

고밀도 자기기록용 Ba-Ferrite 분말의 자기적 특성에 미치는 첨가제 (Co, Ti, Co-Ti)의 효과

엄명현¹, 연제욱¹, 하범용^{2*}

¹공주대학교 화학공학부, ²영진전문대학교 신재생에너지전기계열

Effect of additive (Co, Ti, Co-Ti) on the magnetic properties of Ba-ferrite powder for high-density magnetic recording

Myeong-Heon Um¹, Je-Uk Yeon¹, Beom-Yong Ha^{2*}

¹Division of Chemical Engineering, Kongju National University

²Department of Renewable & Electrical Engineering, Yeungjin University

요약 본 연구에서는 고밀도 자기기록용 Ba-Ferrite($\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$) 분말의 자기적 특성에 미치는 첨가제(Co, Ti, Co-Ti)의 효과를 알아보기 위해 Sol-Gel 방법을 이용하여 분말을 합성하였다. 이때 선행연구로부터 얻은 최적의 열처리 온도와 Fe/Ba의 몰 비를 적용하였으며 고밀도 자기기록용 분말에 적합한 Ba-ferrite 미립자를 제조하였다. 형성된 Ba-ferrite 상은 X선회절분석(XRD), 에너지분산형분광분석법(EDS) 측정을 통해 결정구조 및 단일 상의 합성 여부를 확인하였고, 진동시료형자력계(VSM)를 통해 코발트(Co), 티타늄(Ti), 코발트-티타늄(Co-Ti)를 첨가제로 사용한 Ba-ferrite의 보자력과 포화 자화 값을 비교하였다. 결과적으로, Ba에 대한 Fe의 몰 비가 10이고 열처리 온도가 900 °C의 조건에서 합성된 Barium ferrite는 첨가제를 Co만 사용 시 보자력이 급격히 감소하였고, Ti만 사용 시 보자력이 유지되지만 포화 자화값이 감소하는 문제점이 발생하였다. 이를 보완하기 위해 Co-Ti를 첨가제로 사용한 결과 더 넓은 조성에서 큰 변화없이 포화 자화값이 유지되었고, 고밀도 자기기록매체에 사용할 수 있는 보자력 값인 (2.5 ~ 5.5) kOe를 가지는 Barium ferrite가 합성되었다.

Abstract This study investigates the effect of additives (Co, Ti, Co-Ti) on the magnetic properties of Ba-ferrite ($\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$) powder for high-density magnetic recording. The powder was synthesized using the Sol-gel method. Optimum heat treatment temperature and Fe/Ba molar ratio obtained from previous studies were applied at tins time, and Ba-ferrite particles suitable for high-density magnetic recording powder were prepared. The prepared Ba-ferrite powder was analyzed for crystal structure and single-phase synthesis using an X-ray diffractometer (XRD) and energy dispersive X-ray spectrometer (EDS). The coercive force and saturation magnetization values of Ba-ferrite using cobalt (Co), titanium (Ti), and cobalt-titanium (Co-Ti) as additives were compared through a vibrating sample magnetometer (VSM). Results revealed that the barium ferrite synthesized under the conditions Ba/Fe molar ratio 10 and a heat treatment temperature of 900°C had a sharply decreased coercive force when only Co was used as an additive. However, although the coercive force was maintained when only Ti was the additive, the saturation magnetization value decreased. To compensate for this, Co-Ti was applied as an additive; the saturation magnetization value was maintained without significant change in the broader composition. The resultant barium ferrite synthesized had a coercive force value of (2.5 ~ 5.5) kOe that can be used for high-density magnetic recording media.

Keywords : Barium Ferrite, Coercive Force, Sol-Gel Method, Magnetic Recording, Cobalt, Titanium

*Corresponding Author : Beom-Yong Ha(Yeungjin Univ.)

email: hby1732@yju.ac.kr

Received August 5, 2022

Accepted October 7, 2022

Revised September 13, 2022

Published October 31, 2022

01. 서론

최근 정보기록매체는 정보화가 빠르게 진행됨에 따라 기록 장치의 고밀도, 대용량, 소형화를 실현시키고자 한다. 최근의 정보저장 방법으로는 비휘발성 메모리 반도체 기록방식, 광 기록 방식, 자기 기록 방식 등이 주 방식으로 이용되고 있는데 이 중 자기 기록방식이 광 기록 방식 및 반도체 기록방식에 비해 가격은 유사하나 저장용량, 정보 입출력 속도가 우수하여 널리 사용되고 있다. 한편, 자기 기록 방식에서 데이터의 저장 및 삭제와 관련하여 가장 중요한 부분은 자성재료인데 자성물질의 보자력과 포화자화값에 따라 자기기록매체의 특성이 변화되므로 장치 내에서 자성물질의 배열이 중요하다 하겠다. 자기기록매체 내 보자력은 낮고 높음에 따라 정보의 저장과 삭제 용이성, 데이터의 안정성, 저장용량 등이 결정되는 역할을 하므로 적절한 보자력(2.5~5.5 kOe)을 가져야 하며 포화자화값은 재생시 출력의 감소를 방지하기 위해 높은 포화자화값을 가지며 유지되는 자성물질이 필요하다[1,2].

