

CVC법으로 제조된 iron 나노입자의 특성 및 자성유체의 제조

Fabrication of magnetic fluid and characterization of iron nanoparticles synthesized by CVC

선문대학교 전자재료공학과, 이대훈*, 장태석
한국기계연구원 나노분말재료그룹, 이동원, 김병기, 감윤철

현재까지 나노입자는 Bulk 재료와는 다른 그들만의 독특한 특성 때문에 많은 연구자들에 의해 연구되어 왔다. 나노입자 제조 방법 중, 특히 화학적 방법은 거의 모든 재료를 대상으로 적용될 수 있으며, 높은 제조속도로 나노입자 제조 방법들 중 가장 빠른 성장을 보이고 있다. 본 연구에서는 화학적기상응축법(Chemical Vapor Condensation, CVC)법에 의해 Fe 나노입자를 반응온도의 변화(400 °C ~ 1000 °C)에 따라 합성한 후, 그 특성들을 XRD, Mossbauer spectroscopy, TEM, FESEM, VSM 등을 이용하여 조사하였으며, 선별한 Fe 나노입자를 대상으로 자성유체를 제조하여 그 가능성을 알아보았다.

XRD 분석결과, 400 °C에서 합성한 Fe 나노입자는 결정질 α -Fe와 비정질상이 혼합된 mixture 형태를 나타냈다. 이는 반응 온도의 부족으로 나타난 현상으로 분석되며, 이때 결정질 α -Fe와 비정질상간의 부피비는 약 57:43으로 계산되었다. 완벽한 결정질상은 600 °C 이상에서 합성했을 때부터 발생했는데, 1000 °C에서 합성했을 때는 α -Fe와 함께 비자성 γ -Fe가 동시에 생성되어 자기특성 저하의 원인이 되었다. 합성 온도에 관계없이 모든 Fe 나노입자들의 형상은 구형을 유지했으며, 반응 온도 증가에 따라 입자 크기가 점차 증가하여 반응온도가 400, 600, 800, 1000 °C일 때 각각 10, 20, 70, 100 nm의 입자 크기 분포를 보였다. 또한 TEM 관찰 결과, 합성된 Fe 나노입자들은 모두 core-shell type 구조임을 관찰할 수 있었는데, 이는 비정질상이 혼합된 400 °C보다는 완벽한 결정질이 나타난 600 °C 이상의 반응온도에서 합성했을 때 보다 명확하게 관찰되었다. 이때, core 부분은 α -Fe로 shell 부분은 Fe_3O_4 상임을 확인할 수 있었다. 1000 °C에서 합성된 입자를 제외하고, 모든 Fe 나노입자들은 외부자장 10 kOe에서 완벽하게 포화되지는 못했으며, 일부 초상자성 거동을 보이는 입자도 발견되었다. 600 °C에서 합성된 Fe 나노입자의 보자력과 포화자화값은 약 0.8 kOe와 52.6 emu/g으로 측정되었으며, 이 분말 입자를 대상으로 수계 자성유체를 제조하였다.

600 °C에서 합성된 Fe 나노입자는 직경 약 23 nm로서 밀도는 α -Fe core와 Fe_3O_4 shell의 부피비를 고려한 결과 약 7.21 g/cm³로 계산되었다. 선별된 Fe 나노입자는 먼저 oleic acid를 이용하여 표면을 coating 한 후, 증류수 100 ml 중에 분말 0.5 g을 초음파를 이용하여 분산시켰다. 제조된 Fe 기반 수계 자성유체는 공기중에서 200 시간동안 방치한 결과 약 80 %이상의 분산율을 나타냈다.