2003 춘계학술발표회 논문집
한국원자력학회

친수성 Fe-Co 자성유체의 기름밀봉 응용특성에 관한 연구

Application of a Hydrophilic Fe-Co Magnetic Fluid to the Oil Seal of a Rotary Shaft

이종헌, 유병옥, 송웅섭, 홍권표, 주용선
한국원자력연구소
대전광역시 유성구 덕진동 150

요 약

기존의 구동축 기름밀봉 장치 대부분은 고무 및 요업재질로 되어 있어 장기간 사용시 밀봉 재질과 구동축 사이의 마찰로 인하여 밀봉 재질의 경화 및 마모가 생겨 그 틈 사이로 윤활유가 다시 누출이 되는 문제점이 재발됨으로 장치의 수명도가 제한되어 있으며 구조도 복잡하여 교환에 따른 부품, 인력 등이 크게 소요되고 있다. 이와 같이 종래의 기름밀봉장치는 밀봉 역할을 고체가 담당함으로서 구동축과 밀봉재 사이의 마찰에 의한 마모에 의하여 윤활유 누출 문제점이 발생된다. 본 연구에서는 이러한 문제점을 해결하기 위하여 자성유체가 기름을 밀봉하는 기름밀봉 장치로서 구동축 회전시 구동축과 밀봉재 사이에 자성유체가 밀봉을 담당함으로서 마찰은 있으나 마모가 전혀 일어나지 않도록 하여 그 수명을 반영구적으로 보장할 수 있다. 친수성의 ethylene glycol 매질과 Fe-Co(30 % : Co)분말로 제조한 Fe-Co 자성유체를 표면 자계강도 3200 Gauss인 링 형상의 Nd-영구자석을 사용, 그리고 pole piece는 두께 1 mm 연강판을 사용하여 밀봉 성능을 조사한 결과 구동축 회전속도 1800 rpm의 조건에서 밀봉성능이 압력 25 kg/㎠ 까지 견딜 수 있는 우수한 내압특성을 얻었다. 본 개발의 Fe-Co 분말의 자성유체를 이용한 밀봉 장치의 개발은 지금까지 보고된 자성유체중 자화력이 가장 큰 것으로 밀봉을 담당하는 자성유체와 마찰을 발생하는 구동축 고체의 접촉으로 인한 밀봉의 기밀성, 방진, 긴수명, 저소음 등의 장점을 혁신적으로 향상시킬 수 있으므로 구동축 기름밀봉 및 각종 펌프 등에 사용될 수 있는 내압 밀봉장치에 성능을 발휘하는데 충분한 특성을 갖고 있다. 따라서 원자력관련시설 내 내압 sealing을 요하는 모든 분야의 housing 장치부분 및 펌프에 이를 응용하여 반영구적으로 사용할 수 있다.

Abstract

Existing oil seals of rotary shafts are made of rubber or ceramic goods(rubber

retainer or mechanical seal). Thus if they are used for a long time, lubricant's leakage is induced from the gap between the shaft and bearings because of stiffening and abrading on the quality of seals due to the friction between rotating shaft and oil seal. Therefore the oil seals is restricted to durability limits and caused to require a quick change of the seal parts and to require significant man-powers for the complicated fabrication of seals. This study is established from the idea for working out these problems. This seal is composed of magnetic fluid to stop up oil in seals. As magnetic fluid between shaft and oil seal stops up oil in seals during rotating shaft, there is a friction but isn't an abrasion between shaft and oil seal so that there is no problem of the durability limits. In this study, with Fe-Co magnetic fluid is produced by hydrophilic ethylene glycol medium , Fe-Co(30 % : Co) powder , ring structure's Nd-permanent magnet of magnetic field strength 3300 Gauss and pole-piece(thickness : 1 mm, mild steel plate). With this arrangement the performance is such that the maximum resisting pressure of the oil seal apparatus was measured to be 25 kg/㎠ at the shaft speed 1800 rpm. It is believed that this magnetic fluid of Fe-Co powder used at the oil seal apparatus is the highest value among magnetic fluids in use until now. In an innovation this can give the advantages of lower noise , longer durability , and airtight of sealing as the contact of shaft(solid) to be friction and magnetic fluid(liquid) to seal. For that reason, this magnetic fluid of Fe-Co powder not only has enough specificity about the oil seal of rotary shaft but also shows enough quality as resisting pressure seal apparatus. Applications of this seal include all kinds of pump like high damping seal. This seal apparatus is economical and has an excellent sealing efficiency which can not be established by the way that the solid come upon sealing like a former apparatus.

1. 서 론

자성유체 (Magnetic fluid)**는** colloid size**의** magnetite, **철**, Ni **등 강자성분말를 액상 중에 분산시킨 현탁액으로 보통의 원심력이나 자장을 가하여도 액상과 고상의 분리가 일어나지 않고 겉보기에 액상 자신이 강한 자성을 갖는 것처럼 거동하는 성질을 갖고 있다.**[4-7] **자성유체가 외부의 자장에 반응하는 특성을 활용하여 자성유체 밀봉**[8-11], **스피커의** damper[12], **폐기자동차의 금속선별** [13-19], **표면 연마**[20-21], **자성윤활제**[22-23] **등에 응용되고 있으며 특수 약물을 투입하는 의료 기술**[24]**의 분야에도 시도되고 있다. 그간 자성유체의 국내 시장은 전량 외국으로부터 수입에 의존하고 있으며, 이들 대부분은 종래의 마그네타이트(이론 포화자화** 91 emu/g)**를 분산 입자로 한 소재의 자성유체가 주류를 이루고 있다. 그러나 자성유체의 응용은 앞서 설명한 바와 같은 부분이외에도 자기적 성능이 고성능으로 요구되는 부분까지 확대되어 요구되는 추세에 있다. 여기에 부응하여 본 실험에서는 종전 자성유체의 분산질인 마그네타이트 보다 자기적 성능이** 2.6**배 이상 우수하며 현재까지 발견된 강자성체 중에서 포화자화값이 가장 크다고 알려진** Fe-Co[25] **분산질의 자성유체를 개발하고 이 자성유체를 이용하여 구동축의 기름밀봉 장치에 대한 응용특성을 실험**

검토하였다. 한편 기존의 구동축 기름밀봉 계통에서는 고무재질 또는 요업재질이 밀봉을 담당하고 있다. 그러나 구동축이 장기간 사용 시 밀봉 재질과 구동축 사이의 마찰로 인하여 밀봉 재질의 경화 및 마모로 인해 그 틈 사이로 윤활유가 다시 누출이 되는 문제점이 재발되므로 장치의 수명이 제한되어 있으며 구조도 복잡하여 교환에 따른 부품, 인력 등이 크게 소요되는 문제점이 있다. 종전에는 기름 밀봉을 고무나 요업재의 고체가 담당하여 구동축과의 마찰에 의한 마모를 피할 수 없었으나, 본 연구에서는 이와 같은 문제점을 해결하기 위하여 고무나 요업재 대신 자성유체와 영구자석을 사용하여 자성유체가 기름 밀봉을 담당케 함으로서 구동축 회전 시 구동축 표면과 밀봉재질사이에 마찰은 있으나 마모가 전혀 발생하지 않도록 하였다. 또한, 밀봉 성능 및 수명을 반영구적으로 향상시킬 뿐만 아니라 구조 또한 간단하여 취급이 손쉽게 하기 위하여 자성유체와 영구자석을 병용한 구동축의 기름 밀봉의 개발을 시도하였다.

