

나노 · 바이오 융합응용을 위한 초상자성 Ni-Zn Ferrite의 자기적 특성연구

이승화 · 류연국 · 양계준 · 안중수

충주대학교 전자공학과(BINT 신기술연구소), 충주시 이류면 검단리 123, 380-702

김철성*

국민대학교 자연과학대학 나노전자물리학과, 서울시 성북구 정릉동 861-1, 136-702

(2005년 2월 22일 받음, 2005년 3월 16일 최종수정본 받음)

최근 들어 바이오 의약품으로 응용 가능한 자성 나노 입자에 대한 많은 연구가 이루어지고 있으며, 바이오 의약품으로 응용이 가능 하려면 상온에서 초상자성의 특성을 가져야만 한다. 초상자성 나노 입자의 제작이 가능한 졸겔 법을 이용하여 초상자성 나노 입자 $\text{Ni}_{0.9}\text{Zn}_{0.1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 를 제조하여 입자의 크기 및 자기적 성질을 DTA/TGA, x-선 회절법, SEM 측정과 Mössbauer 분광법, 진동시료 자화율 측정기(VSM)를 이용하여 연구하였다. DTA/TGA, SEM 및 x-선 회절실험으로부터 300 °C에서 열처리한 입자가 순수한 cubic spinel 구조를 가지며, 평균입자 크기가 10 nm인 균일한 구형상 임을 알 수 있었다. Mössbauer 분광실험으로 300 °C에서 열처리한 입자가 상온에서 초상자성의 특성을 가지고 있음을 알 수 있었으며 13 K에서 573 K까지 Mössbauer 스펙트럼을 취하였을 때 77 K까지는 sextet의 공명흡수선(준강자성체)으로 나타났고 130 K 이상에서는 가운데 doublet의 공명흡수선이 나타나 400 K에서는 sextet과 doublet의 면적비가 같아짐을 알 수 있었다. 13 K에서의 초미세자기장은 $H_{hf}(B)=532 \text{ kOe}$, $H_{hf}(A)=507 \text{ kOe}$ 이며, VSM 측정 결과로부터 초상자성의 특성을 읽어버리는 차단온도 T_B 는 250 K로 결정하였다. 또한 자기이방성 상수 $K=1.0 \times 10^6 \text{ erg/cm}^3$, 완화시간상수 $\tau_0=5.0 \times 10^{-13} \text{ s}$ 의 값을 얻었으며, 교류 발열 측정기를 이용하여 자기발열 상태를 측정한 결과 자기발열은 온열온도인 43.6 °C로 나타났다.

주제어 : 초상자성, 나노 · 바이오융합, Mössbauer 분광기, Ni-Zn 페라이트, sol-gel법

I. 서 론

나노기술(NT)은 물질을 원자, 분자 단위에서 다름으로써 신물질 창출과 신 개념 소자 및 공정이 가능하도록 하며, 과학 기술의 새로운 영역 창출과 기존제품의 고성능화로 21세기의 새로운 산업혁명 주도할 것으로 예상되며, 또한, 인류의 과학 발전과 더불어 생명연장이 중요한 목표가 됨으로 인해 퇴행성 질환, 악성종양, 바이러스 감염등과 같은 기존의 질병 치료 및 새로운 질병 HIV, SAS 등의 질병을 치료하기 위한 바이오기술(BT)의 연구와 새로운 응용창출이 목표로 대두되고 있다[1-3]. 이러한 미래기술의 핵심은 결국 인간중심의 기술로써, NT와 BT의 융합은 21세기 새로운 패러다임을 창출하여 이전에 인체에 적용할 수 없었던 보건기술의 한계를 극복하는데 필수적인 첨단기술로, 인간의 생명연장과 더불어 질병에 대한 효과적인 치료방법을 제시할 수 있는 새로운 개념의 창의적 치료방안 모색 및 적용이 궁극적 목표가 되고 있다[4-6]. 특히, 초상자성을 띠는 나노 입자들은 국부적으로 암세포에만 열이 발생하여 암세포를 죽이는 온열치료법(hyperthermia), 우리가 원하는 부위에 약물을 전달하는 약물 전달 시스템(DDS, Drug Delivery System), 혁신기공명 영

