

화학기상법에 의한 SiO₂ 코팅 Fe 나노분말의 합성 및 자기적 특성
Synthesis and Magnetic Properties of SiO₂ coated Fe nanopowders by
Chemical Vapor Process

김진천[†], 박병연, 최철진
 한국기계연구원 분말재료연구센터
 (jckmpml@kmail.kimm.re.kr[†])

나노 자성 재료는 결정립 크기가 단자구 보다 작을 때 우수한 자성특성의 향상은 물론 자성유체, 자기냉동 장치들에 쓰이는 다양한 소재의 개발이 가능하며, 최근 자성 나노분말에 대한 연구가 활발하게 진행되고 있다. 여러 가지 나노분말 제조 방법 중에 화학기상법은 금속유기화합물을 기상/증발/급속 응축하여 고순도의 무응집 분말을 제조할수 있어 자성분말제조 적합하다. 또한 이 방법은 제조 공정변수의 제어로 단상분말, 질화물, 탄화물, 산화물 코팅분말, 복합분말의 제조가 용이하다. 본 연구에서는 화학기상법으로 SiO₂ 가 코팅된 Fe 나노자성분말을 제조하여, 공정변수에 따른 합성분말의 특성과 자성특성의 변화에 대하여 고찰하고자 하였다.

본 연구에서는 상압 상태와 일정한 압력의 제어가 가능한 감압이 가능한 수평관상로 방식의 화학기상응축장치를 이용하여 Fe-계 나노분말을 제조하였다. 전구체는 Fe(CO)₅ 와 TEOS(Tetraethyl-orthosilicate, C₈H₂₀O₄Si) 사용하였으며, 이송가스는 CO 가스였다. 반응온도는 500-1100℃로 변화시켰으며, 이송가스 유량을 MFC 로 정밀하게 제어하였다. 합성된 분말의 특성변화를 조사하기 위하여 400-1000℃의 범위에서 열처리하였다. 제조된 분말과 열처리된 분말의 미세구조 및 상변화는 XRD, TEM, BET 로 분석하였으며, 자기적 특성 변화는 VSM 으로 최고 20kOe 까자 자장을 인가하여 평가하였다.

TGA 분석 결과 Fe(CO)₅ 전구체는 100-130℃ 부근에서 Fe + 5CO 로 분해되어, 반응기를 지난 나노 철분말이 형성되었다. SiO₂ 만을 제조할 경우에는 500℃ 이상에서 분말이 형성되었으며, 1100℃에서는 SiO₂ 가 코팅된 나노 분말을 제조할수 있었다. 평균 입자크기는 약 10-40nm 였으며, 분말의 형상은 둥근 모양을 가졌다.