

CoFe_{1.9}Y_{0.1}O₄의 Sol-gel 합성과 자기적 성질 연구

국민대학교 전자물리학과 김 우 철*, 김 삼 진, 명 보 라, 김 진 옥, 윤 성 로, 김 철 성
 군산대학교 물리학과 윤 성 현

Sol-gel synthesis and magnetic properties of CoFe_{1.9}Y_{0.1}O₄

Kookmin University Woo Chul Kim*, Sam Jin Kim, Bo Ra Myung, Jin Ok Kim, Sung Ro Yoon, Chul Sung Kim
 Kunsan University Sung Hyun Yoon

1. 서론

최근들어서 초미세 자성 분말에 관한 연구가 국내·외적으로 활발히 진행되고 있으며 습식합성법과 저온열처리를 이용하여 합성분말의 자기적 특성에 관한 연구가 보고되고 있다.[1] 강자성 물질인 CoFe₂O₄와 BaFe₁₂O₁₉를 습식법과 저온열처리로 초미세 입자를 합성하여 그들의 자기적 특성에 관한 연구가 보고되고 있으며[2,3] 특히 Co 페라이트의 경우 고밀도 정보 저장용 테이프 기록 매체의 이용에 필요한 모든 자기적 특성을 지니고 있어, 이에 대한 연구가 활발히 이루어지고 있다.[4] 이에 본 연구에서는 스피넬 구조를 가지는 CoFe₂O₄에 Y를 첨가한 CoFe_{1.9}Y_{0.1}O₄를 sol-gel 법으로 초미세 분말을 제조하여 x-선 회절기와, Mössbauer 분광기, 진동시료 자화율 측정기(VSM)를 사용하여 열처리 온도에 따른 결정학적 및 자기적 특성을 연구하였다.

2. 실험방법

99% 이상 고순도의 시약 Co(CH₃CO₂)₂·4H₂O와, Fe(NO₃)₃·9H₂O, Y(NO₃)₃·5H₂O를 적정 당량비로 혼합한 후 10 cc의 증류수와 2-methoxyethanol (2-MOE)를 용매로 하여 초음파 세척기에서 30분간 희석한 후 약 343 K 온도에서 12시간 자석 교반기를 이용하여 용액을 반응시킨 후 희석된 용액을 373 K의 건조기에서 24시간 동안 물과 2-MOE를 제거하여 건조된 분말을 제조하였다. 건조된 분말은 유발을 이용하여 분쇄한 후 공기 중에서 여러 온도로 6시간 동안 열처리하여 스피넬 페라이트 분말을 얻었다. 시료의 결정구조를 확인하기 위해 CuKα 선을 사용하는 Philips x-선 회절기를 이용하였다. Mössbauer 스펙트럼은 전기역학적 등가속도형 Mössbauer 분광기로 취하였으며, γ선원은 Dupont 회사제품의 Rh 금속에 들어있는 실온상태의 30 mCi의 ⁵⁷Co 단일선을 사용하였다. 시료의 양은 60 mg으로 하였고 시료의 균일한 두께를 위해 직경이 1 인치이고 두께가 0.005 인치의 Be 판을 양면에 막아서 사용하였다. VSM은 Lake Shore 7300을 이용하여 실온에서 외부자기장을 15 kOe 인가하여 자기모우멘트를 측정하였다.

3. 실험결과 및 고찰

Sol-gel 법을 이용하여 CoFe₂O₄에 Y를 치환한 초미세분말의 CoFe_{1.9}Y_{0.1}O₄ 페라이트 입자를 성장시켰으며 x-선 회절실험과 Mössbauer 분광실험으로부터 CoFe₂O₄는 623 K[3]에서 53±0.5%의 spinel 구조의 결정상이 보였으나 Y를 치환한 초미세분말의 CoFe_{1.9}Y_{0.1}O₄ 시료는 723 K에서 13±0.5%의 스피넬 결정상이 형성됨을 알 수 있었다. 또한 열처리 온도가 증가함에 따라 각 시료들의 X-선 봉우리들의 선폭이 넓어져 입자크기가 증가해감을 확인할 수 있었으며, 723 ~ 1123 K 열처리 온도 영역에서 입자크기는 대략 6 ~ 30 nm를 가짐을 알 수 있었다. Mössbauer 분광실험결과 열처리 온도가 증가함에 따라 상자성체에서 준강자성체로 변해 감을 확인할 수 있었으며, 723 ~ 823 K 열처리온도 영역에서 준강자성체와 초상

