

## NiCr<sub>1.9</sub>Fe<sub>0.1</sub>O<sub>4</sub>의 중성자 회절 연구

박승일<sup>1\*</sup>, 최강룡<sup>1</sup>, 안근영<sup>2</sup>, 김철성<sup>1</sup>

<sup>1</sup>국민대학교, 나노전자물리학과, 서울 136-702

<sup>2</sup>원자력연구소, 하나로 응용 기술 개발 센터, 대전 305-353

### 1. 서론

스피넬 구조의 chromite 물질은 Co-chromite 에서 Cr 이온에 스핀 방향과 온도에 따른 정렬에 의한 강유전성 보고[1] 이후, 이에 대한 많은 연구가 이루어지고 있다.[2-3] NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub>의 경우, Fe 이온의 치환에 따라 다양한 결정학적 및 자기적 특성을 나타내고 있다. 본 연구에서는 Fe가 치환된 NiCr<sub>1.9</sub>Fe<sub>0.1</sub>O<sub>4</sub> 시료를 제조하여, 중성자 회절을 통하여 시료의 결정학적 및 자기적 특성을 연구하였다.

### 2. 실험방법

단일상의 NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub>와 NiCr<sub>1.9</sub>Fe<sub>0.1</sub>O<sub>4</sub> 시료를 제조하기 위하여 고순도의 NiO, Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 분말을 에탄올 속에서 분쇄 및 혼합하여 건조한 후, 최종적으로 1200 °C에서 12시간 열처리하였다. 단일상의 확인을 위하여 상온에서 x-선 회절도를 취하였으며, 자기적 특성 분석을 위하여 온도에 따른 자화 곡선을 측정을 하였다. 또한 NiCr<sub>1.9</sub>Fe<sub>0.1</sub>O<sub>4</sub> 의 온도에 따른 결정학적 특성 및 자기적 특성 변화를 연구하기 위하여 중성자 회절 분석을 수행하였으며, 중성자 회절 측정은 한국원자력연구소의 하나로인 30 MW 출력의 원자로에서 이루어졌다. 중성자 빔의 파장은 1.8350 Å을 갖는 단일 파장을 이용하였으며, 중성자 빔에 의한 회절 강도가 10,000 counts 이상이 되도록 측정을 수행하였다. 시료에 대한 한 측정 온도 영역은 3 K에서 300 구간에서 다양한 영역에서 측정하였으며, 회절빔의 측정 범위는 5 ~ 160 °의 각도이다.

### 3. 실험결과 및 토의

단일상의 NiCr<sub>1.9</sub>Fe<sub>0.1</sub>O<sub>4</sub> 시료는 직접합성법에 의해 합성하였다. NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 의 경우, 결정구조는 결정학적 변화 온도인 302 K 이하에서는 정방정의 구조이다. 이런 결정학적 변이는 Fe 이온의 치환에 의해 상변이 온도가 상온 아래로 내려가게 된다. NiCr<sub>1.9</sub>Fe<sub>0.1</sub>O<sub>4</sub>의 상온에서의 x-선 회절도분석으로 입방정의 정스피넬 구조의 격자상수  $a_0 = 8.320$  Å로 결정하였으며, 이때의 Rietveld 분석에 의한 Bragg 인자  $R$  과  $R_f$  는 3.51 % 와 3.19 % 이다.

직접 합성한 시료의 자기적 특성 전이 온도를 결정하기 위하여 외부 자기장을 가하기 않고 온도를 하강하여 100 Oe 낮은 외부자기장을 가한 상태에서 온도를 올리면서(ZFC) 온도에 따른 자화 곡선을 측정하였다. 이로부터 NiCr<sub>1.9</sub>Fe<sub>0.1</sub>O<sub>4</sub>의 자기적 특성 전이 온도(Néel 온도)를 150 K 로 결정하였다. 그림 1은 직접 합성한 NiCr<sub>2-x</sub>Fe<sub>x</sub>O<sub>4</sub> (x=0.0, 0.1)의 온도에 따른 ZFC 곡선이다.

