

Magnetic Fluid의 전자기적 특성 연구

민의홍 · 고재귀[†]
승실대학교 물리학과

A Study of Electromagnetic Properties on Magnetic Fluids

Eui Hong Min and Jae Gui Koh[†]

Department of physics Soonsil University, Seoul 156-743, Korea

(2004년 7월 19일 받음, 2004년 9월 6일 최종수정본 받음)

Abstract Magnetite was prepared by wet method and oil-based magnetic fluid also was prepared by its magnetite. Ahead of making magnetite, we investigated the variation of physical properties for changing Fe^{3+}/Fe^{2+} . Through the variation of the process mixing time, pH, magnetite content, we made magnetic fluid of magnetite. We examined the magnetic and frequency property by a toroidal mold. In result $Fe^{3+}/Fe^{2+} = 1.2$, over the minute mixing time property of magnetite, Ms was 61.98 emu/g. Moreover, the B-H loop result indicated that the magnetic fluid followed paramagnetic behavior.

Key word magnetic fluid, property of magnetite, paramagnetic, magnetite.

1. 서 론

자성유체(magnetic fluid)는 로켓 연료를 강자성 유체화하여 무중력상태에서도 연료탱크속에 안착 할 수 있도록 하기위해 개발되기 시작하였으며 최근에는 하드디스크의 회전축 실링 및 스피커 댐퍼등의 전자부품소재로서 널리 사용되고있다.¹⁻⁵⁾

자성유체란 수 에서 수십 크기를 갖는 강자성 입자에 올레인산과 같이 긴 탄화수소 사슬을 갖고 있는 계면활성제를 표면에 조밀하게 피복시켜, 석유와 같은 액체용매 중에 안정하게 분산시켜 콜로이드 형태로 만든 유체를 말한다.¹⁻⁵⁾ 그러므로 유체 자신이 외관상 자성을 띠는 자성 콜로이드이며 계면활성제의 종류에 따라서는 친수성의 콜로이드 유체도 가능하다. 이러한 자성 콜로이드 용액은 어떠한 자계 또는 중력 및 원심력에서도 분산질인 강자성 미립자가 농축되거나 침강되어 고체·액체 분리가 일어나지 않는 성질을 갖게 된다.^{6,7)}

또한 자성유체의 분산질인 강자성체는 초미립자이고 자기적인 인력에 의해 응집하려는 특성을 가지고 있기 때문에 자성유체를 제조하려면 강자성 미립자의 표면에 적절한 계면활성제를 조밀하게 피복하여 분산매에 분산시켜야 한다. 그러므로 이때 사용하는 분산매와 계면활성제의 종류에 따라 자성유체의 포화자화 값이 매우 다양하며 이에 따라 용도도 달라지게 된다. 자성유체는 1963

년 S. Pappel에 의해 처음 만들어진 후 많은 발전을 하여 지금은 자성체의 종류 및 크기, 계면활성제와 분산매의 특성, 사용목적에 따라 미국과 일본, 러시아를 중심으로 개발되어 왔다.^{6,8-10)} 이와 같은 자성유체의 분산질로 사용되는 ferrite 분말은 초상자성체의 성질을 나타낼 수 있을 정도로 분체를 미분화 시켜야 한다. 본 연구에서는 분체를 상온 대기압 상태에서 공침 제조하였습니다.

따라서 본 연구에서는 Fe^{2+} 와 Fe^{3+} 의 혼합수용액에 NaOH를 첨가해 공침 반응시켜 magnetite를 제조하였고,¹¹⁻¹³⁾ 그 후 제조된 자성유체의 특성을 조사하였다.