자성재료는 크게 페라이트(Ferrite)계와 알니코(Alnico)계, 희토류계로 나뉘는데 이 중 페라이트계 자석들은 사용범위가 넓고 효율성이 좋으며 특히 가격이 상대적으로 저렴하여 널리 사용되고 있다. 페라이트는 재질에 따라서 스트론튬(Strontium)과 바륨(Barium) 구분되며 스트론튬 자성재료는 바륨 보다 성능이 우수하나 비싼 가격으로 인해 고성능이 요구되는 분야에 사용되고 대부분 바륨계 자석이 널리 사용되고 있다.

한편, 바륨계 자성재료인 바륨페라이트(Ba-ferrite, $BaFe_{12}O_{19}$)는 높은 결정 자기이방성과 보자력을 가지며 화학적 안정성과 부식저항성이 우수하고 자원적으로 풍부하여 최근 산업 전반에 중요한 영구자석 재료로 널리 이용되고 있다. 또한 고밀도 자기기록매체로도 가장 각광받고 있으며 microwave 주파수 범위에서 전자기파(electromagnetic wave)를 흡수한다.

Barium-ferrite는 magnetoplumbite와 같은 결정 구조를 가진 육방정 구조의 페리(Ferri) 자성산화물로서 보자력과 전기저항이 크고($\sim 10^8 \Omega \text{cm}$) 비중이 작으며 화학적 안정성 및 양산성이 우수한 재료로 알려져 있다. 자기적 성질은 산소이온(O^{2-})을 매개로 Fe^{3+} 이온의 초교환 상호작용을 통해 나타난다. 결정구조 내 C축이 자화용이축(Magnetic easy axis)으로 자기손실 및 자기이방성이 높고, 보자력과 잔류 자속밀도가 크게 형성되어 고밀도 자기기록 매체로서 관심이 집중되고 있다[3-6].

자기기록매체로서 보다 효율적인 이용을 위해 Ba-ferrite의 높은 보자력을 낮추고 밀도를 고도화하는 기술적 진보가 진행되고 있는데 최근 Ba-ferrite 내에 Fe^{3+} 이온 대신 Cr^{3+} , Al^{3+} , Ga^{3+} 이온 등을 치환하거나 $Zn^{2+}-V^{5+}$, $Zn^{2+}-Nb^{5+}$, $Ir^{4+}-Zn^{2+}$, $Co^{2+}-Ti^{4+}$, $Co^{2+}-Sn^{4+}$ 등의 조합으로 치환하여 보다 우수한 자기적 특성이 연구되고 있다. 이 중 Cr^{3+} , Al^{3+} , Ga^{3+} 이온을 치환시켰을 때는 보자력이 크게 증가하였지만 나머지 치환체의 경우 보자력이 감소하였으며, 이러한 보자력 변화의 가장 큰 이유는 결정 자기 이방성 때문이다[7-10]. 일반적인 Ba-ferrite의 R block 내의 Ba^{2+} 이 존재하는 12k와 2b자리에 Fe^{3+} 들의 주된 기여로 인해 큰 결정 자기 이방성을 갖게 되는데, Co와 Ti를 첨가함으로써 magnetoplumbite 구조 내 Fe^{3+} 이 들어 갈 수 있는 5개 자리 중 Co이온은 큰 결정자기 이방성을 제공하는 4f(IV)와 4f(VI)에 주로 치환되고, 반자성 이온인 Ti은 up spin이 위치하는 12k, 2a 및 2b 자리에 주로 치환되어 결정자기 이방성이 감소된다[11].

Ba-ferrite 분말을 제조하는 방법으로는 고상법, 공침법, 유리결정화법, 수열합성법, Sol-Gel method 등의 방법이 있다. 고상법은 산업적으로 가장 많이 사용하고 있으나 입자 크기와 분포도가 큰 단점이 있으며 공침법은 하소 및 분쇄공정이 추가로 필요하고 유리결정화법은 후처리 공정이 복잡하다. 수열합성법은 긴 반응시간과 연속반응이 불가능한 단점을 지닌다. 한편, Sol-Gel법은 단순한 장비로 균질한 조성과 작은 입자크기의 시료를 제조할 수 있으며 비교적 비용이 저렴하다는 장점을 가지고 있다[6,12-14].

본 연구자들은 Sol-Gel법을 이용하여 단일상의 무기물질을 제조 시 첨가제의 영향에 대해 선행연구를 수행하였으며 이러한 연구를 바탕으로 본 연구에서 최적의 열처리 및 Fe/Ba 몰비의 조건을 적용한 Sol-Gel법을 이용하여 Barium ferrite 분말을 제조하였다[10]. 이후 고밀도 자기기록용 분말에 적합한 2.5 ~ 5.5 kOe 크기의 보자력을 가지는 Ba-ferrite 미립자 제조를 하고자 하였으며 이를 위해, Fe^{3+} 이온 대신 보자력 제어에 뛰어난 효과를 지닌 Co, Ti, Co-Ti를 각각 첨가제로 사용하여 Ba-ferrite의 자기적 특성변화에 대하여 연구하였다.

