

Co-Bi 페라이트의 Sol-gel 합성과 자기적 성질 연구

국민대학교 물리학과 김 우 철*, 김 삼 진, 명 보 라, 윤 성 로, 김 철 성

Sol-gel synthesis and magnetic properties of Co-Bi ferrite

Kookmin University W. C. Kim*, S. J. Kim, B. R. Myung, S. R. Yun, C. S. Kim

1. 서론

최근들어서 초미세 자성 분말과 박막에 관한 연구가 국내·외적으로 활발히 진행되고 있으며 습식합성법과 저온소결을 이용하여 합성분말과 박막의 열처리온도에 따른 자기적 특성에 관한 연구가 이루어지고 있다.[1] 강자성 물질인 CoFe_2O_4 와 $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ 를 습식법과 저온소결로 초미세 입자를 합성하여 그들의 자기적 특성에 관한 연구가 보고되고 있으며[2,3] 특히 Co 페라이트의 경우 고밀도 정보저장용 테이프 및 광자기 기록매체의 이용에 필요한 모든 자기적 특성을 가지고 있어, 이에 대한 연구가 활발히 이루어지고 있다.[4] 본 연구에서는 스피넬 구조를 가지는 CoFe_2O_4 에 Bi를 첨가한 $\text{CoFe}_{1.9}\text{Bi}_{0.1}\text{O}_4$ 를 sol-gel 법으로 초미세 분말과 박막을 제조하여 열분석기(TG-DTA)와 x-선 회절기, Mössbauer 분광기, Rutherford back scattering spectroscopy (RBS), 진동시료 자화율 측정기(VSM), atomic force microscope (AFM)로 열처리 온도에 따른 결정학적 및 자기적 특성을 연구하였다.

2. 실험방법

Sol-gel 법을 사용하여 초미세 $\text{CoFe}_{1.9}\text{Bi}_{0.1}\text{O}_4$ 의 분말과 박막 시료를 제조하였다. 99% 이상 고순도의 $\text{Co}(\text{CH}_3\text{CO}_2)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 와 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 를 먼저 초음파 세척기에서 2-methoxyethanol(MOE)를 용매로 하여 용해한 후 용액의 안정성과 수화반응 및 용액의 점도를 조절하기 위하여 10 cc의 증류수를 첨가하여 약 343 K 온도에서 12 시간 자석 교반기를 이용하여 용액을 희석하였다. 용액을 분당 4,000회의 회전속도로 30 초간 spin-coating 하여 산화 열처리한 Si 박막 위에 페라이트 박막을 형성하였다. Coating 한 페라이트 박막은 3 시간 동안 공기중에서 열처리하였다. 희석된 용액을 373 K의 건조기에서 24 시간 동안 물과 2-MOE를 제거하여 건조된 분말을 제조하였다. 건조된 분말은 공기 중에서 여러 온도로 6 시간 동안 열처리하여 spinel 페라이트 분말을 얻었다. 열처리한 분말의 결정화 온도를 구하기 위해 TG-DTA를 사용하였으며, 박막시료의 조성비를 구하기 위해 RBS를 사용하였다. Cu-K α 선을 사용하는 x-선 회절기와 AFM을 사용하여 시료의 결정성과 표면거칠기를 조사하였으며, 시료의 열처리 온도에 따른 자기적 특성을 조사하기 위해 전기역학적 등가속도형 Mössbauer 분광기와 VSM을 사용하였다.

3. 실험결과 및 고찰

열분석(TG-DTA) 결과에 의하여 $\text{CoFe}_{1.9}\text{Bi}_{0.1}\text{O}_4$ 의 결정화 온도가 537 K임을 알 수 있었다. X-선 회절실험과 Mössbauer 분광실험 결과로부터 923 K 이상에서 소결한 분말이 단일한 cubic spinel 구조를 가지고 있고, 자기적으로 준강자성체를 나타냄을 알 수 있었다. Mössbauer 분광실험결과 523 ~ 823 K에서 열처리한 분말은 실온에서 준강자성체와 상자성체의 성질을 동시에 가지고 있음을 알았다. 923 K에서 소결한 분말의 경우 격자상수값은 $a_0 = 8.398 \pm 0.005$ Å이었고, Néel 온도는 875 ± 2 K로 결정하였으며, A, B 자리의 Debye 온도는 $\Theta_A = 282 \pm 5$ K와 $\Theta_B = 175 \pm 5$ K인 값을 가짐을 알 수 있었다. 이성질체 이동값의 결과 A, B 자리 모두 Fe^{3+} 를 나타냈다. VSM 실험결과 823 K 이상에서 열처리한 분말시료가 보자력이 감소

