

## 기상 반응법에 의한 철-코발트 합금 초미분체 제조

박균영\* · 장희동 · 김원백

한국자원연구소 소재개발연구부  
\*공주대학교 화학공학과  
(1993년 6월 17일 접수, 1993년 9월 22일 채택)

## Manufacture of Ultrafine Iron-Cobalt Alloy Powders Using Gas Phase Reaction

Kyun Young Park\*, Hee-Dong Jang and Wonbaek Kim

Materials Development Division, Korea Institute of Geology,  
Mining and Materials, 30 Kajungdong, Yusonggu, Taejeon 305-350, Korea

\*Dept. of Chem. Eng., Kongju National University, 182 Shinkwan-dong, Kongju 314-701, Korea  
(Received 17 June 1993; accepted 22 September 1993)

### 요 약

염화철(II)과 염화코발트(II) 혼합물의 증기를 수소로 환원하는 방법에 의하여 0.1 미크론 이하의 철-코발트 합금 초미분체를 제조하였다. 철, 코발트의 혼합조성, 철, 코발트 염화물의 농도, 수소와 운반가스(알곤)의 유량, 초미분체 생성후 산화피막 형성조건 및 초미분체 생성시 자장을 걸어 주었을 때의 영향 등이 실험적으로 조사되었다. 생성된 철-코발트 합금 초미분체에 대하여 ICP(inductively coupled plasma), PIXE(proton induced X-ray emission), XRD(X-ray diffraction), EDS(energy dispersive X-ray spectroscopy), XPS(X-ray photoemission spectroscopy), TEM(transmission electron microscopy), VSM(vibrating sample magnetometer)을 이용하여 입자크기분포, 불순물의 조성, 결정성 및 자기적 성질을 측정하였다. 생성된 철-코발트 합금 초미분체의 크기는 0.025-0.045 미크론 범위이었으며, 불순물로 존재하는 염소와 산소는 주로 분체의 표면에 존재하는 것으로 나타났다. 초미분체가 생성되는 부분에 자장을 걸어 줌으로써 철-코발트 합금 초미분체의 사슬이 보다 곧게 되었으며 이에 따라 항자력의 값이 증가하였다. 제조된 철-코발트 합금 초미분체의 최대 항자력값은 1,466 oersted이었고, 포화자화값은 130-180 emu/g 범위로 나타났다.

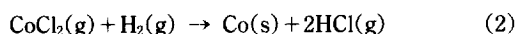
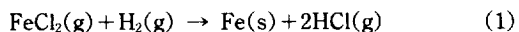
**Abstract**—Ultrafine iron-cobalt alloy powders having diameters less than 0.1 micron were manufactured by hydrogen reduction of vapor mixtures of iron(II) chloride and cobalt(II) chloride. The effects of the following variables on chemical, morphological and magnetic properties of the powders were experimentally investigated: composition of iron and cobalt in the alloy powder, concentrations of the metal chlorides in the vapor, flow rates of hydrogen and carrier gas(argon), conditions for the post-formation of oxide films on the powder surface, and the magnetic field applied where the powder is formed. Particle size distribution, chemical compositions of impurities, crystal structure and magnetic properties of the powders were measured using ICP, PIXE, XRD, EDS, XPS, TEM and VSM. The average particle size of the powder was in the range of 0.025 to 0.045 micron. Most of oxygen and chlorine, major impurities in the powder, were observed to exist on the surface of the powder. By applying a magnetic field where the powder is being formed,

the curved chain of iron-cobalt alloy particles was straightened, and a higher coercive force was obtained. The maximum coercive force of the iron-cobalt powders was 1,466 oersted. The saturation magnetization of the powder ranged from 130 to 180 emu/g.

