

## Magnetite 强磁性流體의 제조와 그 특성

김태옥·김상문

부산대학교 무기재료공학과

(1989년 8월 7일 접수)

---

### Preparation and Characteristics of Magnetite Ferrofluid

Tae-Ok Kim and Sang-Mun Kim

Dept. of Inorg. Mat. Eng., Pusan National University

(Received August 7, 1989)

#### 요 약

$\text{FeCl}_2$ 와  $\text{NaOH}$ 를 침전 반응시켜  $\text{Fe}(\text{OH})_2$  현탁물을 만들고 이를 공기 산화시켜 얻은 magnetite ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ )의 입자표면에 sodium oleate와 sodium alkyl benzene sulfonate를 제1 및 제2계면활성제로서 흡착시켜서 석유 및 물을 분산매로 하는 magnetite 강자성 유체를 제조하고, 계면활성제의 흡착량에 따른 분산율, 점도, 자성 등을 조사한 결과 다음과 같다.

- 1) 공기 산화시켜 얻은 magnetite의 형상은 구상에 가까운 입방정이다.
- 2) magnetite 표면에 흡착된 sodium oleate의 최대량은 sodium oleate가 흡착된 magnetite 무게의 약 20%이다. 그리고 magnetite가 안정하게 분산매 속에 분산되었을 때  $R(\text{Fe}_3\text{O}_4)$ 에 대한 첨가된 sodium oleate의 무게비율은 0.40-0.48이다.
- 3) magnetite 강자성 유체의 분산율, 점도, 자화는  $R=0.40-0.48$ 이상 일때 첨가된 sodium oleate의 양에 관계없이 일정하다.
- 4) magnetite 강자성 유체의 자기이력 곡선은 초상자성을 나타낸다

#### ABSTRACT

The magnetite ferrofluids of which solvents are water or kerosene have been prepared by making surfactant adsorbed on the surface of the magnetite which have been synthesized by air oxidation of  $\text{Fe}(\text{OH})_2$  at pH 11 and  $75^\circ\text{C}$ , and their basic properties have been measured by XRD, SEM, DTA, TG, viscometer, magnetometer and B-H tracer.

The results are as follows :

- 1) The shape of magnetite prepared by air oxidation is found to be sphere-like shape and its particle size is smaller than  $200\text{\AA}$ .
- 2) The maximum amount of sodium oleate adsorbed on the surface of magnetite is about 20% in the weight of the magnetite including the adsorbed sodium oleate. And when magnetite is well dispersed into solvent, R

(the weight ratio of the added sodium oleate to  $Fe_3O_4$ ) is 0.40-0.48.

3) The dispersion ratio, the viscosity and the magnetization of magnetite ferrofluid are constant regardless of the added amount of sodium oleate above  $R=0.40-0.48$ .

4) The magnetic hysteresis curves of magnetite ferrofluid show superparamagnetism-like behavior.

### 1. 서 론

강자성 유체란 magnetite( $Fe_3O_4$ )와 같은 강자성 분말을 안정하게 분산시킨 콜로이드 용액으로 원심력과 자기장속에서도 분산질과 분산매의 분리가 일어나지 않으며 외관상 액체 자신이 강자성을 띠고 있는 것이 특징이다<sup>1)</sup>.

강자성 유체는 S.S.Papell 이 로켓 연료를 강자성 유체화하여 무중력 상태에서도 연료 탱크 속에 위치하도록 하기 위한 연구에서 개발되기 시작하였다<sup>2)</sup>. 이것이 NASA의 아폴로 계획에 연관되어 연구되면서부터 주목을 끌게되어, 높은 자속이 걸리는 부분에 강자성 유체를 주입시켜 sealing 작용을 하게하여 우주복 등에 사용하였다.

Papell 이 고안한 최초의 강자성 유체 제조법은 magnetite 와 올레인산을 함유한 유기용매를 불밀로써 1000시간 이상 분쇄한 것으로(습식 분쇄법), 제조에 시간이 많이 걸릴 뿐만 아니라 고농도의 강자성 유체를 얻기 어렵고 제조 원가도 높다는 결점이 있다<sup>3)</sup>. 그후 습식법으로 얻어진 magnetite 를 수용액 속에서 올레인산 이온을 흡착시켜 수세, 탈수 후 분산 처리하는 방법(흡착 유기상 분산법)<sup>4-8)</sup>,  $Fe^{2+}$ 와  $Fe^{3+}$ 의 공존액에 알칼리를 첨가한 후 이것을 올레인산이 함유된 끓고 있는 섬유속에 첨가하는 방법(해교법)<sup>9,10)</sup> 등이 개발되면서부터 습식 분쇄법의 결점들이 보완되었다. 이 가운데서도 흡착 유기상 분산법이 경제적으로 강자성 유체를 대량 생산할 수 있다고 보고되어 있다<sup>3)</sup>.

강자성 유체용 자성 분말의 제조에는 건식법과 습식법이 있는데, 건식법은 통상의 분말 야금적 방법으로써 강자성체를 합성하고 분쇄하는 것으로서 초미립 분말을 얻기에는 부적당하다. 그러나 습식법은 2가의 금속이온( $Fe^{2+}$ ,  $Mn^{2+}$ ,  $Zn^{2+}$ ,  $Co^{2+}$ ,  $Mg^{2+}$  등)과  $Fe^{3+}$ 의 혼합용액을 알칼리 용액으로 공침반응시켜 얻는 방법(중화법)과 2가의 금속과 2가의 철이온을 함유한 수용액에 알칼리를 첨가한 후 공기 또는 산소를 불어 넣어 산화시켜 제조하는 방법(산화법)이 있는데 이 습식법은 건식법에 비하여 월등히 우수한 강자성 미립자를 얻을 수 있다<sup>11,12)</sup>.