2. 실험 방법

본 실험에서는 magnetite를 제조하기 위해서 Duksan pure chemical의 $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ (FG급)와 $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ (FG급)을 합성하였고, 침전제로 Samchun pure chemical의 NaOH(EP급)을 사용하고, 계면 활성제로 Samchun pure chemical의 oleic acid(EP급)와 분산매로 일본의 Matsumura oil사의 Neovac(SY급)을 이용하여 실험하였다.¹⁴⁾

먼저 Fe^{2+} 와 Fe^{3+} 이온의 혼합 수용액에 NaOH를 첨가해 공침 반응시켜 magnetite를 합성하였다. 합성된 magnetite는 XRD 장비로 물성조사를 실시하여 자기적 특성이 우수한 조건의 magnetite를 사용하여 자성유체를 제조하였다. 조성비의 변화에 따른 magnetite의 자기적 특성 값을 알아보기 위해 실시한 예비실험결과 안정적인 magnetite를 얻는 경우가 Fe^{2+}/Fe^{3+} 의 조성비에서 Fe^{2+} 의 몰비가

[†]E-Mail : jgkoh@ssu.ac.kr

1인 근처였다. 또한 이 조건에서의 magnetite의 최대자속 밀도 값이 가장 좋았다. 따라서 본 실험에서는 Fe^{2+}/Fe^{3+} 의 조성비에서 Fe^{2+} 의 몰비를 1로 고정하고 Fe^{3+} 이온의 몰비를 변화시키면서 실험을 하였다. 자성유체용 magnetite를 합성하기 위해서 Fe^{3+} 와 Fe^{2+} 의 비를 변화하며 용해시킨 용매를 공기 중에서 강하게 교반하면서(약 3000 rpm) 침전제로 3N NaOH를 사용하였다. 그리고 합성 시 교반 시간에 따른 변화를 보기 위하여 magnetite의 결정성 및 자기적 특성이 가장 우수하게 나온 합성비로 고정시키고 교반시간을 10분에서 4시간까지 변화시켜가면서 실험하였다. 이런 일련의 실험과정을 통하여 얻은 침전된 magnetite를 수세 및 여과 후 결정성 및 자기적 특성을 조사하였다.

합성된 magnetite 분말로 자성유체를 제조하기 위해서 먼저 계면활성제를 흡착하고 수세한 후 오일에 분산시켜 자성유체를 제조하였다. $FeSO_4$ 와 $FeCl_3$ 성분의 혼합 수용액에 공침 보조용액 3N NaOH를 첨가해 magnetite를 침전시켰다. magnetite를 용매에 분산시키기 전에 Oleic Acid 계면 활성제를 사용하여 magnetite 분말 100 g 당 계면활성제 40 g 정도를 흡착하였다. 계면활성제 40 g 정도를 흡착한 이유는 magnetite 100 g 당 계면활성제가 30~50 g의 주입에서 흡착상태가 가장 안정된다고 보고된 바 있다.⁶⁾

자성유체를 제조하기 위해서 합성된 magnetite 분말에 계면활성제를 흡착한 후 80°C에서 1시간 반응시킨 후 10°C에서 24시간 냉각하였으며, 냉각된 분산매를 3N HCl로 pH를 조절하였다. 자성유체 분산과정에서 pH가 자성유체에 미치는 영향을 살펴보고자 pH 변화를 4.5, 5.5, 6.5로 변화시켜가면서 자성유체의 특성 변화 실험을 하였다.

자성유체의 자기적 주파수 특성을 측정하기 위하여 외경 17φ, 내경 9φ, 높이 6φ의 플라스틱 토로이드 모형을 제작하였으며, 초투자율을 분석하기 위해 LF-Impedance Analyzer(Hewlett. Packard, 4182A)를 1 kHz~1 MHz에서 사용하여 다음과 같은 식에 의하여 계산하였다.¹⁵⁾

$$\mu'_s = \frac{l_t \cdot L}{\mu_0 \cdot A \cdot w \cdot N^2}$$

$$\mu''_s = \frac{l_t \cdot (R_{eff} - R_w)}{\mu_0 \cdot A \cdot w \cdot N^2}$$

μ'_s : Serial mode에서 측정한 복소 투자율의 실수 성분

μ''_s : Serial mode에서 측정한 복소 투자율의 허수 성분

l_t : 시료의 평균자로[mm]

L : 시료의 자기 inductance[H]

μ_0 : 진공투자율[H/m]