상장치(MRI, Magnetic Resonance Imaging)의 조영제 등과 같은 바이오 의약품(Biomedicine)에 응용이 가능하다[7]. 초상자성 나노 입자에 대하여 순수한 금속인 Fe, Co, Ni 등이 많은 연구가 이루어지고 있으나 나노 입자 크기의 제작에 제한이 있으며, 화학적으로도 불안정한 단점을 가지고 있다[8]. 그러나 spinel 페라이트는 화학적으로 안정되어있으며 가격이 저렴한 장점을 가지고 있어 최근 들어 국내 외적으로 많은 연구들이 진행되고 있으며, 일부 spinel 계통의 CuFe_2O_4 와 CoFe_2O_4 , MgFe_2O_4 등의 초상자성에 관한 연구가 보고되고 있다[9-11]. 시료 합성 시 화학적 방법으로는 공침법, 수열합성법 등을 이용하여 합성분말의 열처리 온도에 따른 입자크기의 변화 및 자기적 특성에 관한 연구가 이루어지고 있으며, 특히, sol-gel법에 의한 시료제조는 용액 제조 시 분자단위까지 혼합이 가능하며 합성된 재료의 균질도가 높고, 제조온도가 낮아 나노 크기의 초 미세 분말의 합성이 가능하고 열처리 온도에 따라 입자크기를 조절할 수 있는 장점을 가지고 있어 근래에 각광을 받고 있다[12]. Ni-Zn 페라이트는 우수한 전파흡수재료로 사용이 되고 있으며 국내외 대부분의 연구는 양질의 페라이트 전파흡수체를 얻기 위한 제조 방법상의 연구가 진행되었고 초상자성 나노 분말에 대한 연구는 미비한 상태이다[13, 14]. 이에 본 연구는 sol-gel법을 이용하여 초상자성 $\text{Ni}_{0.9}\text{Zn}_{0.1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 나노 분말을 합성하여 DTA/TGA, x-선

*Tel: (02) 910-4752, E-mail: cskim@phys.kookmin.ac.kr

회절기, 주사전자현미경(SEM), Mössbauer 분광기 및 진동시료 자화율 측정기(VSM)로 입자의 크기 및 자기적 특성을 연구하고자 한다.

II. 실험 방법

초미세 나노분말 $\text{Ni}_{0.9}\text{Zn}_{0.1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 의 합성은 sol-gel법으로 이루어졌으며 출발 원료로서는 순도 99.99 %의 $\text{Ni}(\text{CH}_3\text{CO}_2)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 와 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 를 적정 당량비로 물과 2-methoxyethanol(2-MOE)를 용매로 하여 30분간 회석하여, 70 °C의 온도에서 12시간 반응시킨 후, 100 °C에서 24시간 동안 물과 2-MOE를 제거함으로 건조된 분말을 제조하였다. 건조분말에 대한 유기물의 분해 및 결정상의 생성들을 확인하고 열처리 조건을 알아보기 위하여, TA Instruments사의 SDT 2900모델을 이용하여 DTA/TGA를 수행하였다. 건조된 분말을 DTA/TGA로부터 얻은 결과를 활용하여 초미세 나노분말이 제작 가능한 적정온도에서 공기 중에서 각각 3시간 동안 소결하여 spinel 페라이트 분말을 얻었다. 시료의 결정구조를 확인하기 위해 $\text{CuK}\alpha$ 선을 사용하는 Philips x-선 회절기를 이용하였다. 또한, 초미세 나노분말의 입자크기 및 균일도를 확인하기 위하여 JSM-6700F사의 SEM을 측정하였다. Mössbauer 스펙트럼은 전기역학적 등가속도형[15] Mössbauer 분광기로 측정하였으며, γ선원은 Dupont 회사제품의 Rh 금속에 들어있는 실온상태의 40 mCi의 ^{57}Co 단일 선을 사용하였다. 시료의 양은 40 mg으로 하였고 시료의 균일한 두께를 위해 직경이 1 인치이고 두께가 0.005 인치의 Be 판을 양면에 막아서 사용하였다. 저온실험을 위해서 APD CS-202 dispalex 장치와 DMX-20 Mössbauer vacuum shroud를 사용하였고, 시료의 열 전달을 위해 냉매로 He gas를 순환시켰으며 1 psi 압력을 유지하도록 하였다. 온도측정은 온도조절기(Lake Shore사 DRC-91C형)를 이용하여 ± 0.05 K의 온도 오차의 정밀도와 10^{-6} torr 이상의 진공 도를 유지하였다. VSM은 Lake Shore 7300을 이용하여 여러 온도에서 외부자기장을 15 kOe 인가하여 잔류자화 및 자기모멘트를 측정하였다. 또한 시료의 발열정도를 측정하기 위해 교류 발열 측정기를 이용하여 온도의 상승도를 측정하여 온열 요법에 대한 응용 가능성을 예견하였다.