원심력이 작용하는 구동축의 기름 밀봉을 자석을 병용한 자성유체가 담당하기 위해서는, 자성유체가 기름과 혼합되지 않기 위하여 친수성이 요구됨과 동시에 압력과 원심력을 극복하기 위하여 자화값이 높아야 한다. 그리고 기름 밀봉용 자성유체의 매질은 기름과 혼합되지 않기 위하여 친수성을 가짐과 동시에 대기 중 증발이 없어야함으로 비등점이 높고 증발압이 낮은 에칠렌글리콜과 같은 친수성 매질이 요구된다. 기존의 구동축 밀봉장치인 미케니컬 씰(mechenical seal), 리테이너(retainer)는 대부분이 내압 2.5 ㎏/㎠ 이상 요구하고 있는 실정이다. 그러나 기존의 마그네타이트 자성유체를 사용하여 기존의 리테이너, 미케니컬 씰의 대용으로 적용 검토한 결과 기존 마그네타이트 자성유체의 경우 내압 1 ㎏/㎠이상은 적용 불가능하였다. 따라서 이와 같은 적용 가능성을 해결하기 위해서는 자기성능이 우수한 자성유체의 개발이 요구되었다. 표 1은 자성유체의 자기특성을 지배하는 강자성물질의 포화자화값을 나타내고 있다. 이 표에서 보는 바와 같이 Fe-Co(Co : 30%) 분말의 고성능 자성유체를 개발하고 이를 이용하여 내압성이 높은 구동축 기름 밀봉 개발을 시도하였다.

표 1 Composition of ferromagnetic materials and saturation magnetization

Ferromagnetic materials	Fe_3O_4[26]	Fe[26]	Co[26]	Fe-Co[27]
Saturation magnetization(emu/g)	92	218	161	240

2. 자성유체에 의한 구동축 기름밀봉의 원리

그림 3은 자성유체를 이용한 밀봉 장치의 기본 구조를 나타낸 그림이다. 그림 3에서 보는 바와 같이 하우징 측에 구동축 표면과 일정한 틈을 유치하도록 하기 위하여 연강(軟鋼)의 원

통형의 자성체의 폴 피스(pole piece)를 설치하고 그 사이에 원통형의 이방성 자석을 끼우면 회전하는 구동축도 자성체이므로, 그림의 화살표와 같이 축과 폴 피스 사이에 자기회로가 형성된다. 따라서 ring형의 자석에서 자석의 바깥쪽보다 안쪽의 자장을 크게 하고 여기에 자성유체를 주입하면 자장이 강한 안쪽으로 강하게 자성유체가 자착되어 구동축과 폴 피스 사이의 틈을 막게되므로 밀봉 작용을 할 수 있다. 한편 자성유체를 이용한 밀봉의 원리 중 기름밀봉의 경우 자성유체의 매질을 친수성의 용매로 제조하면 자성유체는 강자성으로 거동할 뿐만 아니라 친수성의 매질로 인하여 기름과 혼합되지 않으므로 기름 밀봉을 할 수 있다.

$$\Delta P \approx MH \quad \text{----------} \quad (1)$$

이때 ΔP: 압력차, M: 자성유체의 자화율, H: 영구자석의 자계강도이다.

식(1)[29-33]에서 볼 수 있는 바와 같이 자성유체와 영구자석을 병용하여 기름 밀봉 장치를 개발함에 있어 구동축과 밀봉 장치 사이에 내외부의 압력차가 있을 경우, 영구자석의 표면 자계 강도와 자성유체의 자화를 증가시키면 기름 밀봉 장치의 내압을 향상시킬 수 있다. 그러나 현재까지 개발된 영구자석중 Nd-자석이 가장 높은 자계 강도를 나타내며 그 이상의 자계 강도값을 갖는 재료는 당분간 개발되기 어려울 것으로 알려지고 있다. 따라서 자성유체를 이용한 기름 밀봉 장치의 성능 향상을 위해서는 영구자석의 자계 강도를 증대시키는 것 보다 자성유체의 자화값을 증대시킬 것이 요구된다.

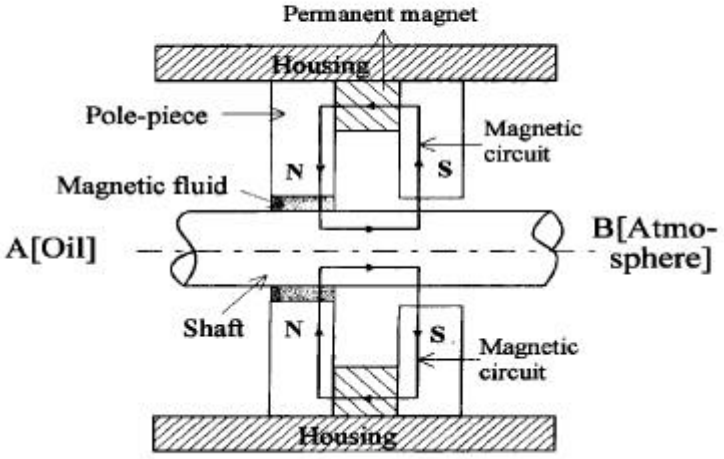


그림 1 Basic structure of oil seal by use of magnetic fluid.

이와 같은 요구에 의해 본 개발 실험에서는 강자성 물질 중 자화율이 가장 크다고 알려진 Fe-Co 자성유체를 개발하고 이를 영구자석과 병용하여 구동축 기름밀봉의 응용특성에 대하여 실험 검토하였다.

