

영구자석 스크랩으로 합성한 산화철 나노입자의 물성에 미치는 열처리 온도의 영향

홍성제^{1,*}, 홍상혁¹, 조아진¹, 김용성^{2,**}, 김병준³, 양수원⁴, 이재용⁴

¹한국전자기술연구원 디스플레이연구센터
경기도 성남시 분당구 새나리로 25

²서울과학기술대학교 비파괴실증연구센터
서울특별시 노원구 공릉로 232

³서울과학기술대학교 나노IT디자인융합대학원
서울특별시 노원구 공릉로 232

⁴(주)한청알에프
인천광역시 남동구 고잔로 51번길 46-1

(2022년 4월 8일 접수; 2022년 5월 25일 수정본 접수; 2022년 5월 26일 채택)

Effect of Heat-treatment Temperature on the Physical Properties of Iron Oxide Nanoparticles Synthesized by Using Permanent Magnet Scrap

Sung-Jei Hong^{1,*}, Sang Hyeok Hong¹, Ajin Jo¹, Young-Sung Kim^{2,**}, ByeongJun Kim³, Suwon Yang⁴, and Jae-Yong Lee⁴

¹Display Research Center, Korea Electronics Technology Institute
#25 Saenari-ro, Bundang-gu, Seongnam-si, 13509, Korea

²SeoulTech NDT Research Center (SNDT), Seoul National University of Science and Technology
232 Gongneung-ro, Nowon-gu, Seoul, 01811, Korea

³Graduate School of NIDE Fusing Technology, Seoul National University of Science and Technology
232 Gongneung-ro, Nowon-gu, Seoul, 01811, Korea

⁴Han Chung RF, Co., Ltd.
46-1, Gojan-ro 51beon-gil, Namdong-gu, Incheon, 21678, Korea

(Received for review April 8, 2022; Revision received May 25, 2022; Accepted May 26, 2022)

요 약

본 연구에서는 NdFeB 영구자석 스크랩으로부터 회수한 철(Fe) 부산물을 이용하여 산화철(FeO_x) 나노입자를 합성하였고, 열처리 온도가 FeO_x 나노입자의 물성에 미치는 영향을 관찰하였다. 이를 위해 D.I. water에 약 10 wt%로 희석한 철 부산물 용액에 2.0 M 암모니아(NH₄OH) 용액을 투여하여 산화철 전구체를 석출하였고, 이를 300 °C, 400 °C, 500 °C 및 600 °C로 각각 열처리하여 FeO_x 나노입자를 합성, 열처리 온도에 따른 FeO_x 나노입자의 물성을 관찰하였다. X-ray diffraction (XRD) 분석 결과 열처리 온도가 증가할수록 <104> 회절 피크가 성장하여 500 °C 이상에서 α-Fe₂O₃ 결정구조와 일치하는 회절 피크가 검출되었다. BET (Brunauer-Emmett-Teller) 비표면적 분석 결과 400 °C 이상에서 열처리 온도가 증가할수록 비표면적이 감소하는 경향을 나타내었다. HRTEM (high resolution transmission electron microscope) 관찰 결과 rod 형 나노입자가 관찰되었고, 열처리 온도 증가에 따라 나노입자의 크기가 증가하는 경향을 나타내었다.

주제어 : 영구자석 스크랩, 철 부산물, 산화철 나노입자, 열처리 온도, 물성

Abstract : In this study, iron oxide (FeO_x) nanoparticles were synthesized using iron (Fe) by-products recovered from NdFeB permanent magnet scraps, and the effect of heat-treatment temperature on the physical properties of the FeO_x nanoparticles was investigated. In order to prepare the FeO_x nanoparticles, 2.0 M ammonia (NH₄OH) solution was added to an iron by-product solution diluted to c.a. 10 wt% in D.I. water, which led to the precipitation of the iron oxide precursor. Then, the FeO_x nanoparticles were synthesized by heat-treatment at 300 °C, 400 °C, 500 °C and 600 °C. After that, the physical properties of the FeO_x nanoparticles were investigated in order to understand the effect of the heat-treatment temperature. The results of the X-ray

* To whom correspondence should be addressed.

E-mail: hongsj@keti.re.kr; Tel: +82-31-789-7431; Fax: +82-31-789-7439

이 논문은 우희철 교수님의 정년을 기념하여 투고되었습니다.

doi: 10.7464/kscet.2022.28.2.110 pISSN 1598-9712 eISSN 2288-0690

This is an Open-Access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution Non-Commercial License (<http://creativecommons.org/licenses/by-nc/3.0>) which permits unrestricted non-commercial use, distribution, and reproduction in any medium, provided the original work is properly cited.

diffraction (XRD) analysis showed that the diffraction peak in accordance with the $\langle 104 \rangle$ direction increased as the heat-treatment increased, and a diffraction peak indicating the $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ crystal structure was detected at heat-treatment temperatures above 500 °C. The BET specific surface area analysis revealed that the specific surface area decreased as the heat-treatment temperature increased to above 400 °C. Observation with a high resolution transmission electron microscope (HRTEM) showed that rod-shaped nanoparticles were formed, and the size of the nanoparticles showed a tendency to increase as the heat-treatment temperature increased.

Keywords : Permanent magnet scrap, Iron by-product, Iron oxide nanoparticles, Heat-treatment temperature, Physical properties

1. 서론

최근, 자동차 및 전자정보통신 관련 시장이 증가하면서 관련 부품 및 소재의 생산과 수요도 함께 증가하고 있다[1]. 이에 따라, 관련 제품들의 스크랩도 증가하고 있다[2]. 지속 성장을 위해선 이러한 스크랩 문제의 해결이 필요한데[3], 많은 기업들이 스크랩을 재활용하기 위한 사업들을 진행하고 있다[4]. 특히, 우리나라는 자동차 및 전자정보통신 제품 등 주력 사업에 필요한 금속 원자재의 95% 이상을 수입에 의존하고 있어 스크랩의 재활용은 필수적이다[5].