2. 실험

2.1 시약 및 장치

선행연구에서와 마찬가지로 Sol-Gel법을 이용한 Barium ferrite 분말을 합성하기 위하여 $Ba(NO_3)_2$, $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ 및 $Co(NO_3)_2 \cdot 3H_2O$ 와 $Ti(NO_3)_3$ 을 출발 원료 물질로 사용하였으며 모두 JUNSEI Co., Japan 제품이 사용되었다. 또한 Fig. 1과 같은 가열과 혼합이 가능한 실험장치로 사용하였으며 겔 건조를 위해서는 Oven을 사용하였고 시료의 소성에는 Furnace (Barnstead, F62700, USA)를 이용하였다[10].



Fig. 1. Experimental equipment.

2.2 실험방법

선행연구에서 Ba에 대한 Fe의 몰 비(mole ratio, Fe/Ba)와 열처리 온도를 달리하여 단일상의 Barium ferrite를 제조하기 위한 최적의 실험조건을 찾기 위하여 다양한 Ba에 대한 Fe의 몰 비(Fe/Ba)를 6, 8, 10, 12로 변화시키며 Sol을 제조하였으며 또한 열처리 온도를 600, 700, 800, 900 °C로 변화시켜 Barium ferrite 분

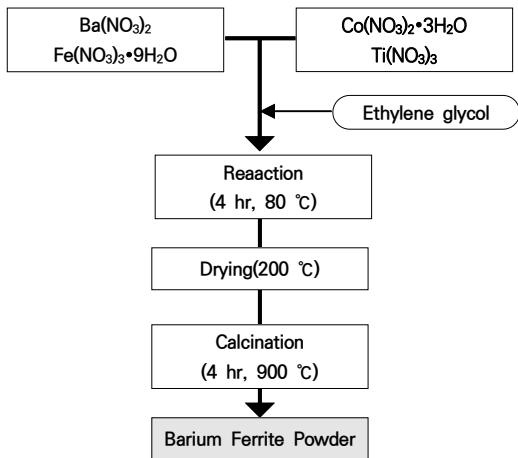


Fig. 2. Experimental procedure of preparing Barium ferrite powders by Sol-Gel method

말을 얻는 실험을 수행하였었다. 그 결과 최적조건으로 Fe/Ba 몰비는 10, 열처리 온도는 900 °C로 확인하였으며 이러한 최적조건을 적용한 Sol-Gel법 과정에 자력 제어에 뛰어난 효과를 지닌 Co, Ti, Co-Ti를 첨가제로 하여 치환된 Barium ferrite 미립자를 제조하고자 하였다. Fe에 대한 Co, Ti, Co-Ti의 몰 비를 0, 0.1, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1.6로 변화시키며 분말을 제조하였다. 시료의 제조 및 실험과정을 Fig. 2에 나타내었다.

2.3 기기분석

2.3.1 상 분석

본 연구를 통하여 얻어진 모든 Barium ferrite 분말의 결정성과 상 형성이 되었는지 확인하기 위하여 X-선 회절분석기(X-ray Diffractometer, XRD, Rigaku, MiniFlex600, Japan)를 사용하였다. X-선의 전압과 전류는 각각 40 kV, 15 mA의 조건으로 측정하였으며, 295 K에서 0.02° 간격으로 매 각도 당 5초간 노출하였고, X-선이 시료로 들어오는 방향과 검출기 사이의 각인 2 theta(2θ) 값은 10 ~ 80°까지 변화를 주며 측정하였다.

2.3.2 자기적 특성 분석

본 연구에서 제조한 Co, Ti, Co-Ti가 치환된 Barium ferrite 분말의 보자력을 측정하기 위하여 진동 시료형자력계(Vibrating Sample Magnetometer, VSM, LakeShore, 7404, USA)를 이용하여 자기적 특성 변화를 조사하였으며, 외부자기장을 10 kOe으로 가하면서 상온에서 측정하였다.

3. 실험결과 및 고찰

3.1 Co, Ti, Co-Ti 첨가에 따른 XRD 분석

먼저, Co를 첨가하여 첨가량을 0, 0.1, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1.6로 변화시키고 900 °C에서 소결한 Barium ferrite상의 상태를 Fig. 3에 나타내었다.

Co 첨가량에 관계없이 모두 $BaFe_{12-x}Co_xO_{19}$ 의 조성으로 Barium ferrite상이 나타났지만 Co 첨가량이 X = 0.8 이상에서는 단일상의 Ba-ferrite가 형성되지 못하였다. 이러한 결과로부터 Co 첨가량이 단일상의 Ba-ferrite를 얻을 수 있는 조건으로 $X < 0.8$ 에서 가장 적합함을 확인하였다.

