

나노구조 Fe-Co 합금 분말의 방전 소결에 관한 연구

Pulse Electric Current Sintering of Nanostructured Fe-Co powders

한양대학교 홍성수*, 김대건, 김영도
울산대학교 김지순

1. 서론

나노구조 재료는 극미세 구조로서 상대적으로 높은 입계분율로 인하여 기존 재료와는 상이한 물리적, 화학적 특성을 나타낸다. 나노구조 재료를 제조하는 방법들 중 기계적 합금화법은 비교적 공정이 간단하고 경제적이며 대량 생산이 가능하다는 장점을 가지고 있다. 본 연구에서는 이 공정을 적용하여 나노구조 Fe-Co 합금분말을 제조하였고 또한 나노구조 소결체를 제조하기 위하여 급속한 승온과 냉각속도를 가지는 방전 소결법을 제조된 분말에 적용하였다. 여러 가지 소결 조건의 변화에 따른 소결 거동과 소결밀도의 변화를 관찰하여 최적의 소결조건을 찾고자 하였으며 소결체들에 대하여 각각 다른 조건으로 열처리를 수행, 결정립 성장을 유도하여 결정립 크기의 차이가 자성특성에 미치는 영향에 대하여도 관찰하였다.

2. 실험방법

99.9%의 순도와 평균 $10\mu\text{m}$ 이하의 입도를 가지는 Fe와 Co 원료분말 (Cerac Corp.)을 Fe-20at.%Co의 조성으로 3차원 혼합기에서 혼합하였고 혼합된 분말을 Simoloyer (Zoz Corp.)를 사용하여 기계적 합금화하였다. 밀링 공정은 1300rpm에서 4분, 900rpm에서 1분을 한 단위로 하여 주기적으로 밀링 속도를 변화시켜주는 방법으로 Ar 분위기에서 30시간 수행하였고 제조된 분말을 방전 소결법을 통하여 소결하였다. 소결은 50MPa의 가압력과 10^{-3} torr의 진공 분위기, 12/2의 on/off pulse time rate, $100^\circ\text{C}/\text{min}$ 의 승온속도와 함께 소결온도와 유지시간을 변화시키며 수행하였고 각 소결체의 소결밀도와 미세구조를 관찰하였다. 제조된 소결체들에 대하여 각각 다른 조건으로 열처리를 수행하여 자성특성을 평가함으로써 결정립 크기가 자성특성에 미치는 영향을 관찰하였다. 제조된 소결체들의 밀도는 아르키메데스법을 통하여 측정하였고 미세구조는 SEM과 TEM을 통하여 관찰하였으며 자성 특성은 VSM (Vibration Sample Magnetometer)을 통하여 평가하였다.

3. 결과 및 고찰

소결온도가 900°C 에 이를 때까지 소결온도의 증가와 유지시간의 증가에 따라 소결체의 밀도가 증가하는 경향을 보이지만 그 이상의 온도범위에서는 소결밀도가 더 이상 크게 증가하지 않는 것을 관찰할 수 있었으며 이를 통해 900°C 가 가장 효과적인 소결온도임을 알 수 있었다. 900°C 에서 소결한 시편은 95% 이상의 높은 소결밀도를 나타내었다. 한편, TEM을 통하여 소결체들의 미세구조를 관찰한 결과 800°C 이하의 온도에서 제조된 소결체들은 모두 수십 nm의 결정립 크기를 나타내었고 800°C 이상의 온도에서는 5분 정도만 유지를 해주어도 급격하게 결정립 성장이 일어나 수백 nm 이상의 결정립 크기를 나타냄을 관찰하였다. 이들 중 수십 nm의 결정립 크기를 가지는 것으로 확인된 소결체를 여러 가지 다른 조건으로 열처리한 결과 수백 nm에서 수십 μm 까지의 다양한 평균 결정립 크기를 가지는 소결체를 제조할 수 있었고 이들의 자성특성을 평가한 결과 초기 수십에서 수백 nm까지는 보자력값이 일정한 값을 보이다가 이후에는 결정립 크기에 반비례하여 완만하게 감소하는 것을 알 수 있었다.