한국자기학회 2006년도 임시총회 및

하계학술연구발표회

KMS 2006 Summer Conference

논문개요집

· 일시 : 2006. 6. 8(목)~10(토)
· 장소 : KIST 강릉 분원 (강원도 강릉시 소재)
· 주최 : 한국자기학회
· 후원 : 삼성전자(주)
한국과학기술단체총연합회

Digests of the KMS 2006 Summer Conference

The Korean Magnetics Society

II-24

$Li_{0.5}Fe_{2.5}O_4$ 입자크기에 따른 자기적 특성에 관한 연구

현성욱*, 강건욱, 김철성
국민대학교 물리학과

1. 서론

최근 Li 이온 이차전지의 전극으로 사용되는 Li_xCoO_2 물질에서, 경제적 양산의 문제점을 극복하기 위해 Cobalt를 대체할 수 있는 물질에 관한 연구가 많이 이루어지고 있다[1][2]. 그 중 Li-ferrite에 관한 연구는 저렴한 가격과 마이크로웨이브 소자로의 응용가능성으로 인해 여러 분야에서 관심이 고조되고 있다. 또한 나노크기를 가지는 입자의 경우, 상온에서의 초상자성 현상으로 인해 바이오 응용분야 (온열치료, 약물전달체계) 로도 현재 많은 연구가 이루어지고 있는 실정이다. 그러나, 대부분의 연구 결과가 Li-ferrite 물질의 전기적 특성 분야에 편향되어 있어 그 기초 물성적 측면의 연구가 필수적이라 할 수 있다.

본 연구에서는 수 nm ~ 40 nm 의 다양한 입자 크기로 제어되어 단일상으로 제조된 $Li_{0.5}Fe_{2.5}O_4$ 에 대하여 그 결정학적 및 자기적 특성을 연구하였다.

2. 실험방법

$Li_{0.5}Fe_{2.5}O_4$ 나노 시료는 고온 열분해법(HTTD) 및 Sol-gel 법의 두 가지 방법으로 제조 되었다. 출발원료는 순도 99.9 % 의 Iron(III) acetylacetonate, 97 % 의 Lithium acetylacetonate, 99.999 % 의 Lithium acetate dehydrate, 99.99 % 의 Iron(III) nitrate nonahydrate 를 사용하였으며, 주 용매는 Methyl alcohol, 2-MOE, Penzyl ether, Benzyl ether를 사용하였다. 고온 열분해법에서는 Penzyl ether와 Benzyl ether의 끓는점 (Phenyl ether : 532 K, Benzyl ether : 571 K)에서 2시간 동안 합성반응을 유지하여, 수 nm ~ 10 nm 로 제어된 검은색의 $Li_{0.5}Fe_{2.5}O_4$ 나노입자를 얻을 수 있었다[3]. 한편, Sol-gel법으로는 600 °C 와 700 °C에서 열처리함으로써 10 nm ~ 40 nm 크기의 검붉은색 시료를 얻을 수 있었다.

제조된 $Li_{0.5}Fe_{2.5}O_4$ 나노입자의 결정구조를 확인하기 위하여 x-선 회절기 (XRD)를 이용하였고, 거시적 자성을 조사하기 위하여 진동시료 자화율 측정 장치 (VSM)를 이용하였다. 또한, 뫼스바우어 분광기를 이용하여 4.2 K와 상온 (295 K)에서의 미시적인 자성을 조사하였다.

3. 실험결과 및 고찰

본 연구에서는 두 가지 시료제조법을 이용한 입자 크기의 변화에 따른 구조적 변화와 자기적 특성의 변화를 보고자 하였다. 제조된 $Li_{0.5}Fe_{2.5}O_4$ 분말의 결정학적 특성을 알아보기 위하여 XRD 측정을 수행하였고, 그 결과를 Fig.1에 나타내었다. 고온 열분해법으로 제조한 시료의 경우 (a) 6.4 nm, (b) 9.6 nm, Sol-gel법을 사용하여 제조한 시료의 경우 (c) 31 nm, (d) 42 nm 의 입자 크기를 가지는 $Li_{0.5}Fe_{2.5}O_4$ 분말을 얻을 수 있었다. XRD 실험 결과로부터 Scherrer equation 을 이용하여 입자 크기를 계산할 수 있었다[4]. 또한 XRD 패턴의 정량적인 정련 분석을 수행한 결과, 시료 (a)와 (b) 의 경우 팔면체를 점유하는 Li 이온과 Fe 이온이 random한 분포의 disordered phase를 가지며, 시료 (c)와 (d) 의 경우는 Li 이온과 Fe 이온이 1 : 3의 비율로 팔면체 자리를 점유하는 ordered phase 를 형성함을 확인할 수 있었다[5]. VSM 측정을 통하여 입자 크기에 따른 포화 자화 값을 측정한 결과, (a)

55.7 emu/g, (b) 67.3 emu/g, (c) 59.7 emu/g, (d) 53.8 emu/g 을 가짐을 알 수 있었다. 뫼스바우어 스펙트럼으로부터 온도 변화에 따른 급격한 선폭 증가가 관측되는데, 이는 magnetic moment relaxation time 에 의한 초상자성의 발현으로 해석할 수 있었다. 4.2 K 의 $Li_{0.5}Fe_{2.5}O_4$ relaxation frequency 는 시료(a)에서 f = 1.57 $\Gamma/\hbar$, (b)에서 f = 1.55 $\Gamma/\hbar$로 분석되었으며, 상온에서 시료(a)는 f = 473.43 $\Gamma/\hbar$, (b)는 f = 4.95 $\Gamma/\hbar$로 분석되었다.