III. 결과 및 고찰

$\text{Ni}_{0.9}\text{Zn}_{0.1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 분말시료의 결정화가 가능한 열처리온도를 결정하고 제조된 sol로부터 유도된 gel의 유기물 거동을 조사하기 위하여 DTA/TGA 실험을 행하였으며, Fig. 1에 $\text{Ni}_{0.9}\text{Zn}_{0.1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ gel의 DTA/TGA 분석결과를 나타내었다.

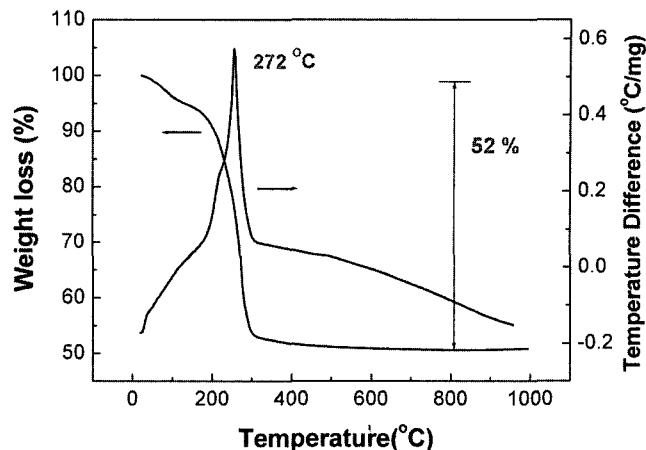


Fig. 1. TGA/DTA curves of $\text{Ni}_{0.9}\text{Zn}_{0.1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ gel powders.

약 272 °C 부근에서 관찰되는 발열 피크는 계속되는 가수분해 및 중축합반응의 부산물로서 생성된 유기물의 연소에 의한 것으로 52 %의 중량감소를 수반하고 있으며, 300 °C 이상의 온도에서의 질량감소는 없었다. 이 온도 영역에서 $\text{Ni}_{0.9}\text{Zn}_{0.1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 상의 결정생성이 시작됨을 가늠 할 수 있다. 위의 결과를 이용하여 300 °C에서 $\text{Ni}_{0.9}\text{Zn}_{0.1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 분말을 열처리하였으며, 상온에서 측정한 x-선 회절 측정결과가 Fig. 2에 나타냈다.

Fig. 2의 실험 결과에서처럼 다른 구조의 형상 없이 순수한 spinel 구조가 형성되었으며, 열처리 온도가 높은 시료들의 XRD peak보다 폭이 넓게 나타남을 알 수 있다[16]. 이는 고온에서 열처리한 Ni-Zn 페라이트 보다 입자의 크기가 상대적으로 매우 작음을 예측할 수 있으며, Fig. 2의 x-선 회절도로부터 Scherrer 공식[11]을 이용하여 Ni-Zn 페라이트의 평균 입자크기를 구한 결과 10 nm의 크기를 나타내었으며, 이는

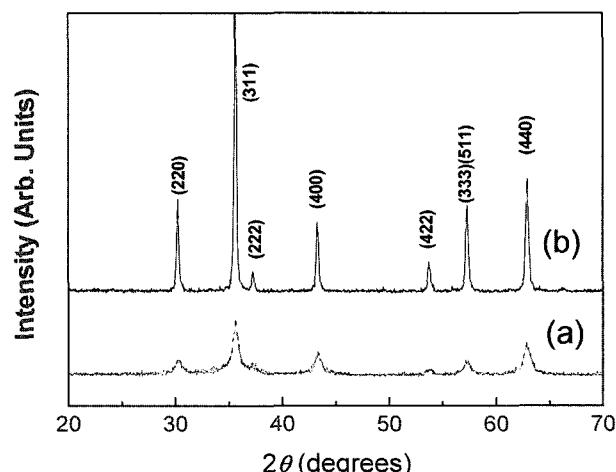


Fig. 2. X-ray diffraction patterns of $\text{Ni}_{0.9}\text{Zn}_{0.1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ samples annealed at (a) 300 °C, (b) 700 °C.

SEM의 측정결과와 잘 일치하였다. 또한 SEM의 측정결과 초미세 나노입자는 균일한 구형상을 나타내고 있어 온열치료법, 약물전달 시스템과 같은 바이오 의약품에 응용이 가능하리라 생각된다. 초미세입자가 단자구(single domain)보다 작으면 초상자성의 특성을 가지게 되며 초상자성을 갖기 위한 대표적 특성은 거시적 자성 측정인 경우, 측정온도가 감소함에 따라 잔류자화(M_r)와 보자력(H_c)이 0인 초상자성의 특성이 특정온도 이하에서 자기이력현상이 나타나 초상자성이 사라지게 되는 특정온도를 갖게 되며, 이러한 특정온도를 차단온도 T_B (blocking temperature)라고 한다. 또한 T_B 이상인 초상자성의 특성을 갖고있는 온도에서 측정된 자기이력곡선의 magnetization을 H/T 의 함수로 표시하면 각각의 온도에서 측정한 자화곡선은 겹쳐져야 하는 특성을 가지고 있다[17]. 이러한 초상자성 특성을 확인하기 위하여 VSM을 이용하여 상

