

## A2

### 화학기상응축법에서 슬러리형태의 전구체를 이용한 $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 나노분말의 합성 (Synthesis of $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanopowder using slurry-type precursor in chemical vapor condensation process)

한양대학교 이창우\*, 임성순, 유지훈, 오승탁, 이재성

#### 1. 서론

$\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(maghemite)분말은 염료, 자기기록매체에 사용되고 있으며 나노구조화됨에 따라 초상자성을 나타내어 최근에는 고밀도 자기기록매체 및 자기냉동효과에 기인한 냉매없는 냉장고에 이용되는 자성재료이다.  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 분말이 초상자성을 나타내기 위해서는 고순도, 미세한 입자의 크기 및 균일한 크기분포를 갖는 무응집된 나노분말이라는 요구조건을 만족해야 한다. 본 연구에서는 화학기상응축법(chemical vapor condensation process, CVC)을 통하여 상기 요구조건을 만족하는  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 나노분말을 제조하고 분말형성 과정동안 공정변수와 반응인자간의 관계를 조사하여 우수한 자기적 특성을 갖도록 미세구조를 제어하는 것을 목표로 하였다.

#### 2. 실험방법

분말형태의 Fe(III) acetylacetonate를 용매인 isopropyl alcohol을 사용하여 슬러리 형태의 전구체를 제작하였다. 온도와 압력에 대한 영향을 조사하기 위하여 0.5M인 전구체를 이용하였다. 온도의 영향은 압력이 40 mbar인 조건에서 700°C, 800°C, 900°C, 1000°C로 변화시켜 분말을 제조하였고, 압력의 영향은 900°C의 온도 조건에서 압력이 40 mbar와 400 mbar일 때, 분말을 제조하여 특성을 분석하였다. 또한 일정한 온도와 압력조건에서 농도를 0.1M, 0.2M, 0.3M, 0.4M, 0.5M, 1.0M로 변화시켜 분말을 제조하였다. 총 기체유량은 5 lpm (He: 2 lpm, O<sub>2</sub>: 3 lpm), 전구체 기화온도는 210°C 그리고 전구체의 주입속도는 0.3 ml/min로 유지하였다. 제조된 분말들의 상분율과 결정크기는 XRD, 비표면적은 BET를 통하여 구하였고, TEM을 이용하여 입자의 크기, 형상 등의 미세구조를 관찰하였다.

#### 3. 결과 및 고찰

압력이 40 mbar일 때, 900°C와 1000°C의 온도조건에서  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 단일상을 갖는 분말을 얻었다. 900°C에서 두가지 압력조건으로 분말을 제조한 결과 40 mbar의 압력에서 더욱 미세하고 균일한 크기분포를 갖는 입자들이 합성되었다. 이는 반응압력이 낮을수록 충돌률과 체류시간이 감소하여 입자의 성장과 입자간의 응집현상이 약화되었기 때문이다. 분말의 미세구조를 제어하기 위하여 900°C, 40 mbar의 조건에서 전구체의 농도를 변화시킨 결과 전구체의 농도가 낮아질수록 입자의 크기와 응집도가 감소하였다. 이는 전구체의 농도가 낮을수록 단위부피당 응축기체분자의 수가 감소하여 입자간 충돌횟수가 줄어들고 입자성장, 충돌률, 체류시간이 최소화 되었기 때문이다.

#### 4. 결론

화학기상응축법을 이용하여 초상자성 재료로서의 요구조건을 충족할 수 있는  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 나노분말을 제조하였다. 또한 반응인자값의 계산을 통하여 공정변수의 변화가 분말형성에 끼치는 영향을 정량적으로 조사하였다. 앞으로 남은 과제로서는 전구체의 열분석을 통하여 유기물의 분해단계 및 반응조건을 예측하고,  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 나노분말의 자기적 특성과 공정변수의 관계에 대한 연구가 진행되어야 할 것이다.