

졸겔법에 의한 orthoferrite TbFeO<sub>3</sub>의 제조와 자기적 특성 연구

국민대학교 물리학과      금복연, 김삼진, 심인보, 김철성

Magnetic properties of TbFeO<sub>3</sub> orthoferrite by sol-gel method

Kookmin Univ.      Bok Yeon Kum, Sam Jin Kim, In-Bo Shim and Chul Sung Kim

## 1. 서      론

Orthoferrite RFeO<sub>3</sub> (R=Y, Bi or rare earth)는 찌그러진 페롭스카이트 구조를 가지며 R은 A-자리, 전이금속 Fe는 B-자리를 차지하고 있으며 단위포내에 4개의 RFeO<sub>3</sub>가 존재한다. 모든 Fe 이온들은 6개의 산소들로 둘러 쌓여 있으며 이들 대부분의 orthoferrite는 반강자성 결합에 의한 Fe<sup>3+</sup>-O-Fe<sup>3+</sup> interaction으로 정렬로 두 하부 격자들로 발생하는 기울어진 스핀 때문에 약한 강자성을 나타내게 된다. 최근, 촉매, 가스 분리기, 고체산화연료전지의 전극재료, 센서 재료, 광자기 및 스핀밸브로의 응용성 때문에 많은 연구가 이루어 지고 있다.[1-4]

전통적인 제조방법으로 R<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (R=rare earth)와 Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>를 이용하여 적접합성법으로 제조하나 높은 열처리 온도와 열적 불안정성으로 인하여 가넷구조인 R<sub>3</sub>Fe<sub>5</sub>O<sub>12</sub>와 스피넬구조인 Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>가 생성되어 단일상의 RFeO<sub>3</sub> 제조가 어렵다고 보고 되고 있다.[2-3]본 연구에서는 저온합성과 단일상의 orthoferrite TbFeO<sub>3</sub>를 제조하기 위하여 졸겔법을 이용하였으며 결정학적 및 자기적 성질을 x-선 회절기(XRD), Mössbauer 분광기, 열분석기(TG/DTA), 진동자화율측정기(VSM)로 연구 하였다.

## 2. 실험방법

Orthorhombic 구조의 TbFeO<sub>3</sub> orthoferrite 분말을 sol-gel 법으로 제조하였다. 출발 원료로서는 순도 99.99 %의 iron(III) nitrate nonahydrate (Fe(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> · 9H<sub>2</sub>O)와 순도 99.9 %의 terbium nitrate (Tb(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> · 6H<sub>2</sub>O)를 사용하였으며, 용매로는 acetic acid, ethanol 및 distilled water를 사용하였다. 이때 stock solution의 몰 농도는 0.2 몰로 선택하였다. 혼합 용액을 60 °C에서 12시간 반응을 시켜서 완전히 용해 시켰으며, 이 용액을 상온까지 냉각한 후 다시 12시간 반응을 시켰다. 분말시료를 얻기 위하여 진공 오븐에서 120 °C에서 일주일간 건조하여 건조 gel 분말을 얻었다. 건조된 gel 분말을 공기중에서 650-1000 °C에서 3시간 열처리 하여 단일상의 TbFeO<sub>3</sub> orthoferrite를 합성 하였다.

### 3. 실험결과 및 고찰

건조된 gel 분말에 대한 유기물의 분해 및 결정상의 상들을 확인하고 열처리 조건을 알아보기 위하여 TG/DTA 열분석을 행하여 600–1000 °C에서 열처리 온도를 결정하였다. Sol-gel법에 의해 제조된 TbFeO<sub>3</sub> orthoferrite의 결정성을 확인하기 위하여 x-선 회절도를 취하였다. 700 °C에 이상의 온도에서 단일상이 제조됨을 알 수 있었으며 결정구조는 orthorhombic구조로 800 °C에서 열처리한 시료의 경우, 격자상수는  $a=5.333 \text{ \AA}$ ,  $b=5.594 \text{ \AA}$ , 및  $c=7.641 \text{ \AA}$ 으로 분석되었다. 700 °C에서 TbFeO<sub>3</sub> 단일상이 합성되었는데 이는 기존의 연구자들의 1200 °C보다 [3] 열처리 온도를 500 °C 낮춘 것으로 졸겔법의 장점인 저온합성을 보여주는 결과라 생각된다.

피스바우어 분석결과 700 °C 이상의 온도에서 열처리한 분말의 경우 6 line의 공명흡수선이 관측되었으며 650 °C에서 열처리한 분말의 경우 2 line의 사중극자분열값만을 가졌는데 이는 x-선 결과와 일치하는 것으로 TbFeO<sub>3</sub> 결정상이 생성되지 않았음을 보여주는 것이다. 800 °C 분말의 경우 초미세자기장 값은  $H_{hf}=500 \text{ kOe}$ , 사중극자분열값  $E_Q=0.0 \text{ mm/s}$ 의 값을 가졌고 이성질체이동값  $\delta=0.24 \text{ mm/s}$ 로 TbFeO<sub>3</sub>의 Fe 이온상태는 +3가임을 알 수 있었다. 열처리 온도가 높아질수록 초미세자기장값이 약간 증가하나 큰 변화는 없었다.

VSM 측정결과 Neel 온도는 약  $649 \pm 3 \text{ K}$ 로 결정하였으며 상온에서 ferri 자성을 띠음을 알 수 있었다.

#### 참고문헌

- [1] M. Rajendran and A. K. Bhattacharya, J. Eur. Cer. Soc., 24, 111 (2004)
- [2] M. Sivakumar, A. Gedanken, D. Bhattacharya, I. Brukental, Y. Yeshurun, W. Zhong, Y. W. Du I. Felner, and I. Nowik, Chem. Mater., 16, 3623 (2004)
- [3] S. Mathur, H. Shen, N. Lecerf, A. Kjekshus, h. Fjellvag, and G. F. Goya, Adv. Mater., 14, 1405 (2002)
- [4] D. S. Schmool, N. Keller, M. Guyot, R. Krishnan, M. Tessier, J. Magn. Mater., 195, 291 (1999)

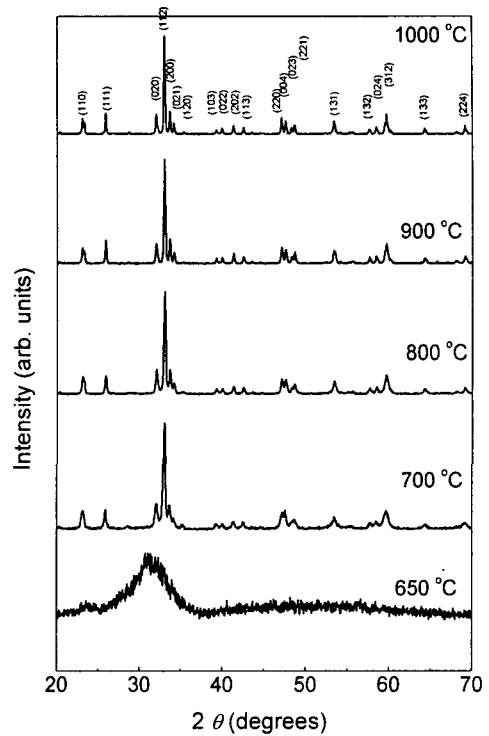


Fig. 1. x-ray diffraction of TbFeO<sub>3</sub> orthoferrite powders annealed at various temperature for 3h in air.