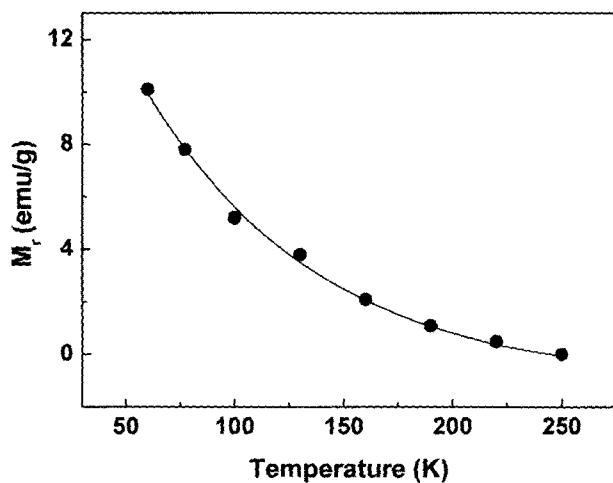


Fig. 3. Temperature dependence of the remanence magnetization for a $\text{Ni}_{0.9}\text{Zn}_{0.1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ nanoparticle.

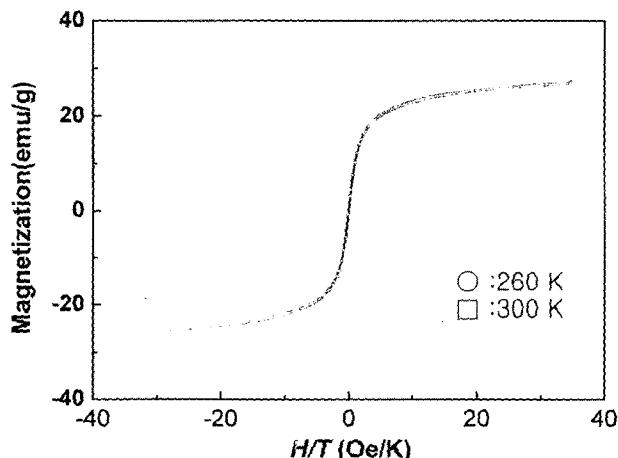


Fig. 4. Magnetization curves measured at 260 and 300 K superimposed when M is plotted as a function of H/T .

온에서부터 60 K까지 외부자기장을 15 kOe 가하여 자기이력곡선을 측정하였으며 그 결과를 Fig. 3, 4에 나타내었다. 이 때 측정된 포화자화 및 잔류자화는 60, 300 K에서 각각 33, 27 emu/g 및 10, 0 emu/g으로 나타났으며, 온도변화에 따른 잔류자화를 자기이력곡선으로부터 측정한 결과 Fig. 3에서처럼 차단온도는 $T_B=250$ K로 나타났다.

또한, T_B 이상의 온도 영역인 260 및 300 K에서의 magnetization을 H/T 의 함수로 나타낸 자기이력곡선은 Fig. 4에서처럼 정확히 일치하였으며, 이는 초상자성의 특성과 잘 부합됨을 알 수 있었다.

상온에서 초상자성 특성을 나타내는 Ni-Zn 페라이트의 온도 변화에 따른 미시적인 자기적 성질을 연구하기 위해 13 K에서 573 K까지 온도를 달리하여 Mössbauer 분광실험을 수행하였다. Mössbauer 분광실험으로부터 측정된 결과를 Fig. 5, 6에 표시하였으며, 이에 대한 분석 결과를 Table I에 정리하였다.

Fig. 5에서처럼 13 K에서 측정한 Mössbauer 스펙트럼 결과는 전형적인 spinel 페라이트의 스펙트럼과 같이 A(tetrahedral), B(octahedral) 자리에 의한 두 세트로 구성된 sextet의 공명흡수선을 이루고 있음을 알 수 있으며, 측정온도가 증가하여 130 K에서는 공명흡수선 중앙에 doublet의 공명흡수선이

