

## Sol-gel 법에 의한 초미세 NiZnCu ferrite 의 분말과 박막의 자기적 성질 연구

국민대학교 물리학과 김 우 철\*, 김 삼 진, 김 영 완, 김 철 성  
 건국대학교 물리학과 이 재 광  
 군사과학대학원 지 상 회

## Magnetic properties of ultrafine NiZnCu ferrite powders and thin films by a sol-gel method

Kookmin University W. C. Kim\*, S. J. Kim, Y. W. Kim, C. S. Kim  
 Konkuk University J. G. Lee  
 Advanced Institute of Military Science and Technology S. H. Ji

## 1. 서론

최근들어서 초미세 자성 분말과 박막에 관한 연구가 국내·외적으로 활발히 진행되고 있으며 습식합성법과 저온소결을 이용하여 합성분말과 박막의 열처리온도에 따른 자기적 특성에 관한 연구가 이루어 지고 있다.[1,2] NiZnCu 페라이트는 혼합페라이트로서 상업적으로 그 응용범위가 넓으며, 특히 고주파수 영역에서 전파흡수특성이 매우 우수하여 전파흡수체 물질로 사용되고 있다.[3,4] 본 연구에서는 우수한 전파흡수재료로 알려진  $Ni_{0.63}Zn_{0.17}Cu_{0.2}Fe_2O_4$  를 sol-gel 법을 이용하여 초미세 분말과 박막을 제조하여 x-선 회절기와 Mössbauer 분광기, 진동시료 자화율 측정기(VSM), transmission electron microscopy (TEM), atomic force microscope (AFM)로 열처리온도에 따른 결정학적 및 자기적 특성을 연구하였다.

## 2. 실험방법

Sol-gel 법을 사용하여 초미세  $Ni_{0.63}Zn_{0.17}Cu_{0.2}Fe_2O_4$  의 분말과 박막 시료를 제조하였다. 99% 이상 고순도의  $Ni(CH_3CO_2)_2 \cdot 4H_2O$ ,  $Zn(NO_3)_2 \cdot 9H_2O$  와  $Cu(CH_3CO_2)_2 \cdot 4H_2O$  를 먼저 초음파 세척기에서 2-methoxyethanol(MOE)를 용매로 하여 용해한 후 용액의 안정성과 수화반응 및 용액의 점도를 조절하기 위하여 10 cc 의 증류수 및 2 cc 의 diethanolamine(DEA)을 첨가한 후 다시 용액에  $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$  를 첨가하여 30 분간 회석한 후 약 70 °C 온도에서 12 시간 자석 교반기를 이용하여 용액을 다시 회석 하였다. 용액을 분당 4,000 회의 회전속도로 30 초간 spin-coating 하여 산화 열처리한 Si 박막 위에 페라이트 박막을 형성하였다. 기판은 박막 물질과의 점착 특성을 고려하여 Si(100) wafer 상부에 buffer layer 로 300 ~ 400 Å 두께의 Pt가 sputtering 증착된 것을 사용하였다. Coating 한 페라이트 박막은 3 시간 동안 공기중에서 열처리하였다. 회석된 용액을 100 °C 의 건조기에서 24 시간 동안 물과 2-MOE 를 제거하여 건조된 분말을 제조하였다. 건조된 분말은 공기 중에서 여러 온도로 6 시간 동안 열처리하여 spinel 페라이트 분말을 얻었다. 열처리한 분말과 박막의 결정성과 표면거칠기를 조사하기 위하여 Cu-K $\alpha$  선을 사용하는 x-선 회절기와 AFM 을 사용하였다. 열처리온도에 따른 자기적 특성 및 입자크기를 조사하기 위해 전기역학적 등가속도형 Mössbauer 분광기, VSM 및 TEM 을 사용하였다.