3. 시료 및 제조

본 실험에서 Fe-Co 미립자를 제조하는데 사용한 시료는 주로 Fe^{2+}로 조성된 강의 산세

폐액과 이를 산화시키기 위하여 시약용 HNO_3과 시약용 $CoCl_2$ (Co : 8.88 wt%)를 사용하였다. Fe-Co 미립자 표면의 실리카 피착을 목적으로 일신공업사의 공업용 물유리(SiO_2: 28.07 wt%인 $Na_2O \cdot SiO_2$)을 사용하였다. 환원제로서는 하나특수가스사의 특급 수소 가스를 사용하였다. Fe-Co 분말이 액상 중에 분산 안정을 위하여 사용한 계면활성제인 오레인산, dodecyl benzene sulfonate(이하 D.B.S.) 및 tetra methyl ammonium(이하 T.M.A.) 는 시약용을 사용하였다. 기름 밀봉 실험 시 사용한 기름은 호남정유사의 SAF, 5W/40의 윤활유를 사용하였다. 실험 산물의 결정구조는 일본 Rigaku社의 D/MAX-Ⅱ-X-선 회절 분석기로서 전압 30 kV, 전류 15 mA의 조건으로 조사하였으며, 시료의 입자 형태 및 크기는 주사전자 현미경(HITACHI, S-4200)으로 관찰하였다. 주사전자현미경용 시편은 시료 홀더에 카본 테이프를 붙인 후 그 위에 소량의 시료를 부착시키고 Ion sputter속에서 Au를 증착하여 조사하였다. 이때 미립자의 실제 입경은 Au피착 두께(18 nm)를 제외하여 산출하였다. 시료의 자기적 특성은 시료 진동형 자력계 (Vibrating Sample Magnetometer, Lake shore Model 7300)를 사용하여 상온에서 측정하였다. 실리카 피착 Fe-Co 초미립자의 내산화 특성은 열중량 분석기(Seiko社, Model TG/DTA32)를 사용하여 상온에서 200 ℃까지 승온온도 10 ℃/min으로 하여 조사하였다. 액상중 강사자성 분말의 안정된 분산을 위하여 Shaker(美國, Red devil社, Model 5400-02, 1030 rpm)로서 2시간 교반하여 친수성의 ethylene glycol 매질의 Fe-Co 자성유체를 제조하였다.

Co-ferrite는 Fe : Co의 중량비가 7 : 3으로 되도록 산세폐액중 Fe^{2+}을 산화시킨 Fe^{3+}와 $CoCl_2$을 수중에 용해한 후 가성소다를 첨가하여 강 알칼리 영역인 pH 12에서 반응시켜 제조하였다. 이와 같이 제조된 Co-ferrite는 침전물의 10배의 물로서 10회 이상 수세하여 과잉의 NaOH 및 NaCl 생성물 등의 불순물을 제거한 후, 5A여과지로서 여과하여 건조기에서 60±5 ℃의 온도로 건조하였다. 건조한 Co-ferrite 표면에 실리카 피착을 목적으로 사용한 물유리는 $Na_2O \cdot SiO_2$이며 SiO_2는 28.07 wt% 것을 증류수로 희석하여 사용하였다. 또한 실리카 피착 반응 시 수용액의 pH를 조절하기 위하여 시약용 NaOH 수용액과 H_2SO_4 수용액을 사용하였다. 그림 2는 실리카 코팅 Fe-Co 분말 제조 개략도이다. 상기와 같이 제조된 Co-ferrite 20 g을 물 1 ℓ에 넣고 이를 교반하여 실리카의 함량이 SiO_2/Fe-Co = 3.1 4.8 wt%가 되도록 물유리 수용액을 투여하였다. 물유리의 투입 후 실리카의 피착 시 pH는 전보 실리카 피착 철 분말 제조[28]에서의 호적 조건인 11로 하여 상온에서 2시간 반응시켜 실리카를 Co-ferrite 표면에 피착시켰다.

실리카가 피착된 Co-ferrite는 수평식 튜브 환원로에서 온도 350 600 ℃, 수소유량 0.5 ℓ/min의 조건으로 수소 환원하였다. 그림 3은 친수성 고성능 Fe-Co 분말 자성유체의 제조 방법에 대한 개략도이다. 즉, 실리카 피착 Fe-Co 초미립자를 계면활성제인 오레인산 이온이 용해된 수용액 중에 넣고 1시간 이상 교반 하여 실리카 피착 Fe-Co 초미립자의 표면에 오레인산 이온을 흡착시켰다. 과잉의 오레인산을 제거하기 위해 침전물의 10배에 해당하는 양의 물로서 8회 이상 수세하고 5A 여과지로 여과하였다.

여과하여 얻은 침전물은 건조기에서 60±5℃의 온도로 건조하였다. 건조가 완료된 오레인산 이온 흡착의 Fe-Co 초미립자는 다시 표면에 친수성의 계면 활성제층을 부여하기 위하여 D.B.S. 이온 및 T.M.A. 이온으로 흡착한 후 ethylene glycol을 첨가하고 교반 시켜 친수성의 Fe-Co 자성유체를 제조하였다.

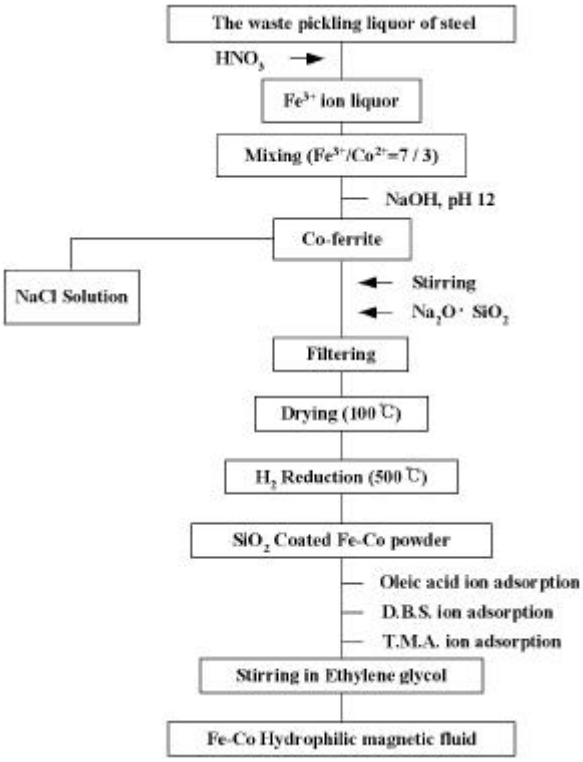


그림 2 Schematic diagram of experimental procedure (silica coated Fe-Co).

