ba^{2+} mole ratio was fixed 8 and relative amount of Fe^{3+} and Ba^{2+} was controlled. The effects of the pH (= 8, 9, 10), calcination temperature and time on the morphology, structure and magnetic properties of the barium ferrite particles are characterized using XRD, FESEM, and VSM respectively. Coercivity and magnetization value of powders were changed with calcination temperature and time, relative amount of Fe^{3+} and Ba^{2+} and pH. Single-phase barium ferrite was obtained when pH value was 9 in the investigated range of Fe^{3+} : Ba^{2+} relative amount and secondary phases were appeared at Fe^{3+} : Ba^{2+} relative amount of 14.4 : 1.8. The largest value of magnetization (65.7 emu/g) was obtained when Fe^{3+} : Ba^{2+} mole ratio was 12.8 : 1.6 and calcination temperature was 900 °C with air calcination atmosphere. The largest value of coercivity (5280 Oe) was obtained with O_2 calcination atmosphere.

Keywords : M-type barium ferrite, co-precipitation, metal ions mole ratio, pH, calcination temperature and time