

## 에멀전법으로 합성한 Cobalt-Iron Hydroxide Carbonate로부터 초미립 코발트 페라이트의 합성

건양대학교      안양규\*  
한국과학기술원      김세훈  
한국자원연구소      이효숙

Preparation of Ultrafine Co-ferrite from Cobalt-Iron Hydroxide Carbonate Synthesized Using Microemulsion Method.

Konyang University      Y. K. Ahn\*  
Korea Institute of Advanced Science and Technology      S. H. Kim  
Korea Institute of Geology, Mining & Materials      H. S. Lee

### 1. 서론

나노 크기의 초미립 자성체는 마이크로미터 크기 이상의 덩어리 자성체에서는 볼수 없는 자기적 특성 때문에 많은 연구가 되고 있다. 최근에 와서 마이크로에멀전법을 이용하여 철이나 코발트와 같은 금속의 형태의 자성체나 마그네타이트와 같은 산화물 자성체의 합성에 관한 많은 보고가 있었다. 나노 크기의 코발트 페라이트 합성은 공침법[1]이나 에멀전법[2]으로 직접 합성하거나, 공침법으로 전구물질을 합성한 후 열처리에 의해 제조하는 방법에 대한 연구[3,4]가 최근에 발표 되었다.

본 연구에서는 우선 마이크로에멀전법으로 코발트 페라이트의 전구물질로 쓰이는 cobalt-iron hydroxide carbonate를 나노 크기로 만들고, 이를 열처리하여 최종적으로 수 나노미터 크기의 초미립 코발트 페라이트를 제조하였다. 이렇게 제조한 페라이트를 X-선 형광분석법(EDX)과 X-선 회절법(XRD)으로 화학성분비와 구조를 확인하고, 투과전자현미경(TEM)을 사용하여 크기의 변화를 관찰하였다. 또한 나노 크기의 코발트 페라이트가 갖는 자기적 특성을 SQUID(Superconducting Quantum Interface Device)를 이용 측정하였다.

### 2. 실험방법

에멀전 용액은 기존의 방법[5]을 바탕으로 만들었다. 용매로 이소옥탄올, 계면활성제로는 Aerosol-OT를 사용하였고, 염기성 용액으로는 탄산나트륨 0.2 M 수용액을 만들어 사용 하였다. 금속이온 용액은  $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 와  $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 를 몰비 1:2의 0.1 M 수용액으로 만들어 사용하였다. 물에 대한 이소옥탄올의 농도비는 3.88에서 5.45의 범위에서 정하였다. 코발트(II)와 철(II)이 녹아있는 에멀전 용액과 염기성 수용액의 에멀전 용액을 혼합하여 침전물을 얻었다. 얻은 침전물은 이소옥탄올로 침전물이 풀려 콜로이드가 될 때까지 씻어 주었다. 얻어진 코로이드는 우선 실온에서 말린 후, 열처리에 사용하였다. 실온 건조된 시료는 열중량분석(TGA/DTA)에 사용하였고, 합성된 Cobalt-Iron Hydroxide Carbonate로부터 최종적인 Co-페라이트를 얻기 위해 330°C로 열처리 하였다. 열처리 한 시료는 TEM/EDX를 사용하여 입자의 크기 및 화학 성분을 분석하고, XRD를 사용하여 Co-페라이트의 결정 생성을 확인 하였다. 얻은 Co-페라이트의 자기적 특성은 SQUID를 사용하여 조사하였다.