이러한 제품들에 포함된 소재 중 하나인 NdFeB 영구자석은 높은 자기에너지지를 가지고 있어 가전제품, 전기자동차 및 하이브리드 자동차의 모터와 컴퓨터, A/V 컴포넌트, 자력분리기, 항공우주시스템, 기타 장비 등 높은 자력의 자석을 요구하는 부품에 광범위하게 사용되고 있다[6]. 이와 같이 다양한 용도로 사용되는 NdFeB 영구자석은 관련 제품의 사용 기한이 도래하면서 스크랩으로 배출되는 양도 점차 증가하고 있고, 향후 이 양은 급격하게 증가할 것으로 예측된다.

영구자석 스크랩의 재활용은 네오디뮴(Nd), 디스프로슘(Dy) 등 주로 자석에 포함되어 있는 희토류 성분인데, 이러한 희토류 재활용에 대한 연구는 많이 진행되어 왔으나, NdFeB의 70% 이상을 차지하고 있는 철(Fe) 성분의 회수 및 고부가가치 소재화 연구, 예를 들면 산화철(FeO_x) 나노입자의 소재화는 아직 많은 연구가 이루어지고 있지 않은 실정이다.

FeO_x 는 강력한 촉매 활성을 나타내는 유력한 가시광선 광촉매 물질로서, 가시광선을 흡수하고 태양광 스펙트럼 에너지의 최대 45%를 흡수할 수 있는 가장 저렴한 반도체 재료 중 하나이다[7]. 최근 가전제품 및 자동차로부터 NdFeB 영구자석 스크랩의 배출이 지속적으로 증가하고 있는데, 스크랩에는 Nd, Dy 등 희토류 뿐만 아니라 Fe 물질도 다량으로 함유하고 있어[8], Fe를 효율적으로 회수하면서 산화물 형태로 나노입자 소재화를 할 경우 위의 특성을 더욱 효율적으로 구현할 수 있을 것으로 기대된다. 이를 위한 기초연구로서 본 연구에서는 환원 석출 반응을 이용하여 FeO_x 나노입자를 합성하였다. 특히, 나노분말 입자의 물성이 열처리 온도에 매우 민감하므로, 열처리 온도를 달리하면서 온도 변수가 FeO_x 나노입자의 물성에 미치는 영향을 관찰하였다.

2. 실험방법

2.1. 영구자석 스크랩으로 FeO_x 나노입자의 합성

원료물질로 영구자석 스크랩을 열처리, 분쇄, 황산복염공정 등을 이용하여 철을 제외한 다른 성분들을 분리하여 철 부산물 용액을 준비하였다. 환원제로는 암모니아(NH_4OH) 용액을 D.I. water에 2.0 M 농도가 되도록 용해하여 준비하였고, 여기에 분산제로서 2 wt%의 polyvinylpyrrolidone (PVP)를 용해하였다. 먼저 D.I. water에 약 10 wt% 농도로 희석한 철 부산물 용액을 준비하였고, 이후 용액을 교반하면서 여기에 환원제 용액을 조금씩 투여하여 환원 및 석출을 유도, FeO_x 전구체를 석출하였다. 석출이 완료된 후 pH가 거의 중성이 될 때까지 석출물을 수차례 세척하였다. 세척 후 D.I. water와 석출물을 분리하여 오븐에 넣고 80 °C에서 약 16시간 건조하였다. 이후 FeO_x 전구체를 300 °C, 400 °C, 500 °C 및 600 °C에서 각각 1시간씩 열처리하여 결정질 FeO_x 나노 입자를 제조하였다.

2.2. 합성된 FeO_x 나노입자의 물성 평가

FeO_x 전구체는 온도 범위 상온 ~ 550 °C, 승온 속도 10 °C/min. 의 속도로 상승하도록 설정하여 열 중량 및 시차 열분석 (Thermogravimetry and differential thermal analysis, TG-DTA) 을 시행하였다. 이후 열처리를 이용하여 합성한 나노입자는 X-선 회절(X-ray Diffraction, XRD, Empyrean with Accessories) 분석을 통해 회절각(2θ) 범위가 10~90°에서 결정 구조를 관찰하였고, 회절 패턴의 반치폭(Full width half maximum, FWHM)을 이용하여 평균 입도를 산출하였다. 또한, Brunauer, Emmett and Teller (BET) 비표면적 측정 장비(ASAP2020)를 이용하여 FeO_x 나노입자의 BET 비표면적을 분석하였고, 이를 통해 각 샘플의 평균 입도를 산출하여 반치폭으로부터 산출한 결과와 비교하였다. 또한, 고분해능투과전자현미경(High resolution transmission electron microscope, HRTEM, JEM-2010) 장비를 사용하여 열처리 온도에 따른 철 산화물 나노입자의 크기와 분포, 형상을 관찰하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1. FeO_x 전구체의 열분석 결과

전구체의 열분석 결과 Figure 1에서와 같이 열 중량(붉은색 그래프)의 경우 온도가 상승함에 따라 감소하다가 약 250 °C 근처에서 급격하게 감소하고 약 400 °C에서 더 이상 감소하지 않고 약 80.0%의 일정한 중량을 유지하고 있었다. 시차 열 분석 결과(푸른색 그래프)에서 약 280 °C 온도에서 발열 반응을 나타내는 피크가 관찰되었고, 그 외에 온도에서는 피크는 발견되지 않아 약 280 °C에서 전구체가 열분해되는 것으로 보인다. 이를

