

연소 화염법에 의한 γ -Fe₂O₃ 나노 입자의 합성 (Synthesis of Nano-sized γ -Fe₂O₃ by Combustion Flame Method)

요업기술원 정영근*, 서울대학교 최만수

몇몇의 극미세 입자는 기존의 마이크론 크기의 재료와 비교하여 새롭고, 또한 탁월한 재료 특성을 나타내어 첨단 물질로서 많은 주목을 받고 있다. 이러한 재료 중에서 대표적인 것이 초상자성(superparamagnet) 특성을 나타내는 나노미터 크기의 γ -Fe₂O₃ 입자이다. 이 초상자성 재료는 거대자기저항 (giant magnetoresistance, GMR) 특성을 이용하여 차세대 정보 시스템의 기록매체로 응용이 가능하고, 또한 자기열적효과(magnetocaloric effect)를 이용하여 냉매를 사용하지 않고 냉동 상태를 얻을 수 있다. 본 연구에서는 비교적 간단한 장치로 고온을 얻을 수 있어 극미세 입자의 합성에 많이 사용되고 있는 연소 화염법을 이용하였다. 나노미터 크기의 γ -Fe₂O₃ 입자는 철이온을 함유하고 있는 iron (III) acetylacetonate 전구체(precursor)를 산소-수소 혼합가스 화염으로 직접 연소시켜 합성하였다.

본 실험에서는 전구체의 공급을 위하여 iron (III) acetylacetonate 분말이 담긴 스테인레스 용기를 silicon oil bath에서 170℃로 가열하였다. 이 분말의 증기는 질소 가스와 함께 섞어서 버너에 연속적으로 공급하였다. Iron (III) acetylacetonate 증기를 함유하고 있는 질소 가스의 유량은 1200 cm³/min로 고정하였다. 합성된 분말의 상(phase) 분석은 X-선 회절법 (X-ray diffractometry, XRD)을 이용하였고, 입자의 크기 및 형태는 투과전자현미경 (transmission electron microscopy, TEM)을 이용하여 분석하였다.

합성된 철 산화물 분말의 XRD 패턴을 보면 수소 유량 600 cm³/min (화염 온도: 800℃) 이상의 조건에서 합성된 모든 분말은 γ -Fe₂O₃인 것을 알 수 있다. 또한 XRD 패턴상의 각 피크는 폭이 넓은 형태를 나타내는 것으로부터 합성된 입자가 매우 미세한 결정질로 되어 있다는 것을 예상할 수 있다. 기존의 연구에 의하면 γ -Fe₂O₃는 2000K이상의 고온에서만 합성이 가능한 것으로 보고되어 있으나, 본 연구에서는 1000℃ 이하의 낮은 화염온도에서도 합성이 가능한 것으로 판명되었다. 따라서 고온에서 급속한 냉각에 의하여 불안정상인 γ -Fe₂O₃가 생성된다는 기존의 형성기구(formation mechanism)는 재검토되어야 하고, 낮은 온도에서도 불안정상인 γ -Fe₂O₃의 생성이 설명될 수 있는 새로운 형성기구가 제안되어야 할 것으로 생각된다.

그림 1은 합성된 γ -Fe₂O₃ 입자의 TEM 사진이다. 입자들은 육각형의 형태를 나타내는 것으로 보아 결정으로 잘 발달되어 있음을 알 수 있고, 입자들 간에는 약간의 응집이 일어났으나 hard agglomerate가 아닌 상태로 비교적 잘 분산되어 있다. 또한 TEM 사진을 이용하여 평균 입자 크기를 측정한 결과 20 nm 정도로 매우 미세한 입자들을 얻을 수 있었다.

이상의 결과로부터 본 연구에서는 전구체로서 iron (III) acetylacetonate를 사용하여 연소 화염법에 의한 저온에서의 나노 미터 크기의 γ -Fe₂O₃를 합성하는데 성공하였다. 합성된 분말은 약간의 응집체가 형성되어 있었으나 비교적 잘 분산되어 있었고, 평균입자크기 20 nm 정도의 입자를 얻을 수 있었다.



Fig. 1 TEM micrograph of γ -Fe₂O₃ synthesized by combustion flame process.