## 1. 서 론

현재 8 mm 비디오 테이프 등 고밀도 자기기록 매체로는 이방성(anisotropic) 철 초미분체가 사용되고 있다. 상업적으로 사용되고 있는 철 초미분체는 철을 포함하고 있는 산성용액에 가성소다 등의 알칼리를 첨가하여 침상(針狀)의  $\alpha$ -FeOOH를 만들고 이것을 수소로 환원하여 만든 것으로서 수소 환원시 산소의 이탈에 의한 입자 표면의 변형을 보상하기 위하여 실리카 등에 의한 표면 처리를 해 주어야 한다. 이와 같이 해서 제조된 철 초미립자는 침상의 형태로서 장축과 단축의 비가 10.0 이상의 형태이방성(shape anisotropy)을 가지며 이에 따라 높은 항자력(coercive force)을 나타내는 것으로 알려져 있다[1]. 위의 철 초미분체 제조방법은 수용액 중에서의 침전, 여과, 건조, 고상환원, 표면처리 등의 비교적 복잡한 단계를 거친다. 한편, Tanaka와 Tanagawa [2]는 진공중에서 철을 가열 증발시킨 후 응축시켜 사슬모양의 철 초미분체를 얻었다. Tasaki[3]에 의하면 철과 코발트를 혼합하여 증발, 응축시킴으로써 철-코발트 합금 초미분체가 얻어지며 이것은 철 단독의 초미분체에 비해 높은 항자력값을 나타내는 것으로 보고되었다. Tanaka와 Tanagawa, Tasaki의 제조 방법은 진공을 요하는 물리적 제조 방법으로서 생산성이 떨어지는 단점을 가지고 있다. 한편, Otsuka 등[4]은 철염화물과 코발트 염화물을 혼합가열하여 대기압하에서 증발시킨 후 수소와 반응시키는 기상반응법에 의해 철-코발트 합금 초미분체를 제조하였으며, 이렇게 제조된 철-코발트 합금 초미분체는 1,000 oersted의 항자력을 나타냈다고 보고하였다. 기상반응법은 물리적 방법에 비해 불순물 혼입의 가능성은 높으나 상압하에서 연속조업이 가능하기 때문에 경제성이 높다. 철-코발트 합금 분말 이외에도 철, 코발트, 텅스텐, 니켈 등의 금속 초미분체 제조에 기상반응법이 적용된 예가 있다[5-7].

Otsuka 등이 사용한 기상반응법에 의한 철-코발트 합금 초미분체 제조에 참여하는 화학 반응식은 다음과 같다.



반응 (1)과 (2)는 발열 반응으로서 1,200°K에서 금

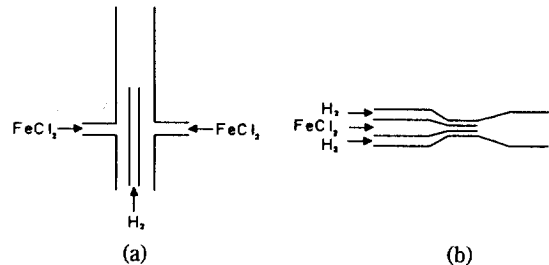


Fig. 1. Configuration of reactant-gas mixing nozzles.

속염화물 1몰당 반응열은 각각 6.9, 29.7 Kcal이며, 950 °C에서 반응은 1초 이내에 완결되는 것으로 보고되었다 [4]. 상기반응에 의해 생성된 철, 코발트 원자들은 충돌에 의해 핵을 형성하고 합체(coalescence) 과정을 거치면서 입자가 성장하며 합금구조로 전환되는 것으로 생각된다.

Otsuka 등이 사용한 반응기는 Fig. 1(a)에서 보는 바와 같이 수직 반응기의 중심 부분으로 수소가 들어오고 철과 코발트 염화물이 반응기의 측면에서 수소의 흐름과 직각으로 들어와 수소를 감싸면서 반응기 윗 쪽으로 흐르도록 되어 있다. 그러나, 금속염화물에 비해 수소가 과량으로 존재하기 때문에 반응율면에서 수소가 금속염화물 바깥쪽으로 에워싸서 흐르도록 하는 것이 바람직할 것으로 생각된다. 또한, Otsuka 등의 실험에서는 반응중 금속염화물의 증발속도(다시 말하면 운반가스 중에 포함되어 있는 금속염화물의 농도)를 일정하게 유지할 수 없었다. Otsuka 등의 논문은 철, 코발트, 철-코발트 합금 등 3가지를 대상으로 하였으며 그 중에서 철-코발트 합금제조에 관해서는 단 2회의 실험결과만이 단편적으로 보고되어 있을 뿐이다.

