

## 네오디뮴 폐자석 재활용을 위한 화학환원법을 이용한 철 나노 분말 제조

하용황<sup>1</sup>, 강윤지<sup>1</sup>, 최승훈<sup>2</sup>, 윤호성<sup>3</sup>, 안종관<sup>1\*</sup>  
<sup>1</sup>중원대학교 자원순환환경공학과, <sup>2</sup>서남대학교 환경화학공학과, <sup>3</sup>한국지질자원연구원

### Synthesis of Iron Nanopowder from FeCl<sub>3</sub> Solution by Chemical Reduction Method for Recycling of Spent Neodymium Magnet

Yonghwang Ha<sup>1</sup>, Ryun-Ji Gang<sup>1</sup>, Seung-Hoon Choi<sup>2</sup>,  
Ho-Sung Yoon<sup>3</sup> and Jong-Gwan Ahn<sup>1\*</sup>

<sup>1</sup>Department of Resources Recycling and Environmental Engineering, Jungwon University

<sup>2</sup>Department of Environmental & Chemical Engineering, Seonam University

<sup>3</sup>Korea Institute of Geoscience and Mineral Resources

**요약** 네오디뮴 폐자석 침출액으로부터 희유금속인 네오디뮴을 회수하기 위해서는 네오디뮴과 같이 침출되는 철의 부가가치를 높이는 연구가 필요하다. 본 연구에서는 네오디뮴과 같이 침출되는 철의 유용자원화를 위한 기초연구로 철 나노분말 제조하는 실험을 수행하였다. 본 연구는 FeCl<sub>3</sub> 용액을 철 분말 원료로, 분산제는 Na<sub>4</sub>O<sub>7</sub>P<sub>2</sub>와 Polyvinylpyrrolidone를 이용하였고, 환원제로는 NaBH<sub>4</sub>, 철 나노분말 핵생성 촉진제 시드(seed)로 염화팔라듐을 사용하였다. 제조한 철 나노분말을 XRD, 전자현미경(SEM) 및 PSA 등을 이용하여 분말의 형상 및 크기 등을 분석하였다. 철과 NaBH<sub>4</sub>의 농도비가 1 : 5이며, 반응시간이 30분 이상인 경우에서 철 분말이 제조되었으며, 이때 철 분말은 구형이었으며, 입도는 약 50 nm ~ 100 nm 크기였다. 분산제 Na<sub>4</sub>O<sub>7</sub>P<sub>2</sub>의 경우 100 mg/L에서 철이온의 제타포텐셜이 음의 값을 가지므로 100 mg/L로 일정하게 하고, PVP와 Pd의 농도를 다양하게 하였을 경우, FeCl<sub>3</sub>와 PVP와 Pd의 질량비 1 : 4 및 1 : 0.001에서, 분산이 양호하고, 입도 100 nm 크기인 철 나노분말을 합성하였다.

**Abstract** Recycling process of iron should be developed for efficient recovery of neodymium(Nd), rare metal, from acid-leaching solution of neodymium magnet. In this study, FeCl<sub>3</sub> solution as iron source was used for synthesis of iron nanoparticle with the condition of various factors, etc, reductant, surfactant. Na<sub>4</sub>O<sub>7</sub>P<sub>2</sub> and polyvinylpyrrolidone(PVP) as surfactants, NaBH<sub>4</sub> as reductant, and palladium chloride(PdCl<sub>2</sub>) as a nucleation seed were used. Iron powder was analyzed with instruments of XRD, SEM and PSA for measuring shape and size. Iron nanoparticles were made at the ratio of 1 : 5(Fe (III) : NaBH<sub>4</sub>) after 30 min of reduction time. Size and shape of iron particles synthesized were round-form and 50 nm ~ 100 nm size. Zeta-potential of iron at the 100 mg/L of Na<sub>4</sub>O<sub>7</sub>P<sub>2</sub> was negative value, which is good for dispersion of metal particle. When Na<sub>4</sub>O<sub>7</sub>P<sub>2</sub>(100 mg/L), PVP(FeCl<sub>3</sub> : PVP = 1 : 4, w/w) and Pd(FeCl<sub>3</sub> : PdCl<sub>2</sub> = 1 : 0.001, w/w) were used, iron nanoparticles which are round-shape, well-dispersed, near 100 nm-sized can be made.

**Key Words** : Iron nanopowder, Sodium borohydride, Sodium pyrophosphate, Polyvinylpyrrolidone, Palladium

본 논문은 환경부 글로벌 환경기술개발사업 중 폐금속유용자원재활용기술개발사업의 지원에 의하여 연구되었으며 이에 감사드립니다.(과제번호:11-A10-MR)

\*Corresponding Author : Jong-Gwan Ahn (Jungwon University)

Tel: +82-10-4403-6083 email: dran@jwu.ac.kr

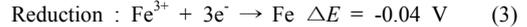
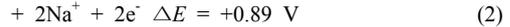
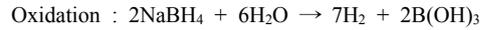
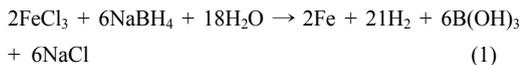
Received November 13, 2012 Revised (1st December 1, 2012, 2nd December 5, 2012) Accepted December 6, 2012

## 1. 서론

NdFeB자석의 폐스크랩 침출액에서 80% 정도를 차지하는 철의 이온 상태의 거동은 분리정제 과정에서 예멸전을 만들거나 크루드(crud)를 만들어서, 분리 정제를 수율을 떨어뜨리는 것으로 알려져 있다. 즉 희귀원소인 네오디뮴과 디스프로슘을 재활용하기 위해서는, 반드시 분리 및 정제과정에서 철의 제거 및 이온 거동을 정확하게 이해하고 컨트롤 할 수 있는 방법에 대한 연구가 필요하다. 네오디뮴 자석의 재활용 기술에 대한 언급으로 Choi 등은 폐쇄형 순환기술, 개방형 순환기술에 대해 리뷰하였는데, 주로 Nd의 회수기술에 대해 언급하였으며, 철의 제거의 필요성에 대해 언급하였다[1]. 철의 재활용을 위해서는 중요하게 고려해야할 요소는 경제성이다. 이에 본 연구에서 생각한 것은 철의 나노분말의 제조이다. Table 1에 제시되어 있듯이, 철의 나노분말은 자성유체(magnetic fluid)[2], 탄소나노튜브의 촉매[3], MRI의 조형제[4-5], Nickel-iron 배터리의 주요 구성원료[6], 환경 개량제[7] 등으로 다양하게 활용이 가능하다.