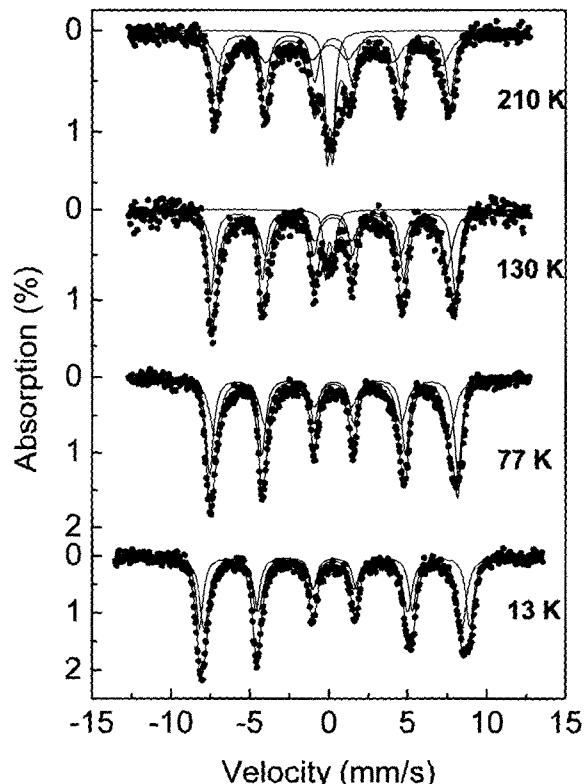


Fig. 5. The Mössbauer spectra of $\text{Ni}_{0.9}\text{Zn}_{0.1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ nanoparticle measured at low temperatures.

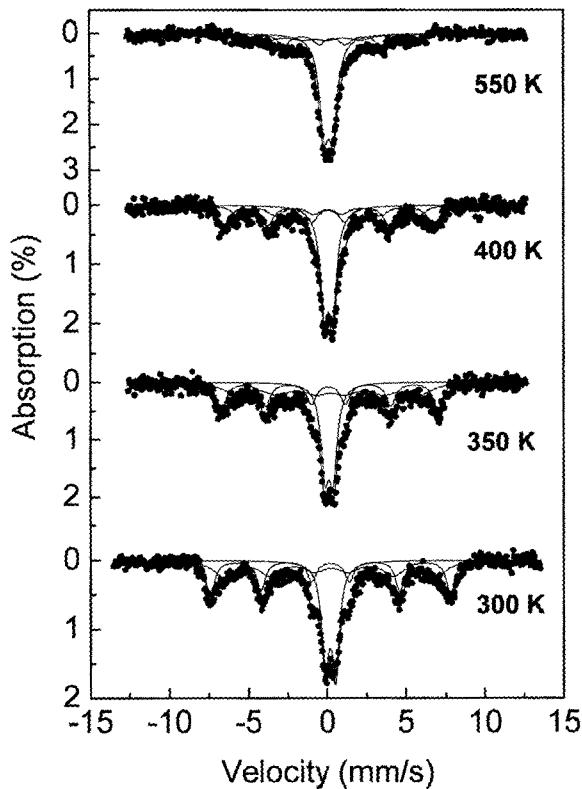


Fig. 6. The Mössbauer spectra of $\text{Ni}_{0.9}\text{Zn}_{0.1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ nanoparticle measured at high temperature.

나타나기 시작 하였으며, Fig. 6에서처럼 130 K 이상의 Mössbauer 스펙트럼은 A, B 자리 각각 sextet과 doublet으로 분석하였다. 이러한 결과는 상온에서의 초상자성의 특성을 보이는 Ni-Zn 페라이트 입자가 온도가 낮아짐에 따라 초상자성의 특성이 준강자성체로 변하는 특성을 가진다고 설명할 수

있다. 또한, Table I에서와 같이 13 K에서 A, B 자리의 초미세자기장값은 $H_{hf}(B)=532 \text{ kOe}$, $H_{hf}(A)=507 \text{ kOe}$ 로 나타났으며, 상온에서 이성질체 이동값은 $0.10\sim0.19 \text{ mm/s}$ 로 이 값은 A, B 자리 모두 Fe^{3+} 에 해당된다[18]. Néel 이론[11] 따르면

$$t = t_0 \exp(KV/kT) \quad (1)$$

로 나타내며, 여기서 t 는 초상자성의 완화시간(reaxation time), t_0 는 완화시간상수, K 는 자기이방성상수, V 는 나노입자의 체적, k_B 는 볼츠만상수, T 는 온도를 의미한다. Mössbauer 스펙트럼의 공명흡수선은 τ 가 Larmor precession time에 해당되는 10 ns 보다 훨씬 빠르면 doublet으로 나타나고 τ 가 10 ns 보다 훨씬 느리면 널카로운 sextet으로 나타나게 된다. 또한 Mössbauer 스펙트럼의 공명흡수선의 면적비 $R(T)$ 는