## 3. 실험결과 및 고찰

X-선 회절실험과 Mössbauer 분광실험 결과로부터 450 °C 이상에서 소결한 분말이 단일한 cubic spinel 구조를 가지고 있고, 자기적으로 준강자성체를 나타냄을 알 수 있었다. Mössbauer 분광실험결과 250,

350 °C에서 열처리한 분말은 실온에서 준강자성체와 상자성체의 성질을 동시에 가지고 있고, 준강자성체의 백분율은 60.5 %와 47.9 %를 가짐을 알 수 있었다. 650 °C에서 소결한 분말의 경우 격자상수값은  $a_0=8.370$  Å 이었고, 실온에서 A, B 자리 초미세 자기장값은  $H_h(A)=480$  kOe,  $H_h(B_0)=514$  kOe,  $H_h(B_1)=493$  kOe,  $H_h(B_2)=451$  kOe,  $H_h(B_3)=443$  kOe,  $H_h(B_{avr.})=488$  kOe 를 나타냈다. 이성질체 이동값의 결과 A, B 자리 모두  $Fe^{3+}$ 를 나타냈다. VSM 실험결과 823 K 이상에서 열처리한 분말시료가 보자력이 감소하고 포화자화값이 증가하였으며, 최대보자력과 포화자화값은  $H_c=160$  Oe 와  $M_s=64$  emu/g 인 값을 나타냈다. 열처리온도가 증가함에 따라 입자크기는 증가하였으며 400 °C 열처리온도에서 입자크기는 19 Å 를 가짐을 알 수 있었다. 550, 650 °C 에서 열처리한 박막의 경우 분말 시료와 같은 cubic spinel 구조이었으며 AFM 실험으로 표면 거칠기는 49, 45 Å 를 가짐을 알 수 있었다.

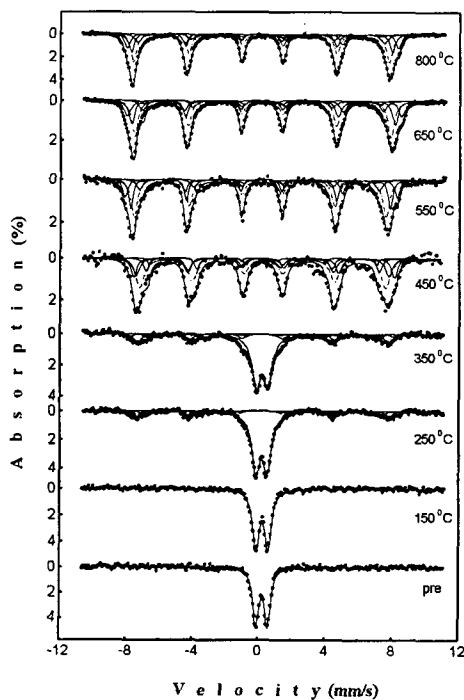


Fig. 1. Room-temperature Mössbauer spectra of  $Ni_{0.63}Zn_{0.17}Cu_{0.2}Fe_2O_4$  as a function of annealing temperature.



Fig. 2. The TEM images of  $Ni_{0.63}Zn_{0.17}Cu_{0.2}Fe_2O_4$  powder annealed at 400 °C .

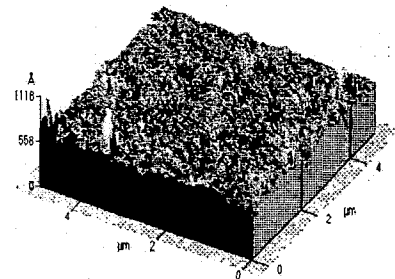


Fig. 3. The AFM image of  $Ni_{0.63}Zn_{0.17}Cu_{0.2}Fe_2O_4$  thin film annealed at 650 °C .

#### 4. 참고문헌

- [1] C. S. Kim, Y. S. Yi, K. T. Park, H. Namgung, and J. G. Lee, *J. Appl. Phys.* **85**, 5223 (1999).
- [2] J. G. Lee, H. M. Min, C. S. Kim, and Y. J. Oh, *J. Magn. Magn. Mater.* **177-181**, 900 (1994).
- [3] T. Nakamura, *J. Magn. Magn. Mater.* **168**, 285 (1997).
- [4] J. Y. Hsu, W. S. Ko, H. D. Shen, and C. J. Chen, *IEEE Tran. on Mag.* **30**, 4875 (1994).