각종 용매에 습식법으로 제조된 ferrite 분말을 분산시켜 얻은 강자성 유체의 각종 성질을 이용한 응용적 연구가 많이 시도되고 있다. 예를 들면 자성잉크, 복사 현상액, 자성도료 등의 기록재료, 가동부 회전체의 sealing, 비중선별, 발전기의 열교환기, 의뢰기, 스위커 등에서의 응용 등이다<sup>4,13-15)</sup>. 그러나 국내에서는 이에 관한 연구가 보고된 바 없다.

본 연구에서는 침전물의 공기 산화법에 의하여 얻어진 magnetite( $Fe_3O_4$ )를 분산질로 하고 물과 석유를 분산매로 한 강자성 유체를 제조하여 그 기초적 물성을 조사하였다.

### 2. 실험 방법

#### 2.1. 시료 제작

##### 2.1.1. Magnetite

특급시약을 사용하여 1M  $FeCl_2$ 용액과 2M NaOH 용액을 만들었다. 이때 1M  $FeCl_2$ 용액을 정확히 조제하기 위하여,  $FeCl_2 \cdot nH_2O$ 를 물에 녹인 후  $FeCl_2$ 용액 속에 질소를 불어 넣고, 질소 분위기에서 여과하여  $FeCl_2$ 용액을 얻은 후 Reinhart-Zimmerman 용액과 1/10KMnO<sub>4</sub>용액으로 분석하여  $Fe^{2+}$ 의 농도를 정확히 측정하고, 여기에 적당량의 증류수를 가하여 1M  $FeCl_2$ 용액을 만들었다. 이미 보

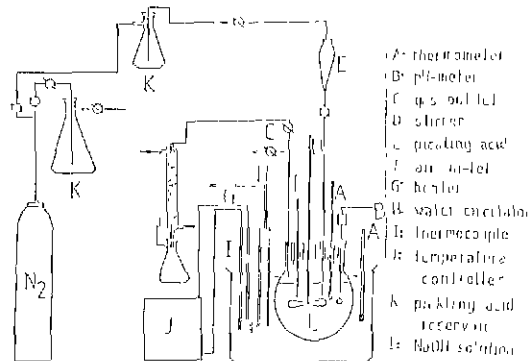


Fig.1. Apparatus for preparing magnetite and ferrofluids.

고된 Kiyama 의  $Fe(OH)_2$  산화반응 결과에 따라<sup>12)</sup> 본 연구에서는 Fig. 1에 나타낸 장치를 사용하여 실험 조건을 pH11, 75°C에서  $Fe(OH)_2$  현탁액을 공기 산화 하기로 결정하였다.

Fig. 1에 나타낸 반응조에 질소로 처리한 1M $FeCl_2$  용액을 pH11이 될때까지 교반하면서 적가하여  $Fe(OH)_2$  침전물을 얻은 후 질소를 불어 넣으면서 75°C가 될때까지 가열하고 75°C에서 질소대신 공기를 2시간 동안 400-500l/hr의 유량으로 불어 넣어 magnetite 를 얻었다.

2.1.2. Magnetite 강자성 유체

magnetite 강자성 유체의 합성공정은 Fig. 2와 같다.

magnetite 표면에 양이온 계면활성제를 흡착시키면 안쪽에서는 소수기가 외부로 향하고 있는 화학적 흡착층과 바깥쪽에서는 내부로 향하고 있는 물리적 흡착층이 형성되는데, 여기에 산을 첨가하여 수세하면 바깥층의 물리적 흡착층이 제거되어 기름에 안정하게 분산될 수 있는 단분자 화학적 흡착층만 남게 된다. 여기에 음이온 계면활성제를 첨가하면 친수기가 외부로 향하는 2분자 흡착층을 형성하여 물에 안정하게 분산된다고 보고되어 있다<sup>5,6)</sup>.

본 실험에서는 공기 산화법으로 제조된 magnetite 미립자 현탁액에 제1의 계면활성제로서 양이온 계면활성제인

sodium oleate( $C_{17}H_{33}COONa$ )를 첨가하고 90°C에서 30분간 교반시켜 흡착시킨 다음 pH 5-6이 되도록 HCl을 첨가하여 입자간의 응집이 일어나게한 후 magnetite 현탁액을 수세하여 전해질을 완전히 제거하고 여과시켜 cake 상태의 magnetite 응집체를 얻었다. 여기에 석유를 첨가하여 교반시켜 석유 분산매 강자성 유체를 만들었다. 그리고 여과된 cake 상태의 응집체에 제2의 계면활성제로서 음이온 계면활성제인 sodium oleate benzene sulfonate ( $C_{12}H_{25}-\langle \text{C}_6\text{H}_4 \rangle -SO_3Na$ )와 물을 첨가한 후 교반시켜 물 분산매 강자성 유체를 제조하였다.

2.2. 측 정

2.2.1. Magnetite 분체의 특성

1) 공기 산화시켜 얻은 magnetite 분말의 회절상을 RIGAKU 의 X-ray diffractometer 를 사용하여 분말회절법으로 조사하였다. 이때 측정 조건은 Cu-K $\alpha$ , 35kV, 30mA, scanning speed 2°C/min, slit 계 : 1°-0.5°-1° 이었다.

2) 입자의 크기 및 형태

공기 산화법에 의하여 제조한 magnetite 건조 분말과 강자성 유체속의 계면활성제가 흡착된 magnetite 분말을 건조시켜 입자의 크기와 형태를 주사형 전자현미경을 사용하여 관찰하였다.

3) 계면활성제의 흡착량

건조된 magnetite 분말과 강자성 유체속의 계면활성제가 흡착된 magnetite 분말을 50°C에서 3일 동안 건조시킨 후 RIGAKU 의 DTA, TG 를 사용, 700°C 까지의 공기중 일화학 반응을 조사하여 계면활성제의 흡착량을 측정하였다. 이때 측정 조건은 승온속도 : 10°C/min, 표준시료 :  $\alpha-Al_2O_3$  이었으며, 사용시료량은 10mg 이었다.