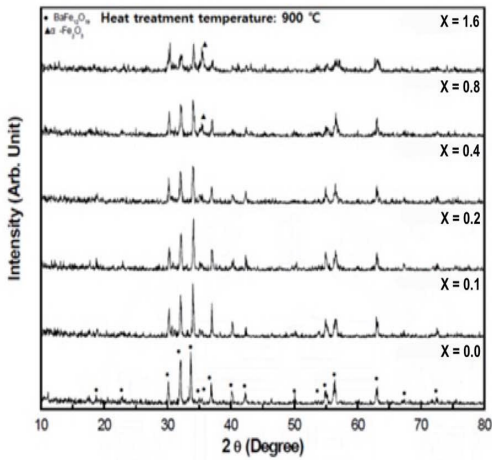


Fig. 3. XRD patterns of $BaFe_{12-x}Co_xO_{19}$ particles annealed at $900^\circ C$ with different Co contents

한편, $BaFe_{12-y}Ti_yO_{19}$ 의 조성으로 Ti 첨가량에 따른 XRD 결과를 Fig. 4에 나타내었다. Ti 첨가량도 Co 첨가량과 마찬가지로 $Y = 0.8$ 이상에서는 단일상의 Ba-ferrite를 얻지 못하였으므로 Ti 첨가량인 $Y < 0.8$ 이내에서 단일상의 Ba-ferrite를 얻을 수 있는 조건임을 확인하였다.

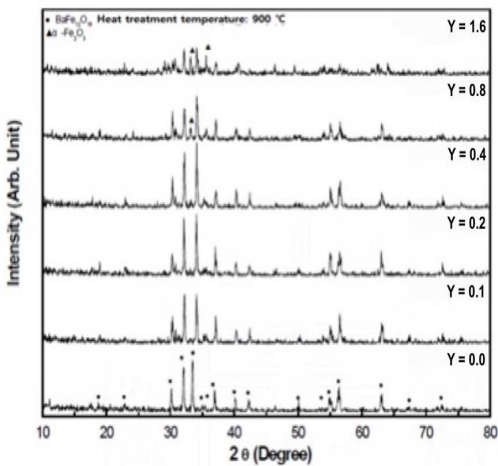


Fig. 4. XRD patterns of $BaFe_{12-y}Ti_yO_{19}$ particles annealed at $900^\circ C$ with different Ti contents

$BaFe_{12-2z}Co_zTi_zO_{19}$ 의 조성으로 Co-Ti 첨가량에 따른 XRD 결과를 Fig. 5에 나타내었다. Fig. 10에서 보는 바와 같이, Co-Ti의 첨가량에 관계없이 모든 조성에서 Ba-ferrite 상이 나타났다. 그러나, Co-Ti의 첨가량이 $2Z = 1.6$ 에서는 hematite 상이 존재하여 단일상의

Ba-ferrite가 형성되지 못하였으나, 앞선 결과인 Co와 Ti를 단독으로 첨가한 경우보다 과량으로 첨가하였을 때 단일상의 Ba-ferrite 미립자를 얻었다. 이러한 결과로부터, Co-Ti을 첨가한 경우는 Co와 Ti를 각각 첨가한 경우보다 과량으로 첨가하였을 때도 Ba-ferrite 단일상을 얻을 수 있는 결과를 확인할 수 있었다.

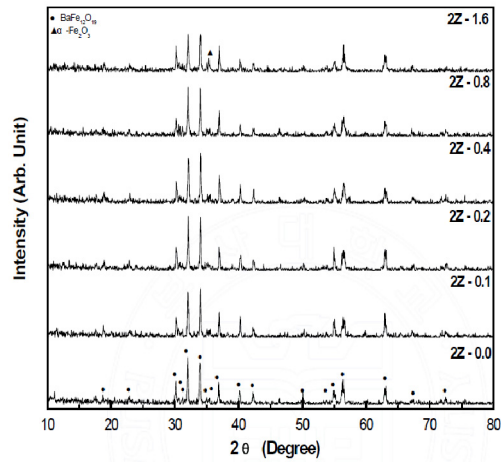


Fig. 5. XRD patterns of $BaFe_{12-2z}Co_zTi_zO_{19}$ particles annealed at $900^\circ C$ with different Co-Ti contents

3.2 VSM 분석을 통한 자기적 특성 분석

Table 1은 $900^\circ C$ 열처리 온도조건에서 Co의 첨가량 변화에 따른 보자력, 포화 자화값 변화를 나타낸 것이다. 먼저, Co 첨가량이 증가할수록 보자력 값이 5692 Oe에서 1303 Oe로 효과적으로 감소함을 확인하였다. 이러한 효과는 Ba-ferrite의 높은 보자력의 원인인 결정자기 이방성을 Co를 첨가한 경우 magnetoplumbite 구조 내 Fe^{3+} 의 5개 자리 중 12k, 2b에 주로 치환되어 결정자기 이방성을 크게 감소시키는 것으로 확인하였다[5].

