

Sol-gel법으로 합성한 NiZn 스피넬 페라이트 분말의 미세구조 및 자기 특성  
 Microstructure and Magnetic Property of Spinel NiZn Ferrites Powder  
 Prepared by Sol-Gel Process

남중희, 민병기, 김민상, 정상진  
 요업기술원

### 1. 서론

일반적인 세라믹스 분말 합성방법으로서 고상법과 침전법 등은 성분 원소들간의 균일한 혼합이 어렵고, 대부분 최종 생성물의 합성 온도가 높아서 단일상이고 미세한 분말을 얻기가 힘들다. 그러나, 최근 들어 이러한 단점을 보완하기 위한 방법으로서 비정질 citrate법, 무기 금속염을 이용한 sol-gel법 등과 같이 비교적 공정이 단순하며, 입도 분포가 좁고 재현성이 우수한 구형의 초미립 또는 나노 분말의 제조에 적합한 방법들이 많이 연구되고 있다.

이 연구에서는 alkoxide계 원료가 아닌 nitrate salt를 출발물질로 사용하여 나노 크기의 페라이트 입자를 얻기 위한 방안으로써, sol-gel 반응을 유도하여 저온에서 NiZn계 스피넬 페라이트 분말을 제조하였으며 그 특성을 연구하였다.

### 2. 실험방법

$Ni_{1-x}Zn_xFe_2O_4$ ( $x=0.0\sim 1.0$ )의 조성에 대해 sol-gel법을 이용하여 나노 분말을 합성하기 위하여 stock solution의 농도는 0.1M로 하고, 출발 원료인 각 성분의 metal nitrates와 ethylene glycol을 일정 비율로 칭량하여 충분히 혼합한 후 각각의 solution을 합하여 1ℓ의 반응 용기 내에서 교반시켰다. 그리고,  $H_2O$ 를 첨가하여 상온에서 2시간 동안 반응시킨 후, 80 °C로 승온하여 3시간 반응시켰다. 제조된 gel 상태의 반응물은 300°C 에서 12시간 동안 열처리한 후 페라이트 분말을 얻었다. 제조한 분말에 대하여 XRD, FE-SEM, VSM, TEM 등의 분석을 통하여 특성을 평가하였다.

### 3. 실험결과

이 연구에서는  $Ni_{1-x}Zn_xFe_2O_4$ ( $x=0\sim 1.0$ )의 조성과 반응 조건의 변화를 통하여 나노 크기의 페라이트 분말을 제조함에 있어서 입자 미세구조 및 자기 특성을 제어하고자 하였다. XRD 분석 결과,  $x=1.0$ 인 Zn 페라이트를 제외하곤 모두 스피넬 단일상을 알 수 있었으며, Zn의 치환량( $x$ )이 증가할 수록 격자상수가 증가하는 경향을 보임으로써 Vegard 법칙을 잘 만족하는 결과를 알 수 있었다. 또한, Scherrer equation을 이용하여 분말의 입자 크기를 구한 결과, 1차 입자의 크기는 10~20 nm의 크기임을 알 수 있었으나, 대체로 100 nm 미만임을 확인하였다. 전자현미경에 의한 관찰 결과, 합성된 나노 자성 입자들끼리의 결합 현상에 의한 응집된 형태를 이루고 있음을 알 수 있었다. 자기 특성 측정 결과, Zn 치환량에 따른 포화자화값의 변화가 일반적인 스피넬 페라이트의 ferrimagnetism을 나타내는 경향[1-2]과 일치하였으며, 이 결과로부터 300°C 이하의 저온 합성에 의해서도 결정성이 우수한 NiZn 스피넬 페라이트 분말의 합성이 가능함을 확인하였다.

### 4. 참고문헌

- [1] J. Smit, H. P. J. Wijn, FERRITES, Philips' Technical Lib. (International Ed., 1965).
- [2] E. E. Sileo, R. Rotelo, S. E. Jacobo, *Phyica B* (to be published).