

## 금속염을 이용한 $\gamma$ -Ni-Fe 나노합금분말의 합성 및 보자력 특성 (Synthesis and Coercivity Property of $\gamma$ -Ni-Fe Nanoalloy Powder Produced by Metal nitrates)

한양대학교 권상균\*, 정승혁, 오승탁, 이재성

### 1. 서론

$\gamma$ -Ni-Fe 합금은 높은 투자율과 낮은 보자력을 갖는 자기적 특성으로 인해 recording head나 자기 차폐재 등으로 널리 이용되는 대표적인 연자성 재료로서 결정립 크기가 수십 nm 이하로 작아지게 되면 자기적 특성이 초상자성으로 바뀌게 된다. 그러나, 고에너지 불빛을 이용한 기존의 나노합금분말 합성으로는 불순물로 인하여 초상자성의 구현에 어려움이 많다. 따라서, 본 연구에서는 불순물 혼입을 배제하기 위해 금속염을 이용하여 Ni-Fe 혼합산화물을 제조한 후 수소환원을 통하여  $\gamma$ -Ni-Fe 나노합금분말의 합성을 시도하였다. 또한 연자성 재료에서 중요한 의미를 갖는 보자력 특성을 조사하였다.

### 2. 실험방법

최종조성이 Ni-20 wt% Fe이 되도록 금속염  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 와  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 을 증류수에 용해시켰다. 증류기를 이용하여 45°C, 대기압보다 낮은 압력에서 증류수를 증발시킨 후 400°C에서 2 h 동안 air 분위기에서 하소하였다. 하소한 분말의 응집체 분쇄와 잔류염 제거를 위해 turbula mixer를 이용하여 습식 불밀을 하였다. 불밀한 분말은 dry oven을 이용하여 60°C에서 24 h 동안 건조하였다. 산화물 분말의 환원 거동은 thermogravimetry 및 hygrometry를 이용하여 수소 분위기에서 분당 10°C의 속도로 600°C까지 승온하여 조사하였다. 분말의 상분석과 결정립 크기는 XRD를 이용하여 분석하였다. 분말의 입자크기 및 미세구조는 BET와 SEM (Scanning Electron Microscope), TEM (Transmission Electron Microscope)으로 조사하였다. 보자력과 같은 분말의 자기적 특성은 VSM (Vibrating-Sample Magnetometer)을 이용하여 측정하였다.

### 3. 결과 및 고찰

하소한 분말은 Fe 및 Ni 산화물로 이루어져 있음을 XRD 분석결과로 확인하였고 TEM으로 관찰한 결과 이러한 산화물들은 평균 10 nm 크기의 입자로 이루어져 있었다. 산화물의 환원거동을 분석한 결과 Fe-Ni 혼합 산화물은 300~400°C의 상대적으로 작은 온도구간에서 급격하게 동시에 환원되었다. 이는 동시합금화 현상이 일어날 수 있다는 것을 암시하는 결과이다. 이 결과를 토대로 각각 300°C에서 40분, 400°C에서 30분 환원을 하여 제조한 분말은 XRD 상분석 결과 모두  $\gamma$ -Ni-Fe 나노합금상을 형성하고 있었다. SEM 관찰 결과 환원분말들은 미세한 입자로 이루어진 응집체를 형성하고 있었다. XRD로 조사한 평균 결정립 크기와 BET로 조사한 평균 응집체 크기는 300°C에서 환원한 경우 각각 8 nm, 60 nm 였으며, 400°C에서 환원한 경우 각각 14 nm, 115 nm 였다. 이러한 분말들의 보자력을 측정된 결과 300°C에서 환원한 경우 121 Oe, 400°C에서 환원한 경우는 120 Oe로 서로 유사한 값을 나타내었다. Herzer의 연구결과에 따르면 결정립 크기가 ferromagnetic exchange length ( $L_{ex, \gamma-Ni-Fe}=102\text{nm}^{11}$ ) 부근에서는 최대의 보자력 값을 나타내지만  $L_{ex}$ 값보다 현저히 작아지게 되면 보자력은 급격히 작아진다.<sup>12</sup> 상기 두 분말은 결정립크기 보다는 응집체 크기에 따른 보자력 값이 Herzer 결과에 따르는 경향을 나타냈다. 따라서, 다결정나노분말의 경우 결정립보다는 응집체 크기가 보자력에 영향을 주는 것으로 생각된다.

### 4. 참고문헌

- 1) X.Y. Qin, J.S. Lee and J.G. Kim: J.Appl. Phys., 86(4) (1999), 2146
- 2) Giselher Herzer: Materials Science and Engineering, A133 (1991), 1-5