

기계적합금화에 의한 nanocrystalline Fe-Co 분말의 합성 및 자성특성
(Magnetic Property of nanocrystalline Fe-Co Powder
Produced by Mechanical Alloying)

한양대학교 정진열*, 김영도

1. 서론:

극 초미세 결정 합금재료(nanostructured materials)는 종래의 소재가 가지고 있는 단점을 극복하여 기능이 향상된 신 소재 개발의 무한한 가능성을 보여주고 있다. 이들 nano 결정은 큰 부피분율의 입계를 가지고 있어 통상적인 다결정질 재료나 비정질 재료와는 상이한 특성이 기대되며, 실질적으로 물리적, 화학적 및 기계적 성질에 있어서 부분적으로 우수한 특성을 나타낸다. 자성재료에서의 nano결정 합금에 대한 연구가 매우 활발하며 특히 연 자성 특성에 있어서 매우 우수한 특성을 지닌 것으로 보고되고 있다. 본 연구에서는 전자기적상품감시 (electrical article surveillance, EAS)시스템용 M-E (magneto elastic)센서로 사용되는 고 포화자화, 고 투자율, 저 보자력의 연 자성체를 제조하기 위하여 고상에서 반응이 일어나는 기계적 합금화에 의해 나노결정의 Fe-Co 자성합금분말을 제조한 후 이들 합금분말의 MA 거동 및 자성특성을 조사하였다.

2. 실험방법:

본 연구에서 사용된 원료분말은 불규칙한 스폰지형상을 한 $15\mu\text{m}$ 이하의 Fe(99.9% CERAC.), Co(99.8% CERAC.)로 하였다. 기계적 합금화는 stainless steel ball을 사용하여 볼과 분말의 비를 50:1로 하였다. 조성은 Fe-20Co(at%)로 하였고 Fe, Co 원료분말을 해당조성비로 칭량하여 삼차원혼합기(turbular)에서 premixing과정을 수행한 후 Ar 분위기 하에서 수평식 milling기계인 Simoloyer(Zoz. Co)에서 1300rpm의 속도로 milling 시간을 최대 100시간까지 변화시키면서 합금분말을 제조하였다. milling 시간에 따른 입자의 미세구조 변화는 광학현미경, 주사전자현미경, 투과전자현미경으로 관찰하였고 XRD(Philps, Fe- $k\alpha$)와 DSC분석에 의하여 합금화 거동을 조사하였다. 기계적 합금화에 의해 제조된 합금분말의 자성특성은 VSM(Vibrating Sample of Magnetometer)에 의해 측정하였다.

3.결 과

milling 초기단계에는 분말입자들이 압접된 상태로 평균 $45\mu\text{m}$ 정도의 크기를 보이다 이후 시간이 증가할수록 계속 작아지는 경향을 나타남을 관찰할 수 있었고, Image mapping 결과 Fe, Co입자들이 균일하게 분포하고 있음을 알 수 있었다. 또한, 기계적 합금화 한 분말을 XRD로 분석한 결과, 기계적 합금화 시간이 증가함에 따라 내부응력의 축적과 결정립미세화에 의한 peak의 broadening현상이 뚜렷이 나타났다. 자성합금분말의 VSM 측정에 의하면 분말이 수십 나노크기의 극 초미세구조로 변화하게됨에 따라 향상된 연 자성 특성을 보임을 알 수 있었다.