

Ball mill을 이용한 CoFe_2O_4 분말의 의 제조와 자기적 특성에 관한 연구 Growth of CoFe_2O_4 powders using a ball mill and their magnetic properties

Konkuk University J.-G. Lee, JH. Kim, C.K. Chae
Donghae University, Y.B. Lee

1. 서론

Co 페라이트의 특이한 자기적 특성에 의하여 다양한 방법을 이용하여 초미세 분말 및 박막에 관한 다양한 연구가 진행되어 왔다. 습식 혹은 산화물을 이용한 페라이트 분말의 제조는 열처리 과정이 요구된다. Ball mill을 이용한 페라이트 분말 합성은 spinel 격자구조를 가지는 MnZn 페라이트에 관하여 실시한 적이 있다. Ball mill 안의 steel ball을 빠른 속도로 움직이므로 ball과 vial의 벽면과 충돌 시 발생하는 열을 이용하여 페라이트를 제조한다. 그러나, hexa 구조 혹은 garnet 구조를 가지는 페라이트의 경우 성장온도가 너무 높아 합성 후, 열처리를 필요하다. Ball mill을 이용한 Co 페라이트 합성은 Co_2O_3 와 Fe_2O_3 를 이용하여 시도하였으나, Co 페라이트 단일상의 합성을 위하여 ball mill과 800°C의 열처리로 합성한 성공하였다. 본 연구를 통하여 ball mill 만을 이용한 초미세 Co 페라이트 분말의 합성을 하려 한다.

2. 실험

Ball mill 합성을 위하여 Spex 사의 8000D 모델을 사용하였으며, 2개의 1/2 in. steel ball과 2개의 1/4 in. ball을 사용하였다. 합성을 위하여 사용한 시료는 CoO와 Fe_2O_3 를 5g의 정량비로 사용하였다. 한편으로는 CoO 대신하여 Co 분말을 사용하였다. 시료는 1 시간의 기계를 작동하고, 30분간의 정지를 반복하며, 총 70 시간을 합성하였다. Co 분말을 이용한 합성의 경우에는 산소공급을 위하여 30 시간 후, 50시간의 합성 후 vial을 열어 분말의 상태를 확인하였다. 합성한 분말은 XRD를 이용하여 분말의 결정상태를 확인하였으며, Mossbauer spectroscopy를 이용하여 합성분말의 자기적 상태를 확인할 수 있었다. VSM을 이용하여 합성분말의 거시적 자기상태에 관하여 연구할 수 있었다. 또한 합성분말의 입자크기 변화에 따른 자기적 특성변화를 알고자 다양한 온도에서의 열처리를 시도하였으며, 이들의 자기적 특성을 측정하였다.

3. 결과

그림 1은 CoO를 이용한 Co 페라이트 분말의 XRD 결과이다. 그림 1a)는 70 시간 ball mill한 분말의 XRD 결과로 Co 페라이트에 의한 XRD peak으로만 구성되어 있음을 알 수 있다. Ball mill하는 시간이 길어짐에 따라 Fe_2O_3 로부터 발생하는 peak이 줄어들고 동시에 Co 페라이트 분말에 의한 peak의 세기가 증가한다. Co 분말의 사용한 경우에서도 70-90 시간 사이에 Co 페라이트가 합성됨을 알 수 있었다. Ball mill한 분말의 XRD peak이 넓은 폭은 합성한 분말크기가 매우 작음을 알 수 있었다. 이러한 결과는 Mossbauer 분광기를 이용하여 확인 할 수 있었다. 열처리를 하므로 입자의 크기가

커짐으로 페라이트의 주 peak의 폭이 감소함을 나타내고 있다. Co 분말의 이용하여 합성한 페라이트의 경우에도 비슷한 합성결과를 보이고 있다. Ball milling 시간이 증가함에 따라 Co 금속의 peak과 Fe₂O₃에 의한 peak의 세기가 줄어들고 동시에 Co 페라이트 peak에 의한 세기가 증가하는 경향을 보이고 있다.