4) 자성

magnetite 분말의 帶磁率 및 자기이력 곡선을 Faraday - magnetometer 와 Riken Denshi Co. Ltd. 의 automatic B-H curve tracer 및 BHU-60으로써 실온에서 측정하였다.

2.2.2. Magnetite 강자성 유체의 분산 및 특성

1) 분산 상태

분산매 속에 안정하게 분산된 magnetite 의 양과 분산매 속에 투입된 총 magnetite 량의 비율 다음과 같은 방법으로 구하였다. 분산질 입자의 비중을  $\rho_c$ , 분산매의 비중을  $\rho_m$ , 강자성 유체를 교반시킨 후 5일간 방치하였을 때 분산된 강자성 유체의 비중을  $\rho$  라고 하면 분산질의 양  $\theta(g/ml)$

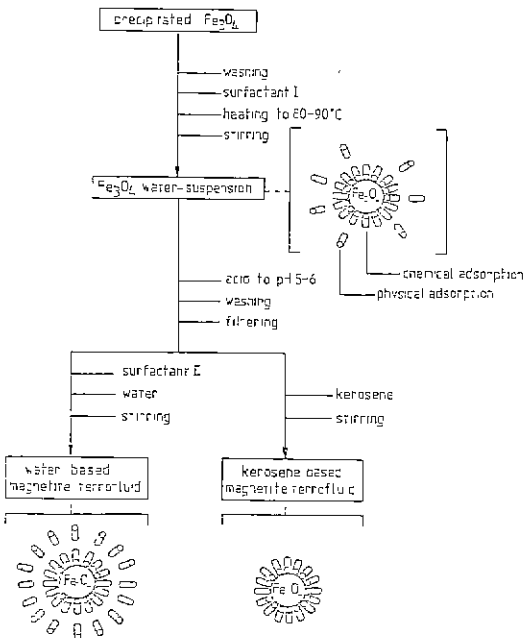


Fig. 2. Preparation process of the magnetite ferrofluids.

는 다음과 같다<sup>7,8)</sup>.

$$\theta = \frac{\rho - \rho_1}{\rho_2 - \rho_1} \dots \dots \dots (1)$$

$\rho = \rho_1$ 일 때  $\theta = \theta_1$ ,  $\rho = \rho_2$ 일 때  $\theta = \theta_2$  라고 하면 분산율  $\gamma$ 는 다음과 같이 정의된다.

분산율을 구하기 위하여 12.5g의 magnetite 에 계면활성제를 첨가하여 분산매에 분산시켜 120ml의 강자성 유체를 만든 직후( $\rho_1$ )와 5일간 방치시킨 후의 강자성 유체에 대하여 그 표면에서 2cm 깊이에 추를 내려 Archimedes 방법으로 비중( $\rho_2$ )을 측정하고 다음 식을 이용하여 분산율을 구하였다.

$$\gamma = \frac{\theta_2}{\theta_1} = \frac{\rho_2 - \rho_1}{\rho_1 - \rho_1} \dots \dots \dots (2)$$

소량의 강자성 유체를 slide glass 위에 떨어뜨려서 배울 400-600배의 광학현미경으로 그 건조 과정에서 분산질의 상태 변화를 관찰하였다.

2) 점성

강자성 유체의 점도는 Ostwald viscometer 4호를 사용하였다.

3) 자성

2.2.1의 4)항에서 기술한 장치로써 강자성 유체의 자기 디력 곡선을 측정하였다.

3. 실험결과 및 고찰

3.1. Magnetite 분체의 특성

Fe(OH)<sub>2</sub>의 공기 산화에 의하여 제조된 침전물을 건조시켜 X-선 회절 분석한 결과 Fig.3과 같다.

Fig.3에서 보는 바와 같이 침전물은 모두 magnetite 단

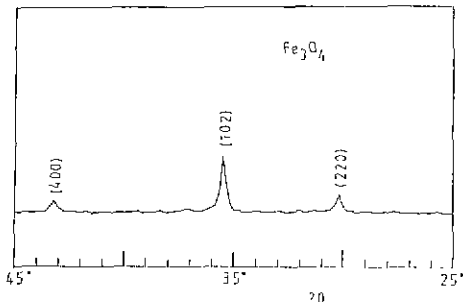
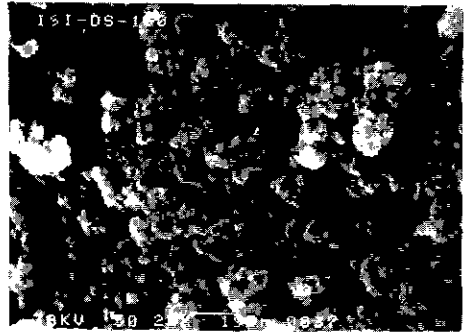
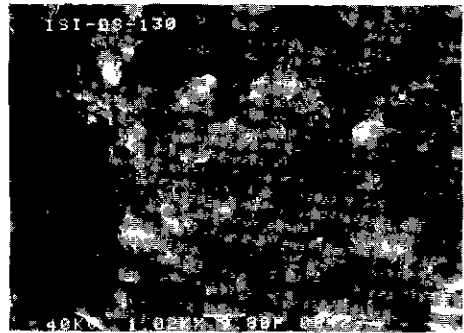


Fig.3. XRD(Cu-Kα) of the magnetite prepared by oxidation of Fe(OH)<sub>2</sub>.



(a)



(b)

Fig.4. Microphotographs of magnetite. (a) magnetite prepared by air oxidation (b) magnetite adsorbed sodium oleate

상임을 보이고 있으며 Debye-Scherrer formula 에 의하여 입자의 입경을 계산한 결과 200 Å 정도이었다.

계면활성제를 흡착시키지 않은 magnetite 와 흡착시킨 것의 주사형전자현미경 관찰 결과 Fig.4와 같다.

