

고에너지 볼밀에 의한 Fe_2O_3 분말의 상변화
(Phase Transition of Fe_2O_3 Powder
During High Energy Ball Milling)

한양대학교 이창수*, 이재성, 김정기

1. 서론

고에너지 볼밀을 이용한 기계적 분쇄화 과정에서 분말 내에 축적되는 에너지는 결정립 미세화 뿐 만 아니라 분말의 상변태 및 표면의 화학적 상태를 변화시킬 수 있다고 보고되어 있다¹⁾. 볼밀을 통한 이러한 상변태는 나노입자화와 함께 새로운 특성을 갖는 분말을 제조할 수 있다는 점에서 학문적으로나 공업적 응용으로서 연구가치가 매우 크다. 따라서, 본 연구에서는 안정상인 α (hematite) 와 준안정상인 γ (maghemite) 를 갖는 Fe_2O_3 분말 계를 선택하여, 밀링시간에 따른 분말의 입자크기 및 상변화등 고에너지 볼밀이 분말특성에 미치는 영향을 정량적으로 분석함으로써 기계적 분쇄화 과정에서의 상전이 기구를 해석하고자 하였다.

2. 실험방법

α - Fe_2O_3 분말 (평균입도 1 μm , 순도 99.9%)을 stainless steel 용기 및 볼을 사용하여 attritor에서 각각 1~100 시간 동안 메탄올을 이용한 습식법으로 고에너지 볼밀을 한 후, dry-oven에서 24 시간, 60°C로 건조하였다. 볼밀한 Fe_2O_3 분말은 XRD를 이용하여 상 분석을 하였으며, 피크 폭에 대한 Scherrer 식의 계산을 통하여 입자의 크기를 결정하였고 주피크의 세기로부터 상분율을 측정하였다. 정확한 상분석을 위하여 ^{57}Fe Mössbauer 내에서 Fe_2O_3 분말의 isomer shift, hyperfine field 특성을 측정하였다. 입자의 표면적은 BET로 측정하였으며, 투과전자현미경을 이용하여 미세조직을 관찰하였다.

3. 실험결과 및 고찰

XRD를 이용하여 분말상을 조사한 결과, 초기분말인 안정상의 α - Fe_2O_3 는, 20 시간 밀링후에는 준안정상인 γ - Fe_2O_3 로 변화하고 100 시간 밀링후에는 다시 α - Fe_2O_3 상으로 변화하는 경향을 나타내었다. 그러나, XRD 분석에서는 γ - Fe_2O_3 피크가 γ - Fe_3O_4 (magnetite)와 중첩되어 나오는바, 상분석의 오류를 피하기 위하여 Mössbauer를 이용하여 다시 분석하였으며 형성된 γ 상은 γ - Fe_2O_3 상임을 확인할 수 있었다. 20 시간 밀링후 전체 부피에서 차지하는 γ 상의 분율은 80% 이었으며 볼밀 시간이 증가할수록 그 양도 증가하였다. α - Fe_2O_3 상이 형성되는 100시간 밀링한 분말에서 α 상의 분율은 38% 이었다. 분말의 입자크기는 볼밀시간이 증가할수록 감소하였으며 γ 상이 형성되는 20 시간 볼밀한 분말의 경우 측정된 γ 상의 입자크기는 25 nm, 100 시간 경우의 α 상의 입자크기는 11.5 nm 이었다. 이러한 상변화는 입자의 나노크기화와 고에너지 볼밀에 의해 분말이 받게되는 shear stress 에 기인한 결정구조의 변화로 해석된다²⁻³⁾.

4. 참고문헌

- 1) S. Meillon, H. Dammak, E. Flavin, and H. Pascard: Phil. Mag. Lett., 72(2) (1995) 105
- 2) M. Senna: J. Appl. Phys., 49(8) (1978), 4580
- 3) S. Linderoth, J.Z. Ziang and S. Morur: Mater. Sci. For., 235-238 (1997) 205