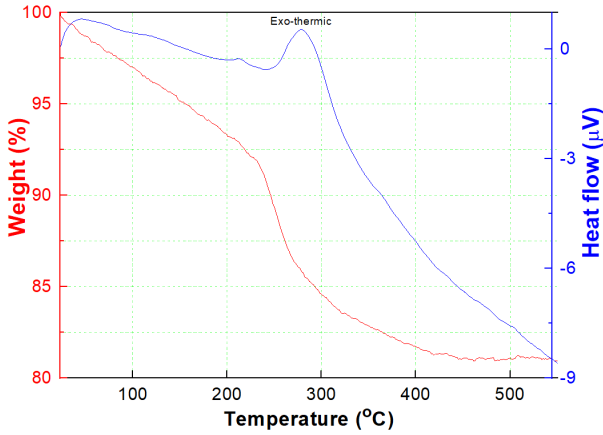


Figure 1. Thermal behavior of FeO_x precursor.

통해, 영구자석 스크랩에서 추출한 철 부산물 용액으로부터 환원 석출한 FeO_x 전구체는 약 280 °C에서 발열반응을 일으키면서 전구체 내 잔류물 성분의 열분해가 거의 완료되고 400 °C에서 잔류물의 열분해가 완료, 그 이상의 온도에서 결정질의 FeO_x 나노입자를 합성할 수 있을 것으로 보인다.

3.2. FeO_x 나노입자의 열처리 온도별 물성 분석 결과

XRD 분석 결과 Figure 2에서와 같이 X-선 회절 패턴에서 33.7°, 35.8°에서 주요 피크가 관찰되었고, 이는 <104>, <110> 방향에서 각각 회절된 것으로 분석된 것으로 보인다. 특이한 점은 열처리 온도가 증가함에 따라 <104> 피크의 강도(intensity)가 증가하면서 600 °C 열처리 샘플에서는 <110> 피크보다 intensity가 약간 더 높아진 것이 관찰되었다. 이는 열처리 온도가 증가하면서 <104> 결정면이 성장 및 결정화되는 것으로 보인다.

XRD 분석 결과로부터 <104> 피크가 증가한 500 °C 및 600 °C 열처리 샘플의 X-선 회절 패턴을 상세히 분석하였다. 그 결과, 500 °C 열처리 샘플의 경우 Figure 3(a)에서와 같이 33.2°, 35.7°에서 주요 회절 피크가 관찰되었고, 이들은 <104>, <110> 방향에서 각각 회절된 것으로 분석되었다. <104> 피크의 경우 rhombohedral 구조를 나타내어 본 나노분말은 α-Fe₂O₃ 결정상인 것으로 입을 알 수 있다. 또한, 600 °C 열처리 샘플의 경우에

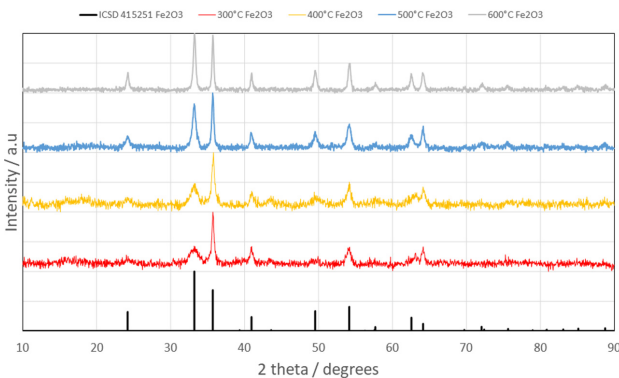
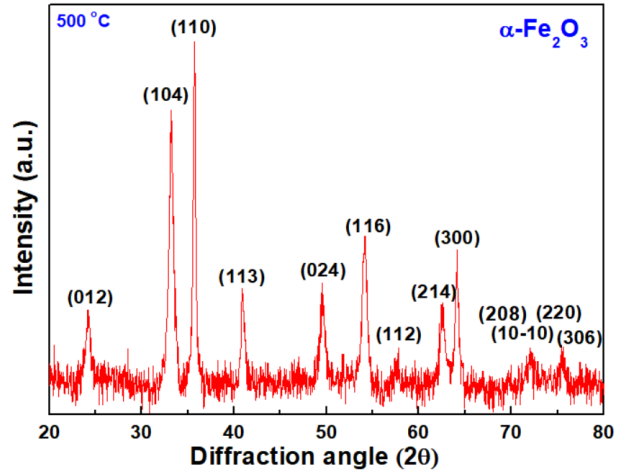
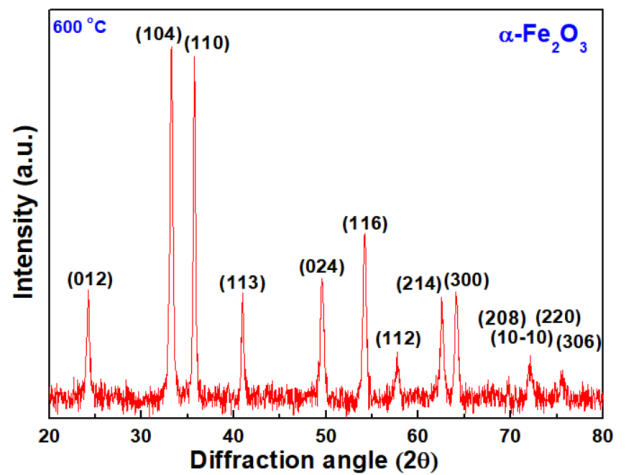


Figure 2. X-ray diffraction patterns of FeO_x nanoparticles heat-treated at various temperatures.