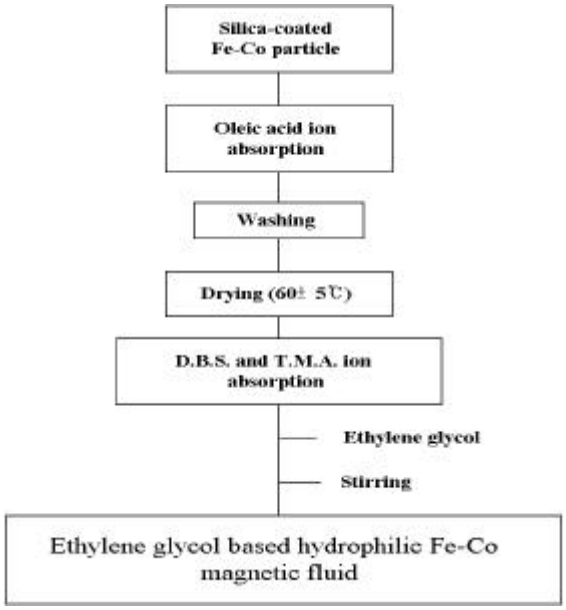


그림 3 Flow chart for the fabrication of Fe-Co-ethylene glycol base hydrophilic magnetic fluid.

3-1. 친수성 Fe-Co의 고성능 자성유체 제조

자성유체의 분산 입자가 갖춰야 할 주요한 인자로 첫째, 강자성 미립자 포화자화의 최대화, 둘째 유체화시 액상 중에서 안정 분산되기 위하여 브라운 운동을 할 수 있는 초미립자로 입경이 최소화, 셋째 이들 초미립자는 자기적 성질의 안정을 위하여 산화에 의한 변질이 없어야 한다. 이와 같은 조건을 만족하기 위한 방안으로서 전보(前報)[34]에서는 강의 산세폐액을 이용하여 다음과 같이 Fe-Co 초미립 분말을 제조하였다.

강의 냉간 가공시 생성 되는 산세 폐액의 대표적인 예를 표 2에 표시하였다. 표 2와 같은 주로 Fe^{2+}이온 상태로된 산세 폐액에 산화 촉진제로서 HNO_3 1 wt%를 첨가하고 공기중의 산소를 불어넣어 반응시키면 다음 식(2) (4)와 같이 Fe^{2+}를 Fe^{3+}로 산화시킬 수 있다.

$$3FeCl_2 + 3HCl + HNO_3 \text{ ---> } 3FeCl_3 + 2H_2O + NO \text{ ------ } (2)$$

$$4NO + O_2 \text{ ----------> } 2N_2O_3 \text{ ---------- } (3)$$

$$2FeCl_2 + N_2O_3 + 2HCl \text{ -----> } 2FeCl_3 + 2NO + H_2O \text{ ------ } (4)$$

이상의 3가철 폐액에 Fe : Co의 중량비[35]가 7 : 3 이 되도록 $CoCl_2$용액을 첨가, 혼합한 후 pH 12이상의 NaOH수용액과 반응시켜 평균 입경 5 nm이하의 초미립 Co-ferrite 분말

을 제조하였다.

$$Fe^{3+} + Co^{2+} + 2OH^- = \text{Co-ferrite} + H_2O \text{ ---------- (5)}$$

식(5)과 같이 제조된 Co-ferrite를 수소로 환원하여 Fe-Co 초미립 분말을 만들기 위해서는 500 ℃ 온도 가열이 필요하였다. 이 온도에서는 환원 생성된 Fe-Co 분말의 소결에 따른 입경의 조대화가 일어났으며 이 소결을 방지하기 위하여 Co-ferrite 표면에 다음과 같이 시리카를 피복시킨 다음 수소와 500 ℃에서 환원 반응시켜 자성유체용 초미립 Fe-Co 분말을 제조하였다. Co-ferrite 분말을 물유리와 반응시켜 다음과 같이 Co-ferrite 초미립 분말의 표면에 SiO_2를 피복시킨다.

표 2 Typical chemical compositions of the waste pickling liquor of steel(wt%)

Fe^{2+}	Fe^{3+}	Mn	Cr	Cu	Zn	H_2O
8.69	0.26	0.03	0.005	0.0005	0.001	Bal.

$$Na_2O \cdot 2SiO_2 + 5H_2O = 2Na^+ + 2OH^- + 2Si(OH)_4 \text{ ---------- (6)}$$

$$Si(OH)_4 = SiO_2 + 2H_2O \text{ ---------- (7)}$$

이와 같이 표면이 SiO_2로 피복된 Co-ferrite는 수소 가스와 500 ℃ 온도[34]에서 6시간 반응시켜 주면 식(8)같이 표면이 SiO_2로 피복된 Fe-Co 초미립 분말이 얻어졌다.

$$\text{Co-ferrite} + H_2 = \text{Fe-Co} + H_2O \text{ ---------- (8)}$$

환원하여 얻은 Fe-Co 입자는 SiO_2의 안정한 산화물 피막으로 피착 되어 표면 산화에 대한 안정성이 우수할 뿐만 아니라, Co-ferrite 의 환원 과정에서 발생하는 입자의 소결 현상이 일어나지 않아 원래 Co-ferrite 입자의 크기 보다 큰 성장이 없는 자성유체용의 초미립의 Fe-Co 분말의 제조가 가능하였다. Fe-Co 입자의 크기는 3 29 nm 사이로 분포하며, 평균 입경은 50 %적산치로서 9.4 nm의 초미립자로 존재하였으며 액상중에서 브라운 운동을 받을 수 있는 유체화에 충분한 초미립화[36]가 얻어졌다. 그 자화값은 자계강도 10 kOe에서 154 emu/g으로 이론치 240 emu/g의 64 %를, 그리고 150 ℃ 이내의 온도에서 변질되지 않는 안정성을 나타내었다.

3-2 자성유체화 이론

그림 4은 神山[37]이 제시한 일반적인 자성유체의 분산 모델이다. 그림에서 보는 바와 같이 자성유체는 일종의 고상-액상의 균일 혼합상 유체로서 마치 하나의 단일상의 액상처럼 거동한다. 자성유체가 고상과 액상의 혼합물로 존재함에도 불구하고 고상과 액상의 분리가 일어나지 않는 것은, 강자성 초미립자의 크기가 용매 분자의 약 100 배 정도이다. 강자성 초미립자의 표면을 계면 활성제를 피복 되어 있고 계면 활성제는 용매 분자(직경 0.1 nm)와 결합되어 있다. 용매 분자와의 무차별 충돌에 의한 브라운 운동과 흡착된 계면 활성제의 탄성 반발력으로 인하여 입자와 입자 사이가 항상 어느 정도의 거리를 유지하여 응집이 방지되기 때문이다. 자성유체가 외부로부터 가해진 자장에 의해 끌려가는 성질을 갖는 것은 자장 구배하에 놓여진 자성유체 내 강자성 초미립자가 자기적 힘을 받게 되며, 이때 강자성 초미립자는 용매 분자와 무차별 충돌을 하므로 자기적 힘은 용매 분자에

도 전달된다.