본 연구에서는 Fig. 1(b)에서 보는 바와 같이 수소가 금속염화물을 에워싸도록 하고 금속염화물의 증발속도를 일정하게 유지할 수 있는 새로운 반응기를 사용하여 철-코발트 합금 초미분체 제조에 영향을 미치는 여러 가지 변수의 영향을 보다 폭 넓게 관찰하였다. 금속염화물의 농도, 철-코발트 합금내의 철의 조성, 철-코발트 초미분체 생성 후 산화피막 형성 조건 등이 자기적 성질에 미치는 영향을 조사하였다. 또한, 생성된 철-코발트 분체내에 불순물로 존재하는 염소, 산소의 위치에 따른 분포를 조사하였다.

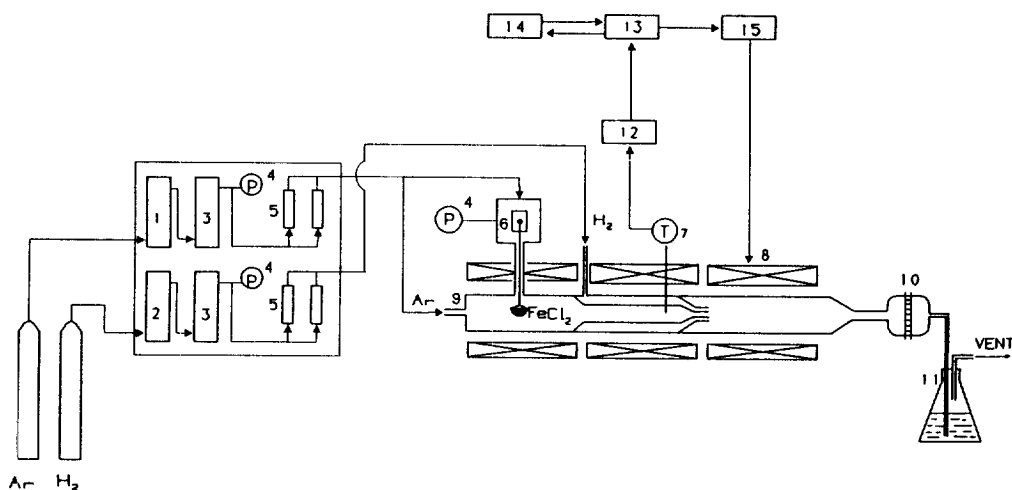


Fig. 2. Schematic diagram of experimental apparatus.

- |                                     |                 |                      |                        |
|-------------------------------------|-----------------|----------------------|------------------------|
| 1. Copper powder column             | 5. Flowmeter    | 9. Reactor           | 13. A/D, D/A converter |
| 2. O <sub>2</sub> removing purifier | 6. Load cell    | 10. Powder collector | 14. Computer           |
| 3. Gas purifier                     | 7. Thermocouple | 11. HCl absorber     | 15. SCR                |
| 4. Pressure indicator               | 8. Tube furnace | 12. Amplifier        |                        |

## 2. 실험

### 2-1. 실험장치

실험장치는 Fig. 2에 나타난 바와 같으며, 수소와 알곤의 전처리부분, 반응부분, 생성된 입자의 포집 및 배기가스 처리 부분, 그리고 컴퓨터에 의한 데이터 수집 및 제어부분으로 구성되어 있다. 알곤가스는 운반가스(carrier gas)로 사용되는데 알곤가스내에 존재하는 산소와 수분을 제거하기 위해 400°C로 가열된 20/30 mesh 크기의 구리 분말층과 CaSO<sub>4</sub>와 molecular sieve로 충전된 가스정화기(Hammond Drierite Co.)를 통과시켰다. 반응부분은 수평으로 된 석영관과 석영관 주위를 가열하는 관상로 형태의 가열 장치로 구성되어 있다. 석영관은 철, 코발트 염화물의 증발부분, 철, 코발트 염화물의 혼합증기와 수소를 예열하는 부분 및 철, 코발트 염화물과 수소가 만나서 반응이 이루어지는 부분으로 나누어져 있다. 반응기 전체 길이는 155 cm로서 증발부분과 예열부분이 각각 40 cm이고 반응부분은 75 cm로 구성되어 있다. 염화물 증발부분은 직경이 5 cm이며 철, 코발트 염화물(고체상태)을 석영보트(boat)에 담아 load cell에 연결하여 증발에 따른 무게감량을 측정하였다. 철, 코발트 염화물과 수소의 예열부분은 이중관으로 되어 있는데 안쪽 관의 직경은 3 cm이고 바깥쪽 관의 직경은 5 cm이다. 안쪽 관으로는 철, 코발트 염화물 증기와 운반가스인 알곤가스가 통과하고 바깥쪽 관으로는 수소가스가 흐르도록 되어 있다. 반응이 일어나는