Fig. 2 는 NiCr<sub>1.9</sub>Fe<sub>0.1</sub>O<sub>4</sub> 의 3 K에서 300 K 사이에 다양한 온도영역에서 취한 중성자 회절도를 나타내었다. 중성자 회절 분석은 상온에서의 x-선 회절 분석을 기초로 하여 온도에 따른 중성자 회절 분석을 수행하였으며, ZFC 결과에서와 같이 150 K 이하에서 자기 정렬에 의한 회절선이 커짐을 확인

할 수 있었으며,  $\text{NiCr}_{1.9}\text{Fe}_{0.1}\text{O}_4$ 의 결정학적 전이 온도인  $\sim 230$  전후의 중성자 회절선의 차이를 확인할 수 있었다. 결정학적 구조에서 가능성 있는 자기 구조를 고려하여 저온 영역의 중성자 회절 실험 결과들을 분석하였으며, 온도 함수에 의존하는 결정학적 변화와 동시에 그에 따른 자기 모멘트의 변화를 중성자 회절 실험을 통해 직접적으로 관측할 수 있었다.

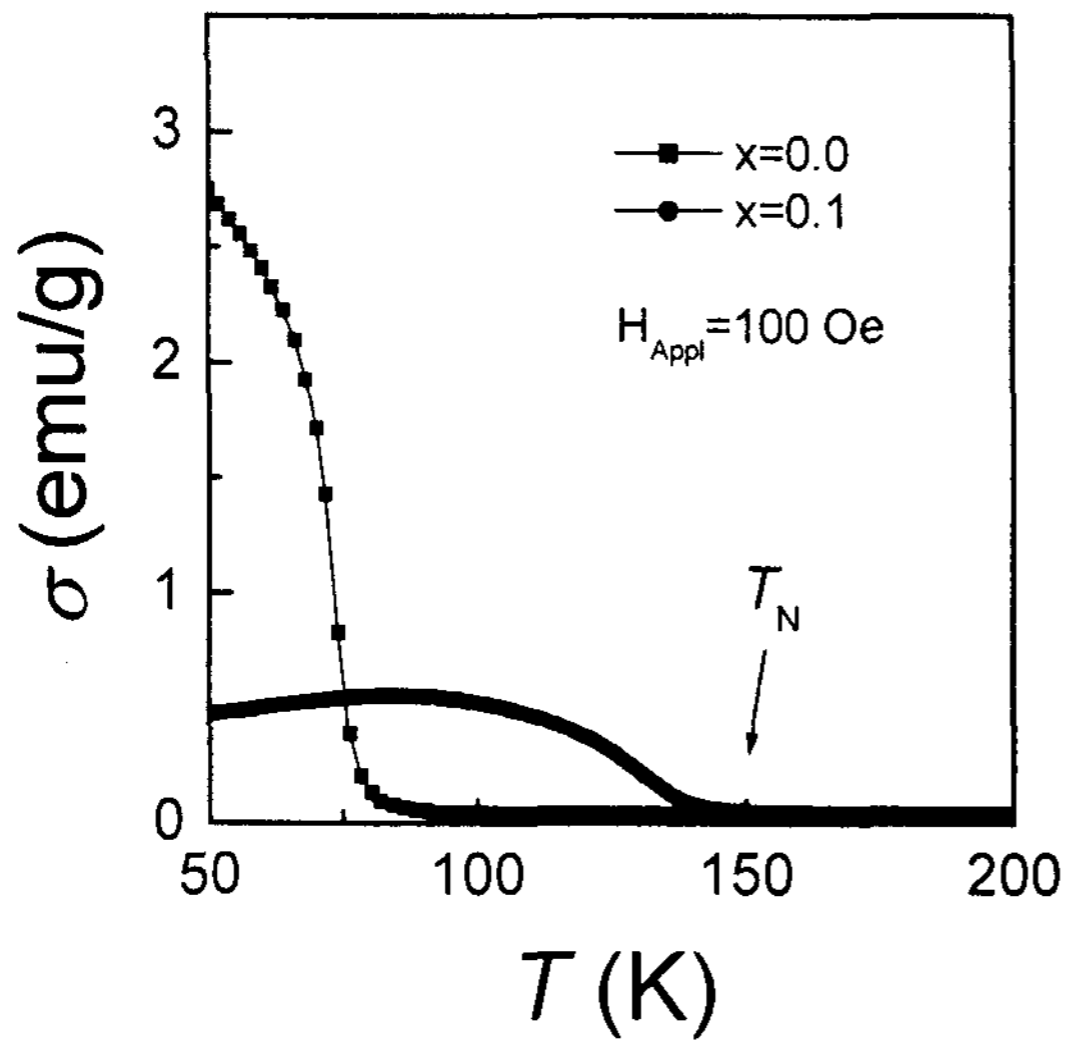


Fig. 1. The temperature dependence of the zero field cooled (ZFC) magnetization curves under low external field of 100 Oe for the  $\text{NiCr}_{-x}\text{Fe}_x\text{O}_4$ .