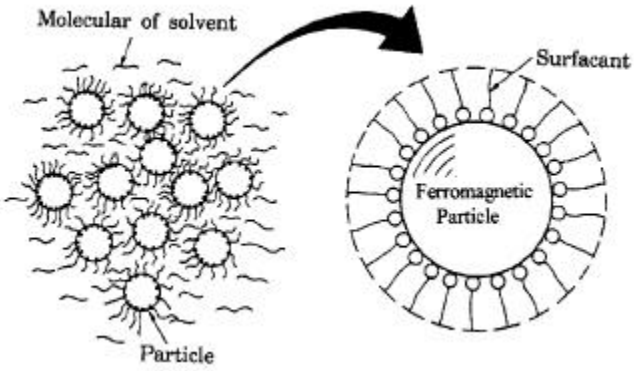


그림 4 Dispersion model of magnetic fluid.

결국, 거시적 관점에서 자기적 힘은 자성유체 전체에 가해지는 것과 같으므로 자성유체는 액상임에도 불구하고 철과 같이 자석에 끌리는 성질을 갖게 되는 것이다. 자성유체가 이러한 특성을 갖기 위해서는 분산질 입자의 응집이 없이 분산이 있어야 하며 이 분산을 촉진하기 위해서 계면활성제가 사용된다. 자성유체가 기름 밀봉 역할을 하기 위해서는 자성체가 자석에 자착 되어 구동 축으로부터 원심력에 의해 이탈되지 않기 위하여 자성유체의 자화율이 높아야 하지만 밀봉 부에서 자성유체가 기름과 혼합되지 않기 위하여 친수성이어야 하고 대기중 매질의 증발이 없어야 한다. 본 실험에서는 대기 중에서 매질의 증발이 없고 친수성의 매질을 에칠렌글리콜을 사용하였다. 표 3에서 보는바와 같이 에칠렌글리콜은 물과 같은 친수성이지만 증기압이 낮고 비등점이 높아 상온, 대기중에서 휘발 손실이 곤란함을 알 수 있다.

표 3 Properties of magnetic fluid medium

Item / Medium	Chmical formula	Specific gravity	Viscosity (cp, 25℃)	Vapor pressure (20℃, mmHg)	Boiling point (℃)
Water	H_2O	1	0.8904	17.535	100
Ethylene glycol	$C_2H_6O_2$	1.1155	17.6	0.05	197.85

그림 5는 전술의 평균 입경 9.4 nm의 Fe-Co 초미립자 표면에 계면활성제를 피복한 뒤 친수성의 에칠렌글리콜 매질중에서 Shaker로 교반한 자성유체의 분산 안정성에 미치는 계면 활성제의 영향을 조사한 결과이다. 즉, Fe-Co 초미립자를 고체농도 61 %(g/cc)의 조건으로 체적 100 cc, 높이 16 cm의 메스실린더 중에 자성유체를 정치시켰다. Ethylene glycol중에 분산시킬 때 Fe-Co는 오레인산과 D.B.S.이온을 흡착한 경우(마그네타이트 분산질의 경우는 안전 분산)으로는 시간 경과와 함께 고체가 침강하여 고체와 액체의 분리가 일어나 자성유체가 형성되지 않았다. 그러나 오레인산과 D.B.S. 및 T.M.A.이온의 3중 흡착층이 부가되었으므로 안전 분산이 될 수 있었다. 이때 오레인산 및 D.B.S.농도는 Fe-Co 미립자 17.9 mole 에 대하여 각각 1 mole의 농도로 T.M.A.의 농도는 T.M.A/D.B.S.= 0.15 / 1mol 비의 문헌값[38]을 택하였다. 그림 6에서 보는 바와 같이 Fe-Co 초미립자의 표면에 오레인산 이온과 D.B.S.이온을 흡착시켜 제조한 현탁액은 시간의 경과와 함께 고상과 액상의 분리가 일어난 반면, 오레인산 이온과 D.B.S. 이온 및

T.M.A. 이온으로 Fe-Co 초미립자 표면에 계면 활성제 흡착층을 다중 흡착시킨 친수성의 자성유체는 안정 분산되어 장기간 경과에도 액상과 고상의 분리가 일어나지 않았다.

Fujita[36]는 계면 활성제 흡착에 대하여 제일 안쪽에 오레인산 이온층이, 중간에 D.B.S. 이온층이 그리고 제일 바깥쪽에 T.M.A. 이온층이 흡착되며, 이때 오레인산 이온과 D.B.S. 이온의 2중 흡착 층의 두께는 4.9 nm, 오레인산 이온과 D.B.S. 이온 및 T.M.A. 이온의 3중 흡착 층의 총 두께는 10 nm이라 보고하였다. 이렇게 계면활성제의 흡착층 두께의 증가는 흡착층의 반발력의 증가를 가져와서 밀도 8 g/㎤ 정도인 Fe, Fe-Co 분말과 같은 자성유체의 경우에 분산이 향상된다고 보고하였으며 본 실험에서도 같은 결과를 나타내었다. 그림 7은 자성유체중 Fe-Co 농도 변화에 따른 자화율 변화를 나타내고 있다. Fe-Co 농도가 증가할 수록 자성유체의 자화가 증가하였다. Shimoiizaka는 Kerosene 매질중 마그네타이트 분말의 자성유체에서 아래의 식과 같이 자성유체의 자화율을 보고하였다.[39]

$$\sigma = \rho_2(\sigma_s/\rho)(\rho-\rho_1) \;/\; (\rho_2-\rho_1) \quad \text{---------- (9)}$$

