

저온 합성 NiZn계 페라이트 나노 분말의 미세구조 및 자기 특성

요업기술원 남중희*, 박상진, 정상진

MICROSTRUCTURE AND MAGNETIC PROPERTY OF NiZn-FERRITES NANO-POWDER SYNTHESIZED AT A LOW TEMPERATURE

KICET Joong-Hee NAM*, Sang Jin PARK, Sang Jin JUNG

1. 서론

일반적인 세라믹스 분말 합성방법으로서 고상법과 침전법 등은 성분 원소들간의 균일한 혼합이 어렵고, 대부분 최종 생성물의 합성 온도가 높아서 다성분계에 대하여 단일 상을 유지하면서 미세한 분말을 얻기가 힘들다. 그러나, 최근 들어 이러한 단점을 보완하기 위한 방법으로서 비정질 citrate법, 무기 금속염을 이용한 sol-gel법 등과 같이 비교적 공정이 단순하면서 입도 분포가 좁고 재현성이 우수한 구형의 초미립 또는 나노 분말의 제조에 적합한 방법들이 많이 연구되고 있다[1].

이 연구에서는 metal nitrates를 출발물질로 사용하여 나노 크기의 페라이트 입자를 얻기 위한 방안으로써, sol-gel 반응을 유도하여 저온에서 NiZn계 스피넬 페라이트 분말을 제조하였으며 그 특성 변화를 검토하였다.

2. 실험방법

$Ni_{1-x}Zn_xFe_2O_4$ ($x=0.0\sim 1.0$) 및 $Ni_{0.2}Zn_{0.8-y}Cu_yFe_2O_4$ ($y=0.2\sim 0.6$)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, H₂O를 첨가하여 상온에서 2시간 동안 반응시킨 후, 80 °C로 승온하여 3시간 반응시켰다. 제조된 gel 상태의 반응물은 250°C 에서 12시간 동안 열처리한 후 페라이트 분말을 얻었다. 제조한 분말에 대하여 XRD, FE-SEM, VSM, TEM 등의 분석을 통하여 특성 평가하였다.

3. 실험결과

이 연구에서는 NiZn계 페라이트의 조성과 반응 조건의 변화를 통하여 나노 크기의 분말을 제조함에 있어서 입자 미세구조 및 자기 특성 변화를 검토하고자 하였다. 특히, 용액화학적 반응 후 건조시킴으로써 별도의 annealing 처리 없이 직접 단일상의 스피넬 구조를 갖는 NiZn계 페라이트 분말을 얻을 수 있었다. 즉, XRD 분석 결과, $Ni_{1-x}Zn_xFe_2O_4$ ($x=0.0\sim 1.0$)의 경우, $x=1.0$ 인 Zn 페라이트를 제외하곤 모두 스피넬 단일상임을 알 수 있었으며, Zn의 치환량(x)이 증가할 수록 격자상수가 증가하는 경향을 보임으로써 Vegard 법칙을 잘 만족하는 결과임을 알 수 있었다. 또한, FE-SEM으로 관찰하면 결과 1차 입자의 크기는 10~20 nm의 크기임을 알 수 있었으나, Scherrer equation을 이용하여 분말의 입자 크기를 계산한 결과 100 nm 이하임을 확인하였다. VSM을 이용한 자기 특성 측정 결과, Zn 치환량(x)에 따른 포화자화값의 변화가 일반적인 스피넬 페라이트의 ferrimagnetism을

나타내는 경향[2]과 일치하였으며, 이 결과로부터 300°C 이하의 저온 합성에 의해서도 결정성이 우수한 NiZn 스피넬 페라이트 분말의 합성이 가능함을 확인하였다.

조성 변화에 따른 결과를 검토하기 위하여 Cu를 첨가하여 $Ni_{0.2}Zn_{0.8-y}Cu_yFe_2O_4$ ($y=0.2 \sim 0.6$)의 조성을 합성하였으며, NiZn 페라이트와 마찬가지로 단일상의 분말을 annealing 처리없이 얻을 수 있었다. Fig. 1에 나타난 바와 같이, Cu가 치환된 경우($y=0.2$), 비교적 균일한 나노 입자가 형성됨을 알 수 있었다. 또한, 상온과 저온(at 77 K)에서의 자기 특성을 측정한 결과, 77 K에서의 M_s 및 H_c 값이 상온의 경우보다 현저하게 큼을 확인할 수 있었으며(Fig. 2), 이는 이 연구에서 합성한 NiZnCu 페라이트 나노 분말이 superparamagnetic 구조를 가짐으로 온도 변화에 따른 열적 교란에 의한 현상을 나타내는 것[3]이라고 판단된다.

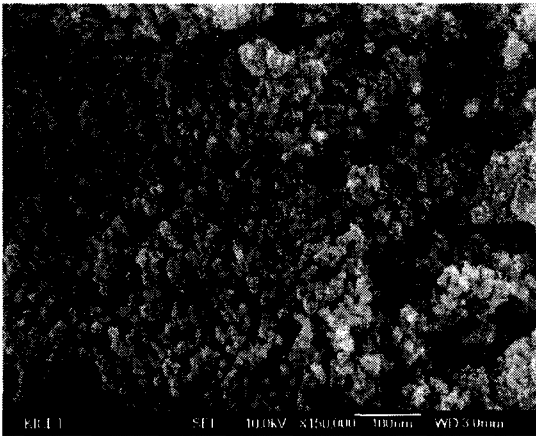


Fig. 1. FE-SEM image of $Ni_{0.2}Zn_{0.8-y}Cu_yFe_2O_4$ ($y=0.2$) powder prepared by sol-gel process.

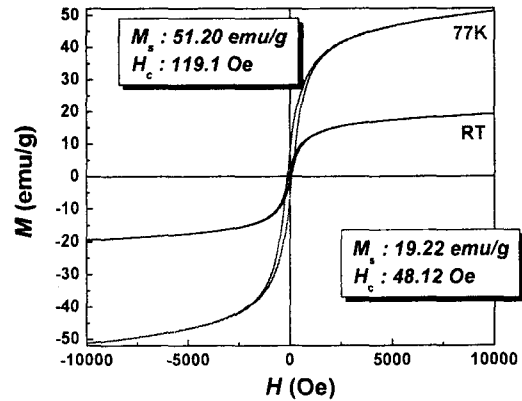


Fig. 2. VSM results of $Ni_{0.2}Zn_{0.8-y}Cu_yFe_2O_4$ ($y=0.2$) powder measured at room temperature and 77 K.

4. 참고문헌

- [1] M. A. G. C. Van de Graaf and J. H. H. Termaat, *J. Mater. Sci.*, 20, 1407(1985).
- [2] J. Smit, H. P. J. Wijn, *FERRITES*, Philips' Technical Lib. (International Ed., 1965).
- [3] S. Chikazumi, *Physics of Magnetism*, John Wiley & Sons, Inc. (1964).