$$R(T) = [C - P(T)]/P(T) \quad (2)$$

로 나타낼 수 있으며, 여기서 C 는 공명흡수선의 전체면적, $[C - P(T)]$ 는 sextet의 면적, $P(T)$ 는 doublet에 대한 공명흡수선의 면적비를 나타낸다. Mössbauer 스펙트럼의 면적비가 $R(T)=1$ 즉, doublet의 면적이 전체 면적의 50%가 되는 온도를 중간 완화시간 $\tau_1=10^{-8} \text{ s}$ 일 때 중간차단온도로 정의된다[19]. Mössbauer 스펙트럼으로부터 측정된 sextet과 doublet의 면적비를 Fig. 7에 나타내었으며, Fig. 7로부터 중간차단온도 $T_1=400 \text{ K}$ 로 결정하였다.

또한, 거시적인 자성측정의 경우 중간완화시간과 중간차단온도는 중간완화시간인 경우 $\tau_2=10 \text{ s}$ 로 알려져 있으며[19], VSM 측정으로부터 측정된 T_g 의 중간인 125 K 를 중간차단온도 $T_2=125 \text{ K}$ 로 결정하였다. 입자의 평균크기가 10 nm 인 Ni-Zn 페라이트인 경우 Mössbauer 스펙트럼과 VSM으로부터 측

Table I. Mössbauer parameters for $\text{Ni}_{0.9}\text{Zn}_{0.1}\text{Fe}_2\text{O}_4$. Hhf is the magnetic hyperfine field in unit of kOe, EQ the quadrupole splitting, δ the isomer shift relative to metallic iron at room temperature in unit of mm/s and the area ratio for sextet/doublet.

Temperature (K)	Mössbauer parameters	Fitted spectrum				Magnetism
		sextet		doublet	sextet/doublet	
		B-site	A-site			
13	H_{hf} (kOe)	533	507	-	-	ferrimagnetic
	E_Q (mm/s)	0.00	0.00	-	-	
	δ (mm/s)	0.36	0.26	-	-	
77	H_{hf} (kOe)	521	493	-	-	ferrimagnetic
	E_Q (mm/s)	0.00	0.00	-	-	
	δ (mm/s)	0.33	0.26	-	-	
300	H_{hf} (kOe)	471	424	-	-	superparamagnetic
	E_Q (mm/s)	0.00	0.00	0.51	2.0	
	δ (mm/s)	0.19	0.16	0.10	0.10	
400	H_{hf} (kOe)	440	378	-	-	superparamagnetic
	E_Q (mm/s)	0.01	0.01	0.59	1.0	
	δ (mm/s)	0.13	0.10	0.11	0.11	

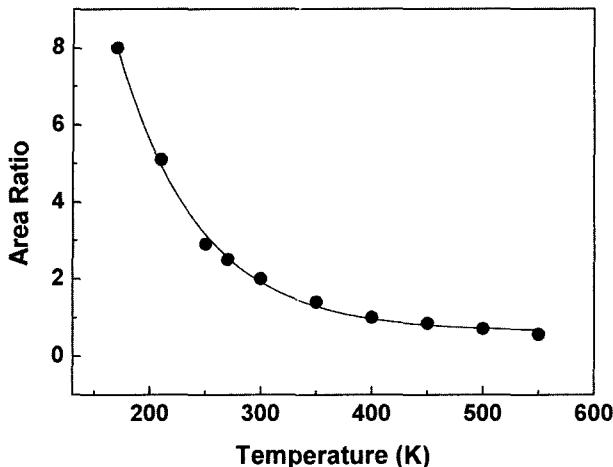


Fig. 7. Temperature dependence of the area ratio for $\text{Ni}_{0.9}\text{Zn}_{0.1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ nanoparticle.

정된 2개의 τ 와 T 를 식(1)에 대입하여 자기이방성상수 및 완화시간상수를 구하였으며, 그 결과 자기이방성상수 $K=1.0 \times 10^6 \text{ erg/cm}^3$, 완화시간상수 $\tau_0=5.0 \times 10^{-13} \text{ s}$ 의 값을 얻을 수 있었다. 초상자성 나노 입자를 연구하는 데 있어 τ_0 의 값이 매우 중요하나, 일반적으로, 나노 입자인 경우 약 $10^{-9} \sim 10^{-10} \text{ s}$ 값을 적용시켜왔다[20]. 그러나, 많은 실험결과로부터 τ_0 의 값이 이 값보다 훨씬 작다는 것이 보고 되고 있으며, 따라서 완화시간 상수 τ_0 에 대한 더 많은 연구가 필요하다고 생각된다[21]. 우리의 실험결과로부터 얻은 τ_0 는 $\text{Fe-(SiO}_2)$ films의 결과인 $1.4 \times 10^{-13} \text{ s}$ 의 값과 잘 일치함을 알 수 있었다[21]. 또한, 상온에서 초상자성 특성을 갖는 Ni-Zn 페라이트에 대한 온열치료로의 응용가능성을 확인하기 위하여 7 MHz의 교류자기장하에서 시간 변화에 따른 온도변화를 측정하였으며, 그 결과를 Fig. 8에 나타내었다.

