

화학적 환원방법을 이용한 FePtCu 나노입자의 합성 Synthesis of FePtCu nanoparticles by chemical reduction method

김순길, 이창우, 이재성†
한양대학교 재료화학공학부
(jslee@hanyang.ac.kr)

A
회
장

1. 서론

$L1_0$ -FePt 합금은 거대한 자기 이방성을 때문에, 초고밀도 자기 기록 매체를 위한 재료로 각광받고 있는 재료이다. FePt 나노입자의 경우, 합성시 disordered fcc구조이기 때문에 높은 자기 이방성을 갖기 위해서는 열처리 공정을 통해 ordered fct구조로의 상변태를 필요로 한다. 그러나 FePt 나노입자의 상변태 온도에서는, 작고 균일한 크기로 자기 조립된 FePt 나노입자가 응집되고 성장하며, 자기조립의 파괴 등으로 고밀도 자기기록장치로의 적용이 제한된다. 따라서 현재 FePt 합금의 정렬온도를 낮추기 위해 활성 용액을 이용한 직접적인 fct-FePt 나노입자 제조, 첨가물질(Au, Ag)의 첨가를 통한 FePt 나노입자의 제조 등의 다양한 방법을 이용하여 연구되고 있다.

본 연구에서는 Fe염, Pt염 그리고 Cu염을 첨가 후, 고분자 알코올을 사용하여 금속염에서 금속입자를 제조하는 환원공정을 적용하여 FePt 나노입자에 첨가 물질인 Cu를 넣어서 삼원계 합금 나노입자를 제조하고, 그에 따른 ordering 온도를 낮추는 방안에 대하여 조사하였다.

2. 실험방법

FePtCu입자는 용액중의 금속염이 고분자 알코올에 의해 환원되어 금속입자로 제조되는 환원 공정을 적용하여 합성하였다. 육틸 에테르 내에 Fe와 Pt 염 Cu염, 계면활성제(Oleic acid, Oleyl amine), 환원제(1,2-hexadecanediol)를 넣고 300°C에서 30분 동안 환류 시킨 후 실온까지 냉각하였다. 그 후 에탄올과 헥산을 이용하여 잔류 유기물을 제거하였다. FePtCu 나노입자의 조성 변수는 Cu염의 농도의 변화를 적용하였다. EDS를 이용하여 입자 내에서 Fe, Pt, Cu의 조성을 분석하였고, TEM을 이용하여 평균 입도와 형상을, disordered FePtCu 나노분말의 ordered FePtCu구조로의 상변태 온도는 in-suit XRD를 이용하여 Ar 분위기에서 10°C/min의 승온속도로 800°C까지 승온하면서 분석하였다.

3. 결과 및 결론

FePtCu 입자의 조성조성을 분석한 결과 $[Fe_{48}Pt_{49}]Cu_3$, $[Fe_{38}Pt_{35}]Cu_2$; 이었다. 기존에 보고된 것 같이 Fe, Pt, 그리고 Cu의 조성은 반응에서 양전하로 존재하는 Fe, Pt, Cu의 농도에 의해 결정되었다. TEM으로 관찰한 FePtCu 나노입자의 평균입도는 3.5nm이었으며, 입자의 형상은 구형이었다. 계면활성제가 육틸 에테르 용액 중에 미셀을 형성하기 때문에 구형의 입자와 단 분산된 나노입자가 제조되었다. in-suit XRD를 이용하여 fcc에서 fct 결정구조로의 정렬온도를 분석하였을 때, FePt 나노입자가 580°C에서 fct 결정구조를 가지는 것에 비해, FePtCu 나노입자는 650°C에서 fct 결정구조가 형성되었다. FePt 입자에 Cu가 열처리를 하여도 Cu가 석출되지 않고 FePt 나노입자 내에 남아있기 때문에 입자내의 Fe와 Pt가 fcc 구조에서 fct 구조로 변화하는데 장애물로 작용한다. 그래서 정렬온도가 높아진 것이라 판단된다.

이러한 결과로부터 Cu는 상전이가 일어나는 온도가 FePt 합금에 비해서 높게 나타났다. 이러한 결과는 $[FePt]Cu_{15}$ 로 제조한 박막이 300°C에서 fct 구조를 갖는 것과는 큰 차이를 나타내었다. 따라서 FePt 나노입자에서 Au나 Ag처럼 낮아지지 않고 높아졌는가에 대한 추가 실험이 필요할 것으로 판단된다.