

HTTD법에 의한 $\text{Li}_{0.5}\text{Fe}_{2.5}\text{O}_4$ 나노 분말의 입자 크기에 따른 자기적 특성에 관한 연구

현성욱*, 강건욱, 김철성

국민대학교 물리학과

Magnetic properties of ultrafine $\text{Li}_{0.5}\text{Fe}_{2.5}\text{O}_4$ nanoparticles with HTTD method

Sung Wook Hyun*, Kun Uk Kang, and Chul Sung Kim

Dept. of Physics, Kookmin Univ.

1. 서 론

$\text{Li}_{0.5}\text{Fe}_{2.5}\text{O}_4$ 에 관한 연구는 리튬이온전지의 cathode물질로의 응용과 기존의 YIG-garnet보다 저렴한 microwave 소자로의 응용측면으로 인하여 많은 연구가 이루어지고 있다. 또한, 나노크기를 가지는 입자의 경우 바이오 응용분야(온열치료, 약물전달체계), 고밀도 자기기록매체로의 응용 가능성으로 인해 현재 많은 연구가 이루어지고 있는 실정이다. 이들 Li-Fe-O계 물질의 전기적 특성은 많은 연구가 이루어지고 있으나 자기적 성질에 관한 연구는 많이 부족한 실정이다.

본 연구에서는 고온 열분해법(High Temperature Thermal Decomposition method ; HTTD)을 이용하여 10 nm ~ 20 nm 크기의 $\text{Li}_{0.5}\text{Fe}_{2.5}\text{O}_4$ 나노입자 합성을 시도하였고, 결정 구조와 자기적 특성에 대하여 연구하였다.[1]

2. 실험방법

$\text{Li}_{0.5}\text{Fe}_{2.5}\text{O}_4$ 나노 시료의 제조는 고온 열분해법을 사용하였고, 출발원료로서 순도 99.9 %의 Iron(III) acetylacetonate, 99.999 %의 Lithium acetate dihydrate를 사용하였으며, 용매는 Benzyl ether를 사용하였다[1]. Benzyl ether의 끓는점(571 K)에서 2시간 동안 합성반응을 유지하여 검붉은색의 $\text{Li}_{0.5}\text{Fe}_{2.5}\text{O}_4$ 나노입자를 얻을 수 있었다. 또한 제조된 시료의 크기 조절을 위하여 seed mediated growth로부터 10 nm, 14 nm, 20 nm의 $\text{Li}_{0.5}\text{Fe}_{2.5}\text{O}_4$ 나노 분말을 얻을 수 있었다.

제조된 $\text{Li}_{0.5}\text{Fe}_{2.5}\text{O}_4$ 나노입자의 결정구조를 확인하기 위하여 x-선 회절기(XRD)를 이용하였고, 거시적 자성을 조사하기 위하여 진동시료 자화율 측정 장치(VSM)를 이용하였다. 또한, 피스바우어 분광기를 이용하여 4.2 K와 상온(295 K)에서의 미시적인 자성을 조사하였다.

3. 실험결과 및 고찰

Sol-gel method를 사용하여 제조한 $\text{Li}_{0.5}\text{Fe}_{2.5}\text{O}_4$ 분말의 경우 37 nm ~ 87 nm의 입자 크기를 가

지며 열처리 온도가 높아짐에 따라 ordered phase의 구조가 나타남을 확인할 수 있었다[2]. 본 연구에서는 Sol-gel법으로 제조된 시료의 입자 크기가 커짐에 따라 ordered phase가 두드러지는 경향성을 보임에 착안하여 고온 열분해법으로 제조된 수 나노 $\text{Li}_{0.5}\text{Fe}_{2.5}\text{O}_4$ 시료의 입자 크기를 조절함으로써 ordered phase를 가지는 $\text{Li}_{0.5}\text{Fe}_{2.5}\text{O}_4$ 를 합성하고자 하였다. 이들을 이용하여 제조된 $\text{Li}_{0.5}\text{Fe}_{2.5}\text{O}_4$ 나노입자의 결정학적 특성을 알아보기 위하여 XRD측정을 수행하였고, 그 결과를 Fig.1에 나타내었다. 측정된 결과로부터 Scherrer equation을 이용하여 계산된 입자의 크기는 10.4 nm ~ 19.9 nm 이었다[3]. VSM 측정을 통하여 입자의 크기에 따른 포화 자화 값을 측정한 결과, 10.4 nm의 경우 67.10 emu/g, 13.9 nm는 78.66 emu/g, 19.9 nm가 73.64 emu/g을 가짐을 알 수 있었다. 이는 Sol-gel법으로 제조되어 700 °C에서 열처리된 시료의 포화 자화값 59.72 emu/g 보다 높은 값을 가짐을 알 수 있었다.

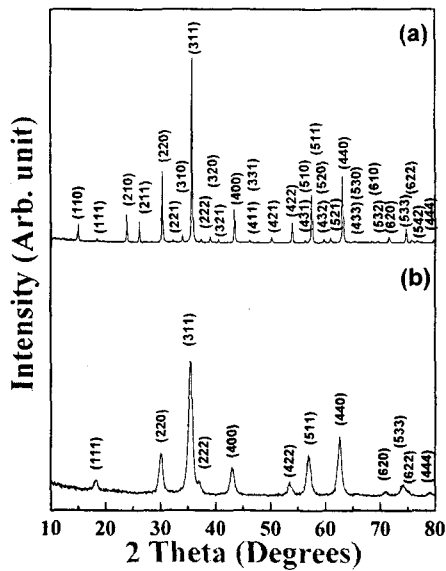


Fig. 1. $\text{Li}_{0.5}\text{Fe}_{2.5}\text{O}_4$ 나노입자의 (a) 700 °C Sintering by Sol-gel (b) HTTD에 의한 X-선 회절도

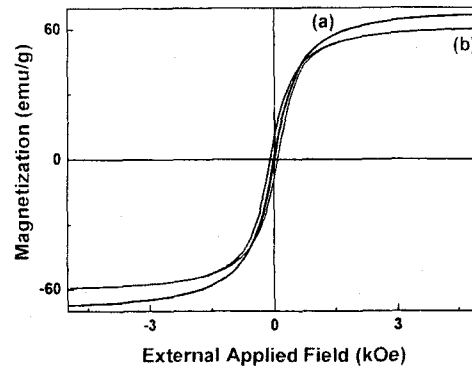


Fig. 2. $\text{Li}_{0.5}\text{Fe}_{2.5}\text{O}_4$ 나노입자의 (a) 700 °C Sintering by Sol-gel (b) HTTD에 의한 자기이력곡선

참고논문

- [1] Shouheng Sun and Hao Zeng, J. AM. Chem. Soc. 124, 2002 8204–8205.
- [2] K. U. Kang, S. W. Hyun, and C. S. Kim, MMM conference, ER07(2005).
- [3] D. K. Kim, Y. Zhang, W. Voit, K. V. Rao, and M. Muhammed, JMMM., 225, 2001 30–36.