Journal of Korean Powder Metallurgy Institute Vol. 17, No. 3, 2010 DOI: 10.4150/KPMI.2010.17.3.223

화학적 기상 응축(CVC)법을 이용한 철-몰리브덴합금 나노 입자와 와이어의 제조

하종근 · 조권구* · 김기원 · 류광선" 경상대학교 나노 · 신소재 공학부, i-큐브 센터 & 공학연구원, "울산대학교 화학과

Fabrication of Iron-Molybdenum Alloyed Nanoparticle and Nanowire using Chemical Vapor Condensation(CVC)

Jong-Keun Ha, Kwon-Koo Cho*, Ki-Won Kim, and Kwang-Sun Ryu^a

School of Materials Science and Engineering, i-cube Center & ERI, Gyeongsang National University, 900 Gazwa-dong, Jinju, Gyeongnam 660-701, Korea "Department of Chemistry, University of Ulsan, Ulsan 680-749, Korea (Received May 6, 2010, Revised May 14, 2010, Accepted May 24, 2010)

Abstract Iron(Fe)-Molybdenum(Mo) alloyed nanoparticles and nanowires were produced by the chemical vapor condensation(CVC) process using the pyrolysis of iron pentacarbonyl($Fe(CO)_5$) and Molybdenum hexacarbonyl($Mo(CO)_6$). The influence of CVC parameter on the formation of nanoparticle, nanowire and size control was studied. The size of Fe-Mo alloyed nanoparticles can be controlled by quantity of gas flow. Also, Fe-Mo alloyed nanowires were produced by control of the work chamber pressure. Moreover, we investigated close correlation of size and morphology of Fe-Mo nanoparticles and nanowires with atomic quantity of inflow precursor into the electric furnace as the quantitative analysis. Obtained nanoparticles and nanowires were investigated by field emission scanning electron microscopy, energy dispersive spectroscopy and X-ray diffraction.

Keywords : Chemical vapor condensation, Fe-Mo, Alloy, Nanoparticles, Nanowires

1. 서 론

나노 재료 제조방법을 크게 네 가지로 나눠 보면 물리, 화학, 기계 그리고 기상법으로 분류할 수 있다. 이 네 가지 방법은 더욱 세부적인 방법으로 나눌 수 있으며, 그 대표적인 제조법으로는 가스 응축법 (IGC), 졸겔(Sol-Gel)법, 전기선 폭발(PWE)법, 가열 증착법, 기계적 합금화법, 화학기상증착(CVD)법 그 리고 화학기상응축(CVC)법 등이 있다[1-6]. 특히 이 중에서 화학기상응축(CPC)법 등이 있다[1-6]. 특히 이 중에서 화학기상응축(Chemical Vapor Condensation; CVC)법은 공정이 비교적 간단하고, 저장소(evaporator)의 재료만을 바꿈으로써 원하는 나노재료를 간단히 합성할 수 있다는 큰 장점이 있다. 이 방법 은 G. Skandan 등이 무응집 금속, 산화물, 탄화물과 질화물 나노분말을 고효율로 제조하기 위해 CVD (Chemical Vapor Deposition) 공정의 전구체(Precursor) 와 캐리어(Carrier) 가스의 반응에 의한 금속 및 세 라믹 박막 형성 공정원리를 이용해서 처음 개발하였 다. 저장소 내부에 전구체를 채워 기화 후 유입하는 방식을 사용하기 때문에 합성하고자하는 거의 모든 특정 나노재료를 합성할 수 있고, 대량생산이 가능하 기 때문에 나노재료를 생산함에 있어 많은 각광을 받게 되었다. 또한, 대량생산과 함께 최근에는 형상 제어, 균일성 및 합금화 등이 요구되었고 이러한 특 성을 충족시키기 위해 반응로의 구조, 가열 방법, 승 온 속도, 반응가스들의 예열하는 방식과 반응로에 가

*Corresponding Author : [Tel : +82-55-751-6292; E-mail : kkcho66@gnu.ac.kr]



Fig. 1. Schematic diagram of CVC system.

스를 유입시키는 방법 등과 같은 변수를 적용하였고 우수한 결과가 보고되었다[7-10].