나노분말을 제조하는 방법은 물리적 방법과 화학적 방법으로 나누어지며, 화학적 방법은 다시 액상법과 기상법[8]으로 나누어진다. 물리적 방법은 주로 대용량을 처리하는데 적합한 방법으로 알려져 있으며, 소규모의 용량에 대해서 입도를 정밀하게 컨트롤하기 위해서는 화학적 방법 중 액상법이 적합한 것으로 알려져 있다[9-12].

본 실험에서는 FeCl<sub>3</sub>를 증류수에 녹인 후, 환원제를 이용하여 철나노분말 제조를 시도하였다. 환원제로는 NaBH<sub>4</sub>를 사용하였고, 분산제로 Na<sub>4</sub>O<sub>7</sub>P<sub>2</sub>와 Polyvinylpyrrolidone(PVP)를 이용하였고, 핵형성기구로 팔라듐을 사용하여 나노 철 분말의 제조를 시도하였다. 관련 메커니즘은 식 (1) - (3)과 같다[11-12]. 철과 환원제의 최소 몰비가 1 : 3임을 알 수 있고, 1 몰의 Fe 환원에 3 몰의 전자의 이동이 있음을 알 수 있으며, 반응 과정에서 수소가 발생하는 것을 알 수 있다.



## 2. 실험 재료 및 방법

### • 실험 재료

철 분말의 제조 원료로 FeCl<sub>3</sub>(anhydrous, 98 %이상, samchun, Korea)를 사용하였으며, 증류수에 녹였다. 환원제로는 NaBH<sub>4</sub>(99%이상, across, USA)를 사용하였으며 FeCl<sub>3</sub>와 물비를 조절하여 1 : 3, 1 : 4, 1 : 5의 비율로 실험하였다. 조제된 분말의 응집을 억제하기 위한 분산제로 Na<sub>4</sub>P<sub>2</sub>O<sub>7</sub> · 10H<sub>2</sub>O(99%이상, Junsei, Japan)를 사용하였다. 분산제로 Polyvinylpyrrolidone (acros, 98%이상)와, seed 로 PdCl<sub>2</sub>(주)티엔아이켄, Pd (II) basis, 59% 이상)를 사용하였다.

### • 실험방법

FeCl<sub>3</sub>를 증류수에 녹여서 철 용액을 제조하였다. 환원제인 NaBH<sub>4</sub>를 증류수에 녹여서 4구 플라스크에 넣었다 (Fig. 1). 임펠러(MS-5020, TOPS)를 이용하여 NaBH<sub>4</sub>용액을 150 rpm정도로 회전시키면서, FeCl<sub>3</sub> 용액을 연동펌프(Easy Load, pp-150dw)를 이용하여 분당 1 ~ 10 ml 넣어서 환원반응을 진행하였다. 분산제로 Na<sub>4</sub>P<sub>2</sub>O<sub>7</sub> · 10H<sub>2</sub>O를 증류수에 녹여, 0 mg/L, 10 mg/L, 100 mg/L, 1,000 mg/L, 10,000 mg/L 용액을 제조하였다. FeCl<sub>3</sub>를 각각의 Na<sub>4</sub>P<sub>2</sub>O<sub>7</sub>용액에 녹여서 용액을 제조한 후 표면전위를 확인하기 위해 제타포텐셜(ELS-8000, Otosuka Electronics Co)을 측정하였다. 제타표면전위가 가장 낮은 음의 값을 갖는 농도를 확인한 후, 그 용액을 이용하여 철분말을 제조하였다.

반응 종료 시점은 FeCl<sub>3</sub> 용액 주입 후 거품발생이 더 이상 발생하지 않는 시점을 참고하였지만, 시간별로 샘플을 채취하여 XRD분석을 하여 정확하게 하였다. 세척은 에탄올과 증류수를 이용하여 수차례 세척하였는데, 각 세

[Table 1] Applications of iron nanoparticle

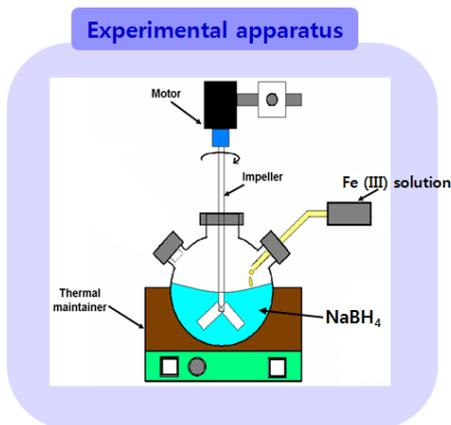
Application	Condition
Magneticfluids[2]	
Catalysts for carbon nanotube formation[3]	A suspension of unagglomerated iron nanoparticle
Magnetic resonance imaging(MRI) contrast agents[4-5]	Well-dispersed colloidal iron
Nickel-iron batteries[6]	Nanosized aggregated iron powder
Catalysts and sorbents for environmental remediation[7]	Nanosized aggregated iron powder

척과정에서 철분말을 침강시키고 상층부의 물을 제거하였다. 침강속도를 빠르게 하기 위해서 네오디뮴 자석을 이용하였다. 세척한 후 60℃에서 건조하였다.