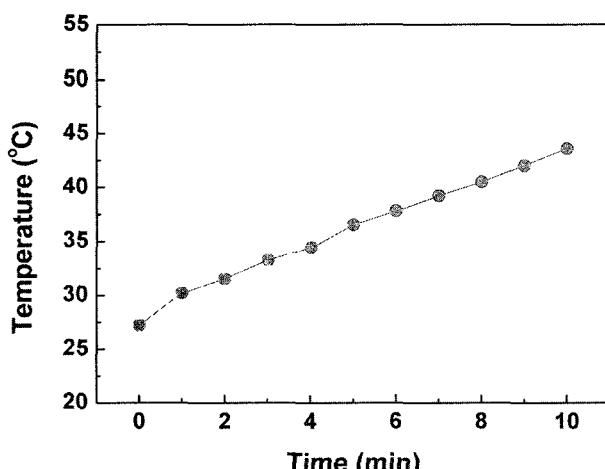


Fig. 8. Representative in situ temperature profile under AC magnetic field at 7 MHz.

Fig. 8에서처럼 초기에 온도가 27.2°C 였던 Ni-Zn 페라이트가 10분 동안에 온열온도인 43.6°C 로 가온 됨을 알 수 있었다. 암세포는 비 정상적인 주변환경으로 인해 저산소 상태, 영양부족 상태, 산성상태, 혈관 및 신경의 미 발달 상태에 있으므로 혈액순환에 의한 냉각효과가 없어 정상세포에 비해 온열($42\sim45^\circ\text{C}$)에 매우 민감함이 알려져 있으며[22], 따라서 온열온도인 $42\sim45^\circ\text{C}$ 의 범위로 유지시키기 위한 외부 조절장치가 추가된다면 향후 독성실험, 동물 실험 및 인체 적성 실험을 통해 온열치료에 가능한 나노 자성 재료로써 응용 가능성을 보여 주고 있다.

IV. 결 론

Sol-gel법을 이용하여 $\text{Ni}_{0.9}\text{Zn}_{0.1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 입자를 제조한 후 입자의 크기 및 자기적 성질을 DTA/TGA, x-선 회절법, SEM 측정과 Mössbauer 분광법, VSM을 이용하여 연구하였다. DTA/TGA, SEM 및 x-선 회절 실험으로부터 300°C 에서 열처리한 입자가 순수한 cubic spinel 구조를 가지며, 평균입자 크기가 10 nm 인 균일한 구형상 입을 알 수 있었다. Mössbauer 분광실험 및 VSM 측정으로부터 300°C 에서 열처리한 입자가 상온에서 초상자성의 특성을 가지고 있음을 알 수 있었으며, 13 K에서 573 K까지 Mössbauer 스펙트럼을 취한 결과 400 K에서 sextet과 doublet의 공명흡수선의 면적비가 같아짐을 알 수 있었다. 또한, 상온에서 이성질체 이동값이 $0.10\sim0.19 \text{ mm/s}$ 로 A, B 자리 모두 Fe^{3+} 로 나타났으며, VSM 측정 결과 초상자성의 특성을 잃어버리는 차단온도 T_B 는 250 K 로 결정하였다. 또한 자기이방성상수 $K=1.0 \times 10^6 \text{ erg/cm}^3$, 완화시간상수 $\tau_0=5.0 \times 10^{-13} \text{ s}$ 의 값을 얻었으며, 교류 발열 측정기를 이용하여 자기발열 상태를 조사한 결과 10분 후 온열온도인 43.6°C 로 가온되었다. 따라서 균일한 분포와 구형인 초상자성 10 nm 인 Ni-Zn 페라이트는 온열치료, 약물 전달 시스템, MRI의 조형제와 같은 바이오 의약품에 응용이 가능할 것이라 생각된다.