한편, Co 첨가량이 $X = 0.8$ 에서 $X = 1.6$ 에 따른 보자력 값의 변화는 X값이 0.8 이내의 미량으로 첨가한 경우보다 감소폭이 적었다. 즉, Co 첨가량이 과량인 경우는 미량으로 첨가한 경우보다 보자력값을 크게 감소시키지 못하였음을 확인하였다. 또한, 포화 자화값이 낮아지면 재생출력이 감소하기 때문에 높은 포화 자화값을 유지하여야 한다. $X = 0.8$ 이내에서는 각각 55 emu/g 전후의 값을 가졌으며, $X = 1.6$ 으로 첨가한 경우 포화 자화값이 다소 감소하였다. 고밀도자기기록용 분말에 적합한 보자력 크기는 2.5 kOe ~ 5.5 kOe이므로 $X = 0.1$ 에서 $X = 0.2$ 일 때가 최적의 조건임을 확인하였다.

Table 1. Magnetic characteristics of BaFe_{12-x}Co_xO₁₉ particles annealed at 900°C with different additive contents

| X | H _c (Oe) | M _s (emu/g) |
|-----|---------------------|------------------------|
| 0.0 | 5692 | 56.3 |
| 0.1 | 3684 | 54.8 |
| 0.2 | 2701 | 57.1 |
| 0.4 | 2153 | 55.0 |
| 0.8 | 1597 | 58.3 |
| 1.6 | 1303 | 51.5 |

Table 2는 900°C 열처리 온도조건에서 Ti의 첨가량 변화에 따른 보자력, 포화 자화값 변화를 나타낸 것이다. Ti의 첨가량인 Y값이 0.8 까지 증가할수록 보자력값은 감소하였고, Y값이 0.8 이상의 과량 첨가한 경우는 오히려 상승함을 확인하였다. 한편, 포화 자화값은 Y값이 0.2 이내에서는 첨가 전과 변화가 거의 없었으나, Y의 첨가량이 그 이상 증가할수록 감소하는 특성을 나타내었다. 본 실험의 목적은 포화 자화값의 변화 없이 보자력값을 낮추는 것인데 Ti의 첨가량은 오히려 Ba-ferrite의 보자력 값보다는 포화 자화값을 감소시키는 것을 확인하였다. 즉, 졸-겔법으로 Ba-ferrite 미립자를 제조한 경우에 있어 Ti 첨가량의 증가는 Ba-ferrite의 보자력 값을 크게 감소시키지 못하였으며, 과량으로 첨가한 경우에는 자기적 특성까지 저해하는 요인으로 나타났다.

Table 2. Magnetic characteristics of BaFe_{12-y}Ti_yO₁₉ particles annealed at 900°C with different additive contents

| Y | H _c (Oe) | M _s (emu/g) |
|-----|---------------------|------------------------|
| 0.0 | 5692 | 56.3 |
| 0.1 | 5220 | 54.6 |
| 0.2 | 5011 | 56.7 |
| 0.4 | 4196 | 51.1 |
| 0.8 | 3825 | 42.3 |
| 1.6 | 4282 | 21.7 |

3번째 조건인 Co-Ti 첨가량에 따른 보자력, 포화 자화값 변화를 Table 3에 나타내었다

Table 3. Magnetic characteristics of BaFe_{12-2z}Co_zTi_zO₁₉ particles annealed at 900°C with different additive contents

| 2Z | H _c (Oe) | M _s (emu/g) |
|-----|---------------------|------------------------|
| 0.0 | 5692 | 56.3 |
| 0.1 | 4103 | 50.7 |
| 0.2 | 3856 | 48.5 |
| 0.4 | 3653 | 53.8 |
| 0.8 | 2522 | 53.2 |
| 1.6 | 2087 | 53.7 |

Table 3에서 보는 바와 같이, Co-Ti의 첨가량인 2Z 값이 증가함에 따라 포화 자화값의 큰 변화 없이 보자력 값이 5692 Oe에서 2087 Oe로 감소함을 확인할 수 있었다. 이러한 효과는 Ba-ferrite의 높은 보자력을 제공하는 큰 결정자기 이방성을 Co와 Ti를 첨가하면 magnetoplumbite 구조 내 Fe³⁺들의 5개 자리 중 큰 결정자기 이방성을 갖는 Co²⁺가 down spin이 위치하는 4f(IV)와 4f(VI)에 치환되며, 반자성 이온인 Ti⁴⁺은 up spin이 위치하는 12k, 2a 및 2b 자리에 치환되어 up spin 과 down spin의 상쇄 효과로 인해 결정자기 이방성을 감소하는 것을 확인하였다.

이러한 자기적 특성 변화에 대한 좀 더 명확한 검토를 위해 Co, Ti 첨가량에 따른 자기이력 곡선을 각각 Fig. 6, 7, 8에 나타내었다.