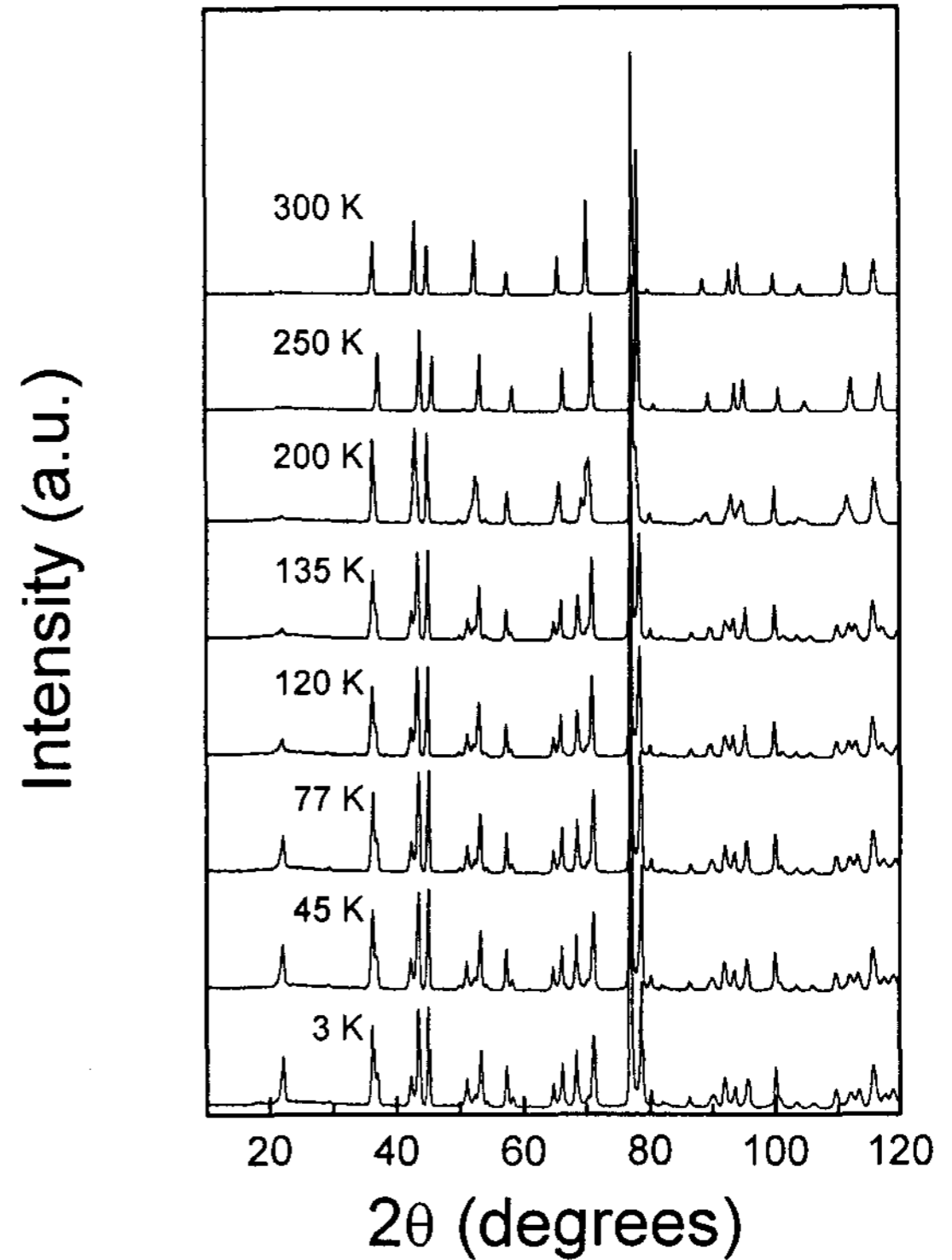


Fig. 2. The neutron diffraction patterns of the  $\text{NiCr}_{1.9}\text{Fe}_{0.1}\text{O}_4$  at various temperature ranges.

#### 4. 참고문헌

- [1] K. Tomiyasu etc. al., Phys. Rev. B **70**, 214434 (2004).
- [2] K. R. Choi, S. B. Kim and C. S. Kim, J. Appl. Phys. **101**, 09M105 (2007).
- [3] S.-I. Park and C. S. Kim, J. Appl. Phys. **101**, 09N511 (2007).