CVC 장치로 균일한 형상과 특성을 갖는 나노재료 를 합성하기 위해서는 로 내부의 일정한 압력 유지 도 중요한 변수지만, 가장 중요한 변수는 저장소에서 반응로로 유입되는 전구체의 양을 일정하게 유지하 는 것이다. 하지만, 반응시간이 지날수록 저장소에 있던 전구체의 양이 감소하기 때문에 반응로로 유입 되는 전구체의 양이 변하게 되고 이것이 합성되는 나노재료의 불균일성을 유발하게 된다. 기존 연구에 서 이를 극복하려는 노력이 있었고 몇몇의 방법들이 제시되었다. 가장 좋은 방법으로 평가되는 것은 저장 소에 마이크로 펌프(micro pump)를 장착하여 기화되 어 반응로로 유입되는 전구체의 양만큼 다시 저장소 에 전구체를 보충하여 줌으로써 반응로 내부로 유입 되는 전구체의 양을 일정하게 조절하는 방법이다. 하 지만 이 방법은 마이크로펌프가 있어야 하고 또한 기화되어 들어가는 양이 저장소의 온도나 외 · 내부 적인 환경에 의해 수시로 변할 수 있기 때문에 매 실험마다 정확히 조절하기 어렵다는 단점이 있다.

따라서 본 연구에서는 저장소의 전구체 양과는 상 관없이 일정한 양의 기화된 전구체를 반응로에 보낼 수 있는 CVC 장치를 고안하였고 그림 1에 그 개략 도를 나타내었다. 그림 1에서 볼 수 있듯이 기존 CVC 장치[11]와 거의 동일하며, 단지 밸브 1이 저 장소에서 반응로로 유입되는 관의 중간에 장착되어 있다는 것이 차이점이다. 이 밸브는 압력밸브로 특정

Journal of Korean Powder Metallurgy Institute

압력에서 열리고 다시 특정압력이 되면 닫히는 기능 을 한다. 본 연구에서는 이 장치를 이용하여 균일한 형상을 갖는 나노물질의 제조 가능성, 나노물질의 형 상제어 가능성, 합금화 가능성 그리고 합성된 합금 나노입자의 함량제어 가능성을 평가하였다. 철과 몰 리브덴이 본 연구의 물질로 적용되었다.

2. 실험방법

본 연구에 사용된 전구체는 철 펜타카보닐(Iron pentacarbonyl; Fe(CO),)과 몰리브덴 헥사카보닐 (Molybdenum hexacarbonyl; Mo(CO)₆)이고, 보다 정량적인 나노 입자 및 와이어의 합성을 위해 기존 CVC법의 장치와 다소 차이가 있는 새로운 CVC법 의 장치를 이용하였다. 기존 CVC법의 장치는 저장 소로부터 일정하게 캐리어 가스(carrier gas)가 흐름 으로 해서 전구체를 유입시키고, 냉각 장치(chiller)에 서 합성물을 포집하는 구조이다. 하지만, 이 방법은 시간이 지남에 따라 유입되는 전구체의 양이 점차 줄어들어서 포집되는 합성물들의 형상이 일정치 못 하다는 단점이 있었다. 따라서 본 연구에서는 이를 해결하고자 금속 전구체의 분압을 이용해 기회에 의 한 특정 압력 도달시 반응로 내부로 금속 전구체가 유입되는 시스템을 이용하였다. 이를 위해 가장 중요 하게 여기는 부분은 그림 1의 밸브(valve) 1이며, 저장소의 압력 범위를 조절하는 장치이다. 예를 들어 밸브 1의 압력 범위를 100~110 torr라고 설정했을 고, 이 상 지 않는 탄화물이나 산화물이 합성될 수 있다. 본 10 torr가 연구에서 주요하게 일어나는 반응은 식 (1)과 같다. torr만큼 그 내부의 Fe(CO). → Fe + 5CO↑

$$Fe(CO)_{5} \longrightarrow Fe + 5CO \uparrow$$

$$CO \xrightarrow{500^{\circ}C} C + O \qquad (1)$$

또한, 몰리브덴 핵사카보닐은 대기압 하에서 약 327°C가 되면 몰리브덴 원자와 일산화탄소와의 분해 가 일어난다[13-14]. 이 분해 반응은 식 (2)와 같다.

$$Mo(CO)_6 \xrightarrow{326.85^{\circ}C(600K)} Mo + 6CO^{\uparrow}$$
(2)

철-몰리브덴 합금 나노 입자 및 와이어에서의 몰 리브덴 함량의 변화는 저장소에서 몰리브덴 헥사카 보닐의 기화량과 밀접한 관계가 성립된다. 즉 기화되 는 몰리브덴 헥사카보닐의 양의 조절로써 원하는 함 량의 철-몰리브덴 합금 나노 입자 및 와이어를 합성 할 수 있다.

