

상압소결에 의한 $Al_2O_3/Fe-Ni$ 나노복합재료의 제조 및 자기적 특성

이홍재 · 정영근[†] · 남궁석* · 오승탁* · 이재성*

요업기술원 나노세라믹센터

*한양대학교 금속재료공학과

(2002년 6월 12일 접수; 2002년 7월 16일 승인)

Fabrication of $Al_2O_3/Fe-Ni$ Nanocomposites by Pressureless Sintering and their Magnetic Properties

Hong-Jae Lee, Young-Keun Jeong[†], Seok Namkung*, Sung-Tag Oh* and Jai-Sung Lee*

Korea Institute of Ceramic Engineering and Technology, Seoul 153-801, Korea

*Department of Metallurgy and Materials Science, Hanyang University, Ansan 425-791, Korea

(Received June 12, 2002; Accepted July 16, 2002)

초 록

금속 산화물 상태의 혼합분말을 수소 환원하여 Al_2O_3 분말 표면에 20 nm 크기의 Fe-Ni 합금이 균일하게 분산된 복합분말을 합성하였다. 상압소결을 이용하여 제조한 $Al_2O_3/Fe-Ni$ 나노복합재료는 전 소결 온도 범위에서 단지 Al_2O_3 와 $\gamma-Fe-Ni$ 상만으로 구성되어 있었고, 1350°C 이상의 소결 온도에서 98% 이상의 치밀화를 이루었다. 최대 파괴강도와 파괴인성은 각각 574 MPa과 $3.9 MPa \cdot m^{1/2}$ 로서 동일한 소결 조건의 순수 Al_2O_3 보다 약 20% 증가하였다. 나노복합재료는 강자성 거동을 보였으며 분산상의 평균 입자 크기가 감소함에 따라 증가된 보자력 값을 나타내었다.

ABSTRACT

The powder mixture in which Fe-Ni alloy particles of 20 nm were homogeneously dispersed on Al_2O_3 particle surfaces was prepared by hydrogen reduction of Al_2O_3 and metal oxide powders. $Al_2O_3/Fe-Ni$ nanocomposites fabricated by pressureless sintering were only composed of Al_2O_3 and $\gamma-Fe-Ni$ phases and achieved over 98% of the theoretical density at the sintering temperature above 1350°C. The highest strength and toughness of the composites were 574 MPa and $3.9 MPa \cdot m^{1/2}$, respectively. These values were about 20% higher than these of monolithic Al_2O_3 sintered at the same conditions. Nanocomposites showed ferromagnetic properties and coercive force was increased with decrease of the average particle size of dispersions.

Key words : Nanocomposites, Pressureless sintering, Microstructure, Mechanical property, Magnetic property

1. 서 론

제 2상을 세라믹 기지에 분산시킴으로써 단상의 세라믹 재료보다 우수한 기계적 특성을 가지는 세라믹 복합재료가 많은 연구의 대상이 되고 있다.^{1,2)} 특히 세라믹 기지에 나노미터 크기의 미세한 금속 입자를 분산시킨 나노복합재료는 기계적 특성을 향상시킨 구조용 재료뿐만 아니라 새로운 기능성 재료로의 응용을 가능하게 하였다.³⁻⁵⁾ 예를 들어 Al_2O_3/W ,⁶⁾ Al_2O_3/Ni ⁷⁾ 등은 나노금속분산 입자의 첨가량에 따라 1 GPa 이상의 높은 파괴강도와 순수한 Al_2O_3 보다 향상된 파괴인성 값을 보였으며, $Al_2O_3/Ni-Co$ 는 나노미터 크기의 금속합금에 기인하여 강자성 특성 및

응력 센싱 효과를 나타내었다.⁸⁾

일반적으로 $Al_2O_3/금속$ 나노복합재료의 물리적 특성은 기지상에 분산된 나노 금속상의 크기와 분산도, 건전한 세라믹/금속 상간의 계면 구조 등 미세구조 발달과정에 크게 의존한다.⁷⁾ 특히 철계 합금 등이 첨가된 Al_2O_3 기 복합재료에서는 기지상과의 반응으로 $FeAl_2O_4$ 의 스피넬 (spinel)상이 형성된다는 보고가 있었다.⁹⁾ 따라서 나노미터 수준에서의 조직 제어 및 계면 제어와 소결 공정에 따른 반응상의 제어는 나노복합재료의 제조 및 응용에 있어서 반드시 요구되는 기술이다. 이러한 기술을 만족시키기 위해 Al_2O_3 분말을 용해된 금속염에 첨가한 후 금속염을 공기중에서 하소하는 용액화학(soluton-chemistry)법으로 복합분말을 합성하고, 열간가압 소결로에서 수소분위기로 금속산화물을 환원하는 과정과 치밀화하는 과정을 연속적으로 수행하는 공정이 가장 널리 이용되고 있다.^{7,10)} 그러나 이러한 공정에 의하여 제조한 재료는 가압

[†]Corresponding author : Young-Keun Jeong
E-mail : ykjeong@kicet.re.kr
Tel : +82-2-3282-2456 Fax : +82-2-3282-2460

방향과 이에 수직인 방향간에 기계적 성질의 이방성이 야기되고 제품의 대량 생산이 어려우며, 실험상 제품의 제조가 어렵다는 단점을 가지고 있다.

