

Fe₃O₄ 분말제조와 자기적 특성

권우현¹, 채광표², 이재광², 서정철^{2*}

¹건국대학교, 물리학과

²건국대학교, 전자정보전공

³원광대학교, 반도체·광디스플레이학부

1. 서론

자성 페라이트는 다양한 활용 적당한 방법의 분말과 박막 제조법이 개발되어 광범위한 분야에 사용되고 있다. 초미세 Fe₃O₄ 분말은 의료용 소재로의 활용을 위하여 다양한 연구가 진행되고 있다. 초미세 입자의 자기적 특성은 거대 입자와 다른 특성으로 다양한 페라이트 분말에 관한 연구가 진행되어 왔다. Fe₃O₄ 분말의 입자 크기에 따른 자기적 특성에 관한 연구는 열처리 온도가 높아짐에 따라 Fe²⁺ 이온이 Fe³⁺ 이온으로 산화하여 α-Fe₃O₄의 형성으로 단일상의 Fe₃O₄ 분말 합성에 문제점을 보이고 있었다. 이러한 문제점을 해결하고 입자 크기 변화에 따른 자기적 특성에 관하여 발표하려 한다.

2. 실험방법

Sol-gel법을 사용하여 분말 Fe₃O₄ 분말 시료를 제조하였다. 98%의 Fe(CO₂CH₃)₂와 Fe(NO₃)₃·9H₂O를 당량비로 2-methoxyethanol(MOE)를 용매로 하여 용해한 후 약 80°C 온도에서 12시간 동안 자석 교반기를 이용하여 용액을 반응시킨다. 희석된 용액을 90°C 온도에서 24시간 동안 물과 2-MOE를 제거하여 건조된 분말을 제조하였다. 건조된 분말은 유발을 이용하여 분쇄한 후 질소 중에서 여러 온도(200°C, 250°C, 300°C, 400°C, 500°C와 600°C)에서 6시간 동안 소결하여 스피넬 페라이트 분말을 얻었다. 열처리한 분말의 결정성을 조사하기 위하여 Cu-Kα 선을 방출하는 X-선 회절분석기(Philips사의 PW1700: XRD)를 이용하여 조사하였다. 입자의 크기와 모양에 관한 관측을 위하여 전계방출 주사전자현미경(FESEM)을 이용하여 관측하였다. 자기적 특성의 특징을 위하여 Mössbauer 분광기와 섭동자화측정기(VSM)을 이용하여 상온에서의 열처리 온도(입자의 크기)에 따른 변화에 관하여 연구하였다. 자화값 측정을 위하여 최대 6000Oe의 자기장을 사용하였다. 6000Oe의 자기장은 모든 페라이트 입자를 포화자화값을 가지게 하기에는 충분하지 않으나, Fe₃O₄ 분말이 연자성체의 특성을 가짐으로 입자 크기에 따른 자기적 특성을 이해하기에는 충분한 크기이다.

3. 실험 결과

Fig. 1은 열처리 온도에 따른 Fe₃O₄ 분말의 XRD 측정 결과이다. XRD 결과에 의하면 200°C에서 페라이트 분말의 (311) 면에 위한 주 peak이 관측되기 시작하였으며, 250°C 이상 온도에서 열처리 한 경우에는 페라이트 입자의 모든 peak이 관측되고 있다. 이것은 250°C 이상의 열처리로 sol-gel 법을 이용하여 합성한 분말이 spinel 구조를 가지는 입자로 형성된 것을 의미한다. 또한, 다른 산화물 합성에서와 같이 열처리 온도의 증가에 따라 입자 주 peak 폭의 감소하는 경향을 나타내고 있는 것은 높은 열처리 온도가 입자를 크게 하기 때문이다. 이러한 결과를 전자현미경을 이용하여 확인할 수 있었다.

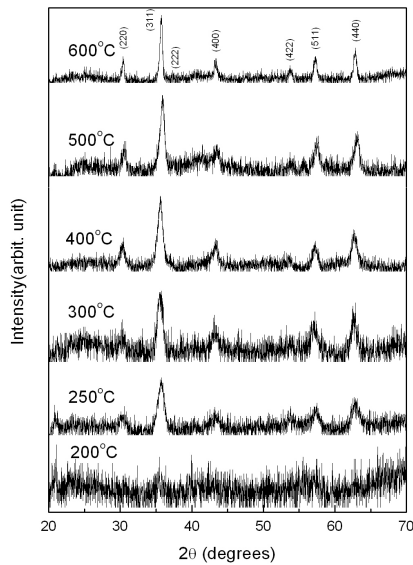


Fig. 1. 열처리 온도에 따른 Fe₃O₄ 분말의 XRD 측정 결과.

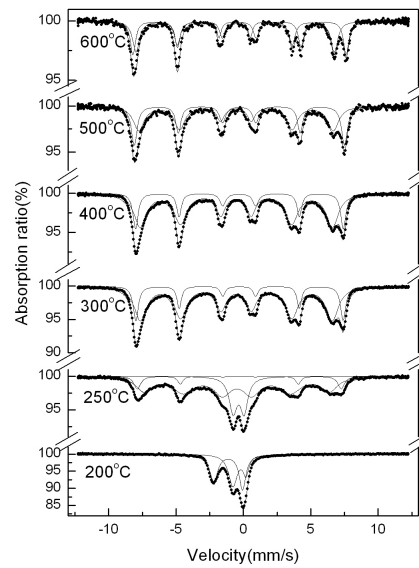


Fig. 2. 열처리 온도에 따른 Fe₃O₄ 분말의 상온에서 측정한 Mössbauer 흡수 spectrum.

Fig. 2는 상온에서 측정한 Fe₃O₄ 분말의 Mössbauer 흡수 spectrum 결과이다. 200°C의 측정 결과에 의하면 입자가 페라이트의 자기적 특성보다는 paramagnetic 특성을 가짐을 알 수 있다. 또한 spectrum의 분석 결과 Fe⁺²로 독립된 입자 형태를 유지한 것과 같은 분석결과를 보이고 있다. 250°C에서 열처리한 입자의 경우는 paramagnetic 특성과 ferrimagnetic 특성을 동시에 가지는 매우 작은 형태의 입자를 가지는 것을 알 수 있다. 그러나, 열처리 온도가 높아감에 따라 전형적인 Fe₃O₄ 분말의 Mössbauer 흡수 spectrum과 같은 형태의 특성과 같은 모양을 나타냄을 알 수 있다. 이러한 자기적 특성은 VSM을 이용하여 특정한 결과에서도 열처리 온도의 높아짐에 따라 포화자화 값의 증가를 보인다.