그림 2는 CoO와 Fe₂O₃를 이용하여 합성한 Co 페라이트 분말의 열처리 온도에 따른 Mossbauer 분광실험의 결과이다. 그림 2a)는 ball mill한 분말의 흡수 spectrum으로 Fe₂O₃에 의한 흡수 spectrum을 관측할 수 없었다. 이것은 ball mill 만을 이용하여 합성한 분말이 XRD 결과와 같이 페라이트 단일상을 이루고 있음을 나타내고 있다. 열처리 온도가 높아짐에 따라 흡수 spectrum peak의 폭이 축소되고 동시에 peak의 위치가 미세하지만 높은 속도로 이동함을 보이고 있다. 이것은 hyper-fine field의 증가로 500°C의 값이 bulk 분말의 자기적 특성과 유사한 값을 가짐을 알 수 있었다. Co 분말을 이용하여 제작한 Co 페라이트의 경우에도 유사한 흡수 spectrum의 특성을 보임을 알 수 있었다. 이것은 Co 분말 혹은 CoO를 사용하여 Co 페라이트 미세 분말제조가 가능함을 보이고 있다. 또한 제조한 분말의 입자 크기가 superparamagnetic 특성을 지니는 입자와 유사한 크기를 가짐을 알 수 있었다.

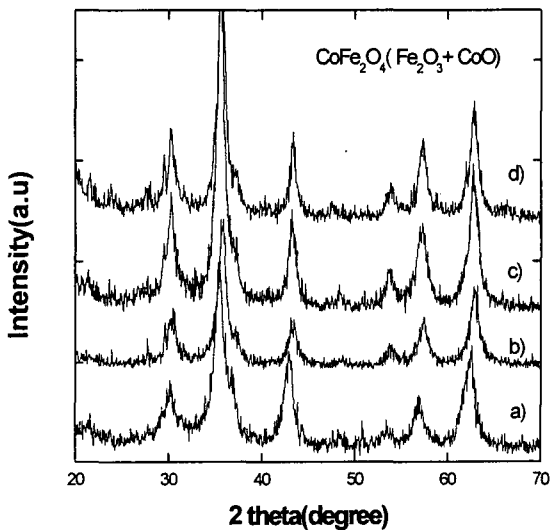


그림 1 열처리 온도에 따른 Co 페라이트 분말의 XRD a) as milled, b) 200°C, c) 300°C 와 d) 400°C

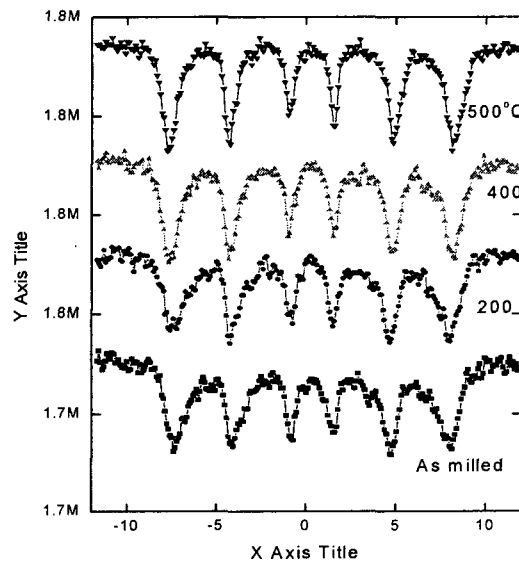


그림 2 Ball mill을 이용하여 제작한 Co 페라이트 분말의 열처리 온도에 따른 흡수 Mossbauer spectrum

4. 결론

Co 금속 혹은 CoO과 Fe₂O₃를 시료로 사용하여 70-90시간 ball mill을 하므로 열처리 없이 spinel 페라이트의 한 종류인 Co 페라이트 미세 분말을 제조할 수 있었다. 합성한 분말의 자기적 특성에 관하여 연구와 열처리 온도의 변화에 따른 입자의 크기변화 및 자기적 특성 변화에 관하여 연구할 수 있었다. 실험을 통하여 steel ball과 vial의 벽면과의 충돌로 발생하는 에너지를 이용하여 Co 페라이트의 합성에 필요한 충분한 에너지를 얻을 수 있음을 알 수 있었다.