일정 무게비의 철-몰리브덴 합금을 만들기 위해 반 응로로 유입해야하는 몰리브덴 핵사카보널의 필요 유 입 질량은 철 펜타카보널의 압력 변화에 따른 유입 질량을 구한 후 그에 맞는 함량으로 계산할 수 있다. 사용할 법칙은 보일(Boyle)의 이상기체법칙으로서 pV=nRT라는 식이다. 여기서 p는 절대압력(N/m)², V는 부피(m³), n은 기체의 몰수, T는 절대온도(K), 은 기체상수 8314.3 kgm²/kg mol·s²·K이다. 이 식 을 바꾸어 쓰면, pV=(w/M)RT라고 쓸 수 있다. w 는 질량, M는 분자량이다. 다시 이 식을 w에 관한 식으로 바꾸면 식 (3)이 된다. 단위계를 압력 torr, 부피 cm³로 바꾸면 기체상수 R은 62364 torr·cm³/ (mol·K)가 된다.

$$w = \frac{MpV}{RT}$$
(3)

식 (3)을 이용하여 철-몰리브덴을 합금화하는 데에 필요한 철 펜타카보닐 저장소압력 변화 10 torr에 따른 분자량은 약 6.5710⁻² g이 된다. 이 중 철 원자의 개수는 2.02×10²⁰개 이고, 질량은 1.87×10⁻² g 이다. 각 각의 Fe-1wt.%Mo, Fe-3wt.%Mo, Fe-5wt.%Mo과 Fe-10wt.%Mo 합금의 합성을 위한 필요 몰리브덴 헥사 카보닐의 질량은 각각 5.21×10⁻⁴, 1.6×10⁻³, 2.71×10⁻³ 과 5.21×10⁻³ g으로 계산할 수 있다. 또한 중요하게 알아보고자 하는 점은 철과 몰리브덴의 합금 여부이

때, 저장소의 압력이 100 torr가 되면 닫히고, 이 상 태에서 전구체가 기화해 압력이 올라가서 110 torr가 되면 열리는 기능을 한다. 물론 기화된 10 torr만큼 의 전구체가 반응로 내부로 유입되어 저장소 내부의 압력이 다시 100 torr가 되면 밸브 1은 다시 닫히게 된다. 즉, 기화된 10 torr 만큼의 전구체만이 반응로 내부로 일정하게 유입하게 되는 것이다. 이때 밸브의 열리고 닫히는 시간은 0.5초도 채 되지 않는다. 조건 설정시 유의해야 할 점은 반응로 내부의 압력이 저 장소 내부의 압력보다 낮아야한다는 것과 전구체의 유입을 유도하는 관의 유입구가 저장소에서 가능한 한 가장 밑에까지 내려와야 한다는 것이다. 이는 캐 리어 가스보다 상대적으로 무거운 기화된 전구체가 저장소의 가장 아랫부분에 위치할 것이기 때문이다. 냉각 장치는 합성물을 포집하는 목적이 아니라, 미처 응축 되지 못한 금속 원자가 반응로 내부에서부터 흘러나와 펌프(mechanical pump) 내부에서 응축되는 것을 방지하기 위함이다.

세부적인 실험방법은 아래의 설명과 같다. 각각의 저장소에 철 펜타카보닐과 몰리브덴 헥사카보닐을 주 입한 후 금속 전구체를 주입 후 헬륨 가스(helium gas)를 채운다. 그리고 반응로의 압력은 저장소의 압 력보다 낮게 설정하는데 본 연구에서는 반응로의 압 력을 10 torr로 하였다. 헬륨 가스를 채우는 이유는 세 가지가 있다. 가장 중요한 이유로서 첫째는 헬륨 에 비해 상대적으로 무거운 금속 전구체의 기화된 전구체 분자를 아래에 두기 위함이다. 이유는 앞에서 설명되어졌다. 두 번째는 저장소나 반응로 내부에서 반응을 일으킬 수 있는 산소를 저장소 내부에서 제 거하기 위함이며, 세 번째는 저장소 내부의 특정 압 력을 유지하기 위함이다. 몰리브덴 헥사카보닐의 저 장소는 반응로와 직접적으로 연결되어 있어 압력은 반응로와 같은 10 torr이고, 저장소의 온도만으로 기 화 속도를 조절하였다. 새로운 방식의 CVC 장치는 냉각 장치 대신에 반응로 내부에서 바로 포집 할 수 있게 만들어 응축될 때의 온도 범위와 압력을 손쉽 게 설정 할 수 있고, 다양한 형상을 갖는 합성물을 합성할 수 있다는 장점이 있다.