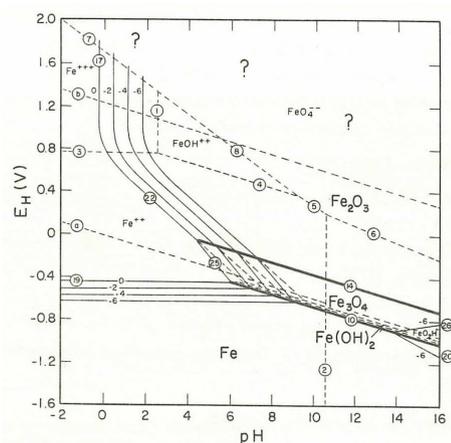
제조한 분말은 전자현미경(Magellan400, FEI company or JSM6380, JEOL)을 이용하여 그 모양과 크기를 관찰하였고, XRD를 이용하여 성분을 분석하였으며, 나노입도분석기(NANOPHOX, Sympatec GmbH)를 이용하여 입자크기를 분석하였다.

### 3. 결과 및 고찰

#### • 환원제의 양 및 반응시간의 영향



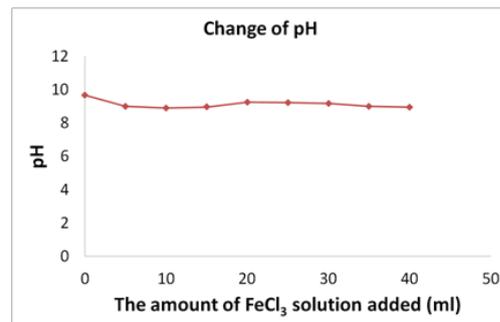
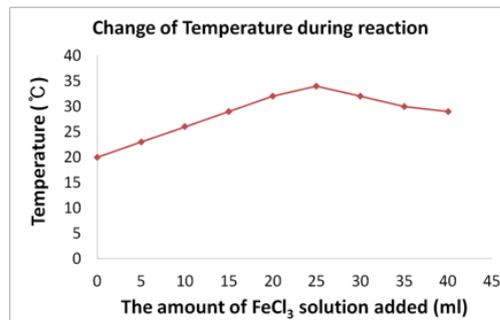
[Fig. 1] Experimental apparatus



[Fig. 2] Pourbaix diagram about electrochemical equilibria of the iron-water system[13]

FeCl<sub>3</sub>가 물에 녹아있을 때, 주황색을 띠던 현탁액을 볼 수 있었으며, pH를 측정해보았을 때 1.7이었다. Fig. 2의

Pourbaix 다이어그램을 살펴보았을 때, 이 조건에서는 대부분 Fe의 2가나 3가 형태의 이온 상태로 존재하는 것을 알 수 있다. 환원제로 사용한 NaBH<sub>4</sub>의 pH는 10.0으로써 염기성이었다. 이 두 용액을 섞은 후 반응이 종료된 최종 상태에서 pH는 9 - 10으로 염기성을 알 수 있었다. 즉, 반응 종료 후 철로 환원되지 못한 Fe (III) 이온은 pH 9 - 10의 범위에서는 산화철이나 하이드록사이드 형태로 존재하는 것을 알 수 있다.



[Fig. 3] Change of temperature and pH during reaction. Fe (III) : NaBH<sub>4</sub> = 1 : 5, speed of stirring = 150 rpm

반응식을 살펴보면 FeCl<sub>3</sub> 와 NaBH<sub>4</sub> 는 1 : 3으로 반응하므로 NaBH<sub>4</sub>를 약간 초과되도록 하여 1 : 3, 1 : 4, 1 : 5 로 각각 높여서 철 분말을 제조하고 SEM과 XRD를 분석하였다.

Fig. 3에서 알 수 있듯이, 반응과정에서 온도가 증가하는 발열반응이었으며, pH는 환원제인 NaBH<sub>4</sub>의 영향으로 9 - 10 부근에서 유지되었다.

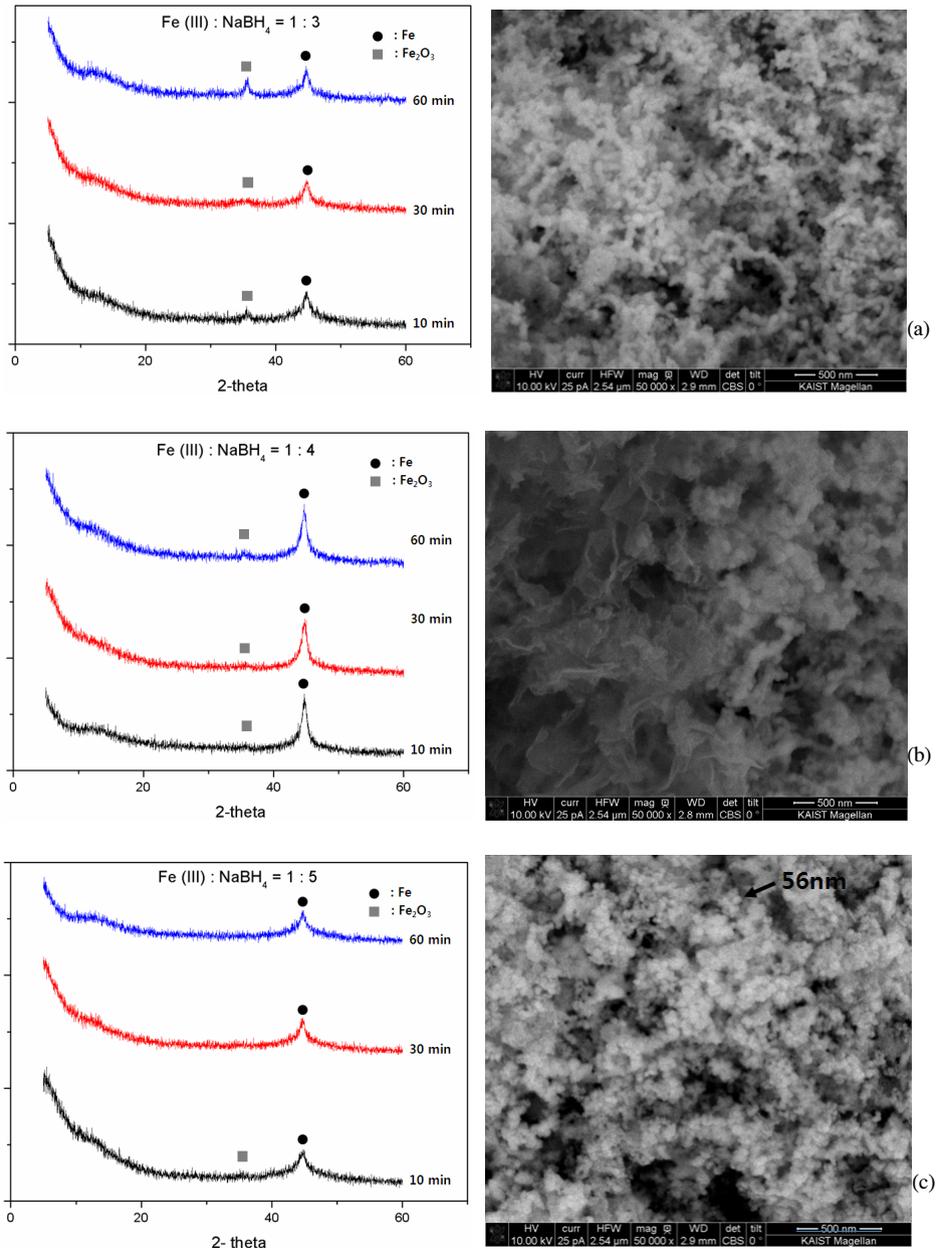
Fig. 4는 Fe (III) 용액을 환원제인 NaBH<sub>4</sub>용액에 주입한 후 환원되는 시간을 측정한 결과이며, 반응 종료 후 전자현미경으로 관찰한 결과이다. 철 이온에 대해서 환원제를 1 : 3 ~ 5의 다양한 비율에서 반응 시간 10분, 30분, 60분 경과하여 철 분말 제조를 시도하였다.