부분의 직경은 3.5 cm이며 2기의 관상로가 설치되어 반응기의 축방향 온도분포를 조절하도록 되어 있다. 반응에 의해 생성된 입자는 평균 기공크기가 20 미크론인 테플론 membrane 필터에 의해 포집되며 염화수소가스는 물에 흡수시켜 물중의 염소 이온 농도를 측정함으로써 반응율을 결정하였다.

### 2-2. 실험방법

반응기의 철, 코발트 염화물 증발부분에 철, 코발트 염화물을 장입한 후 반응기내의 공기를 제거하기 위해 정제된 알곤가스를 주입하여 반응기내를 불활성 분위기로 만들었다. 본 실험에 사용된 염화철(II)과 염화코발트(II)는 일본 Junsei chemical회사 제품으로 G.R.급 시약이다. 염화물 시료중에 일부 존재하는 수분을 제거하기 위하여 무게감량이 없을 때까지 가열하였다. 예열부분과 반응부분에 수소와 알곤가스를 통과시키면서 예열부분과 반응부분의 온도를 미리 정해진 온도로 맞춘 후에 증발부분을 가열하여 염화물이 녹아 증기를 발생시키는 온도(약 700°C)에 이르도록 함으로써 반응을 개시하였다. 주입되는 염화물의 양은 철 및 코발트 염화물을 담고 있는 석영보트의 단면적과 증발부분의 온도를 변화시켜 조절하였다. 석영보트의 단면적이 줄어들면 같은 온도에서도 증발량이 줄었다. 증발부분에서 염화물의 증발이 완료되면 반응기의 온도를 낮춘 후 알곤가스를 주입하여 반응기내의 수소를 완전히 제거하였다. 필터에 포집된 초미립 금속분말은 실험 종료

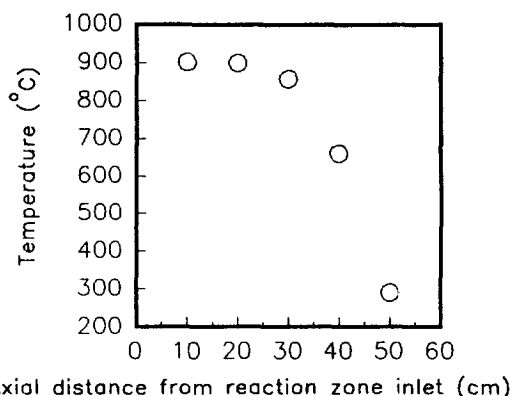


Fig. 3. Axial distribution of temperature in the reaction zone.

후 바로 꺼내면 공기중의 산소에 의해 급격히 산화되므로 알곤가스 분위기에서 10시간 이상 방치하여 표면에 안정한 산화 피막이 형성된 후 공기중으로 꺼내었다. 실험변수로는 철, 코발트 염화물 각각의 농도와 반응이 완료된 후 입자표면에 산화피막을 형성시키는 조건(알곤내 산소농도, 알곤의 유량, 알곤가스 분위기내에서의 방치시간)을 선택하였다. 반응온도와 반응가스의 유량은 Otsuka 등의 실험결과를 기초로하여 각각 900°C, 10 l/min를 기준으로 하였다. Fig. 3은 반응온도 900°C에서 반응기의 축방향 온도분포를 나타내고 있다. 이것은 실험시 반응기 내부의 온도분포가 축방향 30 cm까지는 일정한 온도로 유지되고 있음을 나타내는 것이다. 반응기 축방향에 따른 철-코발트 합금 입자의 성장과정을 관찰하기 위하여 반응기내에 fin 형태의 냉각관 삽입을 시도하였다. 또한, 입자 생성부분에 영구자석을 설치하여 자장이 철-코발트 합금 초미분체의 자기적 성질에 미치는 영향을 관찰하였다.