철 펜타카보닐은 대기압 하에서 300°C가 되면 철 원자와 일산화탄소와의 분해가 일어나며 이 때 225 kJ/mole의 흡열반응이 일어난다[12]. 그리고 500°C가 되면 일산화탄소의 탄소와 산소가 분해[4]되어 원하 며, 합금화 된 나노 입자 및 와이어 역시 형상제어 가 가능한지에 대해 알아보는 것이다. 철-몰리브덴 합금 나노 입자 및 와이어의 합성은 저장소의 압력 과 반응로의 온도를 이전 연구[15]의 조건과 유사하 게 설정하고, 몰리브덴을 저장소에 일정량을 넣은 후, 몰리브덴의 압력에 따른 저장소 온도의 조절로 유입 되는 몰리브덴의 양을 조절하였다. 이 때 저장소에 주입되는 몰리브덴 헥사카보닐의 양은 0.3 g이다. 저 장소의 온도 설정은 철 펜타카보닐 저장소의 온도를 30°C로 올릴 때 몰리브덴 헥사카보닐 저장소의 온도 를 40°C까지 올린다. 몰리브덴 헥사카보닐의 기화점 은 대기압 하에서 약 156°C이다. 하지만 10 torr에 서 40°C의 열만 가해줬을 때 액체로의 상변화없이 바로 기화한다. 반응로 내부로 유입되는 몰리브덴 헥 사카보닐 분자량의 조절은 저장소의 온도로 조절하 였는데 40, 50, 60과 70°C 네 가지 온도에서 실험하 였다. 합성물의 제조 후에는 표면 산화(passivation) 과 정을 거쳐 분석을 하였다. 합성된 입자 및 와이어의 형상과 특성을 분석하기 위해 전계방출형 주사전자 현미경(FE-SEM), 에너지 분산형 분광계(EDS)와 X-선 회절분석기(XRD)를 이용하였다.

3. 결과 및 고찰

그림 2는 그림 1에서 밸브1의 압력범위를 달리하 여 철-몰리브덴 합금이라고 예상되는 나노 입자의 형 상제어 가능성과 균일성을 평가한 결과이다. 반응로 내부의 분해온도는 400°C, 몰리브덴 헥사카보닐 저 장소의 온도는 40°C이고, 압력은 반응로와 같은 약 10 torr로 설정하여 자연기화가 되게 하였다. 철 펜 타카보닐 저장소의 압력 범위는 각각 100~110, 100~120, 100~130과 100~140 torr로 설정하여 나노 입자를 제조하였다. 철 펜타카보닐의 유입량이 증가 할수록 직경이 약 8 nm에서 100 nm로 점점 증가하 였고, 각각의 조건에서 균일한 크기의 나노 입자가 합성되었다는 것을 확인하였다. 밸브1의 압력범위를 100~150 torr와 같이 50 torr 이상 하였을 경우는 형성되는 나노물질이 입자에서 와이어의 형상으로 변 하였다. 단, 압력 차이를 약 60 torr 이상으로 할 경 우 형성되는 나노와이어의 직경은 불균일하기도 하 고, 입자와 와이어가 혼합되어 합성되는 결과를 보였 기 때문에 압력 차이 50 torr까지만 실험을 하였다. 와

Journal of Korean Powder Metallurgy Institute



Fig. 2. FE-SEM micrographs of nanoparticles synthesized with various pressures ranges of evaporator; (a) 100~110, (b) 100~120, (c) 100~130 and (d) 100~140 torr. The decomposition temperature of $Fe(CO)_5$ and $Mo(CO)_6$ are 400°C. The temperature in evaporator of $Mo(CO)_6$ is 40°C.