1 : 3 이나 1: 4의 비율에서는 60분이 경과하는 반응시간 동안에 계속해서 Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>가 검출되어 산화철이 형성되어, 60분이 경과하더라도 완전히 환원되지 않음을 알 수

있었다. 1 : 5의 비율에서는 10분에서  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 의 작은 피크를 확인할 수 있지만, 30분이 경과하면서 보이지 않았다. 즉 1 : 5의 비율에서는 반응 시작 후 30분이 경과하였을 때, 환원이 충분히 이루어짐을 알 수 있었다. 식 (1)의 화학반응 메커니즘을 살펴보면, Fe (III)와  $\text{NaBH}_4$ 의 반응에 필요한 최소비율이 1 : 3임을 알 수 있지만, Fig. 4의 실험 결과를 살펴보았을 때, 충분한 환원 반응이 이루어지기

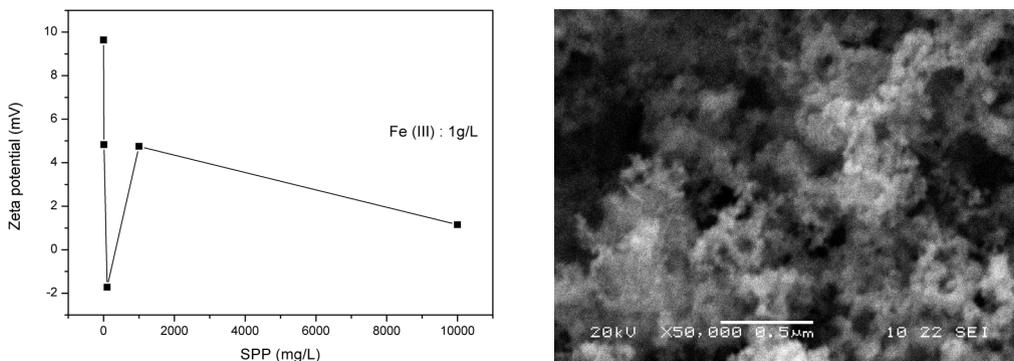
위해서는 1 : 5의 비율이 적합함을 확인할 수 있었다.

제조한 철 분말에 대해 충분히 세척하여 반응하지 않은 물질을 제거한 후, SEM을 이용하여 입자의 형상을 살펴보았을 때, 1 : 3 에서 주로 100 - 200 nm의 크기의 구형의 모습이었으며 일부는 입자들이 엉겨서 선형을 이루는 것을 확인할 수 있었고, 1 : 4는 100 nm - 500 nm의 크기였으며 일부는 입자가 아닌 부정형의 모습을 볼 수

