

**기계적 합금화법에 의한 Fe-TiO₂ Nanocomposite의
합성 및 자기적 성질**
**Synthesis and Magnetic Properties of Fe-TiO₂ Nanocomposite
Powders by Mechanical Alloying**

목포대학교 신소재공학과 *홍대석 · 이성희 · 이충효
 울산대학교 지역협력연구센터 김지순 · 권영순

현재 기계적 합금화법에서는 주로 합금을 구성하는 성분원소 분말을 불활성분위기에서 볼밀처리 함으로써 합금화를 시키거나 모합금에 산화물을 분산시켜 복합화시키는 공정을 통하여 각종 화합물, 비정질상 및 과포화고용체등의 준안정상의 합성 뿐만이 아니라 초미세조직의 생성에 관한 폭 넓은 분야의 연구가 행하여지고 있다. 한편 MA에서는 볼밀처리중 기계적 에너지의 투여에 의하여 실제 반응온도보다 낮은 온도에서 발생하는 특이한 화학반응 즉 Mechanochemical 반응을 일으키기도 한다. 본 연구에서는 헤마타이트(Fe₂O₃)와 금속원소인 Ti의 MA처리에 의하여 고상환원반응을 유기시켜 Fe-TiO₂계 nanocomposite 분말재료를 제조하고자 한다. 특히 MA 공정에 있어서 자기 물성의 변화와 X선 회절을 통하여 고상환원반응에 의한 복합분말의 생성과정을 조사하였다.

출발원료는 Fe₂O₃(高純度化學製, 99.9%, 평균입경 0.1 μ m)와 금속원소인 Ti(99.9%, 평균입경 150 μ m)을 몰비 2:3의 조성이 되도록 하여 MA를 실시하였다. 볼밀은 고에너지 유성형 볼밀장치(독일제, Fritsch P-5)를 이용하였으며 진공치환형 용기에 원료분말을 장입하여 2회정도 진공배기한 후 아르곤 가스를 충전하여 볼밀을 행하였다. 얻어진 분말시료에 대하여 X선 회절장치, 전자현미경(SEM) 및 진동시료형자력계(VSM)를 통하여 결정구조, 미세조직 및 자기특성을 조사하였다.

Fe₂O₃-Ti 혼합분말의 MA처리에 의하여 초기단계부터 환원반응과 함께 Fe₃Ti₃O₁₀ 중간상이 관찰되었으나 30hrs의 MA처리 후 Fe와 산화물 TiO₂로 모두 환원되어 Fe-TiO₂계 나노복합분말이 얻어짐을 알 수 있었다. 이 때 X선 회절피크의 line broadening으로부터 복합분말의 Fe 평균 결정립 크기는 24nm로 초미세 결정립의 분말합금이었다. 포화자화값은 볼밀처리에 따라 점점 증가하여 MA 30시간에는 20.3emu/g로 포화됨을 알 수 있었다. 또한 보자력 Hc는 MA초기단계에 35Oe로 매우 낮으나 30시간 후에는 Hc값이 260Oe로 매우 큰 값을 나타내었다. 이것은 환원반응결과 초기에 생성된 Fe의 결정립이 비교적 크고 결정결함이 적으나 볼밀처리를 30시간까지 행하면 Fe 결정립의 미세화 및 strain 증가로 magnetic hardening이 일어나기 때문인 것으로 사료된다.