

Core/shell 구조의 Fe-FeAl₂O₄ 나노 연경자성 분말의 제조

김종렬*, 전광원, 문기웅¹

한양대학교 금속재료공학과, 경기도 안산시

¹에이엠오, 경기도 김포시

1. 서론

Fe는 대표적인 연자성체로서 대기 중에서 산화가 되기 쉬운 특성을 보이며, 특히 나노 분말로 제조하였을 경우, 넓은 표면적으로 인해 산화의 정도는 벌크 상태보다 매우 강해지는 특성을 나타낸다. 따라서 Fe 나노 분말 제조시 환원 공정은 필수적이며, 글로브 박스 내에서 취급하는 것이 일반적이다. 그러므로 Fe 나노 분말을 상온의 대기 중에서 취급할 수 있도록 하기 위해서는 Fe 나노 분말을 산화 방지 막으로 감싸고 있는 core/shell 구조가 적당하다. 본 연구에서는 Fe 나노 분말을 FeAl₂O₄의 산화 방지 막으로 감싸고 있는 core/shell 구조의 연자성 분말의 제조 방법을 개발하고자 한다.

2. 실험방법

본 연구에서는 화학적 방법을 통하여 core/shell 구조의 Fe/FeAl₂O₄ 나노 분말을 합성하였다[1,2]. [Fe(NO₃)₃·9H₂O], [Al(NO₃)₃·9H₂O]와 [NH₂CH₂COOH]를 초순수(deionized water)에 용해시켜 생성된 질산염 용액을 80℃ 정도로 가열하여 서서히 증발시켜 점성질의 gel로 만든 뒤, 100℃ 이상으로 가열해주면 점성질의 gel은 건질의 gel 타입으로 변화한다. 이 건질의 gel은 대기 중에서 발화하여 깨지기 쉬운 분말이 된다. 생성된 분말을 core/shell 구조를 갖게 하기 위해 수소 분위기에서 600~700℃로 1시간가량 환원시킨다. 환원된 Fe의 구조는 X-ray 회절 장치(XRD, Rigaku D/MAX-2500)를 이용하여 분석하였으며, 형태와 미세 구조는 투과전자현미경(TEM, Jeol JEM3010)을 통하여 분석하였다. 또, 분말의 자성 특성은 진동 시료형 자력계(VSM, Toei VSM-5)를 통하여 측정하였다.

3. 실험결과

그림 1은 화학적 방법을 통하여 생성된 분말을 700℃에서 1시간 동안 환원한 분말의 XRD 패턴이다. 제조된 분말은 Fe의 구조가 뚜렷하게 관찰되며, shell을 이루는 FeAl₂O₄의 구조가 약하게 관측되었다. TG/DTA를 통한 열분석 결과, 약 200℃까지 산화가 일어나지 않음을 확인하였다. 그림 2는 상기 방법으로 제조된 Fe-FeAl₂O₄ 분말의 자성 특성을 나타낸 것이다. 자성 특성 측정 결과, Al이 첨가됨으로서 포화자화값은 190 emu/g 정도로 순수 Fe에 비해 떨어지지만 80% 이상의 높은 포화자화값을 갖으며, 낮은 잔류자화·보자력을 가지는 연자성체임을 확인하였다.

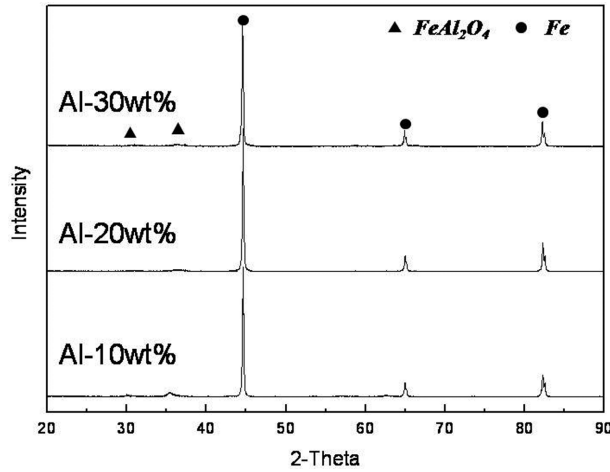


그림 1. Core/shell 구조의 Fe-FeAl₂O₄ 나노 분말의 Al 함량별 XRD 측정 결과

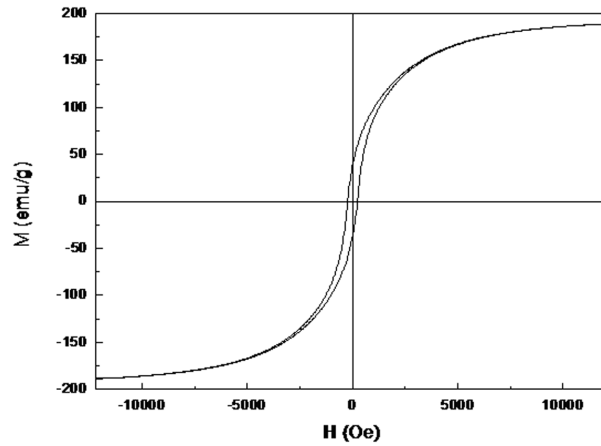


그림 2. core/shell 구조의 Fe-FeAl₂O₄ 나노 분말(Al 20 wt%)의 M-H curve

4. 결론

화학적 방법을 통해 분말을 생성한 후, 700°C 이상의 온도에서 하소를 함으로서, core/shell 구조의 Fe-FeAl₂O₄ 나노분말을 쉽게 생성할 수 있었으며, XRD와 TEM 등을 통한 분석 결과 분말은 Fe를 FeAl₂O₄의 산화 방지 막이 산화를 막아 주는 core/shell 구조를 형성하고 있음을 확인할 수 있었다.

5. 참고문헌

- [1] Tianyou Peng, Xun Liu, Ke Dai, Jiangrong Xiao, and Haibo Song, Materials Research Bulletin **41** (2006) 1638-1645.
- [2] Yanping Wang, Junwu Zhua, Xujie Yanga, Lude Lu, a and Xin Wang, Materials Research Bulletin **41** (2006) 1565-1570.

본 연구는 지식경제부 소재원천기술개발사업의 연구비 지원으로 수행되었습니다..