

플라즈마 아크 방전법에 의한 Mn-Al 자성분말 합성

이정구^{1*}, Pu Li^{1,2}, 최철진²

¹한국기계연구원 부설 재료연구소 기능재료연구본부

²대원공업대학 재료공학과

1. 서론

Mn-Al계 자석은 (1) 저렴한 원자재 가격(약\$2.3/kg), (2) 우수한 내식성, (3) 우수한 기계적 특성, (4) 경량 (5200kg/m^3), (5) 우수한 자기적 특성(이론(BH)_{max}: 12MGOe)을 나타내고[1,2], 특히 최근의 희토류 금속 가격폭등과 수급불균형 때문에 개발된 지 약 20년이 지난 지금 다시 주목을 받고 있다. 이 자석이 높은 자기적 특성을 나타내는 것은 τ 상에 기인한다. 현재까지 이러한 τ 상 Mn-Al계 자석을 제조하기 위해 magnetron sputtering, melt spinning, mechanical milling과 같은 여러 방법들이 이용되어 오고 있다. 한편, Plasma arc-discharge(PAD) 공정은 지금까지 자성나노분말 제조에 많이 이용되어져 오고 있고 대량생산에 가장 적합한 방법으로 알려져 있다. 본 연구에서는 PAD공정을 이용하여 τ 상 Mn-Al 자성분말 제조의 가능성과 공정변수들이 Mn-Al 분말 형성에 미치는 영향에 대해 살펴보았다.

2. 실험방법

실험은 먼저 Mn(순도99wt.%), Al(순도 99.9 wt.%) 분말을 $\text{Mn}_x\text{Al}_{100-x}$ ($x=20-60$)의 조성으로 혼합하였다. 그리고 필요에 따라 C(순도 99.95 wt.%)도 미량 첨가하였다. 이 혼합분말을 일축가압성형하여 직경 25mm의 펠렛으로 가공하여 이것을 모합금으로 이용하였다. 이 모합금을 PAD 장치의 구리음극 위에 설치한 다음 챔버를 약 1Pa정도 까지 배기하였다. 그 후 Ar 또는 Ar-H₂ 혼합가스를 40 kPa까지 주입한 후, 5-30분간 PAD 반응을 실시하였다. PAD 반응 후 반응가스를 배기시킨 후 Ar-1at.%O₂ 가스를 분말 표면의 passivation 목적으로 주입하였다. 이렇게 제조된 분말은 필요에 따라 진공로에서 500°C에서 약 30분간 열처리를 실시하였다. 제조된 분말의 조성은 EDX(energy dispersive X-ray spectroscopy)로, C의 함유량은 Carbon determinator (CS-800)으로 분석하였다. 그리고 입자들의 상은 XRD(D-Max 2200)로 조사하였으며, 입자의 형태와 크기 등은 TEM (JEOL-2100F)로 살펴보았다. 그리고 입자의 자기적 특성은 VSM (vibrating sample magnetometer; LakeShore 7400)을 이용하여 측정하였다.

3. 실험결과 및 고찰

반응가스 중의 수소 농도를 일정하게 하였을 경우, 모합금의 Mn 함유량이 증가할수록 모합금의 증발속도가 빨라졌고, 일정 조성의 모합금을 이용한 경우 반응가스 중의 수소농도가 증가할수록 모합금의 증발속도가 빨라졌다. 전자의 결과는 Mn의 평형증기압이 Al의 그것보다 매우 높기 때문이고, 후자의 결과는 나노입자생성의 구동력이 용융금속의 증기압에만 의존하지 않는다는 것을 보여 준다. 이렇게 제조된 입자는 수십-수백 나노미터정도의 크기를 가지는 구형 입자이었고, 표면에는 passivation에 의해 약 10nm정도 두께의 Al 산화층이 존재하였다. 그리고 반응가스 중의 수소농도가 높아질수록 크기가 큰 입자가 형성되는 것이 확인되었다. 또한 제조된 입자의 Mn 함유량은 모든 조성범위에서 모합금의 Mn 함유량보다 많은 것이 확인되었다. 한편, 모합금의 Mn 함유량이 40at.% 이하일 경우 ϵ 상이 형성되기 시작하여 Mn 함유량이 적어짐에 따라 그 형성량이 많은 짐을 알 수 있었다. 지금까지 ϵ 상은 급랭법이라고 하는 고상반응에 의해 제조 되었지만, 본 실험에서 PAD라는 기상법으로 실온에서 제조에 성공한 것은 처음이다. ($\text{Mn}_{20}\text{Al}_{80}$)_{0.95}C_{0.05}의 모합금으로부터 제조된 입자를 이용하여 400-600°C에서 30분간 진공 열처리를 실시하였다. 열처리에 의해 $\epsilon \rightarrow \tau$ phase transition이 일어나는 것이 확인되었다. 500°C에서 열처

리 한 시료에서 5.6 kOe의 보자력이 얻어졌다. 이것은 지금까지 보고된 Mn-Al계 자석에서 최고 높은 값이다. 하지만 잔류자화는 매우 낮게 나타났다. 이것은 본 실험에서 제조된 입자에는 비자성물질인 β 상과 γ_2 상의 입자가 많이 혼합되어 있고 나노입자이기 때문에 상대적으로 표면의 산화물의 체적비가 크기 때문이다. 현재 순수한 τ 상입자로의 자기분리 실험 및 자성 특성 향상을 위한 연구가 진행 중에 있어, 높은 잔류자화값의 조기 실험은 충분이 가능할 것으로 판단된다.

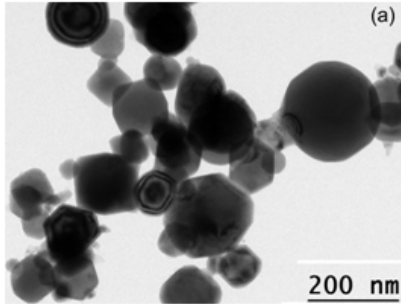


Fig. 1 TEM images of Mn - Al nanoparticles prepared with 30 at.% Mn in the raw material under Ar:H₂=60:40 arc.

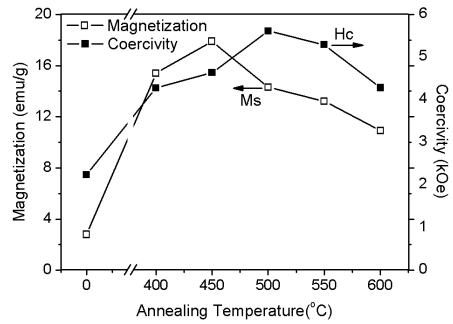


Fig. 2 Dependence of the M_s and H_c of Mn - Al - C nanoparticles produced by PAD on the heat treatment temperature.

4. 참고문헌

- [1] H. Kono, J. Phys. Soc. Jpn. **13** 1444 (1958).
- [2]. Q. Zeng, I. Baker, J. B. Cui, and Z. C. Yan, J. Magn. Magn. Mater. **308** 214 (2007).

본 연구는 지식경제부 소재원천기술개발사업의 연구비 지원으로 수행되었습니다.