(a) heat-treatment at 500 °C



(b) heat-treatment at 600 °C

Figure 3. X-ray diffraction patterns of FeO_x nanoparticles after heat-treatment at 500 °C and 600 °C, respectively.

도 Figure 3(b)와 같이 33.2°, 35.7°에서 주요 회절 피크가 관찰되었고, 이들은 <104>, <110> 방향에서 각각 회절된 것으로 분석되었다. <104> 피크의 경우 rhombohedral 구조를 나타내어 α-Fe₂O₃ 결정 구조로 된 것으로 보인다[9]. 또한, Scherrer's Equation을 이용하여 [10] XRD의 <104> 피크의 반치폭으로부터 평균 입도를 환산하였다.

$$t = 0.9\lambda/B \cos \theta_B \tag{1}$$

Equation (1)에서 t, λ, B 및 θ_B는 각각 평균 입도, 파장 (0.1542 nm for CuKα radiation), 반치폭 및 회절각을 의미한다. 환산 결과, 500 °C 및 600 °C에서 각각 열처리한 샘플의 평균 입도는 14.78 nm 및 21.72 nm로 산출되었다.

이후, 각 온도에서 열처리한 샘플의 BET 비표면적을 측정하였고, 그 결과 300 °C, 400 °C, 500 °C 및 600 °C에서 열처리한 샘플들의 비표면적은 Figure 4에서와 같이 각각 36.29 m² g⁻¹, 62.86 m² g⁻¹, 42.13 m² g⁻¹ 및 26.74 m² g⁻¹으로 측정되었다. 300 °C를 제외하고 열처리 온도가 증가할수록 이에 반비례하여 BET 비표면적이 감소하는 경향을 나타내었다. 측정된 비표면

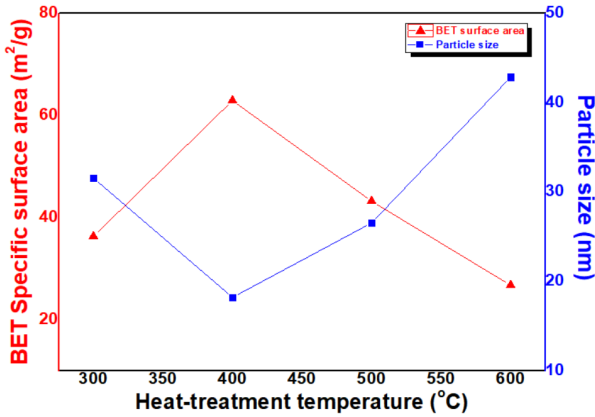


Figure 4. BET specific surface area and calculated mean particle size along with heat-treatment temperature.

적 값들을 Equation (2)를 이용하여 평균 입도를 환산하였다.

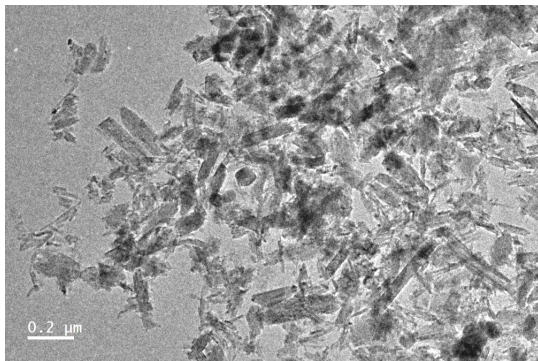
$$D = 6/(\rho \cdot d) \quad (2)$$

Equation (2)에서 D , ρ 및 d 는 각각 평균 입도, 비표면적 및 밀도를 의미한다. 환산 결과, 각각 31.55 nm, 18.22 nm, 27.18 nm 및 42.83 nm으로 산출되었다. 입도 환산 결과도 300 °C 열처리를 제외하고 열처리 온도가 증가할수록 이에 비례하여 평균 입도가 증가하는 경향을 나타내었다.

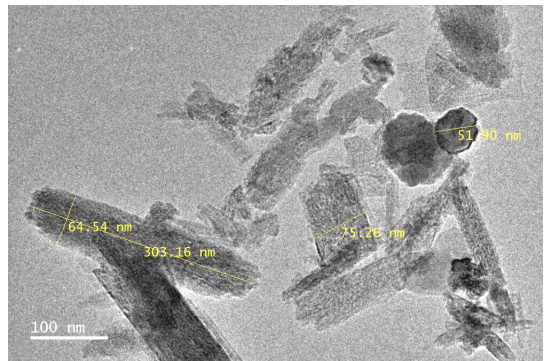
열처리 온도에 따른 FeO_x 나노입자의 물성을 관찰하기 위해 HRTEM 관찰 및 분석을 하였다. 300 °C로 열처리한 경우 저배율 (1.2만배)로 관찰시 Figure 5(a)에서와 같이 침상 및 구상 형태의

입자들이 관찰되었다. 이를 약간 확대하여 4만배로 관찰시 Figure 5(b)에서와 같이 52 ~ 75 nm 직경의 구형 입자와 폭 65 nm, 길이 303 nm의 rod 형 입자가 공존하는 것이 관찰되었다. Rod 형 입자를 더 확대하여 10만배로 관찰한 결과 Figure 5(c)에서와 같이 초미세급의 입자들이 길이 방향으로 많이 뭉쳐 있고, 폭 방향으로도 뭉쳐있는 것이 관찰되었다. 뭉침 부분을 40만배로 더 확대하여 관찰한 결과 Figure 5(d)에서와 같이 5 nm 이하의 나노입자들이 뭉쳐있는 것이 관찰되었다. 이는 초기 반응 및 핵 생성 속도가 매우 높았고, 이에 따라 초미세급의 나노입자들이 생성되면서 불안정한 에너지 상태를 줄이기 위해 서로 붙어 표면적을 낮추면서 뭉침 현상이 발생한 것으로 추정된다. 또한, 이러한 현상은 환원제인 NH_4OH 를 비교적 높은 농도로 반응시켜 초기 핵생성 속도가 빨라진 것과 관련이 있는 것으로 추정된다. 또한, 이는 X선 회절 패턴에서 $\langle 104 \rangle$ peak 보다 $\langle 110 \rangle$ peak 가 높은 것과도 연관이 있는 것으로 보인다. 즉, 핵 생성이 매우 빠른 속도로 진행되면서 $\langle 104 \rangle$ 방향으로의 성장보다 $\langle 110 \rangle$ 방향으로의 성장이 더 빨리 일어난 것으로 보인다.

