

질화철 자성유체의 자기적 안정성에 관한 연구

한국자원연구소 이 효숙*
일본금속재료연구소 中谷 功

A study on the magnetic stability of Iron-nitride magnetic fluid

Korea Institute of Geology, Mining and Materials Hyo Sook Lee
National Research Institute for Metals Isao Nakatani

1. 서론

산화철을 이용한 자성유체는 1967년 미국 NASA에서 처음으로 Pappwell에 의해 개발되어 우주복의 회전구동부분의 씰링과 로켓연료의 분사 목적으로 활용되었다. 현재 산화철 자성유체는 일본과 미국에서 고진공셀, 컴퓨터의 exclusion 씰, device, 스피커뎀퍼 등에 사용하는 산화철 자성유체를 상품화하여 전세계에 공급하고 있다. 1990년 Isao Nakatani에 의해 질화철 자성유체가 플라즈마에 의한 CVD법으로 개발되었고, 1993년 또 다시 그들에 의해 암모니아가스에 의한 질화법으로 만든 질화철 자성유체는 포화자화가 2250Gauss 로 산화철자성유체(1000Gauss)보다 월등히 자기적 특성이 우수한 자성유체를 얻었다. 질화철은 철원자와 질소원자가 공유결합을 하고 치밀한 결정구조를 갖고 있어 금속철에 비하여 화학적으로 안정하다고 하였다.

본 연구에서는 질화법에 의해 제조된 질화철 자성유체가 대기중에서 시간이 지남에 따라 포화자화 및 자기적인 안정성에 대하여 조사하였다.

2. 실험방법

Fig. 1 과 같은 반응장치를 사용하였고 $\text{Fe}(\text{CO})_5$ 과 암모니아가스가 반응하여 생긴 질화철 초미립자를 계면활성제(Succinic Imide)가 포함된 케로신에 분산하여 질화철자성유체를 얻었다. 질화철은 90℃에서 1 시간, 계속해서 185℃로 온도를 상승시킨 후 1시간 동안 가열하여 반응시켜 얻었으며, 이와같은 반응단계를 3번이상 6번까지 반복하면서 $\text{Fe}(\text{CO})_5$ 를 완전 분해시켰다. $\text{Fe}(\text{CO})_5$ 양을 변화시키면서 제조한 질화철 자성유체는 6cc의 시료병에 5cc씩 넣어 노출(exposure)실험의 시료로 하였다. 시료병의 마개에 직경 4mm의 구멍을 뚫어 대기와 접촉할 수 있도록 하였다. 시료는 대기온도 23℃, 측정중 습도는 28 - 39%조건중에서 0 - 320 시간동안 magnetic vibrator에 놓고 진동을 주었다. 일정 노출시간이 지난후 각 시료의 자기적 특성을 VSM에 의해 측정하였다. 자기적 안정성은 M_t/M_0 로 나타내었으며 M_0 와 M_t 는 자성유체를 만든 직후와 t 시간후, 각각의 포화자화이다.

3. 실험 결과 및 고찰

(1). $\text{Fe}(\text{CO})_5$ 의 농도변화

케로신 50 g에 $\text{Fe}(\text{CO})_5$ 의 양을 80g, 150g 및 200g을 첨가하여 얻은 자성유체의 포화자화의 초기값은 $\text{Fe}(\text{CO})_5$ 의 첨가량이 많을수록 350Gauss, 720Gauss, 1170Gauss로 증가하였다. 포화자화의 증가는 생성된 질화철의 농도가 증가하기 때문이다.

(2). 노출실험

Figure 2는 $\text{Fe}(\text{CO})_5$ 농도별로 얻은 질화철 자성유체를 8개의 시료로 나누어 0, 1, 3.2, 10, 32, 100 및 320시간동안 대기중에서 노출시켰을 때 포화자화변화를 나타내었다. 이와같이 질화철은 대기중에서 3.2시간만에 50% 이상의 포화자화 감소를 나타내었다. 질화철농도에 따른 초기자화값에 상관없이 포화자와는 32시간만에 80% 정도의 감소를 보였다. 이와같이 포화자화의 현저한 감소는 질화철 입자의 크기가 10nm이하로 쉽게 산화되기 때문으로 생각된다. 그러므로 질화철자성유체는 대기중에서 안정하지 않으므로 encapsulation이 필요함을 알 수 있었다.

4. 결론

$\text{Fe}(\text{CO})_5$ 에 의해 제조된 질화철자성유체의 포화자화값은 $\text{Fe}(\text{CO})_5$ 첨가량이 많을수록 증가하였다. 질화철자성유체중의 질화철미립자는 대기중에서 쉽게 산화되어 포화자화가 3.2시간이내에 초기자화값의 50% 이상 감소하였다.

References

- 1). I. Nakatani and T. Fufubayashi, J. Magn. Magn. Mater., 85, 1990, 11
- 2). I. Nakatani and T. Fufubayashi, T. Takahashi and H. Hansoka, J. Magn. Magn. Mater., 65, 1987, 261
- 3). I. Nakatani, M. Hijikata and K. Ozawa, J. Magn. Magn. Mater., 122, 1993, 10-14
- 4). M. Leonowica, W. Kaszuwara and H. A. Davies, J. Magn. Magn. Mater., 157/158, 1996, 45-46

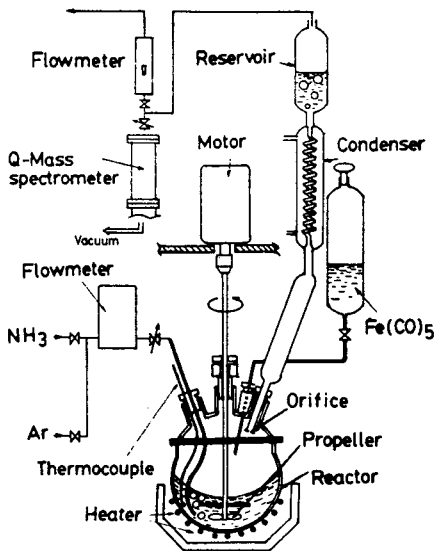


Fig. 1. Experimental apparatus for vapor-liquid reaction.

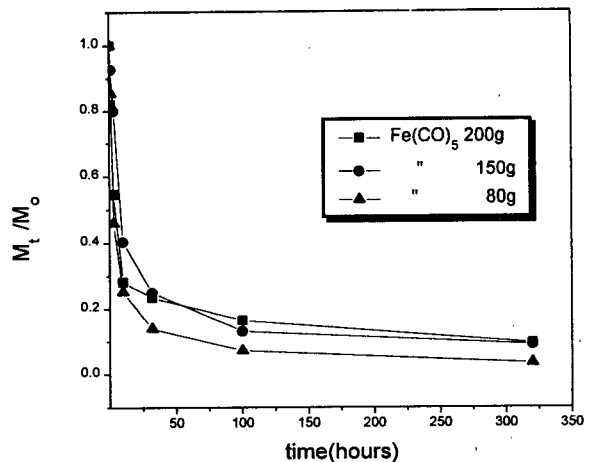


Fig. 2 Magnetic degradation depends on the exposure time