A : 시료의 단면적

N : 권선수

R_{eff} : 시료를 포함한 coil의 손실 저항[Ω]

R_w : coil만의 저항[Ω]

w : 각 주파수[rad/s]

3. 결과 및 고찰

3.1. Magnetite 합성 조건

Table 1은 습식법에 의한 공정을 위한 시료의 조성비로 예비실험을 통해 Fe^{2+}/Fe^{3+} 의 조성비에서 Fe^{2+} 의 몰비가 1일때 최적의 조건임을 알 수 있었으며, 그 결과를 통해 Fe^{2+} 의 몰비를 1로 고정하고 Fe^{3+} 이온의 몰비를 변화시킨 Fe^{2+}/Fe^{3+} 의 조성비이다. Table 1의 조성비에 따라 칭량하여 실험하였으며 Fig. 1과 같이 합성된 분말의 결정구조를 조사하기 위해 X-선 회절기를 사용하여 magnetite의 결정성을 확인하였다. $2\theta = 44.95^\circ, 81.39^\circ, 38.08^\circ$ 에서 각각 (311), (440), (220)면의 Peak가 잘 나타남을 알 수 있었다. 습식법에 의해 합성된 magnetite 분말이 교반시간에 따른 자기적 특성 값의 변화에 대하여 관찰하고자 교반시간과 pH(4.5, 5.5, 6.5)를 변화시켰다.

Fig. 2는 교반시간 변화에 따른 합성된 분말의 자화값을 VSM으로 측정한 그래프이다. 교반시간이 15분 미만인 경우에는 magnetite 분말의 자기적 특성 값이 떨어지는 현상을 볼 수가 있었고 교반시간이 15분 이상에서는 일정한 값을 얻는 것을 확인하였다. 이는 합성조건에

Table 1. Production condition of magnetite

Fe^{3+}/Fe^{2+} composition ratio	composition condition
0.4 : 1	mixed 30 min in air
0.8 : 1	mixed 30 min in air
1.2 : 1	mixed 30 min in air
1.6 : 1	mixed 30 min in air
2.0 : 1	mixed 30 min in air

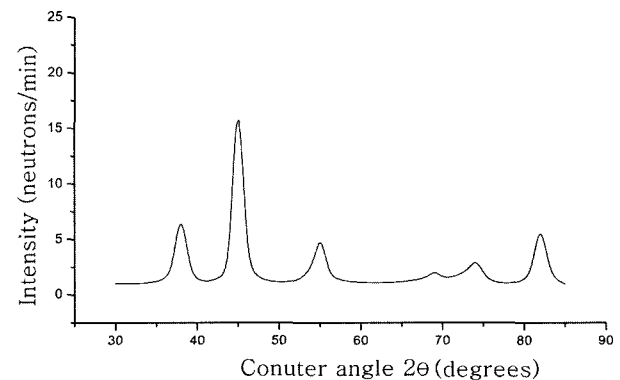


Fig. 1. XRD patterns of magnetite.

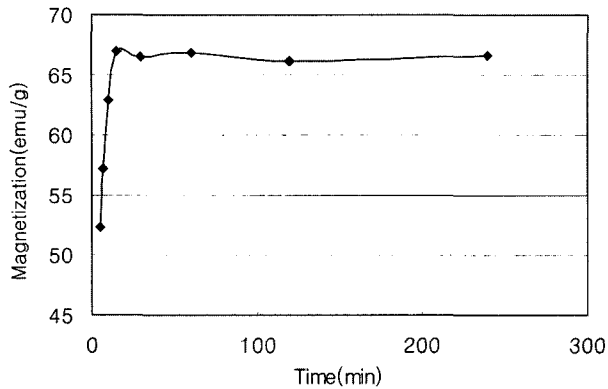


Fig. 2. Saturation magnetization of magnetite by mixing time.