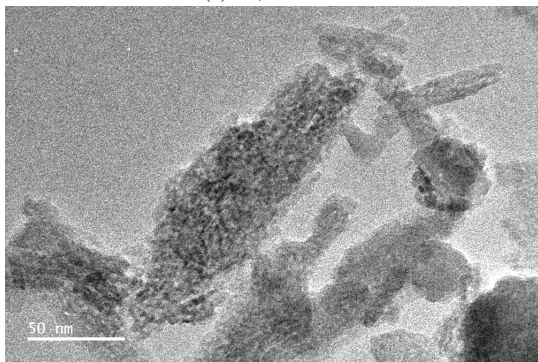
400 °C로 열처리한 경우 저배율(1.2만배)로 관찰시 Figure 6(a)에서와 같이 300 °C 열처리 샘플보다 침상 형태가 더욱 뚜렷하게 관찰되었다. 이를 약간 확대하여 4만배로 관찰시 Figure 6(b)에서와 같이 폭 15 ~ 19 nm, 길이 79 ~ 263 nm의 rod 형 입자가 관찰되었다. Rod 형 입자를 더 확대하여 10만배로 관찰한 결과 Figure 6(c)에서와 같이 초미세급의 입자들이 길이 방향으로 300 °C 열처리 샘플보다 더 많이 응집되어 있는 것이 보였고, 폭 방향으로도 뭉쳐있는 것이 관찰되었다. 뭉침 부분을 40만배로 더 확대하여 관찰한 결과 Figure 6(d)에서와 같이 5 nm 이하



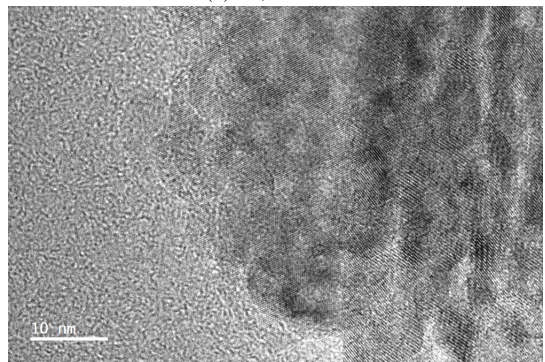
(a) 10,000 ×



(b) 40,000 ×



(c) 100,000 ×



(d) 400,000 ×

Figure 5. HRTEM observation of FeO_x nanoparticles heat-treated at 300 °C.

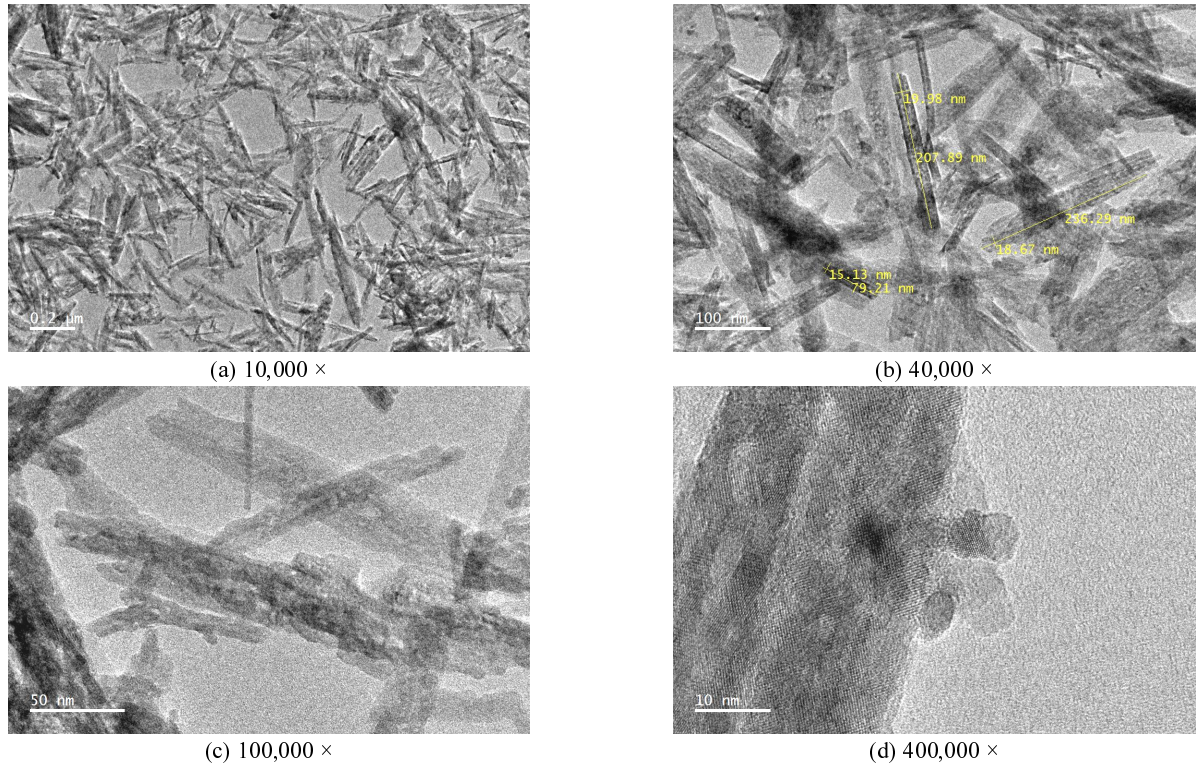


Figure 6. HRTEM observation of FeO_x nanoparticles heat-treated at 400 °C.

