# 고온 열분해법으로 제조한 MnFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 나노입자의 자기적 특성 연구

#### 윤성욱\*, 김철성, 심인보

국민대학교 물리학과

### 1. 서 론

페라이트는 우수한 전자기적 특성으로 인해 많은 연구와 산업적 응용이 되어왔다. 그 중에서 스피넬 구조의 나노 페라이트 입자들은 크기에 따른 특이한 물리적, 화학적인 특성으로 미디어 기록장치, 약물 전달체, 바이오 센서, MRI 조영제 등에 많이 응용되고 있다[1]. 최근에는 나노입자의 합성뿐만 아니라 나노입자의 형태 조절에 대해서도 연구가 많이 진행되고 있는 추세이다.

본 연구에서는 고온 열분해법(hot-injection polyol process)[2]에서 precursor의 주사시간(injection time rate)을 변화하여 MnFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 나노입자의 형태를 제어하고 그 입자의 결정구조 및 자기적 특성에 대한 연구를 수행하였다.

#### 2. 실험방법

MnFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 나노입자는 고온 열분해법을 이용하여 제조하였다. 일차적으로 oleic acid, oleylamine, 1,2tetradecanediol을 용매(benzyl ether)에 넣고 용해시킨 후 진공분위기에서 120 ℃로 승온하여 1시간 동안 탈수화 (dehydrate)하였다. MnFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>의 반응물질로서 manganese (II) acetylacetonate와 iron (III) acetylacetonate를 용매 (benzyl ether)에 용해시켰다. 탈수화된 용액을 Ar gas 분위기에서 10 ℃/min으로 290 ℃까지 승온하였고 여기에 반응물질을 다양한 주사시간에 따라 주사를 하고 2시간 동안 290 ℃를 유지하여 반응시킨 후 상온까지 자연 냉각하였다. 반응이 끝난 물질은 에탄올과 헥산을 이용하여 세척하고 건조하였다. 결정학적 구조를 확인하기 위해서 x-선 회절측정기(x-ray diffractometer; XRD) 측정을 수행하였고 제조된 나노입자의 크기 및 형태를 확인 하기 위하여 전계방사형 주사전자현미경(field emission scanning electron microscope; FE-SEM)과 투과전자현미 경(transmission electron microscope; TEM) 측정을 수행하였다. 그리고 자기적인 특성을 확인하기 위하여 진동 시료형 자화율 측정기(vibrating sample magnetometer; VSM) 및 뫼스바우어 분광계(Mössbauer spectroscopy) 측 정을 수행하였다.

### 3. 실험결과 및 고찰

MnFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 나노입자의 결정구조를 확인하기 위하여 XRD 측정을 수행한 결과 Fig. 1에 나타낸 것과 같이 단일상의 입방 스피넬 구조의 나노입자가 합성되었음을 확인할 수 있었고 반응물질의 주사를 0.5분으로 빠르게 진행했을 경우 보다 60분 동안 천천히 했을 경우, 안정적인 반응이 이루어짐에 따라 결정성이 향상되는 것을 확인할 수 있었다. 제조된 나노입자의 크기 및 형태를 확인하기 위하여 FE-SEM 및 TEM 측정을 수행한 결과 반응물질의 주사를 빠르게 했을 경우 수 나노미터 크기의 구 형태의 나노입자가 형성 되었고 천천히 했을 경우 수십 나노미터를 갖는 다면체 형태의 나노입자가 형성 된 것을 확인 할 수 있었고 이는 Fig. 2에 나타내었다. 자기적인 특성을 알아보기 위해 VSM을 측정한 결과 반응물질의 주사를 천천히 했을 경우 더 큰 포화자화 값을 갖는 것을 확인할 수 있었는데 이는 나노입자의 크기 증가와 결정성 향상에 따른 것이라 판단되어진다. Mö ssbauer spectroscopy 측정 결과 반응물질의 주사를 빠르게 했을 경우 나노입자의 크기가 상당히 작게 형성이 되어, 이에 따른 relaxation 현상에 의하여 2-set sextet이 아닌 선폭이 넓은 2-line형태의 스펙트럼으로 측정되었다. 이러한 결과는 앞서 제시한 XRD 및 TEM 측정결과와 잘 부합되는 것을 알 수 있었다.



Fig. 1. XRD patterns of various MnFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> nanoparticles.



Fig. 2. FE-SEM image of various MnFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> nanoparticles.

## 4. 참고문헌

- M. GoodarzNaseri, E.BinSaion, H.AbbastabarAhangar, M.Hashim, A.H.Shaari, Journal of Magnetism and Magnetic Materials., 1745–1749, 323, (2011).
- [2] Chien-Hsin Ho, Chih-Pin Tsai, Chia-Chi Chung, Chun-Ying Tsai, Fu-Rong Chen, Hong-Ji Lin, and Chih-Huang Lai, Chem. Mater., 1753–1760, 23, (2011).