Fig. 3. FE-SEM micrographs of nanowires synthesized with various decomposition temperatures; (a) 300, (b) 400, (c) 500 and (d) 600°C. Pressures ranges in evaporator of $Fe(CO)_5$ is 100~150 torr. The temperature in evaporator of $Mo(CO)_6$ is 50°C.

이어의 직경 조절은 밸브 1의 압력범위를 100~150 torr로 고정하고 반응로의 분해온도를 점점 높이면서 실험하였으며, 그 결과는 그림 3에서 나타내었다.

그림 3의 (a), (b), (c)와 (d)는 반응로 내부 온도 를 각각 300, 400, 500과 600°C로 하고 몰리브덴 핵사카보닐 저장소 온도를 50°C로 하여 합성된 나노 와이어의 결과이다. 저장소의 압력 범위는 100~150 torr로 고정하고 나노 입자의 제조 공정과 같은 방식 으로 진행되었다. 반응로 내부의 온도가 높아짐에따 라 와이어의 직경은 약 100에서 450 nm로 증가하

226

였고, 나노 입자와 마찬가지로 균일한 직경을 갖는 나노 와이어의 합성이 가능하다는 것을 확인했다. 상 기의 그림 2와 3의 결과를 통해 본 연구에서 제안 한 CVC 장치로 균일한 형상을 갖는 나노재료의 제 조와 형상제어가 가능하다는 것을 확인하였다.

그림 2와 3에 제시된 나노물질과 비교를 위해 몰리 브덴 핵사카보닐을 사용하지 않고 철·펜타카보닐만 사 용하여 제조한 나노물질의 상 분석과 몰리브덴의 고용 여부를 평가하기 위하여 XRD 분석을 하였다.

XRD 분석 결과는 그림 4에 나타내었다. 그림 4(a)는 본 실험 장치를 이용하여 몰리브덴 헥사카보 닐을 사용하지 않고 합성된 철 나노 입자의 분석 결 과이고, 그림 4(b)는 몰리브덴 헥사카보닐 저장소의 온도를 40°C로 하여 몰리브덴 헥사카보닐의 분자를 반응로 내부로 유입하게 했던 그림 2(a) 나노 입자 의 결과이며, 그림 4(c)는 몰리브덴 헥사카보닐 저장 소의 온도를 50°C로 하여 몰리브덴 헥사카보닐의 분 자를 반응로 내부로 유입하게 했던 그림 3(b)의 분 석 결과이다. 이들 시료들은 반응로의 분해 온도가 모두 400°C일 때 합성된 결과이다. 그림 4에 각각의 시료는 20값이 약 44° 근처에 모두 BCC구조를 가 지는 Fe의 (110) 픽이 관찰되었다. 그 외에는 철산 화물이 관찰되었고 다른 화합물이나 몰리브덴과 관 련된 상은 관찰되지 않았다. 이것은 몰리브덴이 철에 상온에서 3wt.%까지 고용될 수 있기 때문에 몰리브 덴이 모두 고용되어 철과 철산화물 이외에 다른 상



Fig. 4. XRD analysis of (a) Fe nano-particle, (b) Fe-Mo alloyed nano-particle in Fig. 2. (a) and (c) Fe-Mo alloyed nanowire in Fig. 3. (b).

이 관찰되지 않는 것으로 판단된다. 그리고 철과 철 산화물상이 관찰되는 것으로 보아 중심에는 BCC-철 이 그리고 외부에는 철산화물이 존재하는 코어-쉘 (core-shell) 구조로 형성되어 있을 것으로 추측된다. 또한 4(a)에서 4(c)로 갈수록 Fe의 (110) 픽이 왼쪽 으로 약간 이동하는 경향을 보이고 있다. 이는 몰리 브덴의 고용량이 많아지면서 나타나는 현상으로 판 단된다. 각각의 시료에서 BCC구조를 가지는 Fe의 입자내의 몰리브덴 함량을 알아보기 위해 저장소의 온도를 변수로 다른 조건들은 모두 동일시하여 실험 하였다. 조건은 반응로 내부의 압력과 온도는 10 torr와 400°C이며, 철 펜타카보닐 저장소의 압력과 온도는 100~110 torr와 30°C이다. 몰리브덴 헥사카 보닐 저장소의 압력은 반응로와 직접적으로 연결되 어 있기에 반응로 내부의 압력과 같은 10 torr이다. 이 모든 조건을 동일시하고 몰리브덴 헥사카보닐 저 장소의 온도를 조절함으로써 반응로 내부로 유입되 는 몰리브덴 헥사카보닐의 분자수를 조절하였다. 몰 리브덴 헥사카보닐 저장소의 온도는 40, 50, 60과 70°C로 하였으며, 그 결과는 그림 5에서 나타내었다. 몰리브덴 헥사카보닐 저장소의 온도가 점차 증가됨 에 따라 철 몰리브덴 합금 나노 입자라고 생각되는 합성물에서의 몰리브덴 무게비 함량이 약 1, 3, 5와