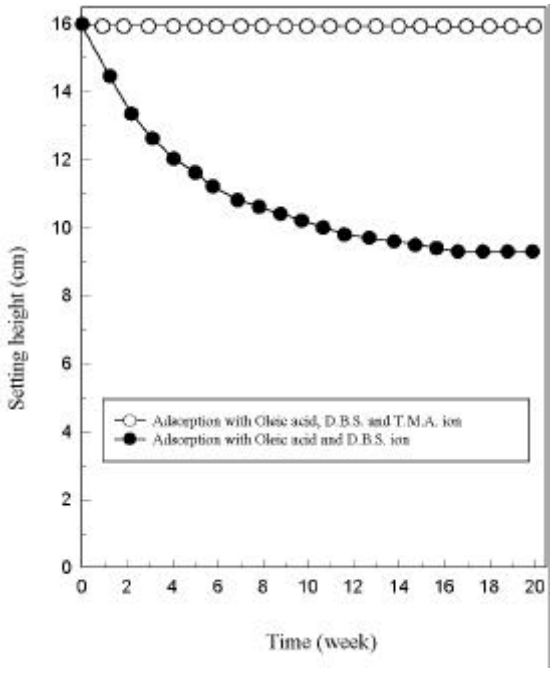
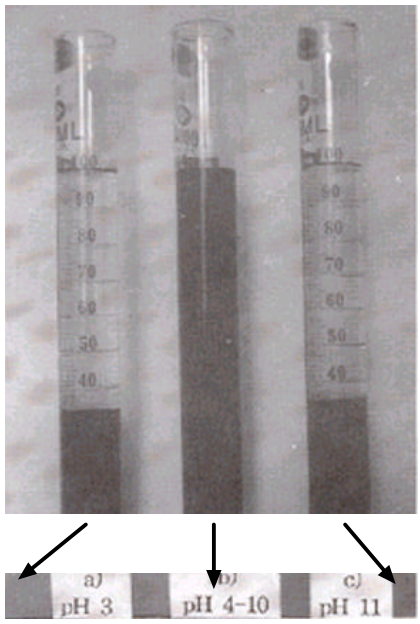


그림 5 Effect of surfactant on dispersing property of magnetic fluid.



Oleic+D.B.S. Oleic+D.B.S.+T.M.A. Oleic+T.M.A.

그림 6 Effect of surfactant on dispersion stability of Fe-Co suspension (White: Ethylene glycol, Black: Fe-Co).

여기서 σ_s 는 분산 입자의 자화, ρ, ρ_1 및 ρ_2 는 각각 자성유체, 용매 및 분산 입자의 밀도이다. 자성유체의 자화는 자성유체의 농도에 따른 밀도에 비례적으로 증가함을 알 수 있다. 본 Fe-Co의 자성유체의 경우에서도 Shimoiizaka의 보고와 잘 일치하였다. Fe-Co의 고체 농도 70 %에서 73 emu/g의 자화를 나타내었다. 한편 본 Fe-Co 고체농도 71 % 이상에서는 유체의 특성을 잃고 겔(gel) 상태로 되어 유동성 악화로 기름 밀봉 악화를 초래하였기 때문에 고체농도 71 % 이상에서는 조사하지 않았다. 그림 8은 자계강도 16 kOe에서 분산질 고체 농도 Fe-Co 15 %(g/cc)인 자성유체의 자화 곡선이다.

이 그림에서 보는 바와 같이 Fe-Co 는 강자성 물질중에서도 가장 강한 강자성임에도 불구하고 강자성 특성인 hysteresis 를 형성하지 않는 특성을 나타내고 있다.

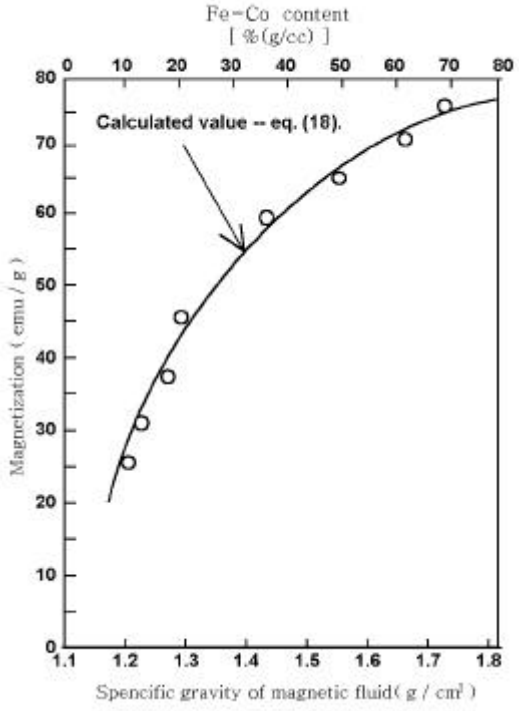


그림 7 Relationship between magnetization and specific gravity of Fe-Co-ethylene glycol base hydrophilic magnetic fluid.

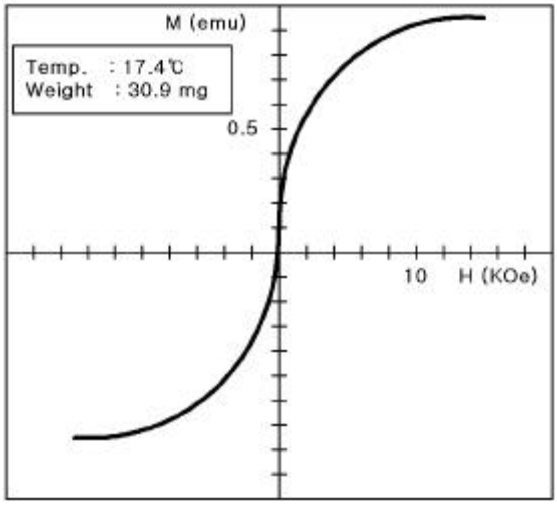


그림 8 Magnetization curve of Silica coated Fe-Co magnetic fluid (Fe-Co : 15 %).

그 이유는 10 nm 이하의 Fe-Co 초미립자는 단자구 크기 보다 작은 입경으로 고체내에서 열적인 진동을 갖고 있다고 추정되며 강자성에서 초상자성 특성으로 변하여 Fe-Co의 이론 자화값 보다 감소하며 포화되기 어렵기 때문에 hysteresis를 형성하지 않는다 추정한다.

4. 친수성 Fe-Co 고성능 자성유체를 이용한 구동축 기름밀봉 특성 조사

종전의 마그네타이트 자성유체를 이용한 기름 밀봉 장치의 성능과 비교분석 하기 위하여 기름 밀봉 장치를 마그네타이트를 이용한 밀봉 장치와 같은 조건하에서 Fe-Co 자성유체로 그 응용 특성을 조사하였다. 그림 9와 같은 시판의 1마력 Variable speed motor (동양 V.S motor社, 1마력, 0 1800 rpm, 이하 V.S모터 라함)를 사용하여 구동축 기름밀봉 특성을 조사하였다. 그림 9의 A는 모터로서 전원에 의해 중심의 구동축을 회전시킬 수 있다. B와 C는 기아 및 회전 속도를 조절할 수 있는 장치(0 1800 rpm)이며 D는 구동축이다. F는 베어링이 부착된 원통의 하우징으로서 그 중앙에 구동축이 회전하게 되어 있으며 윤활유가 충진 되어 있다. E부에 영구자석, 폴피스 및 자성유체를 병용한 기름밀봉 장치를 설치하였으며 G는 실험 용기 내의 압력을 측정하기 위한 압력계이다. 자석과 결합한 폴피스의 내경과 구동축 표면 사이의 거리를 0.5 mm 간격이 유지 되도록 하고 그 사이에 자성유체를 주입하였다. 이후 구동축을 회전시키며 윤활유 누출을 조사하였

다. 그림 10은 기름 밀봉 장치 제조에 사용한 영구자석과 폴 피스(pole-piece)이다.