Fig.4를 보면 magnetite 입자들은 구상에 가깝고 계면활성제가 흡착된 magnetite 는 계면활성제에 의하여 입자들 간에 응집된 모양을 보이고 있다. magnetite 분말에 흡착되는 계면활성제 층의 두께는 계면활성제와 분산매의 분자량과 분자구조에 따라 30-1000 Å 이라고 보고되어 있다<sup>16)</sup>.

sodium oleate 가 magnetite 표면에 단분자 흡착된 석유 분산매 강자성 유체를 제조하고 그 일부를 추출하여, 이것을 70°C에서 3일간 건조시켜서 얻은 magnetite 에 대하여 열분석한 결과를 Fig.5에 나타내었다.

Fig.5를 보면 첨가된 sodium oleate 와 magnetite 의 중량비 R=0일 때는 열분석 곡선에서 아무런 변화를 볼 수 없지만, R=0.16일 때와 R=0.32일 때 260°C에서 발열 peak 와 함께 7.0%, 10.0%의 무게 감량을 보이고, R=

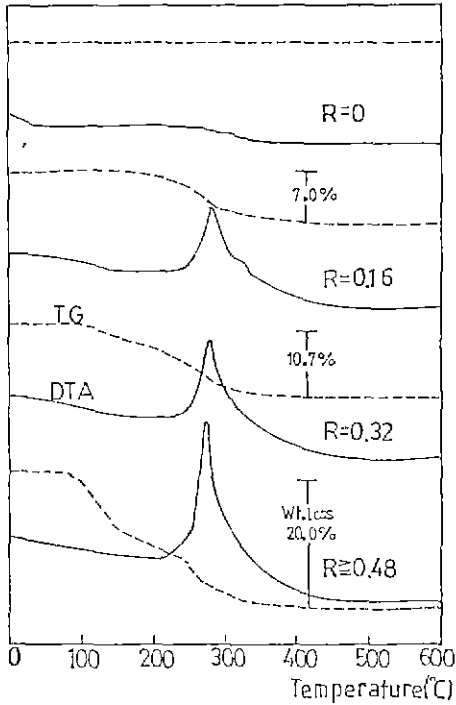


Fig. 5. Thermal analysis of magnetite adsorbed sodium oleate.

R=weight ratio of the added sodium oleate to  $Fe_3O_4$

0.48에서는 앞과 동일한 온도에서 20.0%의 무게감량을 나타낸다. 이때의 무게 감량은 magnetite 자체의 상변화가 아니라 흡착된 sodium oleate의 연소에 의하여 나타난 것으로서, magnetite 표면에 흡착되는 sodium oleate의 흡착량에는 한계가 있음을 보여주며, 그 값을 대략 sodium oleate가 흡착된 magnetite 무게의 20%에 해당한다.

### 3.2. 강자성 유체의 분산 및 특성

sodium oleate의 첨가량을 변화시켜 제조한 각 강자성 유체속의 magnetite 분산율을 조사한 결과 Fig. 6과 같다.

Fig. 6을 보면 첨가된 계면활성제의 양이 증가 될수록 분산율은 증가하다가 물 분산매 강자성 유체에서 R=0.40 이상, 석유 분산매 강자성 유체에서 R=0.48이상 첨가되면 일정해진다. 이것은 magnetite 표면에 흡착된 sodium oleate의 양에는 한계가 있기 때문에 나타나는 현상으로, Fig. 5의 결과와 비교해 볼 때 흡착된 sodium oleate의 한계량은 magnetite 1g당 0.2g이며, 안정하게 분산시키기 위하여서는 흡착된 sodium oleate 한계량의 2.0-2.5배의 sodium oleate가 필요하다는 것을 알 수 있다.

물 분산매와 석유 분산매 강자성 유체의 분산율 차이는 강자성 유체 속에 분산된 magnetite의 입경이 100-150Å이라고 보고된 바를<sup>3-7)</sup> 고려해 볼 때 공기산화법에 의하여 제조된 magnetite 입자의 비표면적 차이와 석유분산매 강자성 유체 제조시 cake 상태의 magnetite 응집체에 소량의 물이 있었기 때문이라고 생각된다. 강자성 유체의 분산율에 영향을 미치는 인자는 magnetite 미립자의 입경, 계면활성제의 종류 및 첨가량, 분산매의 종류 등이 있고, 이 인자들에 의하여 정하여진 magnetite 미립자들 간의 자기적 인력과 London형 van der Waals 힘 및 입자들의 표면 흡착층 사이의 entropy적 반발력 등에 의하여 분산되어 있다고 보고되어 있다<sup>3,17)</sup>. 따라서 본 실험에서도 강자성 유체속의 magnetite의 입경이 200Å 이하로 되면 magnetite는 단자구로 되고 입자자체는 강자성체이지만 단지 유체내의 분산력이 자기적 인력보다 우세하기 때문에 유체 전체적으로 볼 때 초상자성적인 거동을 나타내고, Brown 운동에 의하여 입자가 서로 접근할 때 magnetite 표면에 흡착된 계면활성제가 분산매와 반응한 결과 이들 분자의 전자의 운동에 의한 순간적인 쌍극자 형

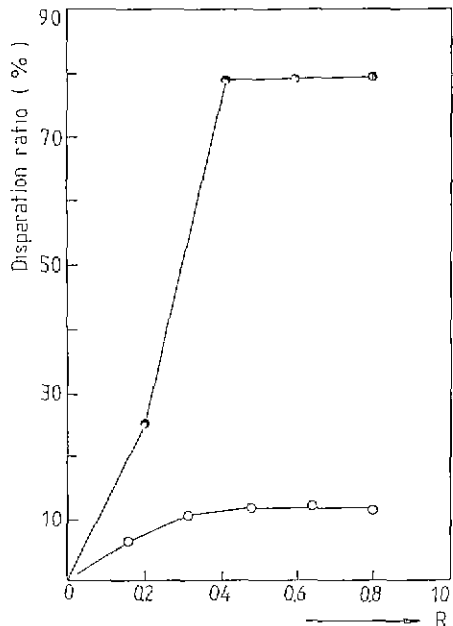


Fig. 6. Effect of the added amount of sodium oleate on the dispersion ratio of magnetite ferrofluids.

