

공침법을 이용한 Fe_3O_4 자성 파우더 및 자성유체 제작

백승빈^{1*}, 박정갑¹, 임태진², 이태일², 서수정¹

¹성균관대학교 신소재공학과

²(주)태한이엔씨

1. 서론

자성유체는 콜로이드사이즈(직경 10nm~20nm)의 자성미립자를 올레인산이나리놀산과 같은 불포화 지방산으로 피복하고, 이를 침전이나 응집이 생기지 않도록 계면활성제를 사용하여 물, 기름 등의 용매에 안정하게 분산시킨 콜로이드액을 말한다. 자성유체는 매우 미세한 강자성체가 액체 중에 균일하게 분산되어 있는 복합재료로 높은 자기장에서 입자의 응집 및 고액 분리가 일어나지 않고, 마치 액체 전체가 강자성을 가지고 있는 것 같이 행동한다. 이러한 독특한 특성 때문에 다양한 분야에서 주목을 받아왔다. 자성유체는 미국의 우주개발 계획의 부산물로 개발되었다. 그 후 가전기기에 응용이 검토되었고 회전축의 seal, 진동계의 댐퍼, 경사 센서, 스피커의 보이스 코일 등 많은 분야에 응용되어 실용화되고 있다.

2. 실험방법

자성유체는 균일한 사이즈 및 20nm 이하의 자성파우더를 제작하는 것이 가장 중요한 공정이다. 본 실험에서는 화학적 합성법인 공침법을 이용하여 나노 사이즈를 가지는 자성파우더를 제작하였다. 먼저 N_2 분위기에서 $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 와 $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 를 DI용액에 500rpm / 30min의 조건으로 용해시켜 각 용액을 3ml / 9ml를 다시 50°C 온도에서 600rpm / 40min동안 배합시켰다. 그리고 침전제인 NH_4OH 용액을 분산시켜 Fe_3O_4 의 자성파우더를 석출하였다. 석출된 Fe_3O_4 파우더를 DI에 세척하여 올레인산의 계면활성제를 코팅하여 필터링을 거쳐 N_2 분위기의 Oven에서 50°C로 24시간 동안 건조하여 파우더를 제작하였다. 제조된 파우더 사이즈를 분석하기 위하여 FE-SEM, TEM을 이용하여 분석하였고, XRD 및 VSM(Vibration Sample Magnetism)을 이용하여 파우더의 결정구조 및 자성 특성을 분석하였다.

그 후 자성파우더와 실리콘 오일을 혼합하여 자성유체를 만들었다. 혼합 방법은 볼밀 공정을 이용했다. 40 wt%의 파우더와 실리콘 오일을 혼합 하였으며 120rpm으로 48h 동안 공정을 진행했다. 비드로는 5mm, 10mm의 지르코니아 볼을 사용했다.

3. 실험 결과 및 고찰

결과, 약 20nm 이하의 사이즈를 가지고, 계면활성제를 코팅한 파우더가 서로 반발하여 응집되지 않는 현상을 TEM으로 확인하였다. 그리고 Fe_3O_4 의 결정구조를 가지며, 69 emu/g의 포화자화값을 가지는 자성파우더를 제작하게 되었다. 또한 오일과의 혼합을 통하여 스파이크 형상을 확인할 수 있었다. 건조 온도, 분위기를 최적화 한다면 더욱 향상된 포화자화값을 갖는 자성파우더를 얻을 수 있을 것이다.

4. 결론

공침법을 이용해 Fe_3O_4 의 결정구조를 가지고, 69 emu/g의 포화자화값, 약 15~20nm의 평균입도 및 균일한 입도분포를 가지는 자성파우더를 제작하였고 실리콘 오일과 혼합하여 스파이크 모양을 관찰하였다.



Fig. 1. 자성유체의 스파이크 형상

5. 참고문헌

- [1] The Study of Physical Properties of Magnetite Fluids Prepared by Co-precipitation Method, Journal of Korean Magnetism Society. 2001-10 11:217-221