### 2-3. 분석방법

입자의 모양, 크기 및 분포를 측정하기 위하여 투과전자현미경(transmission electron microscopy, Jeol Co., Model 200CX)을 사용하였다. 입자크기 및 분포는 현미경 사진에 나타난 500개 정도의 입자를 측정하여 결정하였다. 생성된 철-코발트 합금 입자내의 철, 코발트, 염소 평균조성은 PIXE(proton induced X-ray emission, NEC Co., Model 5SDH-2)에 의해 측정되었다. PIXE의 특징은 미량의 시료를 분석할 수 있는 것이다. 입자의 산소 분석에는 EDS(energy dispersive X-ray spectroscopy, Noran Co., Model Series 2)를 사용하였고 입자표면의 성분분석을 위해 XPS(X-ray photoemission spectroscopy, VG Sci. Co., Model Escalab MK2)를

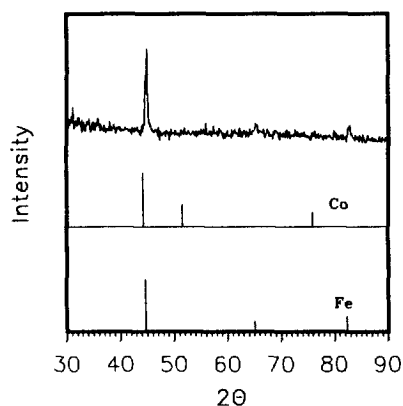


Fig. 4. X-ray diffraction pattern of Fe-Co powder produced by gas phase reaction.

(concentration of chlorides:  $0.68 \times 10^{-5}$  g/mol, carrier gas flow rate: 5 l/min, hydrogen gas flow rate: 5 l/min, reaction temperature: 900°C)

사용하였다. 생성된 분말의 자기적 성질(항자력과 포화자화도)은 VSM(vibrating sample magnetometer, Digital measurement system Inc., Model 880)에 의해 측정되었다.

## 3. 결과 및 고찰

본 실험에서 제조된 분말들이 철분말과 코발트분말의 단순한 혼합물인지 또는 목표로 하였던 철-코발트의 합금분말인지 여부는 단순한 성분분석만으로는 확인할 수 없다. 이에 따라 제조된 철-코발트분말의 상분석을 하기 위해 XRD분석을 하였다. Fig. 4는 본 실험에서 제조한 철-코발트 시료의 XRD패턴이며 비교를 위해 순수한 철 및 코발트의 표준패턴들도 함께 표시하였다. Fig. 4에서 볼 수 있는 것처럼 제조된 분말은 철의 표준피크와 일치하고 있으며 코발트의 피크들은 확인되지 않았다. 이 시료의 성분분석 결과에 의하면 제조된 분말에는 40%의 코발트가 함유되어 있었다. 따라서 제조된 분말은 철-코발트 합금상태로 되어 있으며 철과 유사한 결정격자를 가짐을 알 수 있었다. 이 패턴으로부터 계산한 철-코발트 합금분말의 격자상수(lattice constant)는  $2.8497 \text{ \AA}$ 으로 이 값은 순수한 철의 격자상수  $2.8664 \text{ \AA}$ [8]보다 작게 나타났다.

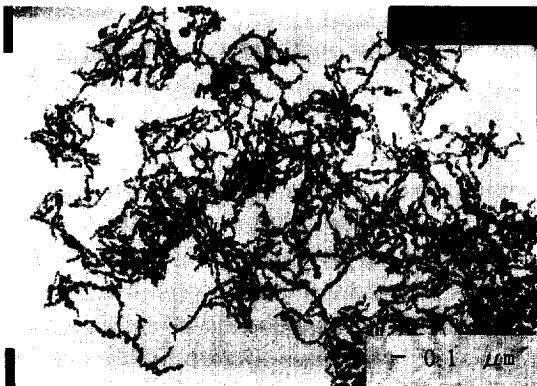
### 3-1. 입자의 크기

Table 1에 철, 코발트 염화물의 농도와 염화물을 포함한 전체 반응가스의 유량을 변화시켰을 때 얻어진 철-코발트 합금 입자의 평균 크기가 표시되어 있다. 염화

**Table 1. Particle sizes with varying chlorides concentrations and reactant gas flow rates**

Experiment no.	Carrier gas flow rate, l/min	Concentration of chlorides in the carrier gas, $10^{-5}$ gmol/l			Hydrogen gas flow rate, l/min	Reaction temp., °C	Average particle size, $\mu\text{m}$
		FeCl <sub>2</sub>	CoCl <sub>2</sub>	total			
1	5	1.31	0.55	1.86	5	900	0.041
2	5	0.39	0.29	0.68	5	900	0.032
3	5	0.24	0.15	0.39	5	900	0.025
4	5	0.80	0.66	1.46	5(11)*	950	0.025

\*11 l/min of argon was injected with hydrogen to increase the total gas flow rate.