● : water-based magnetite ferrofluid  
○ : kerosene-based magnetite ferrofluid

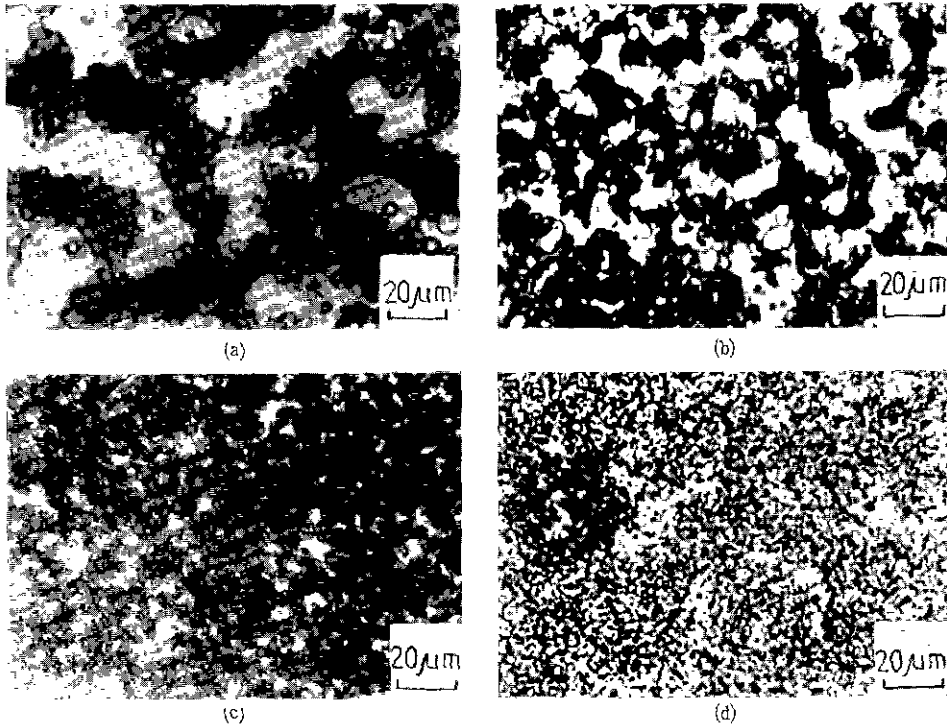


Fig 7. Aggregation of water-based magnetite ferrofluid during drying.  
 (a)  $t=10\text{min}$ . (b)  $t=20\text{min}$ . (c)  $t=30\text{min}$ . (d)  $t=40\text{min}$ .

성에 기인한 London 힘과 반발력이 입자들 사이에서 발생하여 magnetite 입자가 침강 및 응집되지 않고 분산매 속에 잘 분산되어 있다고 생각된다.

물 분산매 강자성 유체의 건조과정 중 magnetite의 응집상태 변화를 광학현미경으로 관찰한 결과 Fig.7과 같다.

Fig.7의 (a)에서 magnetite가 응집되어 있음을 볼 수 있고 건조가 진행될 수록 magnetite 입자들은 응집되면서 이 응집자들이 분산됨을 볼 수 있다.

첨가된 sodium oleate의 양이 강자성 유체의 점도에 미치는 영향을 조사한 결과 Fig.8과 같다.

Fig.8을 보면 sodium oleate의 양이 증가할수록 점도는 증가하지만, 물 분산매 강자성 유체에서  $R=0.48$ 이상 첨가되면 점도는 거의 일정한 값을 유지하고 있다. 이것은  $R=0.40, 0.48$ 이상에서 magnetite 표면에 흡착된 sodium oleate의 양이 일정하기 때문에 점도가 일정하게 된다고 생각된다.

강자성 유체속의 magnetite의 농도가 낮을 때  $25^{\circ}\text{C}$ 에서 magnetite의 농도 변화가 점도에 미치는 영향을 Fig.9에 나타내었다.

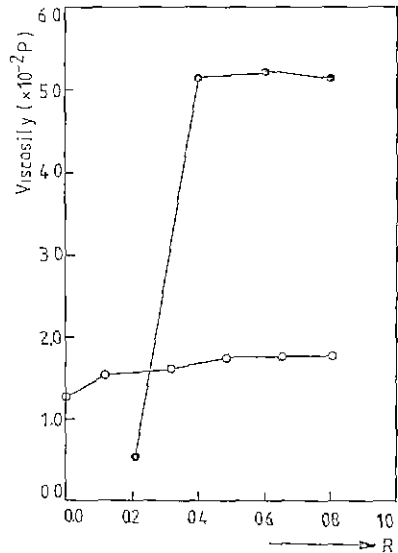


Fig.8. Viscosity of magnetite ferrofluids according to the added amount of sodium oleate.  
 $R$ =weight ratio of added sodium oleate to  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , ● : water-based magnetite ferrofluid, ○ : kerosene-based magnetite ferrofluid

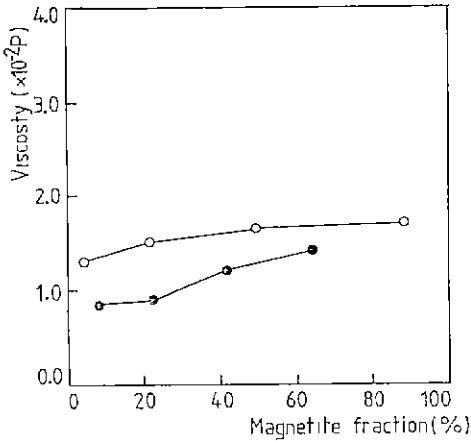


Fig. 9. The viscosity of magnetite ferrofluids according to the magnetite fraction.  
 ● : water-based magnetite ferrofluid  
 ○ : kerosene-based magnetite ferrofluid