### 3. 실험결과 및 고찰

실은 건조하여 얻은 침전물을 TGA/DTA를 사용하여 분석한 결과 시료는 약 300℃ 이상에서 Cobalt-Iron Hydroxide Carbonate로부터 물과 이산화탄소가 빠져나가는 과정이 완성됨을 알 수 있었다. 물에 대한 이소옥탄의 몰비가 3.88인 조건에서 만들어진 침전물을 330℃에서 6시간 열처리하여 얻은 입자의 모습은 Fig.1과 같이 나타났으며, 평균 크기는 9nm였다. 각 입자들에 대한 EDX의 화학분석결과를 입자의 코발트와 철의 원자비가 1:2임을 보여주었다. 물에 대한 이소옥탄의 농도비를 3.14로 하여 얻은 침전물을 같은 열처리 조건으로 하여 얻은 Co-페라이트의 크기는 약 6nm로 측정되었다. 이 Co-페라이트는 실온에서는 초상자성을 보여주나, 온도가 5 K인 분위기에서는 Fig. 2에 나타난 바와 같이 보자력이  $H_c(5K) = 15.5$  kOe의 값을 갖는 것으로 측정되었다. 자기장을 걸지 않고 5K까지 냉각시킨 후, 50 kOe의 자기장을 걸어 주고, 300 K까지 온도를 올리면서 측정한 자화도는 Fig. 3과 같이 관측 되었다.

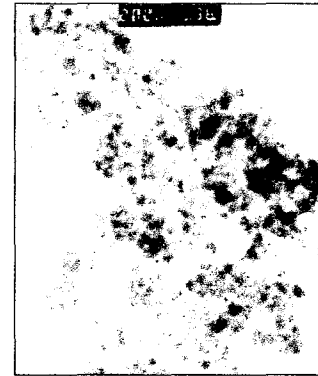


Fig. 1. TEM micrograph of co-ferrite particles

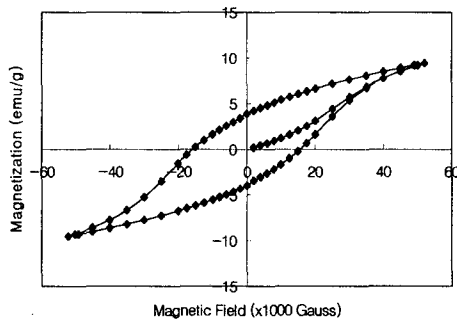


Fig. 2. Hysteresis loop measured in a field of +52~-52 kOe at T = 5 K.

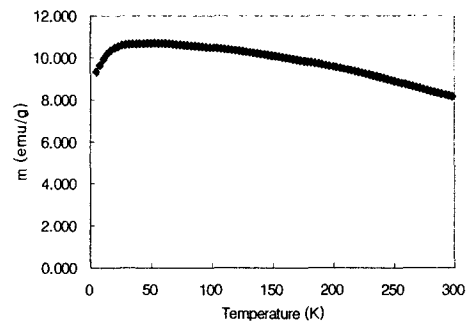


Fig. 3. ZFC thermomagnetic curve measured in a field of 50 kOe.

### 4. 결론

마이크로에멀전법으로 나노크기의 Cobalt-Iron Hydroxide Carbonate를 침전물을 얻고, 이를 열처리하여 수 나노미터 크기의 Co-페라이트를 얻을 수 있었다. 평균 크기가 6nm인 Co-페라이트의 경우 보자력은 5 K에서 15.5 kOe의 값을 갖으며, ZFC(zero-field-cooling)의 조건에, 50 kOe의 자기장하에서 최고 포화 자화도값은 10.7 emu/g으로 측정되었다.

1. F.A. Tourino and R.F.R. Massart, J. Mater. Sci. 25, 3249(1990)
2. N. Moumen, P. Veillet and M.P. Pileni, J. Magn. Magn. Mater. 149, 67(1995)
3. E. Uzunova, D. Klissurski, I. Mitov and P. Stefanov, Chem. Mater. 5, 576(1993)
4. V. Blaskov, V. Petkov, V. Rusanov, Li.M. Martinez, B. Martinez, J.S. Munoz and M. Mikhov, J. Magn. Magn. Mater. 162, 331(1996)
5. M.A. Lopez-Quintela, J. Rivas, J. Colloid Interface Sci. 158, 446(1993)