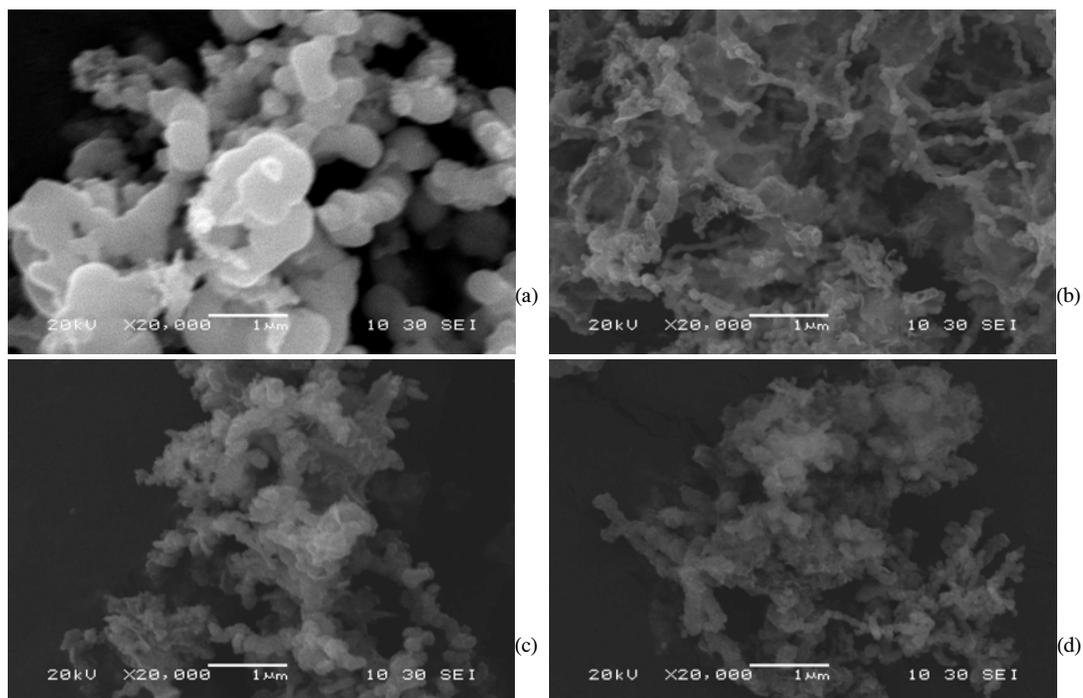


[Fig. 4] XRD and SEM results of iron particles synthesized with different conditions of  $\text{NaBH}_4$  and reaction time.

(a) Fe (III) :  $\text{NaBH}_4 = 1 : 3$ , (b) Fe (III) :  $\text{NaBH}_4 = 1 : 4$ , (c) Fe (III) :  $\text{NaBH}_4 = 1 : 5$



[Fig. 5] (left) Zeta potential of FeCl<sub>3</sub> solution with various concentration of Na<sub>4</sub>P<sub>2</sub>O<sub>7</sub>. (right) SEM image of iron particles when Na<sub>4</sub>P<sub>2</sub>O<sub>7</sub>(100 mg/L) was used.

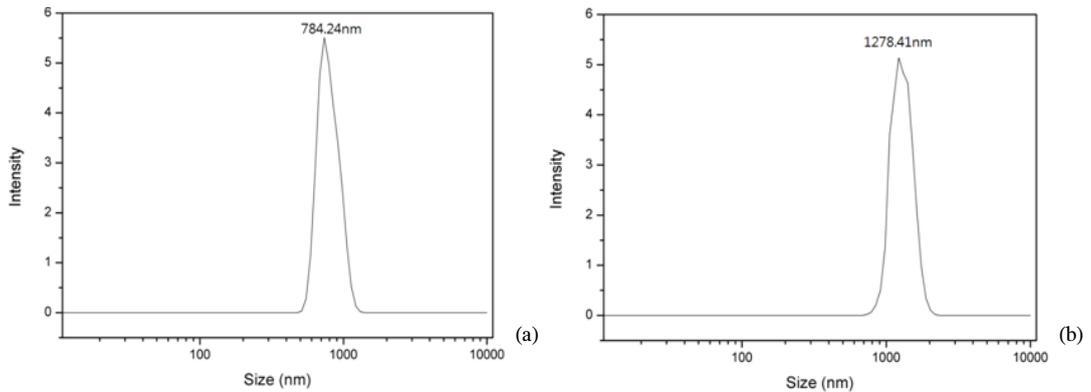


[Fig. 6] SEM images of iron particles which was produced with different concentration of sodium pyrophosphate(Na<sub>4</sub>P<sub>2</sub>O<sub>7</sub>). (a) 10,000 mg/L, (b) 1,000 mg/L, (c) 100 mg/L, (d) 10 mg/L. ※ Reaction condition, Fe (III) : NaBH<sub>4</sub> = 1 : 5

있었다. 1 : 5에서는 100 nm 이하의 구형의 입자를 관찰할 수 있었다. 즉 1 : 5의 비율에서 NaBH<sub>4</sub>에 의해 충분한 환원력이 제공될 경우 상대적으로 더 작은 구형의 입자가 형성되는 것을 확인할 수 있었다. 그러나 전체적으로 입자들이 응집되어 있는 것을 관찰할 수 있었으며, 철분말의 형성과정에서 입자들이 응집되지 않도록 추가 연구가 필요함을 알 수 있었다.

#### • Na<sub>4</sub>P<sub>2</sub>O<sub>7</sub> 분산제의 영향

나노금속분말을 제조하기 위해서 입자의 응집을 방지하기 위해서 분산제로 Na<sub>4</sub>P<sub>2</sub>O<sub>7</sub>, Polyvinylpyrrolidone(PVP)를 이용하여 분말 제조를 시도하였다. 생성된 철 분말의 응집을 방지하기 위해서, Na<sub>4</sub>P<sub>2</sub>O<sub>7</sub>을 분산제로 사용하여 FeCl<sub>3</sub>의 표면을 음전하로 유도를 시도하였다. P<sub>2</sub>O<sub>7</sub><sup>4-</sup>는 분자구조상 4개의 음이온을 갖고 있으며, 각각 Na<sup>+</sup>에 의해 중성을 유지한다. Na이온은 수용액상에서 쉽게 다른 이



[Fig. 7] Particle distribution measured by PSA in the presence(a, 100 mg/L) or absence (b) of  $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ ,

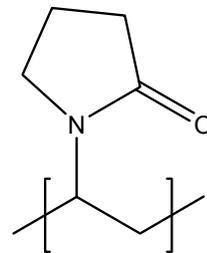
※ Reaction condition,  $\text{Fe (III)} : \text{NaBH}_4 = 1 : 5$ ,  $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 = 100 \text{ mg/L}$