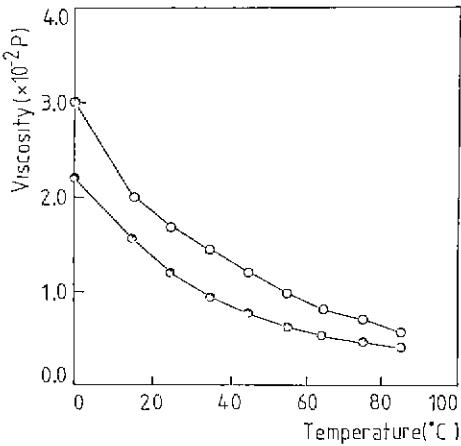


Fig. 10. The viscosity of magnetite ferrofluids according to the temperature.  
 ● : water-based magnetite ferrofluid  
 ○ : kerosene-based magnetite ferrofluid

Fig. 9를 보면 농도가 증가함에 따라 점도가 증가하고 있음을 볼 수 있다.

다음은 온도의 변화가 강자성 유체의 점도에 미치는 영향을 Fig. 10에 나타내었다.

Fig. 10을 보면 온도가 증가함에 따라 점도가 감소하고 있다.

강자성 유체속의 magnetite의 농도가 변할때 0-65°C

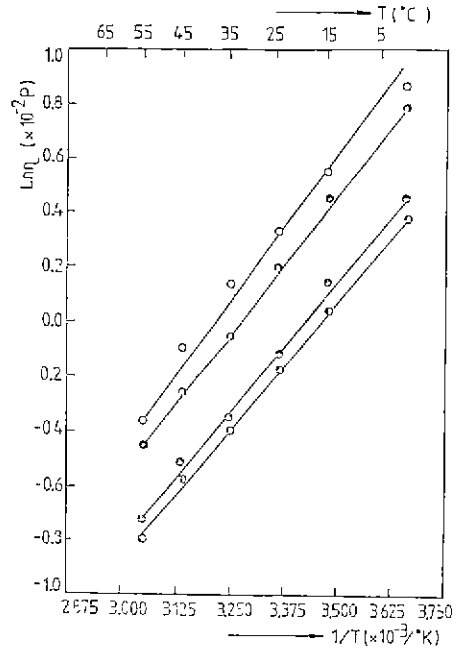


Fig. 11. The viscosity of water-based magnetite ferrofluid according to the temperature.  
 ○ : 0.0817g/ml, ● : 0.0533g/ml,  
 ◐ : 0.0273g/ml, ● : 0.0125g/ml

에서의 각 강자성 유체의 점도를 측정하고 Andrade 식  $\eta = A \exp(U/RT)$ 을 이용하여 활성화 에너지를 구하였다<sup>8,18)</sup>. 여기서 A : 비례상수, R : 기체상수, T : 절대온도 (K), U : 강자성 유체의 유동에 필요한 1mol 당의 걸보기 활성화 에너지 (kcal/mol)이다.

$\ln \eta$  vs  $(1/T)$ 의 관계를 Fig. 11, Fig. 12에 나타내었다.

Fig. 11, Fig. 12를 보면 magnetite의 농도가 증가할수록 점도가 증가하고, 온도가 증가함에 따라 점도는 감소하며,  $\ln \eta$  vs  $(1/T)$ 의 관계는 직선으로 나타남을 볼 수 있다.

Fig. 11, Fig. 12에서 직선의 경사로 구한 활성화 에너지를 Fig. 13에 나타내었다.

Fig. 13을 보면 magnetite의 농도가 증가할수록 즉 강자성 유체의 유동성이 적어짐에 따라 활성화 에너지가 증가하고 있다. 따라서 강자성 유체의 유동성을 증가시키려면 magnetite의 농도가 낮거나 점도가 낮아야 된다고 생각된다.

공기 산화법으로 제조한 magnetite의 자기이력곡선을 측정한 결과 Fig. 14와 같다.

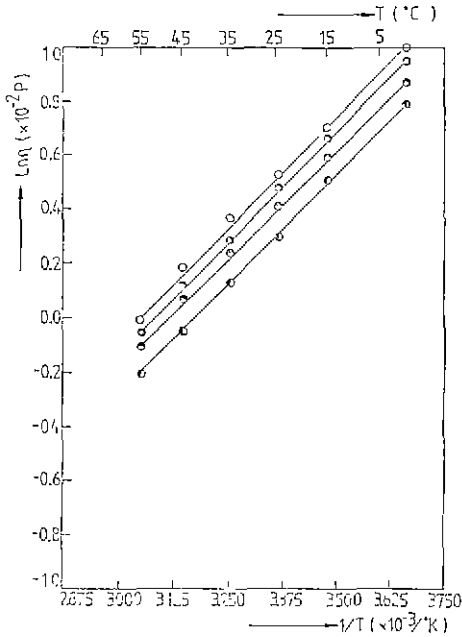


Fig. 12. The viscosity of kerosene-based magnetite ferrofluid according to the temperature.  
 ○ : 0.0144g/ml ● : 0.0079g/ml  
 ◐ : 0.0033g/ml ◑ : 0.0007g/ml

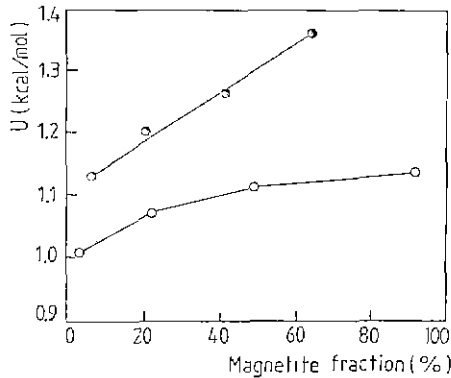


Fig. 13 Activation energy of magnetite ferrofluids according to the magnetite fraction  $\theta_1$  ( $=0.1275\text{g/ml}$ ) and  $\theta_2$  ( $=0.0016\text{g/ml}$ ).  
 ● : water-based magnetite ferrofluid at  $\theta = 0.1275\text{g/ml}$   
 ○ : kerosene-based magnetite ferrofluid at  $\theta = 0.0161\text{g/ml}$