구동축 표면과 폴 피스 표면과는 간격이 좁을수록 유리하나 원활한 구동축의 회전을 위해서는 0.1 0.5 mm 의 간격이 필요하므로 본 실험에서는 그 간격을 0.5 mm로 하였다. 한편 시중의 원형 영구자석의 치수는 내경과 구동축 표면과의 간격이 0.5 mm 정밀도를 만족할 수 있는 것이 없었으므로 폴피스를 사용하여 보완하였다. 영구자석은 표면 자계강도가 3200 Gauss인 링(Ring) 형상의 Nd-영구자석으로 그 크기는 외경 48 mm, 내경 33 mm, 두께 7 mm, S극 보다 N극에 자계강도가 큰 것으로 N극이 구동축 표면을 향하도록 사용하였다. 폴 피스는 연강재(mild steel, 두께 1 mm)의 것을 사용하였다.

그림 9의 V.S 모터와 연결된 구동축 회전 장치 내에 밀봉 장치를 설치한 후 여기에 친수성 고성능 Fe-Co 자성유체(고체농도 70 %)를 20 cc 주입하고 윤활유를 구동축 회전 장치 내부에 150 cc 채운 뒤 구동축을 1800 rpm으로 회전시켰다. 그리고 질소가스를 구동축 회전장치 내부로 불어넣어 압력게이지에 나타난 최대 압력을 조사하여 밀봉 성능을 검사하였다. 고체농도 70 %(g/cc)인 마그네타이트 및 Fe-Co 자성유체를 사용하여 기름 밀봉 내압특성을 조사한 결과 그림 11과 같다. 이 그림에서와 같이 영구자석의 단수가 증가 할 수록 내압특성이 향상되었다. 영구자석 6단일 때 기존의 마그네타이트 분말 자성유체의 경우는 내압이 950 g/㎠인 반면 Fe-Co 분말 자성유체의 경우는 내압이 25000 g/㎠으로 내압특성이 탁월하게 향상되었다.

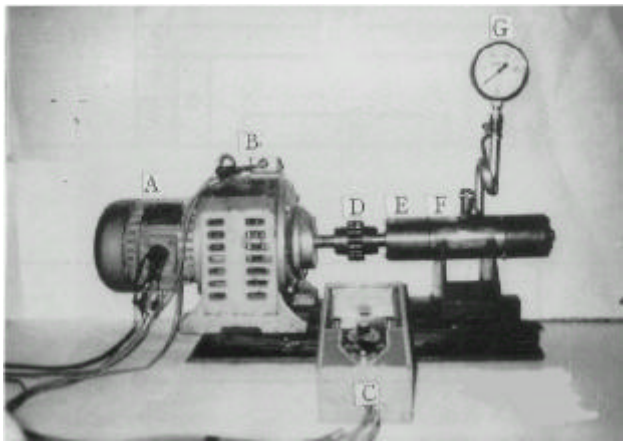


그림 9 A experimental apparatus to the oil seal of rotary shaft
A. Motor B. Gear C. Speed controller
D. Shaft E. Sealing part F. Housing
G. Gauge.

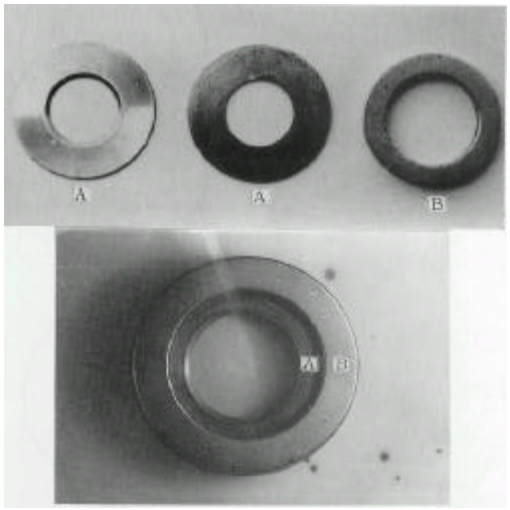


그림 10 Pole-piece and permanent magnet
A. pole-piece, B. Permanent magnet.

밀봉의 기존 이론식인 식(9)으로부터 기존 마그네타이트 분말의 자성유체의 경우 실험치와 이론치가 잘 일치하고 있으나 본 실험에 이용한 Fe-Co 자성유체의 경우는 실험치와 이론치에서 많은 차이를 나타내고 있다. 그 이유는 기존 이론식인 식(9)은 기존의 마그네타이트 분말의 자성유체를 기준으로 하여 설정하였기 때문으로 추정되며 성능이 더욱 우수하게 나타난 Fe-Co 분말의 자성유체의 밀봉 이론은 새로운 측면에서 재정립될 필요성이 있다고 생각된다.

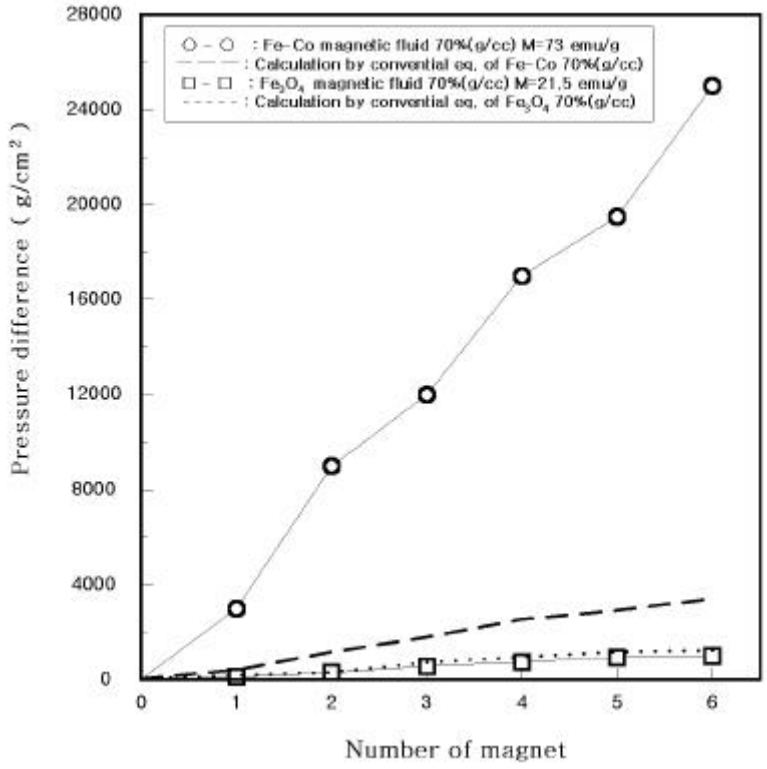


그림 11 Effect of the number of Nd-permanent magnet on the seal capacity.