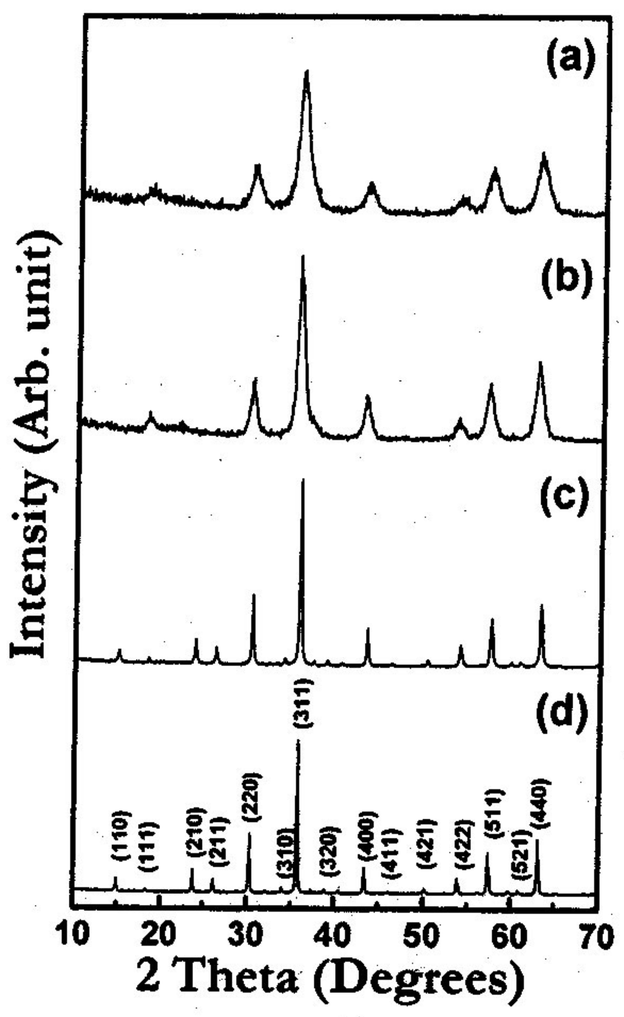

Fig. 1 $Li_{0.5}Fe_{2.5}O_4$ X-선 회절도 (a) 6.4 nm (b) 9.6 nm (c) 31 nm (d) 42 nm

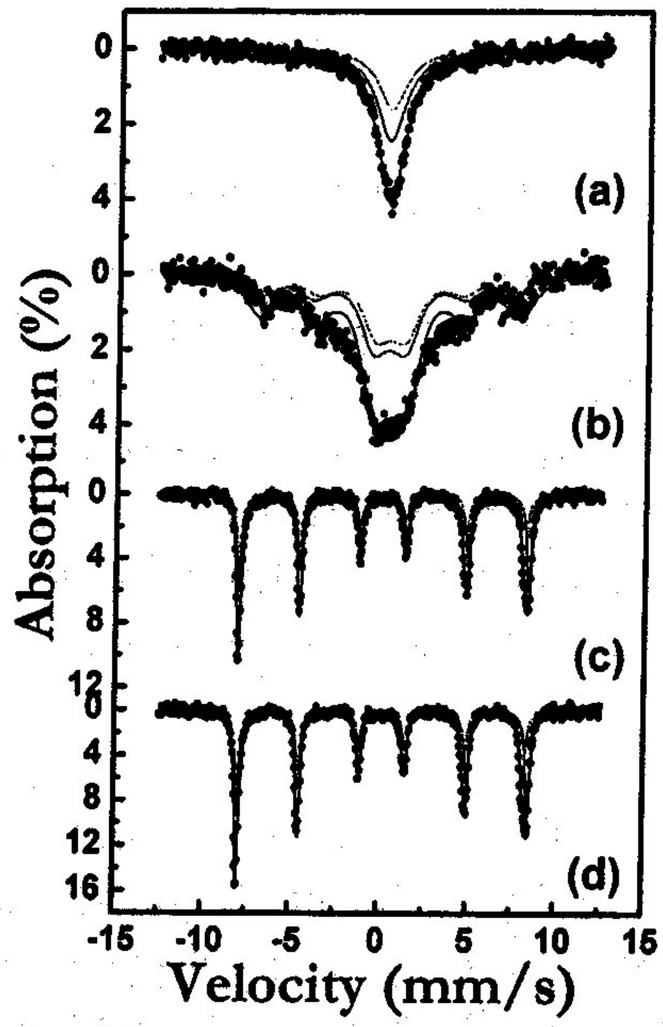

Fig. 2 $Li_{0.5}Fe_{2.5}O_4$ 의 뫼스바우어 스펙트럼 (a) 6.4 nm (b) 9.6 nm (c) 31 nm (d) 42 nm

4. 참고논문

[1] Xiaoxia Li, *et al.*, J. Phys. Chem. B. **109**, 14017 (2005).

[2] Xiong Wang, *et al.*, Nanotechnology, **16**, 2677 (2005).

[3] Shouheng Sun and Hao Zeng, J. AM. Chem. Soc. **124**, 8204 (2002).

[4] D. K. Kim, *et al.*, JMMM., **225**, 30 (2001).

[5] K. U. Kang, *et al.*, J. Appl. Phys. **99**, 08M917-1 (2006).