

Study of the fabrication and coercivity of the aluminium anodic oxide film electrodeposited with Fe or Co

Department of Materials Science and Engineering, Pukyong National University,
S. K. Kim*, H. W. Kwon
Surface Engineering Department, KIMM, Y. Jeong

1. 서론

알루미늄 양극산화피막을 강자성 금속 염을 함유한 수용액 중에서 전해 시키면 양극산화피막의 기공(pore) 중에 강자성 금속 이온이 석출, 성장하여 석출된 강자성 금속이 침상의 형태로 양극산화피막 내에 존재하게 된다(Fig. 1). 강자성 금속이 석출된 알루미늄 양극산화피막은 표면에 무수히 많은 기공 중에 강자성 금속이 충전되어 있고, 그 석출된 강자성 금속의 침상형태로 인한 높은 보자력 때문에 고밀도 수직자기기록 매체로서 응용될 수가 있다는 가능성이 제시되어 왔다.

본 연구에서는 강자성 금속을 석출시킨 양극산화피막의 자기적 성질을 제어하기 위한 방법으로, 피막내 기공의 형상을 변화시키는 것과 동시에 전해석출 시 산화-환원 반응을 촉진시키고 양극산화피막의 기공 중에 석출되는 강자성 금속의 균일성도 향상시키는 자장을 인가하여 최종 양극산화피막의 자기적 성질을 제어하고자 하였다. 기공 중에 석출되는 각각의 강자성 금속들은 고유의 결정자기이방성을 갖기 때문에 석출 시 자장을 가하면 자장의 영향으로 석출 금속의 결정배향성이 영향을 받을 것으로 생각된다. 따라서 피막의 형상뿐만 아니라 강자성 금속의 전해석출 시 자장을 인가하는 것으로도 강자성 금속이 석출된 알루미늄 양극산화피막의 자기적 성질을 변화시킬 수 있을 것으로 생각된다.

2. 실험방법

본 실험에서는 두께 0.2 mm인 고순도 알루미늄 판(99.99 %)을 양극산화처리 시편(20×20×0.2 mm³)으로 사용하였다. 전처리로서는 과염소산과 에탄올의 혼욕(1:4)중에서 10 ℃ 이하의 온도를 유지하면서 20 V의 정전압으로 45 초간 전해연마를 실시하였다. 양극산화처리는 0.4 M 수산(20 ℃)중에서 40 V의 정전압으로 실시하고 양극산화피막의 두께는 광학현미경과 SEM을 이용하여 측정하였으며 시편편의 피막 두께는 0.4~4 μm 범위로 조절하였다. 양극산화처리에 의해서 형성된 피막의 기공 내 Fe의 석출은 FeSO₄(NH₄)₂SO₄·6H₂O(0.20 mol/l)와 H₃BO₃(0.48 mol/l)와의 혼욕(20 ℃, pH 3.8)중에서, Co의 석출은 CoSO₄·7H₂O (0.10 mol/l)와 H₃BO₃와의 혼욕(20 ℃, pH 4.5)중에서 AC 10 V의 정전압으로 실시하였다. 전해석출 시 자장을 인가하는 경우는 전자석을 이용하여 700 G의 자장을 전장과 평행하고 시편에 대해 수직으로 인가하였다. Fe, Co를 석출시킨 양극산화피막의 보자력은 VSM을 이용하여 측정하였고

양극산화피막의 조직과 피막 내 기공 중에 강자성 금속의 석출상태는 SEM과 TEM을 이용하여 관찰하였다. 양극산화피막의 기공 중에 석출된 Fe와 Co 결정의 배향성은 x-선 회절 시험기(Cu K α)를 이용하여 조사하였다.

3. 실험결과 및 고찰

Fig. 2와 Fig. 3에서 보는 것처럼 Fe 혹은 Co가 석출된 양극산화피막의 보자력은 피막의 표면에 대해 수평으로 측정된 것보다 수직으로 측정된 보자력이 항상 큰 값을 나타내었다. Fe가 석출된 양극산화피막의 경우에는, 자장의 인가여부에 관계없이 석출된 Fe 입자는 우선 배향성을 나타내지 않았다. 반면 Co의 전해석출 시 자장이 가해지면 양극산화피막 중에 석출된 Co 입자의 우선 배향성이(막면에 대해 수직이고 자장에 대해 평행한 방향으로) 매우 증가되었다. 따라서 보자력도 자장이 가해진 경우가 자장이 가해지지 않은 경우보다도 훨씬 증가되었다. Fe가 석출된 양극산화피막의 보자력은 석출된 Fe 입자의 직경(porosity는 입자의 직경과 비례)이 증가함에 따라 감소하는 반면 Co가 석출된 양극산화피막의 입자 직경에 따른 보자력은 그와 반대되는 경향을 보였다.

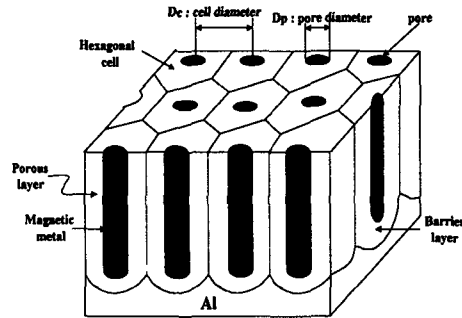


Fig. 1. Schematic diagram showing the anodic film deposited magnetic metal.

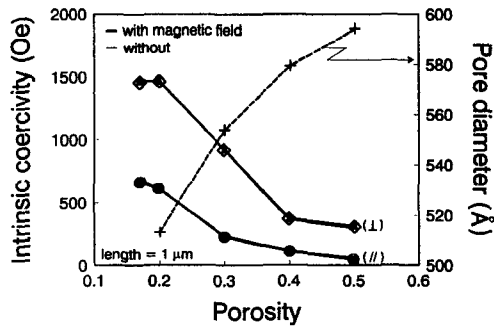


Fig. 2. Variations of intrinsic coercivity of the Fe-deposited anodic film as a function of porosity.

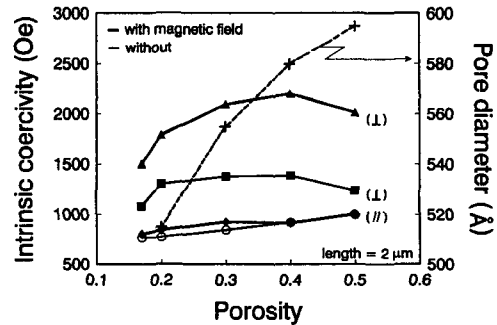


Fig. 3. Variations of intrinsic coercivity of the Co-deposited anodic film as a function of porosity.