

경/연자성 재료를 이용한 나노복합재료의 제조 및 자성특성 분석

김종렬*, 문기웅, 전광원
한양대학교 금속재료공학과, 경기도 안산시

1. 서론

최근 희토류 원소가 고갈됨에 따라, 기존 희토류 자석에 이용되는 원소의 사용을 최대한 억제하며 기존 특성을 구현하기 위한 여러 연구가 활발히 진행되고 있다. 특히 경/연자성 극미세 복합기술은 연자성상의 높은 포화자속 밀도와 경자성상의 높은 보자력을 동시에 구현함으로써 고효율의 자성특성을 구현할 수 있는 방법으로 주목 받고 있으나, [1-3] 현재까지의 연구결과는 입자의 크기 및 분산도 제어 등의 여러 가지 요인으로 인해 이론적 기대치에 못 미치고 있다. 이에 본 연구에서는 자전 연소법을 이용하여 강자성상인 Ba-Al-ferrite와 연자성상인 Fe/Al₂O₃를 각각제조하고, 이를 고에너지 볼 밀링을 이용하여 경자성과 연자성상이 혼재된 나노복합분말을 제조하는 방법 및 자기적 특성 평가를 하였다.

2. 실험방법

본 연구에서는 자전 연소법을 통하여 BaFe₁₀Al₂O₁₉ 과 Fe/Al₂O₃ 나노 분말을 합성하였다. 각각의 조성에 따라서 [Fe(NO₃)₃·9H₂O], [Al(NO₃)₃·9H₂O], [Ba(NO₃)₂] 와 [NH₂CH₂COOH]를 초순수(deionized water)에 용해시켜 생성된 질산염 용액에 암모니아 용액을 첨가하여 pH 1~10까지 조절하였다. 다음으로, 위와 같이 생성된 용액을 80℃ 정도로 가열하여 서서히 증발시켜 점성질의 gel로 만든 뒤, 100℃ 이상으로 가열해주어 점성질의 gel을 건질의 gel 타입으로 변화시킨다. 이 건질의 gel은 대기 중에서 발화하여 깨지기 쉬운 분말이 된다. 생성된 분말을 BaFe₁₀Al₂O₁₉ 과 Fe/Al₂O₃ 구조를 갖게 하기위해서 각각 산소 분위기 850℃ 1시간, 수소 분위기에서 700℃ 1시간 열처리 하였다. 이와 같이 생성된 각각의 분말을 고에너지 볼 밀링을 통하여 혼합을 시행하였다. 제조된 분말의 구조는 X-ray 회절 장치(XRD, Rigaku D/MAX-2500)를 이용하여 분석하였으며, 형태와 미세 구조는 투과전자현미경(TEM, Jeol JEM2010)을 통하여 분석하였다. 또, 분말의 자성 특성은 진동 시료형 자력계(VSM, Toei VSM-5)를 통하여 측정하였다.

3. 실험결과 및 고찰

그림 1은 각각의 제조된 나노 분말의 XRD패턴이다. 850℃에서 열처리한 BaFe₁₀Al₂O₁₉ 분말의 경우(a), Ba-ferrite 구조가 뚜렷하게 관찰되며 다른상은 나타나지 않는 것을 확인할 수 있었으며, XRD 및 TEM 분석결과 입도의 크기는 약 50nm급의 나노분말이

형성된 것을 확인하였다. 또한 700℃에서 열처리한 Fe/Al₂O₃ 분말의 경우(b), α-Fe 와 Al₂O₃ 상이 존재함을 확인할 수 있었으며, XRD 및 TEM 분석결과 입도의 크기는 약 39nm급의 나노 분말이 형성된 것을 알 수 있다. 위의 두 분말을 고에너지 볼 밀링을 통하여 혼합한 분말의 경우(c), BaFe₁₀Al₂O₁₉의 분말과 Fe/Al₂O₃을 7:3로 하여 균일하게 혼합하였으며, BaFe₁₀Al₂O₁₉와 Fe/Al₂O₃이 다른상 없이 혼재하고 있으며, TEM 분석결과 약 30nm급의 나노 분말이 고루 분포함을 확인하였다.

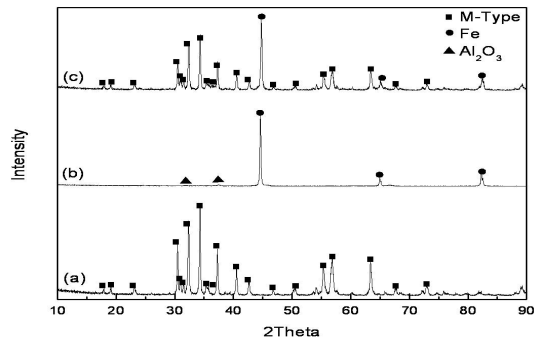


그림 1. XRD 분석결과 (a)BaFe₁₀Al₂O₁₉ (b)Fe/Al₂O₃ (c)BaFe₁₀Al₂O₁₉+Fe/Al₂O₃

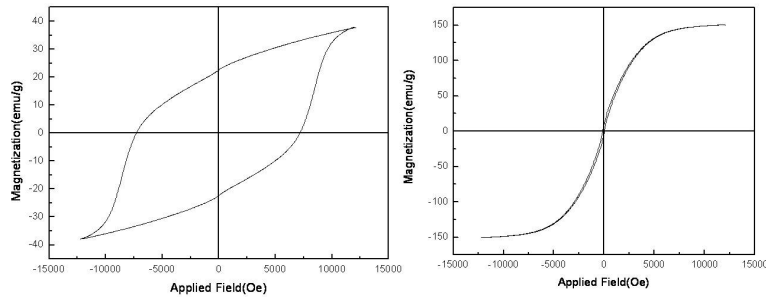


그림 2. BaFe₁₀Al₂O₁₉와 Fe/Al₂O₃ 분말의 자기이력곡선

그림 2는 BaFe₁₀Al₂O₁₉와 Fe/Al₂O₃ 분말의 자성 특성을 나타낸 것이다. BaFe₁₀Al₂O₁₉ 분말의 보자력과 포화자화 값은 각각 7300Oe, 37emu/g으로 나타났으며, Fe/Al₂O₃ 분말의 경우 각각 96Oe, 150emu/g으로 나타났다. 이와 같은 특성의 BaFe₁₀Al₂O₁₉와 Fe/Al₂O₃ 분말은 경/연자성 복합분말의 재료로서 적합함을 알 수 있다.

4. 결론

자전연소 방법을 통해 분말을 생성한 후, 열처리 공정을 통하여 나노 크기의 BaFe₁₀Al₂O₁₉, Fe/Al₂O₃ 분말을 쉽게 생성할 수 있었으며, XRD와 TEM 등을 통한 분말의 크기는 30~50 nm 정도로 나타났다. BaFe_{12-x}Al_xO₁₉ 분말은 7224 Oe의 높은 보자력을 Fe/Al₂O₃나 150emu/g의 높은 포화자화 값을 갖는 것을 확인할 수 있었다. 향후 고에너지 불 밀링을 통하여 입자 크기 및 분산의 제어를 하여 고특성의 경/연자성 복합자성체를 제조할 예정이다.

5. 참고문헌

- [1] E.F. Kmeller, R. Hawig, IEEE trans. Magn. 27, 3558 (1991).
- [2] R. Skomski, J. M. D. Coey, Phys. Rev. B 48, 15812 (1993).
- [3] T. Schrefl, H. Kronmuler, J. Fidler, J. Magn. Mater. 127, L273 (1993)

본 연구는 지식경제부 소재원천기술개발사업의 연구비 지원으로 수행되었습니다.