Fig. 14를 보면 포화자속 밀도가  $57.4\text{emu/g}$  ( $=3780\text{G}$ ), 잔류자속 밀도가  $9.4\text{emu/g}$  ( $=616.1\text{G}$ ), 보자력이  $135\text{Oe}$

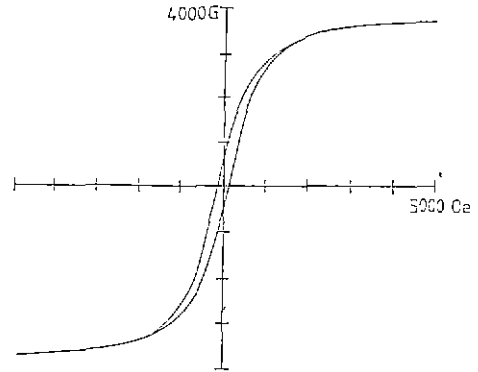


Fig. 14. Magnetic hysteresis of the magnetite prepared by air oxidation of  $\text{Fe}(\text{OH})_2$

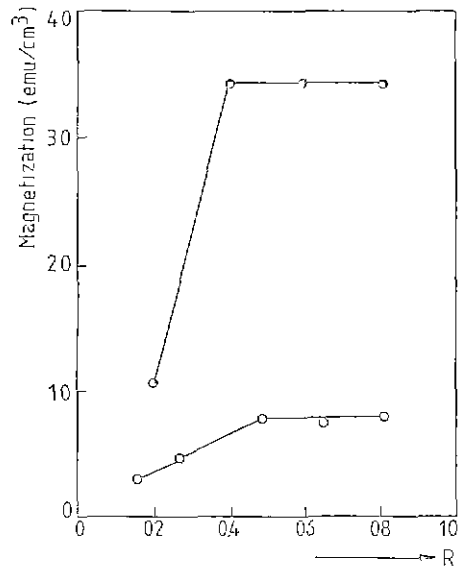
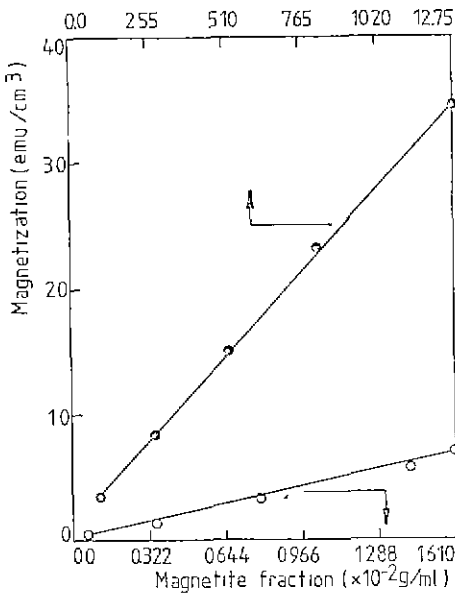


Fig. 15. Magnetization according to the added amount of sodium oleate in ferrofluids  
 $R$  = weight ratio of the added sodium oleate to  $\text{Fe}_3\text{O}_4$   
 ● water-based magnetite ferrofluid  
 ○ kerosene-based magnetite ferrofluid

로서 semihard ferrite임을 알 수 있다. 그리고 실온에서 magnetite의 대자율을 측정 한 결과  $X_g = 0.5\text{emu/g}$  이었다.

강자성 유체속의 magnetite 입자들 사이의 인력 및 반발력과 같은 상호작용이 없다고 하면 강자성 유체의 자화는 강자성 유체속에 있는 magnetite 입자들의 자화의 총합이며, 비중을 변수로 하는 식으로 부터 구해진다<sup>5)</sup>





**Fig. 16** Magnetization(emu/cm<sup>3</sup>) of magnetite ferrofluids according to the magnetite fraction.  
 ● : water-based magnetite ferrofluid  
 ○ : kerosene-based magnetite ferrofluid

$$M = \frac{\sigma_s}{\rho} \times \theta = \frac{\sigma_s}{\rho} \times \frac{\rho - \rho_l}{\rho_c - \rho_l} \dots \dots \dots (3)$$

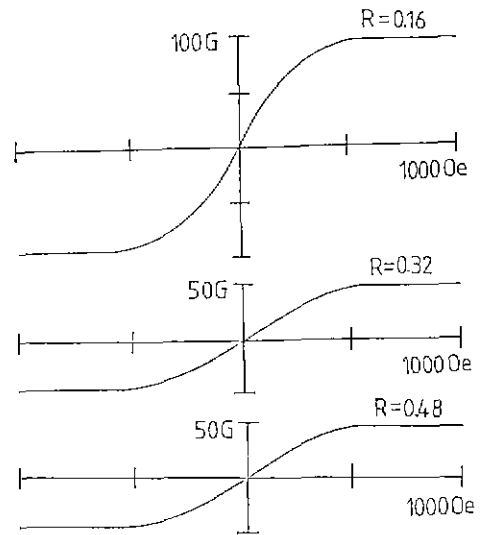
여기서 M : 강자성 유체의 자화(emu/cm<sup>3</sup>),  $\rho_c$  : magnetite의 비중(=5.238g/cm<sup>3</sup>),  $\rho$  : 강자성 유체의 비중,  $\rho_l$  : 분산매의 비중,  $\theta$  : 강자성 유체속에 분산된 magnetite의 양(g/ml),  $\sigma_s$ 는  $\sigma_s = B_m \times \rho_c = 300.9 \text{ emu/cm}^2$ 이다. (3)식을 이용하여 sodium oleate의 첨가량에 따른 강자성 유체의 자화를 계산한 결과 Fig.15와 같다.