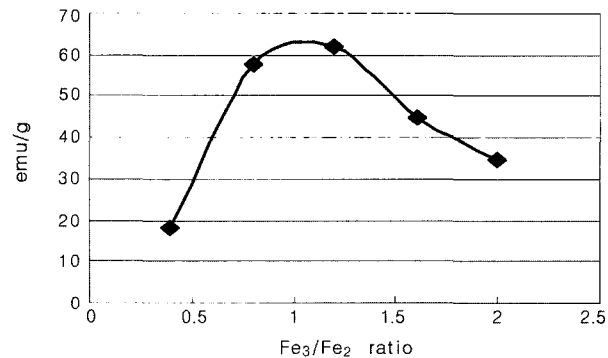


Fig. 3. Saturation magnetization strength of magnetite by varieties Fe³⁺/Fe²⁺.

서 교반시간이 충족되면 안정적으로 magnetite를 합성 할 수 있음을 알 수 있었다.

Fig. 3는 상온에서 습식법을 이용하여 magnetite 제조 할때 최적의 magnetite 합성 조건을 규명하기 위해 FeCl₃의 Fe³⁺와 FeSO₄의 Fe²⁺의 비를 Table 1과 같은 조건으로 변화하여 합성한 결과를 나타낸 그래프이다. Fe³⁺ 및 Fe²⁺ 변화에 따른 자화값을 조사한 결과로 Fig. 3의 그래프에서 알 수 있듯이 Fe³⁺/Fe²⁺의 합성비가 1.2 : 1일때 높은 자화값을 갖는 magnetite 합성조건임을 알 수 있다.

3.2. Magnetite 함량 변화에 따른 자성 특성

Fig. 4은 분산매의 양을 고정(100 ml)시키고 magnetite 입자의 첨가량을 변화시킨 자성유체의 자기적 특성을 측정 한 그래프이다. Fig. 3의 (a)는 magnetite 입자의 첨가 량에 따른 포화자기유도 값의 변화를 나타낸 결과로 magnetite 입자의 첨가량이 증가함에 따라서 포화자기유도 값이 증가하는 것을 알 수 있었으며, Fig. 4의(b)는 pH 농도에 따른 포화자기유도 값의 변화를 나타낸 그래프로 pH값의 변화에는 일정한 포화자기유도 값을 갖지

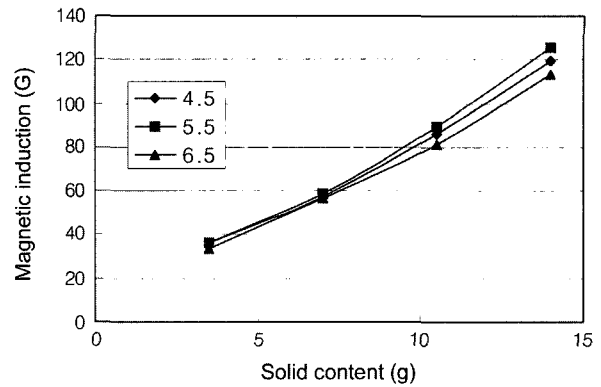


Fig. 4. Saturation magnetization vs. variation of solid content and pH. (a) Variation of the saturation magnetization with the quantity of solid content. (b) Variation of the saturation magnetization with the pH.

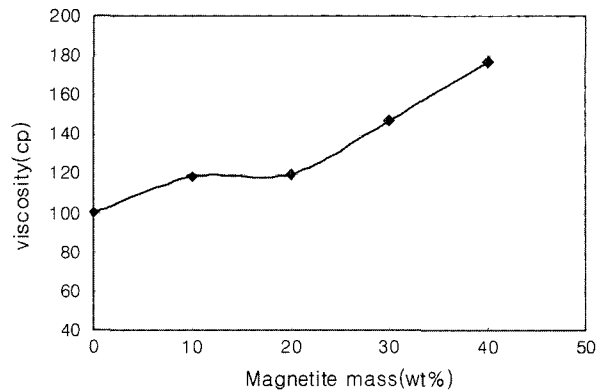


Fig. 5. Viscosity of magnetic liquid by varieties magnetite quality

만 magnetite 입자의 첨가량에 따라서는 포화자기유도 값이 변화하는 것을 알 수 있다. (a)와 (b)그래프 모두 magnetite 함량이 20 g 이후에 점도가 급격히 증가하는 것을 볼 수가 있다. 즉, 분산매에 분산질이 포화상태로 분산되는 것으로 사료된다.

