

Sol-gel법에 의한 $\text{Ni}_{0.65}\text{Zn}_{0.35}\text{Cu}_{0.2}\text{Fe}_{1.8}\text{O}_4$ 의 결정학적 및 자기적 특성 연구

국민대학교 물리학과 김 우 철*, 안 성 용, 이 영 숙, 안 근 영, 김 철 성

Crystallographic and magnetic properties of $\text{Ni}_{0.65}\text{Zn}_{0.35}\text{Cu}_{0.2}\text{Fe}_{1.8}\text{O}_4$ by a sol-gel method

Kookmin University W. C. Kim*, S. Y. An, Y. S. Yi, G. Y. Ahn, C. S. Kim

1. 서론

NiZnCu 페라이트는 우수한 전파흡수재료로 사용이 되고 있다.[1,2] 본 연구에서는 전파흡수체 물질인 $\text{Ni}_{0.65}\text{Zn}_{0.35}\text{Cu}_{0.2}\text{Fe}_{1.8}\text{O}_4$ 를 sol-gel법을 이용하여 초미세분말을 합성하여 X선 회절기와 Mössbauer 분광기, 진동시료 자화율 측정기(VSM)로 소결온도에 따른 결정학적 및 자기적 특성을 연구하였다.

2. 실험방법

Sol-gel법을 사용하여 초미세 분말 $\text{Ni}_{0.65}\text{Zn}_{0.35}\text{Cu}_{0.2}\text{Fe}_{1.8}\text{O}_4$ 의 시료를 제조하였다. 99 % 이상 고순도의 $\text{Ni}(\text{CH}_3\text{CO}_2)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 와 $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{CO}_2)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 를 먼저 초음파 세척기에서 2-methoxyethanol(MOE)를 용매로 하여 용해한 후 용액의 안정성과 수화 반응 및 용액의 점도를 조절하기 위하여 10 cc의 증류수 및 2 cc의 diethanolamine(DEA)을 첨가한 후 다시 용액에 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 를 첨가하여 30분간 희석한 후 약 343 K 온도에서 12 시간 자석 교반기를 이용하여 용액을 반응시킨 후 희석된 용액을 373 K의 건조기에서 24시간 동안 물과 2-MOE를 제거하여 건조된 분말을 제조하였다. 건조된 분말은 유발을 이용하여 분쇄한 후 공기 중에서 여러 온도(423 K, 523 K, 623 K, 723 K, 823 K, 923 K, 1023 K, 1123 K, 1223 K)로 6시간 동안 소결하여 spinel 페라이트 분말을 얻었다. 시료의 결정구조를 확인하기 위해 $\text{CuK}\alpha$ 선을 사용하는 Philips x-선 회절기를 이용하였다. Mössbauer 스펙트럼은 전기역학적 등가속도형 Mössbauer 분광기로 취하였으며, γ 선원은 Dupont 회사제품의 Rh 금속에 들어있는 실온상태의 30 mCi의 ^{57}Co 단일선을 사용하였다. VSM은 Lake Shore 7300을 이용하여 측정하였다.

3. 실험결과 및 고찰

X-선 회절실험결과 523 K 이상에서 소결한 분말이 순수한 cubic spinel 구조를 가지고 있음을 알았다. Mössbauer 분광실험결과 523 K~723 K에서 소결한 분말은 실온에서 준강자성체와 상자성체의 성질을 동시에 가지고 있고, 823 K 이상에서 소결한

분말은 준강자성체의 단일상이 형성됨을 알 수 있었다. 823 K에서 소결한 분말의 경우 격자상수값은 $a_0 = 8.381 \text{ \AA}$ 이었고, 실온에서 A, B 자리 초미세 자기장값은 $H_H(A) = 465 \text{ kOe}$, $H_H(B_0) = 492 \text{ kOe}$, $H_H(B_1) = 477 \text{ kOe}$, $H_H(B_2) = 440 \text{ kOe}$, $H_H(B_3) = 408 \text{ kOe}$, $H_H(B_4) = 370 \text{ kOe}$, $H_H(B_{avr.}) = 439 \text{ kOe}$ 이며, 포화자화값과 보자력은 각각 $M_s = 57 \text{ emu/g}$, $H_c = 87 \text{ Oe}$ 인 값을 가졌다. 1,223 K에서 소결한 분말의 경우 Mössbauer 스펙트럼을 12 K부터 675 K 까지 취하였으며, 온도가 상승함에 따라 Mössbauer 스펙트럼의 line broadening 현상이 나타났다. 이는 철의 자리에서 여러 다른 초미세자기장의 온도의존성으로부터 기인된다고 볼 수 있고, Néel 온도와 Néel 온도이하에서의 전기사중극자 분열값의 결과로부터 초미세자기장 방향은 전기장기울기텐서의 주축에 대해 임의의 방향을 가짐을 알 수 있었다. Néel 온도 $T_N = 665 \text{ K}$ 로 결정하였으며 Debye 온도는 A 자리 $\theta_A = 284 \pm 5 \text{ K}$, B 자리 $\theta_B = 332 \pm 5 \text{ K}$ 로 결정하였다. VSM 실험결과 실온에서 포화자화값은 68 emu/g , 보자력은 22 Oe 값을 나타냈다.

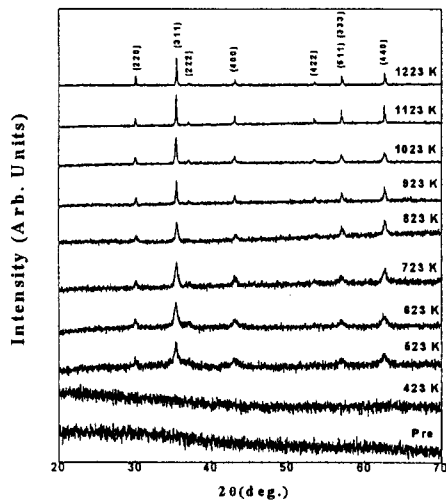


Fig. 1. Changes in the X-ray diffractions of $\text{Ni}_{0.65}\text{Zn}_{0.35}\text{Cu}_{0.2}\text{Fe}_{1.8}\text{O}_4$ powders at various annealing temperatures.

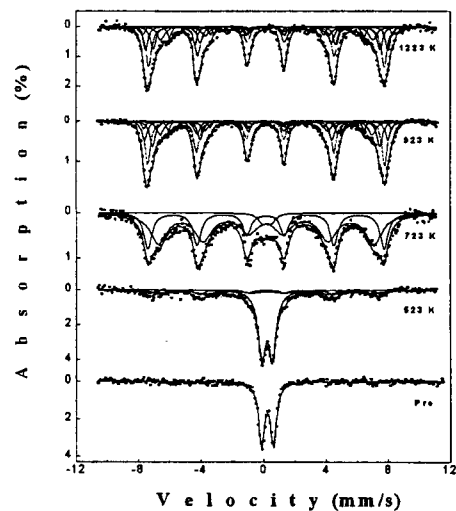


Fig. 2. Room-temperature Mössbauer spectra of $\text{Ni}_{0.65}\text{Zn}_{0.35}\text{Cu}_{0.2}\text{Fe}_{1.8}\text{O}_4$ powders at various annealing temperatures. The dashed line indicates the A site.

4. 참고문헌

- [1] T. Nakamura, J. Magn. Magn. Mater. **168**, 285 (1997).
- [2] J. Y. Hsu, W. S. Ko, H. D. Shen, and C. J. Chen, IEEE Tran. on Mag. **30**, 4875 (1994).