

마그네타이트 나노입자의 합성 및 자기적 특성 연구 (Synthesis and Magnetic Properties of Magnetite Nanoparticles)

고승필*, 소준영, 조지용, J. H. Wu, 김영근
고려대학교 공과대학 신소재공학과, 서울시 성북구 안암동 5-1, 136-713

1. 서론

최근에 1차원 또는 0차원의 나노 크기를 갖는 물질 제조에 많은 연구진들이 노력을 들이고 있다. 나노 크기의 물질들은 그것들의 벌크 상태와 원자 개개의 상태 사이의 중간 크기에 해당하는 것으로 벌크 상태에서는 가질 수 없는 매우 흥미로운 전기적, 광학적, 자기적 그리고 화학적 특성을 지니고 있다. 현재 개개의 입자로 잘 분리된 단결정 나노 입자 합성에 대한 연구가 많이 진행되고 있으며 실제로 바이오산업, 정보저장 미디어, 센서 등에 응용이 가능하도록 잘 배열된 나노선 다발이나 나노 입자 배열을 구현하는데 노력을 기울이고 있다. 그리하여 나노입자의 크기를 잘 조절하는 것과 잘 분산된 나노 입자들을 얻는 것이 주요 이슈로 떠오르고 있다. 특히 마그네타이트는 인체에도 적용할 수 있는 물질로서 많은 관심을 얻고 있다 [1][2].

2. 실험방법

보다 작은 크기의 나노 입자를 위해 공침법 및 고온열분해법을 이용해 합성을 시도하였다. $\text{FeCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 와 $\text{FeCl}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 를 혼합한 용액을 교반기를 이용하여 Ar 을 불어넣어주면서 2700 rpm 으로 교반시킨다. 이러한 용액에 알칼리 용액인 NaOH 수용액 또는 NH_4OH 용액을 첨가시키면 검은빛의 입자들이 석출되어 나온다. 이런 입자들을 DI water 로 씻어내고 원심분리 해내는 과정을 4번 반복 실시한다. 20°C , 40°C , 60°C , 80°C 에서 각각 실험을 진행하였다.

마그네타이트 입자를 합성하는 또 다른 방법으로 고온 열분해법을 이용하여 나노 입자를 합성하는 실험을 진행하였다. Iron acetylacetonate ($\text{Fe}(\text{acac})_3$) 를 이용하였고 용매로는 Octyl ether 를 사용하였다. 계면활성제(surfactant) 를 첨가하였고 260°C 까지 온도를 상승시킨 후 환류 시킨 뒤 상온으로 냉각시켰다. 여기에 에탄올을 첨가하고 원심 분리하여 헥산에 분산시켜 나노 입자 분산액을 얻었다.

3. 실험 결과 및 고찰

우선 공침법에 의해 마그네타이트 나노 입자를 합성하였고 온도에 관한 의존성을 관찰하였다. 결정성을 가진 4 nm 크기의 나노입자들을 확인할 수 있었고 XRD 회절 패턴을 통해 마그네타이트 입자의 결정구조를 확인할 수 있었으며 열처리를 통해 결정성이 강화됨을 알 수 있다. 온도를 증가시킬수록 입자의 크기가 4 nm 에서 2 nm 정도로 작아지는 것을 확인할 수가 있고 크기의 균일도 20°C 에서 합성된 것보다는 80°C 에서 합성한 입자가 더 고르게 분포함을 알 수 있다. 미세한 자성 나노 입자들은 분산시켜서 개개의 독립된 상태로 유지하는 것이 매우 어려운 문제인데 이를 개선하기 위해서 자성입자 분산액에 올레인산 (oleic acid)을 미량 첨가하였더니 분산도가 개선됨을 확인할 수 있었다. 60°C 에서 합성된 입자의 포화 자화값은 열처리 후에 20.2 emu/g 이었으며 이보다 저온인 20°C 에서 합성된 나노 입자의 포화 자화값은 24.0 emu/g 으로 좀더 큰 값을 보였다.

고온 열분해법을 이용해서 얻은 마그네타이트 나노 입자의 크기는 평균 2.7 nm를 가짐을 확인할 수 있고 비교적 구형의 모양을 잘 유지하고 있으며 크기도 균일함을 알 수 있다. 그리고 첨가제를 넣어 주었는데 나노 입자들이 뭉쳐있지 않고 잘 분리되어 개별적으로 존재하는 것으로 보아 분산도가 전 실험에 비해 개선되었다는 것을 확인할 수 있다. 나노 입자의 포화 자화값은 10.6 emu/g 으로 비교적 작은 값을 보였다. 이렇듯 나노 입자의 크기가 작아지면서 입자가 고르게 분포한다는 장점을 보이기

는 하지만 입자크기의 의존성이 큰 자화값 역시 크기가 줄어들어 따라 감소함을 알 수 있다.

4. 결론

공침법을 통해 합성한 나노 입자는 약 2 ~ 4 nm 의 크기를 보였고 반응온도가 증가함에 따라 나노 입자의 크기는 작고 크기분포도 좀 더 균일하였다. 반면, 포화자화값은 온도가 증가함에 따라 감소한다는 것을 알 수 있었다. 고온 열분해법으로 합성할 경우에 나노 입자의 크기는 2.7 nm를 가짐을 확인할 수 있었고 비교적 구형의 모양을 잘 유지하고 있으며 크기 또한 균일하였다. 그리고 나노 입자 분산액에 올레인 산 등을 첨가하여 나노 입자의 뭉침을 막고 분산 정도를 개선시킬 수 있음을 확인하였다.

5. 참고문헌

- [1] 'Nanoparticles : From Theory to Application', G. Schmid, Wiley-VCH, Weinheim (2004).
- [2] J. N. Park, K. J. An, Y. S. Hwang, J. G. Park, H. J. Noh, J. Y. Kim, J. H. Park, N. M. Hwang, and T. H. Hyeon, Nature Mater. 3. 891 (2005).

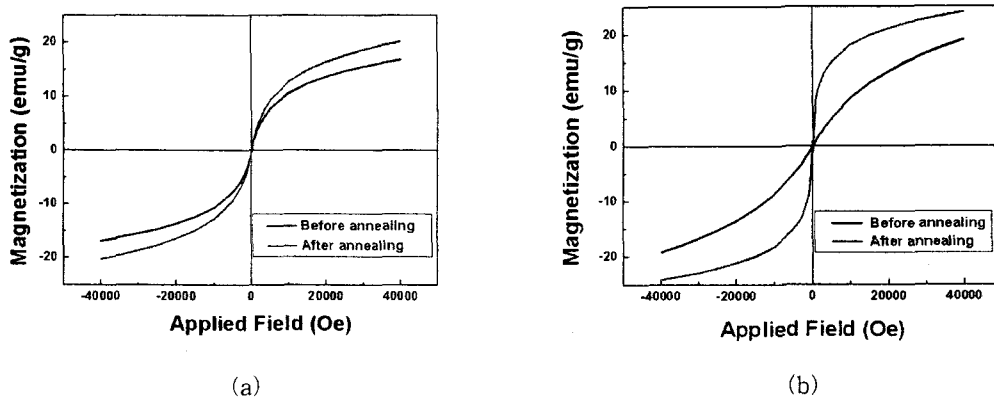


Fig. 1. 합성 온도에 따른 마그네타이트 나노입자의 자화거동의 변화를 나타내는 SQUID 에 의한 M-H 곡선. (a) 60°C 에서 합성한 마그네타이트, (b) 20°C 에서 합성한 마그네타이트