온과 교환되어,  $\text{P}_2\text{O}_7^{4-}$ 이온은  $\text{Fe (III)}$  이온과 결합하여, 일정한 거리를 유지시킬 수 있고, 철 슬러리 상태에서 철로 환원되는 과정에서 응집을 방지하고 고른 입자를 형성시키는 것을 기대할 수 있다.  $\text{FeCl}_3$ 와  $\text{NaBH}_4$ 를 녹이는 용매로  $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ 를 0 mg/L, 10 mg/L, 100 mg/L, 1,000 mg/L, 10,000 mg/L의 용액을 이용하였다. Fig. 5는 각각의  $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ 의 농도에 따른  $\text{FeCl}_3$ 용액을 제조하여 표면 제타전위를 측정할 결과이다. 측정결과 100 mg/L에서 -2 mV의 음전하가 형성되는 것을 알 수 있었다.  $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ 의 농도를 고정한 후에  $\text{FeCl}_3$ 의 양을 변화시켰을 때, Fe의 양이 1 g/L에서 가장 낮은 것을 알 수 있었다. 이 범위에서 철 분말 제조를 시도하였다. 제조된 철 분말을 전자현미경으로 촬영한 결과는 Fig. 6에 나타나 있다. 분산제로 사용한  $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ 의 농도가 10,000 mg/L의 경우, 응집이 심하게 일어나서 수백 나노미터 크기의 입자가 형성되는 것을 알 수 있었다. 또한 입자가 구형을 이루지 않고, 더 성장하여 원통형을 이루는 것을 확인 할 수 있었다. 1 - 1,000 mg/L 범위에서는, 100 - 200 nm 크기의 구형의 분말을 형성하는 것을 확인할 수 있었다.

Fig. 7은 Particle size analyzer(PSA)를 이용하여 철 분말을 분석한 결과 분산제를 사용하지 않은 경우, 평균 784.24 nm였고, 분산제를 사용한 경우, 평균크기는 1278.41 nm였다. 전자현미경상에서 관찰한 입자크기는 100 nm이하였으나, 입도분석기를 이용하여 측정해보았을 때, 7 배에서 10 배정도 큰 입자들이 관찰되었다. PSA로 입도 측정하기 위해서는 제조된 철 분말을 수용액에 다시 분산시키는 과정이 요구되는데, 이 과정에서 철 입자가 개별단위 완전히 분리되지 못했기 때문에 사료된다.

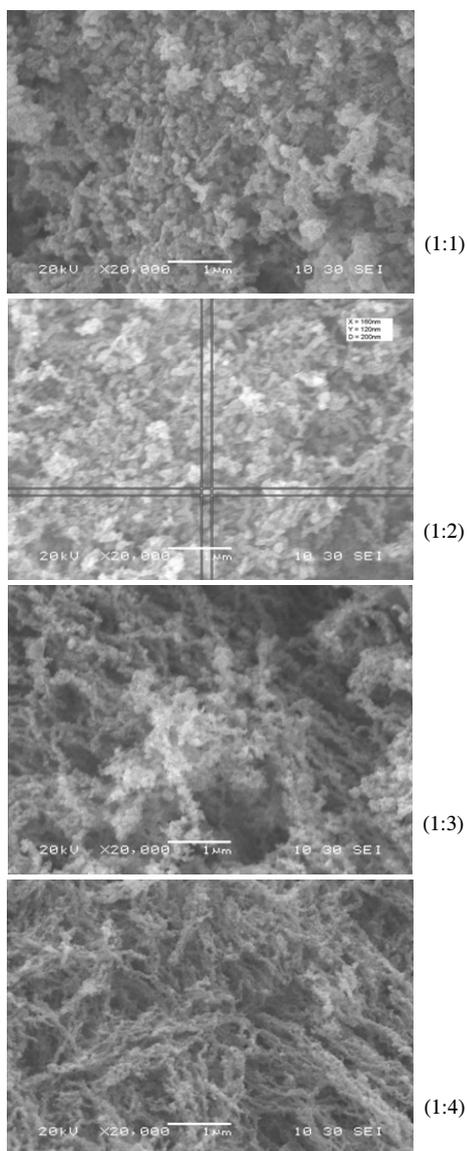
• Polyvinylpyrrolidone 분산제의 영향

Polyvinylpyrrolidone(PVP)는 물이나 극성용매에 녹는 고분자 화합물로서, 나노금속입자의 표면을 코팅하여 금속환원과정에서 생성된 나노 입자간의 응집을 막는 분산제로 활용하는 것으로 알려져 있다[10] (Fig. 8).



[Fig. 8] Structure of Polyvinylpyrrolidone (PVP)

Fig. 9의 결과와 같이,  $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ 의 농도를 100 mg/L로 고정하고 PVP의 농도를 달리하여서 철 분말의 합성을 시도하였다. PVP의 반응비를 1 : 1에서 1 : 4로 높였을 때, 입자의 크기가 점차 작아짐을 확인할 수 있었다.  $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ 만 사용한 Fig. 6의 결과에 비해서, PVP를 같이 사용한 경우, 생성된 철 분말이 입자가 작고 고른 것을 확인할 수 있었으며, PVP를 사용하는 것이 철 분말 생성에 유리함을 알 수 있었다. Fig. 9의 SEM의 결과를 보았을 때, 1 : 1 - 3의 비율에서 서로 100 - 200 nm 크기의 구형의 입자를 확인할 수 있었으며, 1 : 4의 비율에서는 염주와 같은 형태의 철 나노분말을 확인할 수 있었다. 구형이었으며, 입도는 100 nm 정도의 크기였다.