(a)



(b)

**Fig. 5. Transmission electron microscopic images of Fe-Co ultrafine powder.**

(concentration of chlorides:  $0.68 \times 10^{-5}$  gmol/l, carrier gas flow rate: 5 l/min, hydrogen gas flow rate: 5 l/min, reaction temperature: 900°C)

물의 농도가 감소할수록 입자의 크기가 감소되는 것으로 나타났다. 염화물의 농도가 감소하면 생성물인 철-코발트 핵(nuclei)들의 수가 적어져서 충돌에 의해 큰 입자로 자라날 수 있는 기회가 적어지므로 입자크기가 감소되는 것으로 생각된다. 반응가스의 유량을 증가시켜



**Fig. 6. Transmission electron microscopic image of Fe-Co ultrafine powder produced under the condition of cooling.**

(concentration of chlorides:  $0.68 \times 10^{-5}$  gmol/l, carrier gas flow rate: 5 l/min, hydrogen gas flow rate: 5 l/min, reaction temperature: 900°C)

체류시간을 줄이면 염화물의 농도가 높더라도 입자크기를 줄일 수 있음을 보여준다. 반응가스 유량을 증가시켜 체류시간을 줄일 경우 반응율이 떨어지는 것을 막기 위하여 반응온도를 900°C에서 950°C로 증가시켰다. 반응온도를 증가시키면 입자의 크기가 작아지는 경향이 있으나 900°C 이상에서는 그 효과가 미미한 것으로 나타났다[4]. Table 1에서 보는 바와 같이 입자의 평균 크기는 0.025-0.042 미크론 범위이며 Fig. 5에서 보는 바와 같이 입자크기 분포가 매우 고른 것을 알 수 있다. 입자들은 자성에 의해 서로 붙어서 사슬모양을 하고 있다.

반응기내에 냉각관을 삽입하여 입자의 응집을 억제함으로써 입자의 크기를 줄이고자 하였다. 냉각관의 길이는 10 cm이고 8개의 fin(높이 1 cm)이 같은 간격으로 배열되어 있으며 재질은 구리로 되어 있다. 냉각관 속으로는 상온의 물이 순환되도록 되어 있다. 냉각관을 반응기 입구에서 11-21 cm 구간에 위치시켰을 때 냉각관에 퇴적된 입자들의 전자현미경 사진은 Fig. 6과 같다.

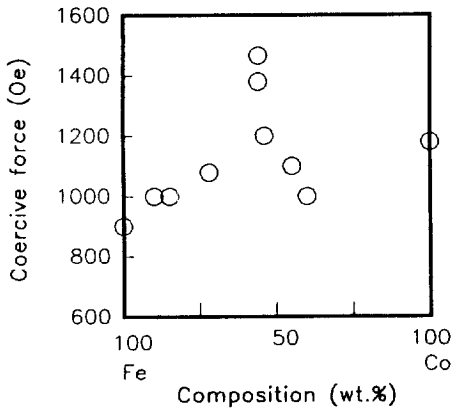


Fig. 7. Effect of Fe/Co composition on coercivity.

매우 작은 입자도 발견되나 많은 부분이 소결되어 거대한 입자를 형성하고 있다. 그 이유는 반응에 의해 생성된 입자중 냉각관의 표면 바로 위에 퇴적된 입자들은 냉각효과에 의해 작은 입자의 형태를 유지하고 있으나, 퇴적된 입자들중 바깥 쪽의 입자들은 반응부분의 높은 온도에 의해 입자들이 소결되어 큰 입자로 된 것이라고 생각되었다.