Fig. 5는 자성유체의 양과 그에 따른 점도를 나타낸 그래프이다. 합성된 자성유체(100 ml)의 점도를 살펴보면 magnetite의 함량이 증가함에 따라 20 g까지는 점도의 변화가 없지만, 그 이상의 함량에 따라 급격히 증가함을 알 수 있다. 이런 현상은 20 g까지는 Oil의 점도에 기인하지만, 20 g 이상의 함량에서는 분산질의 함량에 의해 점도가 변화함을 알 수 있다.

3.3. 자성유체의 특성조사

Fig. 6는 flux density와 flux intensity의 관계를 나타낸 B-H loop이다. B-H loop을 조사한 결과, 자성유체는 상자성체의 거동처럼 직선 loop로 나타났다.

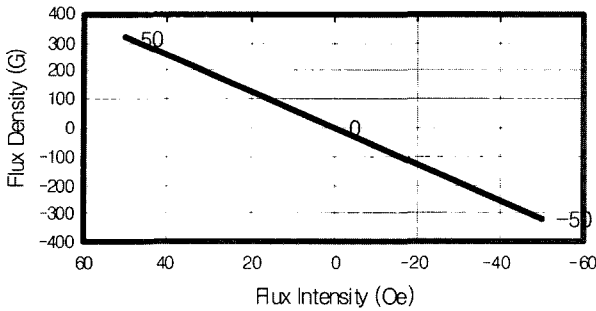
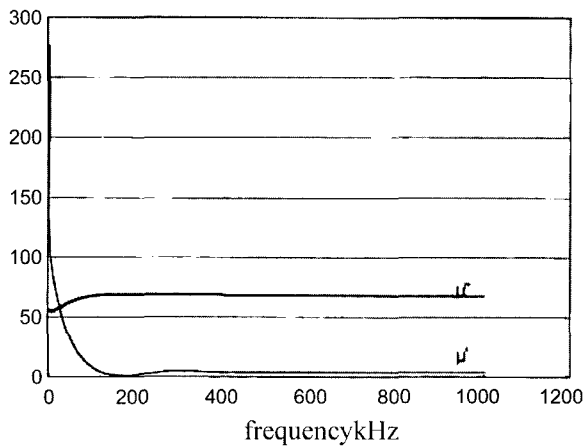
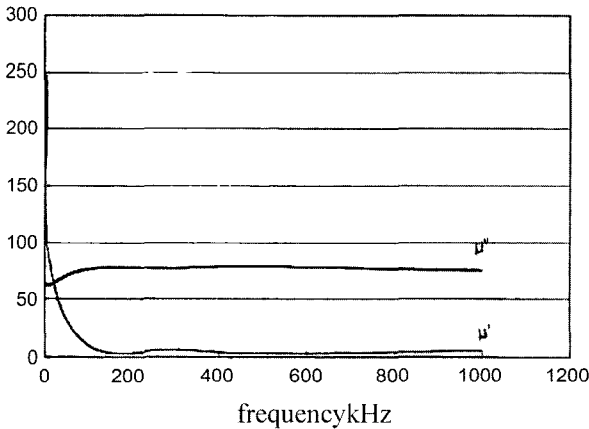


Fig. 6. B-H loop curve of magnetic fluid.



(a) pH 6.5 and magnetite content 14g



(b) pH 5.5 and magnetite content 14g

Fig. 7. Permeability spectrum as a function of magnetic fluid.

Fig. 7의 (a)와 (b) 그림은 제조된 자성유체 중[bulk는 92 emu/g의 포화자화값을 갖는데(분체 78-84 emu/g)실험에서 제조된 자성유체는 상온에서 65 emu/g에서 73 emu/g 까지 포화자화 값이 측정되었다.] 포화자화 값이 큰 것을 토로이드 캡슐에 넣고 주파수 특성을 측정하는 것이다. 복소 투자율의 주파수 의존성은 측정영역에서 점차 감소하였다. 손실을 측정할 결과, 100 kHz 이하에서는 측정값

을 신뢰할 수 없을 정도로 자료를 얻기 어려웠다. 최소 자승법으로 손실의 성분을 분해한 결과, 측정영역에서 eddy current loss의 성분이 hysteresis loss보다 월등히 크게 분석 되었다.