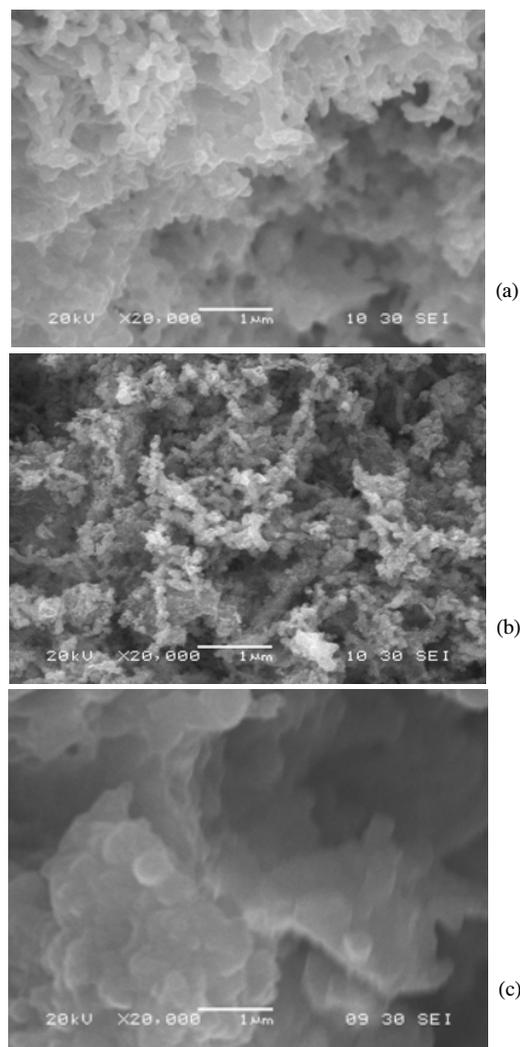


[Fig. 9] Effect of PVP at different ratios (w/w) between FeCl<sub>3</sub> and PVP. Particle size : 100 - 200 nm with scaler at the ratio of 1 : 2, ※ Reaction condition, Fe (III) : NaBH<sub>4</sub> = 1 : 5, Na<sub>4</sub>P<sub>2</sub>O<sub>7</sub> = 100 mg/L

• 팔라듐 핵형성 시드(seed)의 영향

Fig. 10은 환원제로 NaBH<sub>4</sub>(FeCl<sub>3</sub> : NaBH<sub>4</sub> = 1 : 5)를 사용하였고, 분산제로 Na<sub>4</sub>P<sub>2</sub>O<sub>7</sub>(100 mg/L)와 PVP(FeCl<sub>3</sub> : PVP = 1 : 4, w/w)를 사용하여, 다양한 비율의 팔라듐을 사용하여 철 분말을 합성하였다. 팔라듐 2가의 이온의 표준환원전위는 0.951 V이므로 철 이온보다 먼저 수용액상에서 NaBH<sub>4</sub>에 의해 환원이 되어 금속으로 석출된다. 일단 입자가 형성된 후에는, 형성된 시드입자 표면에서 석

출이 일어나게 되어, 새로운 입자를 형성하는 것 보다 엔트로피에 유리하므로, 더욱 입자형성이 촉진된다.



[Fig. 10] Effect of Pd as seeds on synthesis of iron nanoparticles. (a) FeCl<sub>3</sub> : PdCl<sub>2</sub> (w/w) = 1 : 0, (b) FeCl<sub>3</sub> : PdCl<sub>2</sub> (w/w) = 1 : 0.001, (c) FeCl<sub>3</sub> : PdCl<sub>2</sub> (w/w) = 1 : 0.005, (d) XRD result of "b", ※ Reaction condition, Fe (III) : NaBH<sub>4</sub> = 1 : 5, Na<sub>4</sub>P<sub>2</sub>O<sub>7</sub> = 100 mg/L, FeCl<sub>3</sub> : PVP (w/w) = 1 : 4

즉 소량의 팔라듐이 함유된 철 이온 수용액에서 환원제를 투여할 경우, 팔라듐은 양이 적으므로 큰 크기의 입자로 성장하지 못하고, 철이 성장하기 위한 seed의 역할을 하게 된다. 철 이온과 팔라듐의 이온의 양을 1 : 0.001의 비율에서 구형이며 100 nm 크기의 분말이 잘 된 철 나노분말의 형성을 확인할 수 있었다.

### 3. 결론

본 연구에서는 네오디뮴 자석 폐기물의 회수를 위한 기초연구로 FeCl<sub>3</sub>를 원료로 사용하여 다양한 조건에서 철 분말 제조를 시도하였다. 철 나노분말은 전지의 소재, MRI의 조형재, 토양개량 등에 활용이 되므로, 철 나노분말제조 방법의 개발은 회수를 위한 경제성에 향상에 도움이 될 것으로 사료된다. 다양한 비율로 환원제인 NaBH<sub>4</sub>를 사용하였을 경우, 1 : 5의 비율에서 30 분경과 후 100 nm 이하의 철 나노분말을 제조할 수 있었다. Na<sub>4</sub>P<sub>2</sub>O<sub>7</sub> 분산제를 사용하여, Fe (III)의 표면전위를 측정 하였을 때, 100 mg/L의 농도에서 약 -2 mV의 표면 음전하를 갖는 것을 알 수 있었다. 또한 10,000 mg/L의 Na<sub>4</sub>P<sub>2</sub>O<sub>7</sub> 분산제 농도에서는 구형이 아닌 원주형의 입자를 확인할 수 있었으며, Na<sub>4</sub>P<sub>2</sub>O<sub>7</sub>의 농도를 조절할 경우, 철나노분말의 크기 및 모양의 조절이 가능함을 알 수 있다. 환원제를 1 : 5의 비율로 하고, Na<sub>4</sub>P<sub>2</sub>O<sub>7</sub> 분산제를 100 mg/L로 사용할 경우 100 - 200 nm 크기의 구형의 입자가 형성됨을 알 수 있었다. 같은 조건에서 추가로 PVP를 분산제로 사용한 경우, FeCl<sub>3</sub>와 PVP의 질량비 1 : 4 에서 크기가 100 nm 크기의 구형의 분말을 합성할 수 있었다. 최종적으로 Fe (III) : NaBH<sub>4</sub>(1 : 5), Na<sub>4</sub>P<sub>2</sub>O<sub>7</sub>(100 mg/L), FeCl<sub>3</sub> : PVP(1 : 4, w/w)의 조건에서, 핵형성 촉진제인 팔라듐 seed를 철이온에 대해 1 : 0.001 (w/w)의 비율로 사용하였을 때, 100 nm 크기의 구형의 고른 입자가 형성되었다. 팔라듐 seed를 사용할 경우, 입자 크기가 고른 철 나노분말 합성이 가능함을 확인할 수 있었다.