의 나노입자들이 뭉쳐있으면서 일부 독립되어 나온 것이 rod에 붙어 있는 것이 관찰되었다. 이는 300 °C 열처리 샘플과 같이 초기 반응 및 핵 생성 속도가 매우 높았고, 이에 따라 초미세급의 나노입자들이 생성되면서 불안정한 에너지 상태를 줄이기

위해 서로 붙어 표면적을 낮추면서 뭉침 현상이 발생하였고, 열처리 온도가 높아지면서 더욱 뭉침 현상이 뚜렷해진 것으로 보인다. 다만, rod의 선폭이 300 °C 열처리 샘플에 비해 감소한 것은 TG-DTA 분석 결과에서와 같이 유기물 성분이 400 °C 열처

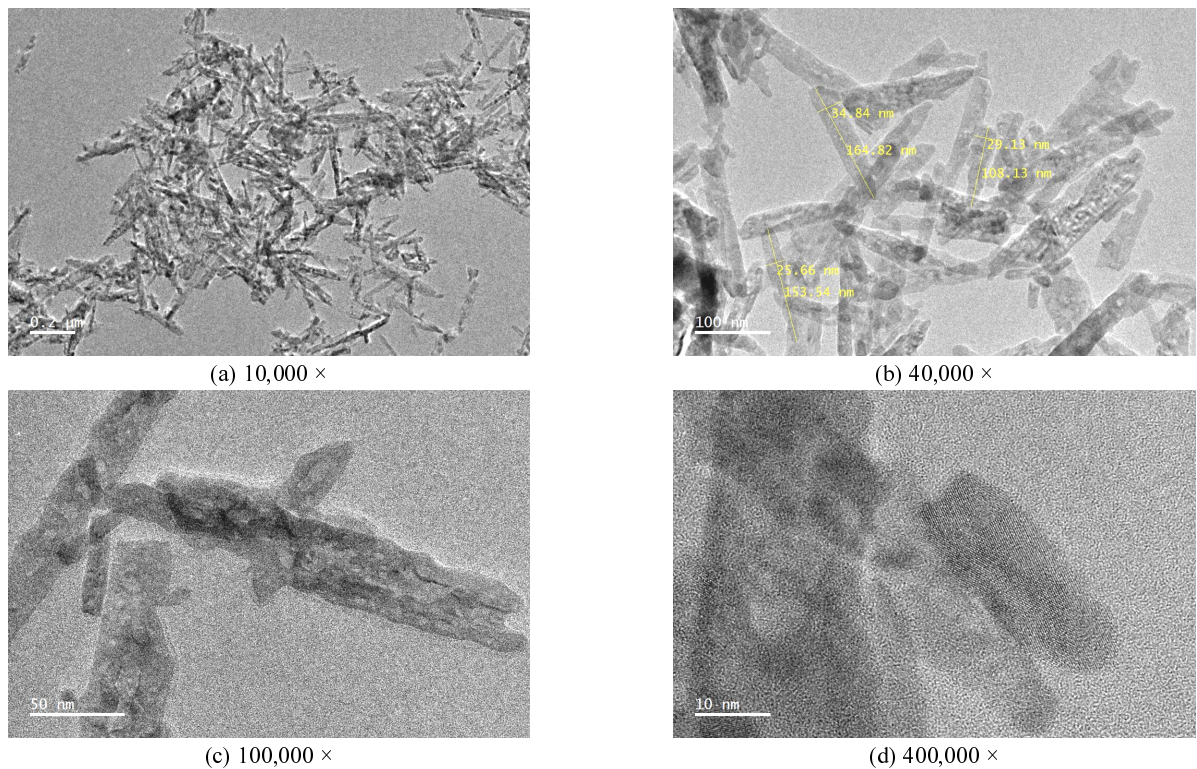


Figure 7. HRTEM observation of FeO_x nanoparticles heat-treated at 500 °C.