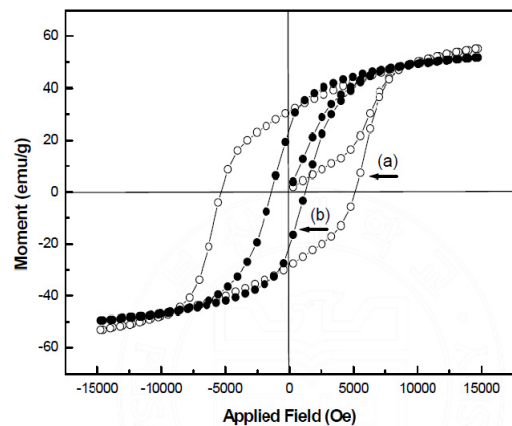


Fig. 6. Hysteresis loop of BaFe_{12-x}Co_xO₁₉ particles annealed at 900 °C
(a) X = 0.0 and (b) X = 1.6

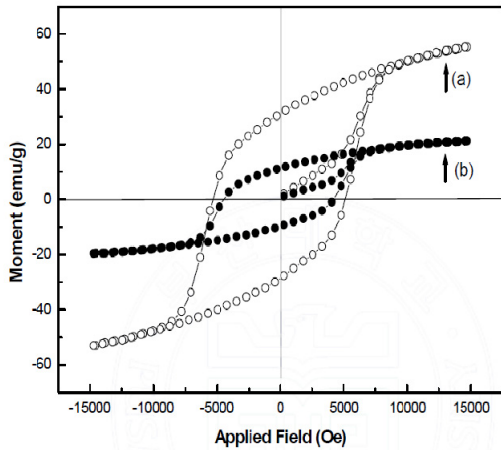


Fig. 7. Hysteresis loop of $BaFe_{12-y}Ti_yO_{19}$ particles annealed at $900\text{ }^\circ\text{C}$
(a) $Y = 0.0$ and (b) $Y = 1.6$

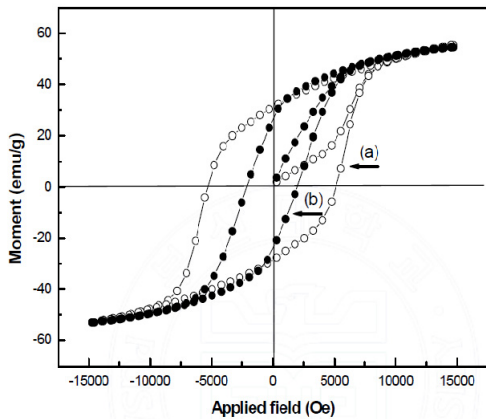


Fig. 8. Hysteresis loop of $BaFe_{12-2z}Co_zTi_zO_{19}$ particles annealed at $900\text{ }^\circ\text{C}$.
(a) $2Z = 0.0$ and (b) $2Z = 1.6$

Fig. 6은 Co 첨가량에 따른 자기이력곡선으로 Co 첨가량인 $X = 0.0$ 일 때와 $X = 1.6$ 일 때 첨가량의 증가는 포화 자화값의 큰 변화 없이 보자력값이 감소하는 자기 이력 곡선이 나타나고 있음을 확인하였다.

한편, Fig. 7에 도시된 Ti 첨가량에 따른 자기이력곡선은 Co를 첨가한 경우와는 반대로 보자력값의 변화보다는 포화 자화값이 급격히 감소하고 있음을 확인할 수 있다. 일반적으로 Ti 첨가량은 Co 첨가한 경우보다는 보자력값을 감소시키는 효과가 미비하였으며, 본 연구에서도 과잉의 Ti를 첨가한 경우 보자력값의 감소보다는 포화 자화값이 급격히 감소하는 효과를 확인하였다.

Fig. 8에서는, Co-Ti 첨가량이 증가할수록 포화자화

값의 큰 변화없이 보자력값이 감소하는 것을 확인할 수 있었다. 결과적으로 Ti를 단독으로 첨가하였을 때보다 일정한 포화자화값을 얻었고, Co를 단독으로 첨가하였을 때보다 보자력 값의 감소가 비교적 적음을 확인하였다.

3.3 EDS 분석을 통한 화학적 조성 및 정량 분석

시료의 합성이 적절하게 진행되었는지 확인하기 위해서 EDS분석을 통해 Ba, Fe, Co, Ti, O의 피크를 확인하여 Fig. 9에 나타냈으며, 화학적 조성은 Table 4와 같다.

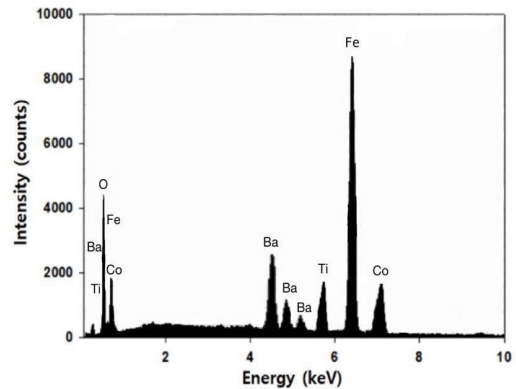


Fig. 9. EDS-spectrum of the $BaFe_{12-2z}Co_zTi_zO_{19}$ ($2Z=0.4$).