### References

[1] Han Shin Choi, Yong Hwan Kim, "Recycling Technology of Nd-Fe-B based Rare Earth Element Magnets", Journal of Korean Powder metallurgy Institute, vol 17, no. 6, pp. 435-442, 2010

[2] Wu, K. T., Yao, Y. D., Wang, C. R. C., Chen, P. F., Yeh, E. T., "Magnetic field induced optical transmission

study in an iron nanoparticle ferrofluid", Journal of Applied Physics, vol 85, no.8, pp. 5959-5961, 1999, [Article\(CrossRefLink\)](#)

[3] Wong, E. W., Bronikowski, M. J., Hoenk, M. E., Kowalczyk, R. S., Hunt, B. D., "Submicron patterning of iron nanoparticle monolayers for carbon nanotube growth", Chemistry of Materials, vol 17, no.2, pp. 237-241. 2005, [Article\(CrossRefLink\)](#)

[4] Jun, Y. W., Huh, Y. M., Choi, J. S., Lee, J. H., Song, H. T., Kim, S., Yoon, S., Kim, K. S., Shin, J. S., Suh, J. S., Cheon, J., "Nanoscale size effect of magnetic nanocrystals and their utilization for cancer diagnosis via magnetic resonance imaging", Journal of American Chemical Society, vol 127, no. 16, pp. 5732-5733, 2005, [Article\(CrossRefLink\)](#)

[5] Mornet, S., Vasseur, S., Grasset, F., Duguet, E., "Magnetic nanoparticle design for medical diagnosis and therapy", Journal of Material Chemistry, vol 14, no. 14, pp. 2161-2175, 2004, [Article\(CrossRefLink\)](#)

[6] Kuo-Cheng Huang, Kan-Sen Chou, "Microstructure changes to iron nanoparticles during discharge/charge cycles", Electrochemistry Communications, vol 9, pp. 1907 - 1912, 2007, [Article\(CrossRefLink\)](#)

[7] Zhang, W. X. "Nanoscale iron particles for environmental remediation: An overview", Journal of Nanoparticle Research, vol 5, pp. 323-332. 2003, [Article\(CrossRefLink\)](#)

[8] Hwa Yongg Lee, Sung Gyn Kim, "Kinetic Study on Preparation of Iron Fine Powders by Hydrogen Reduction of Ferrous Chloride Vapor", Korean journal of material research, vol 10, no. 6, pp. 385-391, 2000

[9] Jong-gu Park, "Current status and prospect of nanopowder technology", Proceedings of the Korean Society of Toxicology Conference, pp. 27-39, May 2005

[10] Ahn, J., Hoang, T., Kim, D., Kim, M., Kim, C., Chung, H., "Effect of Na<sub>4</sub>O<sub>7</sub>P<sub>2</sub> on Cu powder preparation from Cu<sub>2</sub>O-water slurry system", Journal of Colloid Interface Science, vol 319, pp. 109-114, 2008, [Article\(CrossRefLink\)](#)

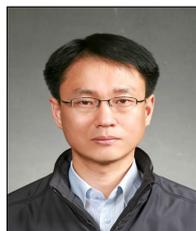
[11] Huang, C., Ehrman, H., "Synthesis of iron nanoparticles via chemical reduction with palladium ion seeds", Langmuir, vol 23, no. 3, pp. 1419-1426, 2007

[12] Xiaomin, H., Xiaobo, S., Huagui, Z., Dongen, Z., Dandan, Y., Qingbiao, Z., "Studies on the one-step preparation of iron nanoparticles in solution", Journal of Crystal Growth, Vol. 275, pp.548-553, 2005, [Article\(CrossRefLink\)](#)

[13] Marcel Pourbaix, Lectures on electrochemical corrosion, pp. 16, Plenum Press, 1973, [Article\(CrossRefLink\)](#)

**하 용 황**(Yonghwang Ha)

[정회원]



- 2003년 8월 : 서울대학교 생물교육과/화학과 졸업
- 2009년 9월 ~ 현재 : 카이스트 화학과 석박사통합과정 재학
- 2009년 3월 ~ 현재 : 중원대학교 습식공정연구실 연구원

<관심분야>  
 자원순환, 금속제련, 환경

**윤 호 성**(Ho-Sung Yoon)

[정회원]



- 1985년 2월 : 서강대학교 화학공학과 (공학석사)
- 1993년 2월 : 서강대학교 화학공학과 (공학박사)
- 1995년 ~ 현재 : 한국지질자원연구원 광물자원본부 책임연구원

<관심분야>  
 자원순환, 금속제련, 환경

**강 윤 지**(Ryun-Ji Gang)

[준회원]



- 2009년 3월 ~ 현재 : 중원대학교 자원순환환경공학과 재학

<관심분야>  
 자원순환, 금속제련, 환경

**안 종 관**(Jong-Gwan Ahn)

[정회원]



- 1992년 8월 : 고려대학교 일반대학원 금속공학과 (공학석사)
- 1996년 8월 : 고려대학교 일반대학원 금속공학과 (공학박사)
- 2008년 1월 ~ 2011년 2월 : 한국지질자원연구원 책임연구원
- 2011년 3월 ~ 현재 : 중원대학교 자원순환환경공학과 교수

<관심분야>  
 자원순환, 금속제련, 환경

**최 승 훈**(Seung-Hoon Choi)

[정회원]



- 1987년 2월 : 고려대학교 일반대학원 화학공학과 (공학석사)
- 1995년 8월 : 고려대학교 일반대학원 화학공학과 (공학박사)
- 2007년 3월 ~ 2008년 2월 : 한국원자력연구원 위촉연구원
- 1997년 3월 ~ 현재 : 서남대학교 환경화학공학과 교수

<관심분야>  
 환경, 에너지, 화학공학