자성으로 인한 상자성체의 입자가 공존하고 있음이 관찰되었다. 또한 준강자성체의 단일상을 가진 분말이 형성되는 열처리 온도는 순수한 Co 페라이트(CoFe_2O_4)의 723 K[3]에 비해 200 K 높은 923 K 임을 알 수 있었다. VSM 실험결과 1123 K 이상에서 열처리한 시료가 보자력이 감소하고 포화자화값이 증가하였으며, 최대보자력과 포화자화값은 $H_c = 1208$ Oe 와 $M_s = 69$ emu/g 인 값을 나타냈다. 1123 K 에서 열처리한 분말의 경우 격자상수값은 $a_0 = 8.383 \pm 0.005$ Å 이었고 실온에서 A, B 자리 초미세 자기장값은 $H_{hf}(A) = 480$ kOe, $H_{hf}(B) = 502$ kOe 이며, 이성질체 이동값의 결과 A, B 자리 모두 Fe^{3+} 를 나타냈다. Néel 온도는 865 ± 2 K 이며 Debye 온도는 A, B 자리 각각 $\Theta_A = 695 \pm 5$ K 와 $\Theta_B = 279 \pm 5$ K 를 가짐을 알았다.

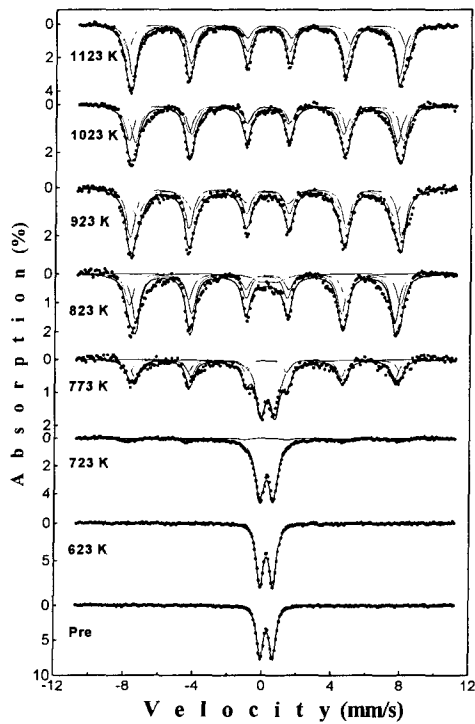


Fig. 1. Room-temperature Mössbauer spectra of $\text{CoFe}_{1.9}\text{Y}_{0.1}\text{O}_4$ at various annealing temperature.

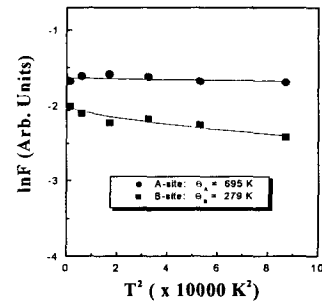


Fig. 2. Natural logarithm of the absorption area, F , vs T^2 for the A and B subspectra of $\text{CoFe}_{1.9}\text{Y}_{0.1}\text{O}_4$ annealed at 1123 K.

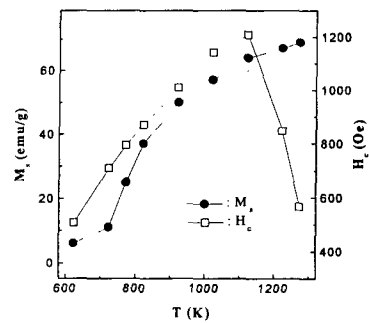


Fig. 3. Changes of saturation and coercivity for $\text{CoFe}_{1.9}\text{Y}_{0.1}\text{O}_4$ powders as a function of annealing temperature.

4. 참고문헌

- [1] W. C. Kim, S. W. Lee, S. J. Kim, C. S. Kim, J. Magn. Magn. Mater. **215-216**, 217 (2000).
- [2] J. G. Lee, H. M. Min, C. S. Kim, and Y. J. Oh, J. Magn. Magn. Mater. **177-181**, 900 (1994).
- [3] V. K. Sankaranarayana, Q. A. Pankhurst, D. P. E. Dicson, and C. E. Jonson, J. Magn. Magn. Mater. **125**, 199 (1993).
- [4] C. S. Kim, Y. S. Yi, K. T. Park, H. Namgung, and J. G. Lee, J. Appl. Phys. **85**, 5223 (1999).