Table 4. EDS Analysis of the $BaFe_{12-2z}Co_zTi_zO_{19}$ ($Z=0.4$)

| Element | Wt. (%) | Atomic (%) |
|---------|---------|------------|
| Ba | 15.69 | 4.28 |
| Fe | 57.47 | 38.54 |
| Co | 1.85 | 1.17 |
| Ti | 1.59 | 1.24 |
| O | 23.40 | 54.77 |
| Total | 100 | 100 |

Fig. 9에서 보는 바와 같이 Co-Ti의 첨가량 0, 0.1, 0.2, 0.4, 0.8, 1.6 중 0.4를 샘플로 선택하여 EDS 분석을 실시하였다. 그 이유는 중간 값에 해당하기 때문에 보다 더 평균적인 값을 얻을 수 있을 것이라고 판단했을 뿐만 아니라 보자력, 포화자화값이 본 실험에서 얻고자하는 값에 가장 가까웠기 때문이다. 분석에 쓰인 시료는 일반적으로 시료 표면에 있는 어느 포인트든 모든 금속 이온의 함량이 크게 변하지 않았으며, 이는 시료에서의 규칙적인 표면 및 본질적인 균질성 때문이라고 사료된다.

한편, Table 4에서 나타난 바와 같이, Co-Ti 0.4로

치환한 Barium ferrite 시료 성분의 Wt. (%), Atomic (%)를 각각 확인한 결과, Wt. %는 Ba = 15.69, Fe = 57.47, Co = 1.85, Ti = 1.59, O = 23.45 였고 Atomic %는 Ba = 4.28, Fe = 38.54, Co = 1.17, Ti = 1.24, O = 54.77임을 확인하였다.

4. 결론

본 연구에서는 선행연구로부터 얻은 Sol-Gel 방법의 최적 조건(열처리 온도 및 Ba/Fe 몰 비)을 적용하여 Barium ferrite를 제조하였으며 또한 고밀도 자기기록 매체에 사용되기 위한 2.5 ~ 5.5 kOe 크기의 보자력을 가지는 Barium ferrite 미립자 제조를 위해 Fe³⁺이온 대신 보자력 제어에 뛰어난 효과를 지닌 Co, Ti Co-Ti를 첨가제로 사용하여 치환된 Barium ferrite 미립자를 제조한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

(1) XRD를 이용하여 BaFe_{12-x}Co_xO₁₉, BaFe_{12-y}Ti_yO₁₉ 및 BaFe_{12-2z}Co_zTi_zO₁₉ 상을 분석한 결과, Co 첨가량이 단일상의 Ba-ferrite를 얻을 수 있는 조건으로 X < 0.8 에서 가장 적합함을 확인하였고, Ti 첨가량인 Y < 0.8 이내에서 단일상의 Ba-ferrite를 얻을 수 있는 조건임을 확인하였다. 또한, Co-Ti를 첨가하였을 때 2Z = 1.6 에서는 hematite 상이 존재하여 단일상의 Ba-ferrite가 형성되지 못하였으나, 앞선 결과인 Co와 Ti를 단독으로 첨가한 경우보다 과량으로 첨가하였을 때 단일상의 Ba-ferrite 미립자를 얻었다. XRD 분석결과를 바탕으로 Co-Ti를 첨가한 경우 Co와 Ti를 첨가한 경우보다 과량으로 첨가하였을 때도 Ba-ferrite 단일상을 얻을 수 있는 결과를 확인하였다.

(2) VSM을 이용한 보자력 분석을 통해 BaFe_{12-x}Co_xO₁₉, BaFe_{12-y}Ti_yO₁₉ 및 BaFe_{12-2z}Co_zTi_zO₁₉의 조성에서 분석한 결과, Co를 첨가하는 경우 포화자화 값은 유지가 되었으나 보자력 값은 급격하게 감소하였으며, Ti를 첨가하는 경우 보자력 값의 급격한 변화는 없었으나 포화자화 값이 유지되지 않았다. Co-Ti 첨가량의 증가의 경우에는 포화자화 값의 큰 변화 없이 본 실험에서 얻고자 하는 보자력값을 얻었다.

(3) Co-Ti 첨가량을 0.4로 치환한 Barium ferrite 시료 성분의 화학적 조성 정량을 확인하기 위하여 EDS로 시료 성분의 Wt. (%), Atomic (%)를 각각 측정된 결과, Wt. %는 Ba = 15.69, Fe = 57.47, Co = 1.85, Ti = 1.59, O = 23.45, Atomic %는 Ba = 4.28, Fe =

38.54, Co = 1.17, Ti = 1.24, O = 54.77임을 확인하였다.