Fig.15에서 물 분산매 강자성 유체에서 R=0.40, 석유 분산매 강자성 유체에서 R=0.48이상 되면 자화는 거의 일정한 값을 유지하는데, 이것은 R=0.40, R=0.48이상에서 magnetite 표면에 흡착된 계면활성제의 양이 일정하여 magnetite 입자가 모두 일정한 양으로 분산되어 있기 때문이라고 생각된다.

magnetite의 농도변화에 따른 강자성 유체의 자화률 (3)식을 이용하여 계산한 결과 Fig.16과 같다.

Fig.16을 보면 분산질 magnetite의 농도가 증가할수록 자화가 증가하고 있다. 강자성 유체의 자기이력 곡선을 측정하여 Fig.17에 나타내었다.

Fig.17을 보면 자기이력 곡선에서 포화자속밀도는 나타



**Fig. 17.** Magnetic hysteresis of the magnetite ferrofluids according to the added amount of sodium oleate.  
 R=weight ratio of the added sodium oleate to Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

나지만 보자력과 잔류자속밀도가 나타나지 않는 초상자성의 거동을 보이고 있다 이것은 강자성 유체속의 개개의 magnetite 단일자구 미립자가 자기장의 방향으로 회전함과 동시에 회전 Brown 운동에 의한 교란으로 나타난 것으로 해석된다.

#### 4. 결론

Fe(OH)<sub>2</sub>를 공기 산화시켜 얻은 magnetite를 이용하여 물과 석유를 분산매로 하는 강자성 유체를 제조하고 그 특성을 조사한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

- 1) 공기산화법에 의하여 제조된 magnetite의 형상은 구상에 가까운 입방정이며 입경은 200 Å 정도이다
- 2) magnetite 표면에 흡착된 sodium oleate의 흡착량은 sodium oleate가 흡착된 magnetite 무게의 20%일 때 최대이며, 미립자 magnetite를 안정하게 분산시키기 위하여 사용된 sodium oleate의 양은 magnetite 1g당 0.40-0.48g이 최적량이다.
- 3) magnetite 1g당 첨가된 sodium oleate의 양에 관계없이 magnetite의 분산율이 일정하게 되면 그때의 점도, 자화는 각각 일정한 값을 유지한다.

4) magnetite 의 농도가 증가할수록, 온도가 감소함에 따라 강자성 유체의 점도는 증가한다.

5) magnetite 의 자기이력곡선에서는 보자력과 잔류자속밀도가 나타나지만, 강자성 유체는 이것들이 나타나지 않는 초상자성적 거동을 한다.

## REFERENCES

1. 未踏加工技術協會, “新時代の磁性材料”, 日本(株)工業調査會, 226-309 (1981).
2. S.S. Pappell, U.S. Patent No. 3215572 (1965).
3. 總合技術センター, “磁性材料の開発と磁粉の高分散化技術”, 358-371, (1984).
4. 下飯坂潤三, 日本レオロジー學會誌, 5, 95 (1977).
5. 下飯坂潤三, 中塚藤人, 中鉢良治, 佐藤性陽, “磁性流體の製造とその性質について”, 粉體および粉末冶金, 22 (1), 22-26 (1975).
6. 下飯坂潤三, 中塚藤人, 中鉢良治, “水ベース磁性流體に對する溫度, pH の影響”, 粉體および粉末冶金, 23 (6), 21-25 (1976).
7. 下飯坂潤三, 中塚藤人, 中鉢良治, 佐藤性陽, “マグネタイト微粒子の水相安定分散-水ベース磁性流體の作成”, 日本化學會誌 (1), 6-9 (1976).
8. 下飯坂潤三, 中塚藤人, 吉田洋一, 山内陸夫, “ケロシンベース磁性流體の磁性粘性におよぼす溫度の影響”, 粉體および粉末冶金, 24 (4), 16-20 (1977).
9. G.W. Reimers and S.E. Khalafalla, Bureau of Miners Technical Progress Report (1972).
10. G.W. Reimers and S.E. Khalafalla, “Preparation of Dilution-Stable Aqueous Magnetic Fluid”, IEEE Transaction on Magnetism, MAG-16 (2), 178-183 (1980).
11. T. Takada and M. Kiyama, “Preparation of Ferrites by Wet Method”, Ferrites: Proceeding of the International Conference, July 1970, Japan 69-71.
12. M. Kiyama, “Condition for the Formation of  $Fe_3O_4$  by the Air Oxidation of  $Fe(OH)_2$  Suspensions”, *Bull. Chem. Soc. Jap.*, 47 (7), 1646-1650 (1974).
13. 伊藤博幸, “磁性流體の應用動向と展望”, 工業材料(日本), 30 (1), 17-26 (1982).
14. C.J. Sambucetti, “Magnetic Ink for Jet Printing”, IEEE Transactions on Magnetism MAG-16 (2), 364-367 (1980).
15. B.D. Cullity. “Elements of X-ray Diffraction”, Addison Wesley Publishing Company 99-102, (1978).
16. K. Raj and R. Moskowitz, “A Review of Damping Applications of Ferrofluids”, IEEE Transactions on Magnetism, MAG-16 (2), 358-363 (1980).
17. R. Kaiser and G. Miskolcay, “Magnetic Properties of Stable Dispersions of Subdomain Magnetite Particles”, *J. Appl. Phys.*, 41 (3), 1064 (1970).
18. Development of Ferromagnetic Liquids”, IEEE Transactions on Magnetism MAG-16 (2) 2, 172-177 (1980).
19. 趙淳彩, 레올러지, 서울교대 출판사 106-110, (1985).