하고 포화자화값이 증가하였으며, 최대보자력과 포화자화값은 $H_c = 1368$ Oe 와 $M_s = 76$ emu/g 인 값을 나타냈다. RBS를 사용하여 박막시료의 조성비가 $\text{CoFe}_{1.9}\text{Bi}_{0.1}\text{O}_4$ 임을 알았다. 923 ~ 1123 K에서 열처리한 박막시료의 경우 분말 시료와 같은 cubic spinel 구조이었으며 1023 K에서 열처리한 박막시료의 경우 평균입자 크기는 80.0 nm이었으며 표면 거칠기는 4 nm를 가짐을 알 수 있었다. 박막시료의 vsm 실험결과 수평방향에서보다 수직방향에서 약 500 Oe 만큼 더 큰보자력값을 나타냈다. 이로부터 Bi 이온의 첨가는 수직이방성의 형성에 기여함을 알 수 있었다. 실험을 통하여 얻은 최대보자력값은 1123 K에서 열처리한 자성박막이 약 3787 Oe를 가짐을 알 수 있었다.

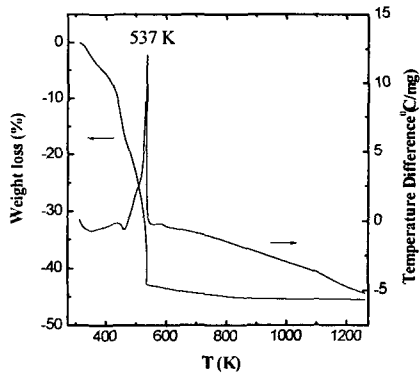


Fig. 1. TG-DTA curves of the $\text{CoFe}_{1.9}\text{Bi}_{0.1}\text{O}_4$ powder.

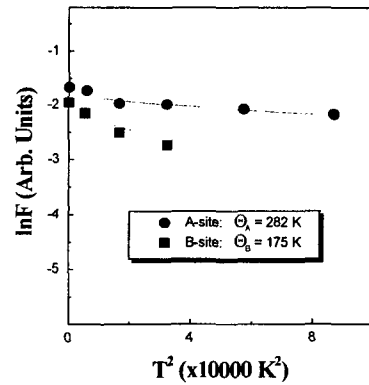


Fig. 2. Natural logarithm of the absorption area, F , vs. T for the A and B subspectra of $\text{CoFe}_{1.9}\text{Bi}_{0.1}\text{O}_4$ annealed a 923 K.

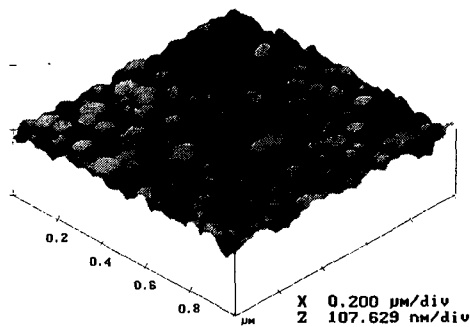


Fig. 3. AFM image of the thin film surface annealed a 1023 K.

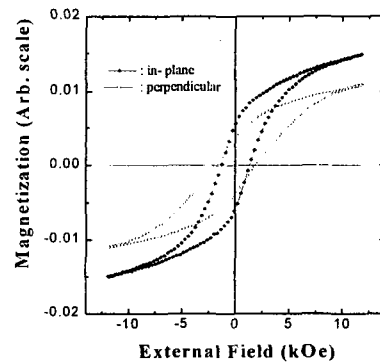


Fig. 4. In-plane and perpendicular hysteresis loops of the thin film fired at 923 K.

4. 참고문헌

- [1] C. S. Kim, Y. S. Yi, K. T. Park, H. Namgung, and J. G. Lee, *J. Appl. Phys.* **85**, 5223 (1999).
- [2] J. G. Lee, H. M. Min, C. S. Kim, and Y. J. Oh, *J. Magn. Magn. Mater.* **177-181**, 900 (1994).
- [3] V. K. Sankaranarayana, Q. A. Pankhurst, D. P. E. Dicson, and C. E. Jonson, *J. Magn. Magn. Mater.* **125**, 199 (1993).
- [4] T. Kodama, Y. Kitayama, M. Tsuji, and Y. Tamaura, *J. Magn. Soc. Jpn.* **20**, 305 (1996).