### 3-2. 불순물의 분포

제조된 철-코발트 입자내에 존재하는 주요불순물은 염소와 산소로 나타났다. 염소의 경우 입자내 평균 함량은 1.9-4.3 wt%이었다. 염소의 함량이 2.12 wt%를 나타낸 철-코발트 합금입자에 대하여 XPS를 이용한 표면분석을 수행한 결과 철, 코발트는 bulk분석과 차이가 없었으나 염소는 7.6 wt%의 높은 값을 보였다. 이것은 염소가 입자의 표면 근처에 주로 분포되어 있음을 말해준다. 산소의 입자전체 평균함량은 측정하지 못했으며 EDS와 XPS를 이용한 표면 분석을 수행하였다. EDS 분석결과 (철+코발트)/산소의 원자비(atomic ratio)는 1/1인데 XPS 분석결과를 그 비가 1/2.3이었다. EDS는 XPS에 비해 표면으로부터 더 깊은 곳까지의 성분을 분석하는 것을 고려할 때 산소도 입자내부보다는 표면에 주로 존재함을 알 수 있다. XPS에 의한 입자표면에서의 산소 함량은 31.0 wt%이었다. 이것은 입자 생성후 알곤가스 분위기에서 10시간 이상 방치함으로써 알곤중에 존재하는 미량의 수분 및 산소와 철-코발트 합금 입자가 반응하여 표면에 산화물 층이 형성됨을 보여주는 것이다.

### 3-3. 자기적 성질

철-코발트 합금 초미분체의 응용은 자기기록매체이며

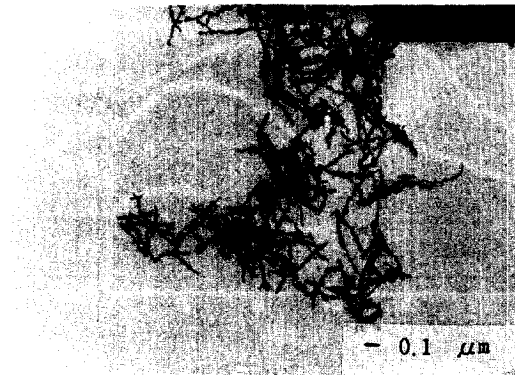
Table 2. Effect of oxidizing condition of produced powder on coercive force

Oxidizing condition			Coercive force, oersted
Oxygen conc. in argon	Argon flow rate, cc/min	Time, hr	
<10	25	17	1,380
1%	25	17	1,000
<10	175	17	962

Manufacturing condition of the powders:  
 reaction temp.: 900°C  
 reactant gas flow rate: H<sub>2</sub>; 5 l/min  
   Ar; 5 l/min  
 chloride concentration: FeCl<sub>2</sub>; 0.39×10<sup>-5</sup> g/mol/l  
 in the argon carrier gas CoCl<sub>2</sub>; 0.29×10<sup>-5</sup> g/mol/l

자기기록매체는 높은 포화자화값과 높은 항자력을 갖는 것이 중요하다. Fig. 7은 합금분말내의 철, 코발트 조성이 항자력에 미치는 영향을 보여준다. Fig. 6의 비교에서 입자의 크기를 일정하게 유지하는 것이 바람직하나 실제로는 입자크기가 0.025-0.045 미크론 범위에서 변화하였는데 이것이 데이터가 산란성을 보이는 이유중의 하나라고 생각된다. 전체적인 경향은 철 대 코발트의 무게비가 60 : 40 정도에서 최대의 항자력을 나타냄을 볼 수 있다. 철, 코발트의 증발, 응축에 의한 물리적 제조 방법에 의하여 제조된 철-코발트 합금분말에서도 철 대 코발트의 무게비가 60 : 40에서 최대 항자력을 나타내었다는 보고[2]가 있다. Fig. 6의 항자력을 보인 분말들의 포화자화값을 측정한 결과 130-180 emu/g이었다. 철 및 코발트의 bulk 상태에서의 포화자화값이 각각 210-220 emu/g, 180 emu/g인 것과 비교할 때 본 실험에서 얻어진 포화자화값이 낮는데 그 이유는 입자표면의 산화물층 형성과 관계가 있다고 생각된다. 입자의 크기가 작아질수록 입자의 표면적이 증가하여 산화물층이 차지하는 비율이 증가함으로써 포화자화값이 감소하게 된다.