(a)		100nm	(b)	6	100nm
Elmt.	Wt.%	At.%	Elmt.	Wt.%	At.%
Fe K	98.71	99.24	Fe K	97.12	98.30
Mo L	1.29	0.76	Mo L	2.88	1.70
Total	100.00	100.00	Total	100.00	100.00
(c)		100nm	(d)		100nm
(c) Elmt.	Wt.%	100nm At.%	(d) Elmt.	Wt.%	100nm At.%
(c) Elmt. Fe K	Wt.% 95.26	100nm At.% 97.19	(d) Elmt. Fe K	Wt.% 89.00	100nm At.% 93.29
(c) Elmt. Fe K Mo L	Wt.% 95.26 4.74	100nm At.% 97.19 2.81	(d) Elmt. Fe K Mo L	Wt.% 89.00 11.00	100nm At.% 93.29 6.71

Fig. 5. EDS results with various evaporator temperature of $Mo(CO)_6$ (a) 40, (b) 50, (c) 60 and (d) 70°C. The decomposition temperature of Fe(CO)₅ and Mo(CO)₆ are 400°C. The pressures range of evaporator is 100~110 torr.



Fig. 6. XRD analysis on sample shown in Fig. 5 (a)~(d).

10wt.%로 점차 증가되는 것을 확인할 수 있었다. 나 노 와이어 역시 나노 입자와 같은 결과를 도출하였 으며, 경향성이 같아 생략하였다. 함량에 따른 합성물 이 철-몰리브덴 합금이 맞는지 확인하기 위해 그림 6 과 같이 XRD 분석을 하였다.

그림 6의 (a), (b), (c)와 (d)는 그림 5의 (a), (b), (c)와 (d)의 EDS 결과로부터 확인된 Fe-1wt.%Mo, Fe-3wt.%Mo, Fe-5wt.%Mo과 Fe-10wt.%Mo라고 생각되 어지는 나노 입자를 이용하였다. 전체적으로 BCC 구조를 가지는 Fe의 (110)면이 뚜렷하게 관찰 되었 으며, (a)에서 (c)까지는 20값이 45° 근처에서 왼쪽 으로 조금씩 이동하였다는 것을 확인할 수 있다. 그림 6의 (c)는 철에 고용되지 못했거나 400°C에서 고용 된 후 상온으로 냉각되면서 석출된 몰리브덴의 존재 를 확인했고, (d)에서는 (c)보다 많은 양의 몰리브덴 이 있는 것을 확인했다. 이러한 몰리브덴은 BCC 결 정구조를 가지며, 철 나노 입자에 부분적인 결합 의 입자 형태를 이루고 있다고 추측한다.

몰리브덴의 고용에 대해 좀 더 자세히 알아보기 위해 그림 7과 같이 BCC 구조를 갖는 철에 몰리브 덴이 고용된 합금의 (110)면을 나타내는 45° 근처의 20값을 정밀하게 분석하기 위하여 주사 속도는 0.05°/30 sec로하고 20값은 43.5~46°의 범위로 XRD 분석을 하였다. 그림 7(a)는 몰리브덴 헥사카보닐의 전구체는 이용하지 않고 철 펜타카보닐만을 전구체 로 이용하여 합성된 철 나노 입자이며, (b), (c), (d)와 (e)는 EDS 결과로부터 확인된 Fe-1wt%Mo, Fe-3wt.%Mo, Fe-5wt.%Mo과 Fe-10wt.%Mo의 나노 입자이다. 그래프 (a)에서 EDS 결과로부터 확인된



Fig. 7. X-ray diffraction profiles of the (110) line of BCC phase in the Fe-Mo alloy nanoparticles with different compositions, the scanning rate of XRD is 0.05°/30 sec; (a) Fe nanoparticle, (b) nearly Fe-1wt.%Mo, (c) nearly Fe-3wt. %Mo, (d) nearly Fe-5wt.%Mo and (e) nearly Fe-10wt.%Mo.