4. 결 론

습식법을 이용하여 magnetite를 합성하였고, magnetite를 오일 분산매에 분산시켜 자성유체를 제조한 결과 다음과 같은 결론을 얻을 수가 있었다.

1. XRD 회절 분석 결과, 습식법으로 제조한 분말은 잘 발달된 결정성을 갖는 magnetite임을 확인할 수 있었다.
2. Magnetite의 합성조건은 Fe^{3+} 와 Fe^{2+} 의 비가 1.2:1에서 최대포화자화를 갖는다.
3. 교반시간 변화에 따른 magnetite의 특성을 조사한 바, magnetite는 교반시간이 15분 이상이면 자기적 특성 값이 일정하게 안정된다. 이로써 교반시간이 15분 이상이면 magnetite 합성이 비교적 수월해짐을 알 수 있었다.
3. magnetite 입자 일정량 이하에서 자성유체의 점도는 분산매 점도에 의존하지만, 일정량 이상에서는 자성유체의 점도는 분산질의 함량에 비례하여 점도가 증가하였다.
4. 자성유체의 자기적 특성 값은 magnetite 입자량의 변화에 따라 증가하는 경향을 볼 수 있다.

이와 같이, 실험결과 Magnetite의 합성비가 $Fe^{3+}:Fe^{2+} = 1.2:1$ 일 때 최대포화자화를 갖는다는 것을 알 수 있었으며, 교반시간이 15분 이상 지속될 때 자기적 특성이 안정해져 합성이 원활해짐을 알 수 있었다. 또한 magnetite 입자 일정량 이상에서 자성유체의 점도는 분산질의 함량에 비례함을 알 수 있었다.

감사의 글

"본 연구는 숭실대학교 교내 연구비 지원으로 이루어 졌음" 이에 감사드립니다.

참 고 문 헌

1. J. W. Park, J. H. Lee, and L. S. Seo, J. Kor. Mag. Soc. **11**(6), 245 (2001).
2. Cullity, "Introduction to Magnetic Materials", p.185, Addison Wesley Publishing (1972).
3. J. G. Koh and J. M. Song, "Basic and Application of Magnetic physics", p.128, Soong Sil Univ. Press, Seoul (2001).
4. S. S. Papell, U.S. Patent No.3215572 (1965).
5. M. H. Cho, M. Kim, D. J. Min, J. H. Oh, J. Kor. Ceramic Soc. **33**(8) 901 (1996)
6. V. G. Bashtovoy, B. M. Berkovsky and A. N. Vislovich,

- “Introduction to Thermalmechanics of Magnetic Fluids”, p.1, Hemisphere Publishing Co. (1987).
7. R. E. Rosenweig, “Ferrohydrodynamics”, p.7, Cambridge Univ. Press (1985).
 8. S. O. Ryu, J. W. Park, B. H. Choi and L. S. Seo, J. Kor. Mag. Soc. **10**(1), 42 (2000).
 9. R. E. Rosenweig, “Ferrohydrodynamics”, p.54, Cambridge Univ. Press (1985).
 10. S. Chikazumi, “Physics of Magnetism”, p.98, clarendon press, Oxford (1997).
 11. S. W. Charles and J. Pappewell, IEEE Trans. Magn. Mag. **16**(2), 172 (1980).
 12. H. Goldowky, IEEE Trans. Magn. Mag. **16**(1), 382 (1980).
 13. Richard, “Ferromagnetism”, p.244, D Van Nostrano Com. INC (1951).
 14. J. H. Lee, J. G. Koh, J. Kor. Mag. Soc. **11**(5), 217 (2001).
 15. J. S. Kim, J. G. Koh, J. Kor. Mag. Soc. **13**(1), 15 (2003).