철-코발트 합금분말의 생성반응이 종료된 후에 알곤 가스분위기에서의 산화피막 형성조건이 자기적 성질에 미치는 영향을 조사하기 위하여 동일한 반응조건에서 생성된 합금분말에 대하여 알곤내의 산소 함량과 알곤 가스의 유량을 변화시켰다. Table 2에서 보는 바와 같이 알곤내의 산소함량이 증가하거나 알곤가스의 유량이 증가하면 항자력값이 감소하였는데 그 이유는 과도한 표면산화에 의해 산화물층의 두께가 증가하였기 때문으로 생각된다. 입자 생성 후 산화피막 형성 조건이 입자의 자기적 성질에 큰 영향을 주는 것을 알 수 있었으나 최적조건을 찾기 위해서는 보다 많은 실험이 수행되어야



**Fig. 8. Transmission electron microscopic images of Fe-Co ultrafine powder produced under the condition of magnetic field.**

(concentration of chlorides:  $0.68 \times 10^{-5}$  gmol/l, carrier gas flow rate: 5 l/min, hydrogen gas flow rate: 5 l/min, reaction temperature: 900°C)

할 것으로 생각된다.

철-코발트 합금 입자가 생성되는 곳에 자장을 걸어준 결과 사슬모양의 체인(chain)이 자장을 걸어주지 않았을 때(Fig. 4)에 비해 곧게 펴졌다(Fig. 8). 자장을 걸어주지 않았을 때의 항자력이 1,380 oersted이었던데 비해 자장을 걸어줌으로써 항자력이 1,466 oersted로 증가하였다. 철 초미분체 생성시 자장을 걸어줌으로써 항자력이 증가한다는 것은 이미 발표된 바 있다[3]. 본 실험에서 얻어진 항자력값 1,466 oersted는 Otsuka 등[4]이 발표한 값 1,000 oersted에 비해 높으며 그 이유로는 입자의 크기가 보다 작고 균일하였기 때문으로 생각된다.

#### 4. 결 론

철, 코발트 염화물의 수소에 의한 기상 환원에 의하여 입자크기 0.025-0.045 미크론의 철-코발트 합금 분말을 제조하였다. 제조된 철-코발트 합금은 최대 1,466 oersted의 항자력을 보였으며 포화자화값은 130-180 emu/g이었다. 철-코발트 합금 분말에 불순물로 존재하는

산소와 염소는 입자의 표면 근처에 주로 분포하였다. 철-코발트 합금 분말 생성반응이 완료된 후 알곤가스 하에서의 산화피막형성조건이 자기적 성질에 큰 영향을 미치는 것을 알았다. 그러나, 최적의 산화조건을 찾기 위해서는 보다 많은 실험이 필요하다고 생각된다. 본 연구에서 얻어진 철-코발트 합금 분말의 자기적 성질은 기존의  $\alpha$ -FeOOH 환원에 의한 철 초미분체의 자기적 성질과 비슷한 수준이다. 기상반응에 의한 철-코발트 합금 분말 제조가 기존의  $\alpha$ -FeOOH의 수소환원보다 공정이 간단하므로 향후 계속적인 공업화연구를 수행할 가치가 있다고 평가된다.

#### 감 사

본 연구는 과학기술처 첨단요소 연구과제 “기상반응법에 의한 초미립 금속분말 제조기술”연구의 일부로 수행된 것으로서 연구비를 지원해 주신 과학기술처에 감사드립니다.

#### 참고문헌

1. Mendelsohn, L. I., Luborsky, F. E. and Paine, T. O.: *Journal of Applied Physics*, **26**, 1274(1955).
2. Tanaka, T. and Tamagawa, N.: *Japanese J. of Applied Physics*, **6**, 1096(1967).
3. Tasaki, A.: *IEEE Transactions on Magnetics*, Vol. Mag-15, 1540(1979).
4. Otsuka, K., Yamamoto, H. and Yoshizawa, A.: *Jpn. J. Chem.*, **6**, 869(1984).
5. Park, K. Y., Jang, H. D. and Choi, C. S.: *J. Aerosol Sci.*, **22**, S113-S116(1991).
6. Lamprey, H. and Ripley R. L.: *J. Electrochem. Soc.*, **109**, 713(1962).
7. Morooka, S., Kobata A., Yasutake T., Ikemizu, K. and Kato, Y.: *Kagaku Kogaku Ronbunshu*, **13**, 481 (1987).
8. Leonard, B.: “Powder Diffraction File”, set 6-696, Joint Committee on Powder Diffraction Standards (1967).