5 결 론

평균입경 9.4 nm**인** Fe-Co **분말을 사용하여 자성유체 제조 및 기름밀봉의 응용특성을 조사한 결과 다음과 같다.**

1. Fe-Co **강자성 분말의 표면에 계면활성제로서 오레인산,** D.B.S. **및** T.M.A.**의** 3**중 흡착층을 형성시킨 다음 용매인** Ethylene Glycol **중에 분산시킴으로서 친수성의** Fe-Co **자성유체를 제조 할 수 있었다.**

2. Fe-Co **자성유체(고체농도** 70%)**와** Nd-**영구자석(**6**단)을 병용하여 구동축기름 밀봉 내압성을** 25000 g/cm^2**로 아주 높은 내압특성을 갖고 있으며, 이 결과는 기존 이론식** $\Delta P \approx MH$ **과 매우 큰 차이를 나타냈으며 차후 그 수정 보완 이론이 요구된다.**

3. **본** Fe-Co **자성유체는** Fe-Co **분말 표면에 계면활성제가 흡착되어 있다. 계면활성제는 직경** 0.1 nm**인 매질분자와 결합하여 이 결합된 매질분자가 밀봉을 담당하므로 기존의 밀봉계에서는 찾기 어려운 부분으로 밀봉기밀성은 타의 추종을 불허(不許)할 것으로 생각됨과 동시에 전술의 내압성능이 약** 25 kg/㎠ **까지 견딜 수 있으므로 원자력기술관련 분야뿐만 아니라 높은 내압** sealing**을 요하는 모든 분야의** housing **장치부분에 이를 응용하여 반영구적으로 사용할 수 있다.**

참 고 문 헌

[1] S. S. Papel, U.S. Patent No.3215572 (1965).

[2] 佐藤敏彦, 下飯坂潤三 , "*日本化學會 19年 會豫稿集Ⅰ*", (1966), p. 293.
[3] 김영삼 등, "강의 산세폐수를 이용한 자성산화철 및 자성잉크제조에 관한 연구, 과학기술처 개발보고서", (1989), p. 15.
[4] R. E. Rosensweig , "*Encyclopaedic Dictionary of Physics*", *Suppl.*, 4, (1971), p. 111.
[5] 中塚勝人, 下飯坂潤三 , "*鐵と鋼*", 73, (1987), p. 55.
[6] 下飯坂潤三 , "*新時代の磁性材料*", 未踏加工技術協會, (1981), p. 299.
[7] 下飯坂潤三 , "*日本金屬學會會報*", 15, (1976), p. 77.
[8] M. O. Lutset and V. A. Staroveitov , "*IEEE Trans. on Mag*"., MAG-16, (1980), p. 343.
[9] R. L. Bailey , "*J. Mag. Mag*". *Mater*., 39, (1983), p. 178.
[10] 關 興一, 吉田洋一, 中里 博 , "*日本工業材料*", 31, (1982), p. 60.
[11] W.Ochonski , "*Wear*", 130, (1989), p. 261.
[12] 武富 荒, 近角聰信 , "*磁性流體 基礎と應用*", 初版,日刊工業新聞社, 東京, 昭和63年, p. 66.
[13] S. E Khalafalla & G. W. Reimers , "*Chem. Tech*"., 5, (1975), p. 540.
[14] L. Mir, C. Simard & G. Grana, "*AIAA paper No.73-959 3rd Urban Technology Conference and Technical Disp lay*. Boston. Massachusetts", (1973), p. 1.
[15] 村守淸 , "*環境創造*", 5, (1974), p. 55.
[16] 下飯坂潤三, 中鉢良治, 吉田洋一, "*日本鑛業會誌*", 93, (1977), p. 1068.
[17] 下飯坂潤三, 中塚勝人, 藤田豊久, "*日本鑛業會誌*", 99, (1983), p. 53.
[18] 鳥山孝俊, "*粉體工學會誌*", 20, (1983), p. 32.
[19] 池口隆, 村守淸, 風間三郎, 境弘夫, "*日立評論*", 59, (1977), p. 68.
[20] 黑部利次, "*自動化技術*", 14, (1982), p. 36.
[21] 谷 泰弘, 仙波卓彌, 河田硏治, "*生産硏究*", 35, (1983), p. 531.
[22] 尹藤博幸, "*工業材料*", 29, (1981), p. 85.
[23] 飯村富男, "*工業材料*", 30, (1982), p. 38.
[24] 松村雄介, *日本機械學會*, "磁性流體工學に關する調査硏究分科會成果報告書", (1986), p. 166.
[25] B.D. Cullity, "Introduction to magnetic materials, Addison-Wesley", (1972), p. 146.
[26] 東京干文台, 理科年表, 丸善, (1979), p. 物. 119.
[27] 김희중외, "자성재료학", 반도출판사(1992), p. 193.
[28] 강신우, 김영삼 ; "대한금속학회지", Vol.34, No.10 (1996)
[29] 武富 荒, 近角聰信 , "*磁性流體 基礎と應用*", 初版, 日刊工業新聞社, 東京, 昭和63年, p. 13.
[30] R. A. Williams and J. Malsky , "*IEEE Trans. on Mag*"., Mag-16, (1980), p. 379.
[31] Zou Jibin and Lu Yongping , "*IEEE Trans. on Mag*"., Mag-28, (1992), p. 3367.
[32] 關興 一, 吉田洋一, 中里 博 , "*日本工業材料*", 31, (1982), p. 60.
[33] JED. Walowit et al. , "*ASLE Trans*"., 24, (1981), p. 533.
[34] 임재성, "동아대학교 대학원 석사학위 논문", (1999), p. 10.
[35] 임재성, "동아대학교 대학원 석사학위 논문", (1999), p. 4.
[36] Fujita, "粉末*および* 粉末冶金", 38, (1991), p. 695.
[37] 神山新一, "磁性流體入門", (平成 10年) p. 6.
[38] 關興 一, 吉田洋一, 中里 博 , "*日本工業材料*", 31, (1982), p. 60.
[39] 下飯坂潤三, 中塚勝人, 中鉢良治, 佐藤惟陽, "*粉體および 粉末冶金*", 22, (1975), p. 22.