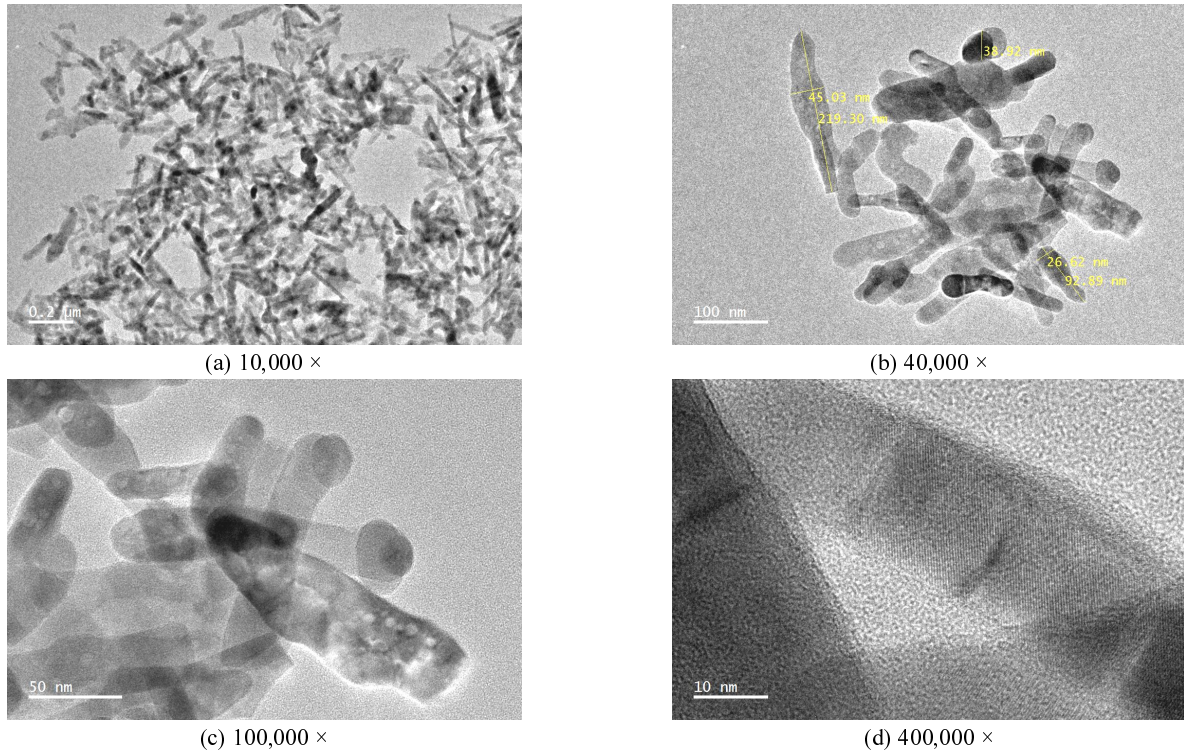


Figure 8. HRTEM observation of FeO_x nanoparticles heat-treated at 600 °C.

리 샘플에서 완전히 제거되면서 Fe와 O 성분만 남은 것에 기인하는 것으로 추정된다. 앞서 분석한 BET 비표면적 결과도 이러한 현상과 연관되는 경향을 나타내어 비표면적이 증가한 것으로 추정된다. 또한, X-선 회절 패턴에서 <104> peak 가 조금 더 높아진 것도 열처리 온도 증가에 따른 성장으로 보인다.

500 °C로 열처리한 경우 저배율(1.2만배)로 관찰시 Figure 7(a)에서와 같이 침상 형태가 뚜렷하게 관찰되었다. 이를 약간 확대하여 4만배로 관찰시 Figure 7(b)에서와 같이 폭 26 ~ 35 nm, 길이 108 ~ 165 nm의 rod 형 입자가 관찰되었고, 구형 입자는 관찰되지 않았다. Rod 형 입자를 더 확대하여 10만배로 관찰한 결과 Figure 7(c)에서와 같이 길이 방향으로 많이 뭉쳐 있던 초미세급의 입자들이 서로 확산하면서 하나의 rod를 형성한 것으로 보인다. 저온 열처리시 rod 옆에 붙어있던 나노입자들이 여기서는 보이지 않았다. 뭉친 부분을 40만배로 더 확대하여 관찰한 결과 Figure 7(d)에서와 같이 10 nm, 길이 약 50 nm 이하의 나노입자들이 뭉쳐있는 것이 관찰되었다. 이는 앞서 300 °C 및 400 °C 열처리 샘플에서 보였던 나노입자들 간 구분이 안되고 전체적으로 수축되었다는 것을 알 수 있다. 이는 나노입자들이 보다 높은 온도에서 상호 입자간 확산이 빨리 일어나면서 입체가 감소하고 입자가 성장한 것에 기인하는 것으로 추정된다. 앞서 분석한 BET 비표면적 결과도 이러한 현상과 연관되는 경향을 나타내어 비표면적이 감소한 것으로 추정된다. 또한, X-선 회절 패턴에서 <104> peak 가 더 높아진 것도 이와 연관이 있는 것으로 보인다. 즉, 열처리 온도 증가에 따라 <104> 방향으로 더 성장한 것으로 보인다.

600 °C로 열처리한 경우 저배율(1.2만배)로 관찰시 Figure

8(a)에서와 같이 500 °C 열처리 샘플보다 침상 형태가 약간 수축된 것으로 관찰되었다. 이를 약간 확대하여 4만배로 관찰시 Figure 8(b)에서와 같이 폭 27 ~ 45 nm, 길이 93 ~ 219 nm의 rod 형 입자가 관찰되었고, 일부 직경 39 nm의 구형 입자도 관찰되었다. Rod 형 입자를 더 확대하여 10만배로 관찰한 결과 Figure 8(c)에서와 같이 rod가 하나의 입자를 구성하고 있는 것이 관찰되었는데, 500 °C 열처리 샘플에 비해 약간 수축되면서 입자 구조는 빈 공극이 없이 조밀해진 것이 관찰되었다. 이를 40만배로 더 확대하여 관찰한 결과 Figure 8(d)에서와 같이 미세한 입자들이 안정되게 붙어 하나의 결정상을 구성하면서 rod 형 입자가 성장한 것이 확인되었다. 이는 600 °C의 고온 열처리시 원자간 빠른 확산이 일어나면서 공극 등 rod 입자 내 결합들이 감소하고 미세 조직이 조밀해지면서 입자의 수축이 일어난 것으로 보인다. 이에 따라, 결정이 <104> 방향으로 더욱 성장한 것으로 보이고, XRD 결과와도 일치하는 것으로 보인다. 즉, 600 °C 열처리 샘플의 X-선 회절 peak에서 <104> peak 이 가장 많이 증가한 것과도 연관이 있는 것으로 보인다.