References

- [1] Sugita, N., Maekawa, M., Ohta, Y., Okinaka, K., Nagai, N., "Advances in fine magnetic particles for high density recording", *IEEE transactions on magnetics*, Vol.31, No.6, pp.2854-2858, 1995.
DOI: <https://doi.org/10.1109/20.490174>
- [2] X. Liu, J. Wang, L. M. Gan, S. C. Ng, J. Ding, "An ultrafine barium ferrite powder of high coercivity from water-in-oil microemulsion", *J. of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol.184, No.3, pp.344-354, 1998.
DOI: [https://doi.org/10.1016/S0304-8853\(97\)01141-4](https://doi.org/10.1016/S0304-8853(97)01141-4)
- [3] I. S. Baek, I. T. Nam, "Magnetic Properties and Structure of Co-precipitated Barium Ferrite (BaM) Powders", *J. of the Korean Magnetism Society*, Vol.20, No.4, pp.134-142, 2010.
DOI: <https://doi.org/10.4283/JKMS.2010.20.4.134>
- [4] S Wang, W.K Ng, J Ding, "Preparation and characterization of Al doped longitudinal barium ferrite thin film media", *Scripta Materialia*, Vol.42, No.9, pp.861-865, 2000.
DOI: [https://doi.org/10.1016/S1359-6462\(00\)00304-3](https://doi.org/10.1016/S1359-6462(00)00304-3)
- [5] H.F.Yu, "BaFe₁₂O₁₉ powder with high magnetization prepared by acetone-aided coprecipitation", *J. of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol.341, pp.79-85, 2013.
DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2013.04.030>
- [6] S. C. Nam and G. J. Kim, "Characteristics of the Barium Ferrite Producee by Hydrothermal Treatment", *J. Korean Ind. Eng. Chem.*, Vol.15, No.2, pp.183-187, 2004.
- [7] H. S. Choi, J. H. Jung, H. Y. Park, and T. O. Kim, "Magnetic Characteristics of BaFe_{12-2x}Co_xTi_xO₁₉ Particles Prepared by Sol-gel Synthesis", *J. of the Korean Ceramic Society*, Vol.40, No.1, pp.62-68, 2003.
DOI: <https://doi.org/10.4191/KCERS.2003.40.1.062>
- [8] S. Y. Yoon, H. G. Shin, H. S. Choi, T. O. Kim, "Magnetic Properties of Co-substituted Ba-ferrite Powder by Sol-gel Method", *J. of the Korean Ceramic Society*, Vol.39, No. 8, pp789-794, 2002.
DOI: <https://doi.org/10.4191/KCERS.2002.39.8.789>
- [9] G. B. The, S. Nagalingam, D. A. Jefferson, "Preparation and studies of Co(II) and Co(III)-substituted barium ferrite prepared by sol-gel method", *Materials Chemistry and Physics*, Vol.101, No.1, pp.158-162, 2007.
DOI: <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2006.03.008>
- [10] M. H. Um, J. U. Yeon, C. J. Lee, B. Y. Ha, "Change in Magnetic Properties When Manufacturing Cobalt-substituted Barium Ferrite Powder", *J. of the*

Korea Academia-Industrial cooperation Society,
Vol.21, No.10, pp.30-39, 2020.
DOI: <https://doi.org/10.5762/KAIS.2020.21.10.30>

- [11] H. S. Choi, J. H. Jung, H. Y. Park and T. O. Kim, "Magnetic Characteristics of $BaFe_{12-2x}Co_xTi_xO_{19}$ Particles Prepared by Sol-Gel Synthesis", *J. of the Korean Ceramic Society*, Vol.40, No.1, pp.62-68, 2003.
- [12] L. H. Shao, S. Y. Shen, H. Zheng, P. Zheng, Q. Wu and L. Zheng, "Effect of Powder Grain Size on Microstructure and Magnetic Properties of Hexagonal Barium Ferrite Ceramic", *J. of ELECTRONIC MATERIALS*, Vol.47, No.7, pp.4085-4089, 2018.
DOI: <https://doi.org/10.1007/s11664-018-6301-y>
- [13] Y. Liu, T. Wang, Y. Liu, X. Lid, and Y. Liu, "Mechanism for synthesizing barium hexagonal ferrite by sol-gel method", *Advanced Materials Research*, Vol.549, pp.105-108, 2012.
DOI: <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.549.105>
- [14] Y. Y. Meng, M. H. He, Q. Zeng, D. L. Jiao, S. Shukla, R. V. Ramanujan, Z. W. Liu, "Synthesis of barium ferrite ultrafine powders by a sol-gel combustion method using glycine gels" *J. of Alloys and Compounds*, Vol.583, pp.220-225, 2014.
DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2013.08.156>

엄 명 헌(Myeong-Heon Um)

[정회원]



- 1987년 2월 : 단국대학교 일반대학원 화학공학과 (공학석사)
- 1991년 8월 : 단국대학교 일반대학원 화학공학과 (공학박사)
- 2005년 3월 ~ 현재 : 국립공주대학교 화학공학부 교수

<관심분야>

무기소재, 무기공업화학

연 제 욱(Je-Uk Yeon)

[준회원]



- 2020년 2월 : 국립공주대학교 화학공학부 (학사)
- 2020년 3월 ~ 현재 : 국립공주대학교 화학공학부 조교

<관심분야>

무기공업화학, 유기공업화학, 반도체

하 범 용(Beom-Yong Ha)

[정회원]



- 2000년 2월 : 단국대학교 일반대학원 화학공학과 (공학석사)
- 2007년 2월 : 단국대학교 일반대학원 화학공학과 (공학박사)
- 2012년 8월 ~ 현재 : 영진전문대학교 신재생에너지전기계열 교수

<관심분야>

태양광, 먹는물 수질