참고문헌

- [1] Y. Qiang, J. Antony, M. G. Marino, and S. Pendyala, IEEE Trans. Mag., **40**(6), 3538(2004).
- [2] S. Sun, and H. Zeng, J. Am. Chem. Soc., **124**, 8204(2002).
- [3] R. K. Soong, G. D. Bachand, H. P. Nerves, A. G. Olkhovets, and C. D. Montemagno, Science, **290**, 1555(2000).
- [4] V. Skumryev, S. Stoyanov, Y. Zhang, G. Hadjipanayis, D. Givord, and J. Nogue's, Nature, **423**, 19(2003).
- [5] M. Ghosh, G. Lawes, A. Gayen, G. N. Subbanna, W. M. Reiff, M. A. Subramanian, A. P.Ramirez, J. P. Zhang, and R. Seshadri, Chem. Mater., **16**, 118(2004).

- [6] S. H. Im, T. Herricks, Y. T. Lee, and Y. Xia, Chem. Phys. Lett., **401**, 19(2005).
- [7] L. B. Bangs, Pure. Appl. Chem., **68**, 1873(1996).
- [8] Q. Chen, and Z. J. Zhang, Appl. Phys. Lett., **73**, 3156(1998).
- [9] S. R. Ahmed, S. B. Ogale, G. C. Papaefthymiou, R. Ramesh, and P. Kofinas, Appl. Phys. Lett., **80**(9), 1616(2002).
- [10] S. Roy, and J. Ghose, J. Appl. Phys., **87**(9), 6226(2000).
- [11] B. K. Nath, P. K. Chakrabarti, S. Das, U. Kumar, P. K. Mukhopadhyay, and D. Das, Eur. Phys., B, **39**, 417(2004).
- [12] S. W. Lee, Y. G. Ryu, K. J. Yang, S. Y. An, and C. S. Kim, J. Appl. Phys., **91**(10), 610(2002).
- [13] Y. P. Fu, and C. H. Lin, J. Magn. Magn. Mater., **251**, 74(2002).
- [14] T. Nakamura, J. Magn. Magn. Mater., **168**, 285(1997).
- [15] S. J. Kim, K. D. Jung, and C. S. Kim, Hyperfine Interactions, **156**, 113(2004).
- [16] C. Caizer, Mater. Science and Eng., B, **100**, 63(2003).
- [17] Cullity, Introduction to magnetic materials, (Addison-Wesley Publishing Co. 1972).
- [18] H. N. Ok, K. S. Baek, H. S. Lee, and C. S. Kim, Phys. Rev. B, **41**, 62(1990).
- [19] A. J. Rondinone, A. C. S. Samia, and Z. J. Zhang, Appl. Phys. Lett., **76**(24), 3624(2000).
- [20] D. Pajić, K. Zadro, Robert E. V., and I. Nedkov, J. Magn. Magn. Mater., **281**, 353(2004).
- [21] G. Xiao, S. H. Liou, A. Levy, J. N. Taylor, and C. L. Chien, Phys. Rev. B, **34**, 7573(1986).
- [22] Y. K. Lee, and S. Y. Choi, J. Am. Ceram. Soc., **79**(14), 992(1996).

Magnetic Properties of Superparamagnetic Ni-Zn Ferrite for Nano-Bio Fusion Applications

Seung Wha Lee, Yeon Guk Ryu, Kea Joon Yang and Jung Su An

*Department of Electronic Engineering (Research Institute of BINT New Technology),
Chungju National University, Chungju 380-702, Korea*

Chul Sung Kim*

Department of Physics, Kookmin University, Seoul 136-702, Korea

(Received 22 February 2005, in final form 16 March 2005)

$\text{Ni}_{0.9}\text{Zn}_{0.1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ nanoparticles have been prepared by a sol-gel method. The structural and magnetic properties have been investigated by DTA/TGA, XRD, SEM, and Mössbauer spectroscopy, VSM. $\text{Ni}_{0.9}\text{Zn}_{0.1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ powder that was annealed at 300 °C has spinel structure and behaved superparamagnetically. The estimated size of superparamagnetic Ni-Zn ferrite nanoparticle is around 10 nm. The hyperfine fields at 13 K for the A and B patterns were found to be 533 and 507 kOe, respectively. The blocking temperature (T_B) of superparamagnetic $\text{Ni}_{0.9}\text{Zn}_{0.1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ nanoparticle is about 250 K. The magnetic anisotropy constant and relaxation time constant of $\text{Ni}_{0.9}\text{Zn}_{0.1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ nanoparticle were calculated to be 1.6×10^6 ergs/cm³ and $\tau_0 = 5.0 \times 10^{-13}$ s, respectively. Also, Temperature increased up to 43 °C within 10 minutes under AC magnetic field of 7 MHz. It is considered that $\text{Ni}_{0.9}\text{Zn}_{0.1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ powder that was annealed at 300 °C is available for biomedicine application such as hyperthermia, drug delivery system and contrast agents in MRI.

Key words : superparamagnetic, nano-bio fusion, Mössbauer spectroscopy, sol-gel method