

High Energy Milling으로 제조한 Ba 페라이트의 특성

요업기술원 남중희*, 김민상, 김효태

PROPERTIES OF Ba-FERRITES PREPARED BY HIGH ENERGY MILLING

KICET Joong-Hee NAM*, Min Sang KIM, Hyo Tae KIM

1. 서론

High energy milling은 mechanical alloying을 일컫는 분말 제조 공정으로서 금속 뿐 아니라 세라믹스 분말 합성에도 많이 응용되고 있으며, 입자크기의 나노화와 일반적인 세라믹 분말의 특성을 개질할 수 있다는 특징을 갖고 있어서 다양한 연구 결과가 보고되고 있다[1-2].

Ba 및 Sr 페라이트와 같은 육방정 페라이트는 보자력(high coercivity)이 높은 특성을 가지므로 영구자석용, 기록재료용 등으로 광범위하게 사용되어온 재료이다. 이와 같은 높은 보자력을 유지하기 위해서는 입자크기가 단자구 입경($<1 \mu\text{m}$) 보다 작아야 하기 때문에, 초미립자 합성에 관한 많은 연구가 진행되어 왔다[3-4]. 최근에는 높은 보자력을 갖는 육방정 페라이트 초미립 및 나노 분말의 제조 방법으로서 high energy milling을 이용한 mechanical alloying 공정에 대해서도 다수 보고되고 있다[1].

이 연구에서는 mechanical alloying 공정에 의한 육방정 페라이트 분말 제조 및 응용을 위한 공정 변화의 최적화를 위해, 출발 물질이 서로 다른 공정으로 제조한 Ba계 페라이트의 특성에 미치는 high energy milling의 영향에 대하여 검토하였다.

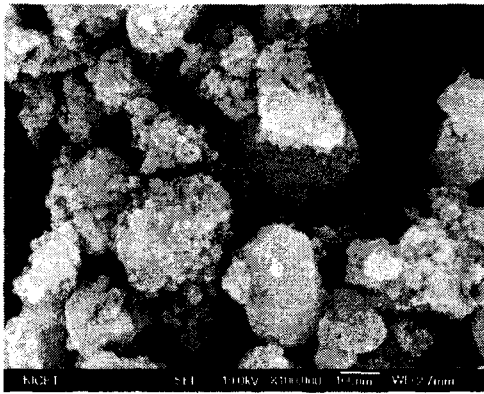
2. 실험방법

출발 물질로는 고순도의 BaCO_3 와 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$, $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$, Fe_3O_4 를 사용하였으며, Planetary Mill (pulverisette 5)장비를 이용하여 $\text{BaCO}_3 + 6\text{Fe}_2\text{O}_3$ 조성의 Ba 페라이트를 합성하였다. 반응 용기는 SUS bowl(250 ml) 및 ball(dia. 7 mm), control agent로는 ethyl alcohol을 사용하였으며, ball과 분말과의 무게 비로 칭량하여 40 h 동안 milling하였고, 합성한 분말은 성형하여 $500 \sim 1,000^\circ\text{C}$ 에서 1시간 동안 annealing 처리하였다.

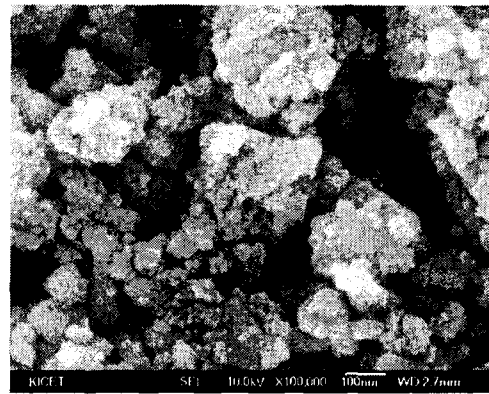
각각 제조된 분말에 대한 결정상은 XRD으로 분석하였고 입자 미세구조는 FE-SEM과 TEM으로 관찰하였다. 포화 자속밀도 및 보자력은 VSM을 이용하여 측정하였다.

3. 실험결과

Fig. 1에 나타낸 바와 같이, 출발물질로 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 를 사용한 경우는 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 의 경우보다 입자크기가 상대적으로 균일함을 알 수 있었다. 이는 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 와 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 의 입자 형태 및 결정 구조의 차이에 의해 BaCO_3 와의 반응 기구에 차이가 있을 것으로 판단된다.



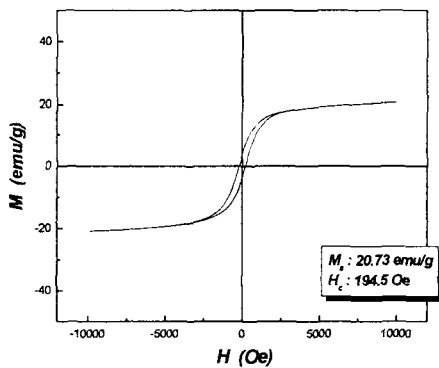
(a)



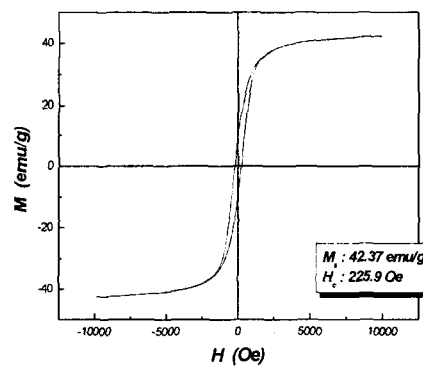
(b)

Fig. 1. FE-SEM images of Ba ferrite powders prepared by mechanical alloying with different starting material ; (a) α - Fe_2O_3 , (b) γ - Fe_2O_3 (milling time : 40 h, respectively).

이에 대한 자기 특성 측정 결과를 Fig. 2에 나타내었다. γ - Fe_2O_3 는 상온에서도 ferrimagnetic behavior를 갖는 재료이므로 비자성상인 α - Fe_2O_3 의 경우보다는 포화자화(M_s)가 큼을 알 수 있었으나, 보자력(H_c)값은 큰 차이가 없음을 확인하였다.



(a)



(b)

Fig. 2. Magnetic measurement of Ba ferrite powders prepared by mechanical alloying with different starting material ; (a) α - Fe_2O_3 , (b) γ - Fe_2O_3 (milling time : 40 h, respectively).

4. 참고문헌

- [1] J. Ding, D. Maurice, W. F. Miao, P. G. McCormick, R. Street, J. Mag. Mag. Mater., 150, 417(1995).
- [2] D. Arcos, R. Valenzuela, M. Vázquez, M. Vallet-Regi, J. Mag. Mag. Mater., 203, 319(1999).
- [3] H. Kojima, Ferromagnetic Materials (Vol. 3, Ed. Wohlfarth), p. 305(1982).
- [4] B. R. Acharya, et. al., Appl. Phys. Lett., 64, 1579(1994).