

## 화학기상응축법으로 제조한 Fe-Co 나노입자의 구조 및 자기적 상태에 관한 뫼스바우어 분석

### (Mössbauer Analysis for the Microstructure and Magnetic States of Fe-Co Nanoparticle Synthesized by Chemical Vapor Condensation)

<sup>1)</sup> 충북 청원군 내수읍 주성대학 음향공학과  
<sup>2)</sup> 경남 창원시 상남동 한국기계연구원 재료연구부  
<sup>3)</sup> 경북 포항시 남구 효자동 포항공과대학교 재료공학과

\*오세진<sup>1)</sup>, 최철진<sup>2)</sup>, 권순주<sup>3)</sup>, 김병기<sup>2)</sup>

#### 1. 서론

Fe 나노입자보다도 우수한 자기적 특성을 갖는 Fe-Co 나노입자를 화학기상응축법으로 제조하고자 하였다. 이 때 화학기상공정의 공정변수에 따른 자기적 특성 변화를 고찰하고자 하였으며, 특히 뫼스바우어 분석을 통해 나노 입자의 크기에 따른 자기적 상태의 변화 및 표면층의 구조를 상세히 분석하고자 하였다.

#### 2. 실험 방법

CVC 제조법으로 제조한 시료들의 자기특성을 투과형 뫼스바우어 분광기법을 사용하여 상온(300K)에서 분석하였다. CuK<sub>α</sub>선을 이용한 XRD를 활용하여 정성적인 상분석을 하였으며, 그 결과들을 뫼스바우어 분석과도 비교하였다. 그리고 각 시료들의 평균입도를 BET법에 의하여 평균 비표면적을 측정하였다. 입자의 형상은 고분해능 투과전자현미경을 사용하여 분석하였다.

#### 3. 결과 및 고찰

분해온도, 진공도와 캐리어 가스들은 동일한 반면에 코발트의 양이 20, 41, 50으로 증가하였다. 이 때 시료들내에 형성된 상들을 살펴보면, 코발트 양의 증가는 결과적으로 초상자성을 보이는 α-Fe(<10nm)의 양을 크게 감소시켰다. 그러나 α-Fe(>10nm), α-FeOOH와 Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>의 양들은 증가하고 있음을 볼 수 있다. 특히 벌크의 α-FeOOH 입자들의 양이 증가한다. 따라서 코발트 양의 증가는 α-Fe와 α-FeOOH의 입도를 증가시키고, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>의 형성을 용이롭게 하였다. 이러한 현상들은 시료의 자기장을 증가시키기 위해서는 코발트의 양을 증가시키는 것도 하나의 방법임을 알려주는 것이다. 왜냐하면 Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>가 자기적 성질을 가진 물질이며, α-Fe와 α-FeOOH의 입도가 증가할수록 자기력이 포화될 때까지 지속적으로 강해지기 때문이다.

분해온도만이 900℃에서 1100℃로 변화하였다. 분해온도가 900℃에서 1100℃로 증가하면서 초상자성을 보이는 더블렛의 양이 매우 크게 증가하였다. 이들 더블렛은 1100℃ 시료의 경우에 주로 10nm이하의 α-Fe인 반면에 900℃ 시료의 경우에는 주로 γ-FeOOH으로 이루어져 있다. 그리고 각 시료에 대한 주된 상(main phase)이 10nm이하의 α-Fe와 α-FeOOH로써 서로 동일하지 않음을 볼 수 있다. 따라서 분해온도가 시료의 상이 결정되는데 깊이 관여되고 있음을 볼 수 있다. 그 외 다른 상들은 분해온도가 높아짐에 따라서 크게 감소 또는 형성되지 않았다. 따라서 분해온도의 상승은 α-Fe의 입도를 감소시키는 결과를 가져 왔으며, 이로 인하여 시료의 전체적인 자기적 성질을 크게 감소시키게 될 것이다.

진공도의 차이는 시료의 조건을 변화시켰다. 86%에 해당하는 10nm이하의 α-Fe (더블렛 성분)이 γ-FeOOH로 변화하는 가운데 그것의 양도 19%로 급격히 감소하고 있다. 반면에 진공도의 증가는 10nm 이상의 α-Fe, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>와 α-FeOOH의 형성을 크게 증가시키는 결과를 가져왔다. 이처럼 α-Fe와 α-FeOOH 입자들의 입도를 대략 50nm이상으로 증가시켰으며, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>와 같은 자기적 성질을 가진 성분의 증가는 시료의 자기적

강도를 증가시키는 결과로 나타났다. 따라서 진공도의 증가는 시료의 입도를 증가시켰으며, 입도의 증가는 시료의 자기적 성질의 강화로 작용하게 될 것이다.

캐리어 가스가 헬륨(He)에서 아르곤(Ar)으로 바뀌면서 산소(O<sub>2</sub>)를 조금씩 포함하고 있다. 분해온도, 진공도 및 코발트(Co)의 양들은 거의 동일한 가운데 캐리어 가스내에 산소가 포함된 양에서 차이를 보이고 있다. 이러한 조건은 시료의 평균입도의 감소로 나타났으며, 시료를 구성하는 성분에도 커다란 차이를 보이고 있다. 산소가스 양의 증가는 더블렛 성분의 급격한 증가(97%)로 나타났으며, 성분 면에서도  $\gamma$ -FeOOH에서  $\alpha$ -Fe(<10nm)로 바뀌었음을 볼 수 있다. 그러나  $\alpha$ -Fe(>10nm)와 Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>의 형성은 완전히 억제되었다. 시료내의 나머지 성분(7%)은 중간크기의  $\alpha$ -FeOOH로 밝혀졌다. 따라서 캐리어 가스내에 산소의 증가는 입도를 크게 감소시켰으며, 그 결과로써 시료의 자기적 성질은 7%의  $\alpha$ -FeOOH를 제외하고는 거의 상실된 것으로 보여진다.

#### 4. 결 론

화학기상증착공정으로 제조한 나노 Fe-Co 입자의 구조를 고찰한 결과, Fe-Co 코아에 산화물의 shell로 이루어져 있었으며, 코아(core) 표면에  $\alpha$ -FeOOH,  $\gamma$ -FeOOH 또는 Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>가 형성되어 있었다. 시료의 평균입도와 코발트의 함유량과는 무관하지만, 코발트의 양이 증가하면 시료의 자기적 성질이 증가하였다. 한편 분해온도가 높아지면  $\alpha$ -Fe의 입도를 감소시켜 시료의 자기적 성질을 크게 감소시켰다. 챔버의 진공도가 증가되면 시료의 평균입도를 증가시켜 시료의 자기적 성질을 높여주고, 캐리어 가스내에 산소의 증가는 입도를 크게 감소시켜 시료의 자기적 성질을 거의 상실하게 하였다.