Fe-3wt.%Mo인 (c)로 갈수록 픽의 20값이 점점 왼 쪽으로 이동하다가 (d)부터는 더 이상 20값이 이동 하지 않았다. 이로써, 철 나노 입자에 고용되는 몰리브 덴의 양은 정해져 있으며, Fe-Mo 합금의 상태도와 비 슷한 값만큼 고용했다는 것을 확인할 수 있었다.

4. 결 론

본 연구에서의 결론은 다음과 같이 얻을 수 있었다. 첫째, 기존 CVC 장치에 비해 매 번 일정한 양의 전구체가 저장소에서 반응로로 유입되는 개선된 장 치를 이용하여 균일한 철-몰리브덴 합금 나노 입자 와 와이어는 성공적으로 합성하였다. 둘째, 철-몰리 브덴 나노 입자 및 와이어는 전구체의 유입량과 반 응로의 분해 온도로써 형상제어가 가능하였다. 반응 로 내부로 유입되는 전구체의 양이 증가할수록 나노 분말의 크기가 점점 커지며 나노 와이어로 형상이 변하였으며, 반응로의 온도가 증가할수록 나노 와이 어의 직경은 증가하였다. 셋째, 나노 물질의 합금화 가 가능하며 유입 전구체의 양 조절에 의해 함량 조절이 가능하다는 것을 알 수 있었다.

감사의 글

본 연구는 2단계 BK21사업 및 2009년도 정부(교 육과학기술부)의 재원으로 한국 연구재단의 지원(No. 2009-0083818)을 받아 수행되었습니다.

참고문헌

- [1] G. F. Gaertner and H. Lydtin: Nanostruct. Mater., 4 (1994) 559.
- [2] L. Savinia, E. Bonettia, L. Del Biancoa, L. Pasquinia, L. Signorinia, M. Coissonb and V. Selvagginic: J. Magn. Mater., 262 (2003) 56.
- [3] S. H. Huh, H. K. Kim, J. W. Park and G. H. Lee: Phys. Rev. B, **62** (2000) 2937.
- [4] G. Skandan, Y.-J Chen, N. Glumac, and B. H. Kear: Nanostruct. Mater., 11 (1999) 149.
- [5] L. Savini, E. Bonetti, L. Del Bianco, L. Pasquini, L. Signorini, M. Coisson and V. Selvaggini: J. Magn. Mater., 262 (2003) 56.
- [6] C. G. Granqvist and R. A. Buhrman: Solid State Communications., 18 (1976) 123.

- [7] C. J. Choi, X. L. Dong and B. K. Kim: Scripta mater., 44 (2001) 2225.
- [8] G. H. Lee, S. H. Huh, J. W. Jeong and H.-C. Ri: J. Magn. Mater., 246 (2002) 404.
- [9] C. J. Choi, O. Tolochko and B. K. Kim: Materials Letters, 56 (2002) 289.
- [10] X. L. Dong, C. J. Choi and B. K. Kim: Scripta Mater., 47 (2002) 857.
- [11] W. Chang, G. Skandan, H. Hahn, S. C. Danforth and B. K. Kear: Nanostruct. Mater., 4 (1994) 345.
- [12] V. G. Syrkin and Poroshkovaya Metallurgiya: Poroshkovaya Metall- urgiya, 3 (1963) 75.
- [13] Zhiquan Jiang, Weixin Huang, Jian Jiao, Hong Zhao, Dali Tan, Runsheng Zhai and Xinhe Bao: Applied Surface Sci., 229 (2004) 43.
- [14] Menachem Motiei, Jose Calderon Moreno and Aharon Gedanken: Chem. Phy. Lett., 357 (2002) 271.
- [15] J-K. Ha, K.-K. Cho, K.-W. Kim, T.-H. Nam, H.-J. Ahn and G.-B. Cho: Mater. Sci. Forum, 534-536 (2007) 29.