이와 같이 열처리 온도가 증가함에 따라 FeO_x 나노입자가 성장하는 현상은 Equation (3)과 같이 설명할 수 있다[11].

$$D = \exp(-Q/kT) \tag{3}$$

여기서 D, Q, k 및 T 는 각각 확산 계수, 활성화 에너지, Boltzmann 상수 및 열처리 온도를 나타낸다. 열처리 온도가 증가함에 따라 확산 계수가 증가하면서 입자 원자의 상호 확산이 증가하고 이에 따라 불완전한 표면의 에너지를 낮추기 위한 방향으로 입자의 표면을 줄여나가는 방향으로 입자 성장이 일어

나고 결과적으로 입자의 크기가 증가한 것으로 보인다. 또한, 400 °C 이상에서 열처리한 Fe₂O₃ 나노입자들의 BET 비표면적 으로부터 환산한 평균 입도가 HRTEM으로 관찰한 침상 입자의 폭 크기 범위 내에 들어오는 것을 알 수 있는데, 이는 각 크기의 나노입자들이 길이 방향으로 뭉치면서 침상 형상으로 만들어져서 길이 방향으로의 크기가 증가, 폭 방향의 입자 크기가 BET 비표면적으로부터 환산한 평균 입도와 일치하고 길이 방향으로 는 차이가 있는 것으로 보인다. 따라서, 열처리 온도 500 °C에서 rhombohedral 결정구조를 가진 폭 35 nm 이하, 길이 165 nm 이하의 rod 형태를 가진 α-Fe₂O₃ 나노입자를 얻을 수 있었다.

4. 결론

본 연구에서는 NdFeB 영구자석 스크랩으로부터 회수한 철 (Fe) 부산물을 이용하여 FeO_x 나노입자를 합성하였고, 이를 300 °C, 400 °C, 500 °C 및 600 °C에서 각각 열처리하여 열처리 온도가 FeO_x 나노입자의 물성에 미치는 영향을 관찰하였다. 그 결과 XRD 패턴에서 열처리 온도가 증가할수록 <104> 회절 피크가 성장하여 500 °C 이상에서 α-Fe₂O₃ 결정구조와 일치하는 회절 피크가 검출되었다. BET 비표면적의 경우 400 °C 이상에서 열처리 온도가 증가할수록 비표면적이 감소하는 경향을 나타내었다. HRTEM 관찰의 경우 침상형 나노입자가 관찰되었고, 열처리 온도 증가에 따라 나노입자의 크기가 증가하는 경향을 나타내었다. 이를 통해 열처리 온도 500 °C에서 rhombohedral 결정 구조를 가진 폭 35 nm 이하, 길이 165 nm 이하의 rod 형태를 가진 α-Fe₂O₃ 나노입자를 얻을 수 있었다.

감 사

본 연구는 2020년도 산업통상자원부의 재원으로 한국에너지 기술평가원(KETEP)의 지원을 받아 수행한 연구 과제에 이에 감사드립니다 (No. 20205210100070).

References

1. Lee, S.-S., Lee, N.-R., Kim, K.-I., and Hong, T.-W., "Environmental Impacts Assessment of ITO (Indium Tin Oxide) Using Material Life Cycle Assessment," *Clean Technol.*, **18**(1), 69-75 (2012).
2. Yi, H.-C., Kang, H.-Y., Shim, K., Kim, J., and Sim, J., "A Study on the Standard Method to Calculate Recyclability Rate of Electrical and Electronic Equipments," *Clean Technol.*, **15**(1), 23-30 (2009).
3. Choi, J., Chang, T.S., and Kim, B.-S., "Recent Development of Carbon Dioxide Conversion Technology," *Clean Technol.*, **18**(3), 229-249 (2012).
4. Kim, Y.W., Kim, J.B., Hwang, Y.W., and Park, J.H., "Economic Analysis and CO₂ Emissions Analysis by Circulating the Industrial Waste Resource between Companies," *Clean Technol.*, **18**(1), 111-119 (2012).
5. Park, J.W., Yi, H.-C., Park, M.W., and Sohn, Y.T., "A Study on Monitoring System Architecture for Calculation of Practical Recycling Rate of End of Life Vehicle," *Clean Technol.*, **18**(4), 373-378 (2012).
6. Kim, K., Kim, G., Lee, H., and Kang, J., "Breakage and Surface Oxidation Characteristics of Waste NdFeB Magnet for Recycling," *J. Kor. Inst. Resour. Recycl.*, **28**(3), 26-34 (2019).
7. Joya, M.R., J. Bar'on-Jaimez, M.R., and Barba-Ortega, J., "Preparation and characterization of Fe₂O₃ nanoparticles," *J. Phys: Conf. Ser.*, **466**, 012004 (2013).
8. Ha, Y., Gang, R.-J., Choi, S.-H., Yo, Yoon, H.-S., and Ahn, J.-G., "Synthesis of Iron Nanopowder from FeCl₃ Solution by Chemical Reduction Method for Recycling of Spent Neodymium Magnet," *J. Kor. Acad.-Ind. cooper. Soc.*, **13**(12), 6187-6195 (2012).
9. Liu, Z., Lv, B., Wu, D., Sun, Y., and Xu, Y., "Magnetic and electrochemical behavior of rhombohedral α-Fe₂O₃ nanoparticles with (104) dominant facets," *Particuology*, **11**(3), 327-333 (2013).
10. Shigeno, E., Shimizu, K., Seki, S., Ogawa, M., Shida, A., Ide, M., and Sawada, Y., "Formation of indium-tin-oxide films by dip coating process using indium dipropionate monohydroxide," *Thin Solid Films*, **411**(1), 56-59 (2002).
11. Mendelev, M.I., and Srolovitz, D.J., "Impurity effects on grain boundary migration," *Model. Simul. Mater. Sci. Eng.*, **10**(6), R79-R109 (2002).