따라서 본 연구에서는 대표적 연자성 재료이며 최대포화자화값을 가지는 Fe-50 wt%Ni 합금¹¹⁾을 분산상으로 선택하여 Al₂O₃ 기지에 나노미터 크기로 분산시킨 나노복합재료를 상압소결을 이용하여 제조하고자 하였다. 만약 복합체의 완전 치밀화가 가능하다면 우수한 기계적 특성과 기능성뿐만 아니라 생산성이 향상된 시너지 재료로의 응용이 가능할 것으로 기대된다. 그리고 기지상 내에서의 금속 분산입자의 거동을 조사하여, 제조한 복합재료의 미세조직과 기계적, 자기적 특성간의 상관관계를 해석하고자 하였다.

2. 실험방법

금속 합금 분말의 최종 조성이 Fe-50 wt%Ni가 되도록 Ni(NO₃)₂·6H₂O와 Fe(NO₃)₂·9H₂O(High Purity Chemetals Lab., Japan)를 에탄올 용액에 용해시킨 후, 소결체의 최종조성이 Al₂O₃/10 wt%Fe-Ni이 되도록 계산하여 0.2 μm 크기의 α-Al₂O₃(AKP-53, Sumitomo Chemical Co., Japan)를 첨가하였다. 혼합분말들을 폴리에틸렌 용기에 직경 5 mm의 고순도 Al₂O₃ 볼과 함께 넣어, 에탄올 용액 내에서 24시간 동안 습식밀링 하였다. 밀링한 분말들을 증류기를 이용하여 40°C에서 건조한 후, 400°C에서 2시간 동안 하소하였다. 하소 후 형성된 Al₂O₃/금속산화물 혼합체는 다시 Al₂O₃ 볼과 함께 24시간 습식밀링과 건조를 실시하였고, 균질한 혼합분말을 얻기 위해 직경 10 mm의 Al₂O₃ 볼을 사용하여 24시간 동안 건식밀링 하였다. 최종적으로 본 실험의 나노복합분말은 건식밀링한 금속 산화물 상태의 혼합분말을 600°C에서 1시간 동안 수소분위기에서 환원하여 제조하였다.

제조한 환원 분말 약 2.5 g을 칭량하여 지름 20 mm의 금속 몰드에서 형체를 유지할 정도의 압력(약 20 MPa)으로 1차 성형한 후 성형 밀도를 높이기 위해 약 200 MPa의 압력으로 냉간등방가압성형(CIP)을 실시하였다. 복합분말 성형체는 관상로를 이용하여 1200°C~1400°C의 온도 범위에서 2시간 동안 유지하면서 수소분위기로 상압소결하였다. 승온 속도는 20°C/min로 유지하였으며 소결이 끝난 후에는 노냉을 실시하였다. 비교 시편으로 Al₂O₃ 분말을 이용하여 동일한 조건으로 소결하였다.

각 소결 온도에서 소결한 시편들은 아르키메데스법을 이용하여 밀도를 계산하였고, X-선 회절분석(XRD) 및 주사전자현미경(SEM)을 통해 소결체의 미세구조 특성을 해석하였다. 기지상 Al₂O₃의 평균 입자 크기는 소결체를 1300°C에서 30분 동안 수소분위기에서 thermal etching한 후 150개 이상의 입자크기를 측정하여 계산하였고, 분산

상인 Fe-Ni의 평균 입자 크기는 TEM을 이용하여 20개 이상의 입자크기를 측정하여 계산하였다. 파괴 강도는 시편의 양면을 #800의 다이아몬드 휠로 표면 연마한 후에 이축 강도 시험법중 하나인 ball-on-3-ball법을 이용하여 측정하였다.^{12,13)} 이축 강도 시험법은 일축 강도 시험법에서 발생할 수 있는 모서리 파괴를 억제할 수 있고, 2면가공으로 인하여 시편의 제조가 용이한 장점이 있다. 파괴 인성은 Indentation Fracture(IF) 방법 (하중 98 N, 유지시간 15 s)으로 측정 후 Antis¹⁴⁾을 이용하여 계산하였다. 자기적 특성은 Vibrating Sample Magnetometer(VSM)를 이용하여 상온에서 ±10 kOe의 자장을 인가하여 측정하였다.

3. 실험 결과 및 고찰

3.1. 나노복합분말의 합성

Fig. 1은 하소한 복합분말을 600°C에서 1시간 동안 수소분위기에서 환원한 후, XRD 및 TEM을 이용하여 관찰한 결과이다. XRD 분석결과(Fig. 1(a)), 위의 조건으로 환원한 나노복합분말은 단지 Al₂O₃상과 γ-Fe-Ni 합금상만 존재하였고 환원되지 않은 금속산화물 또는 다른 반응생성물 등은 형성되지 않았다. 환원한 복합분말은 Fig. 1(b)의 TEM 관찰에서 나타내듯이 약 150 nm 크기의 알루미늄 나 표면에 γ-Fe-Ni 합금 입자가 약 20 nm 크기로 균일하게 분산된 미세구조를 가지고 있었다. 한편, 본 실험계에서는 수소환원에 의하여 순수한 Fe 및 Ni로 환원되지 않고 γ-Fe-Ni 합금이 형성되는바 이는 최근 Lee¹⁵⁾에 의해 보고된 동시합금화(in-situ alloying) 현상으로 해석된다. 즉, γ-Fe-Ni 합금의 형성은 질산염을 이용한 화학적인 합성공정에 의해서 나노미터 크기의 산화물이 형성되고 또한 균질한 혼합이 이루어져 수소환원시 환원과 동시에 합금화가 발생되었기 때문으로 설명된다.

3.2. 나노복합재료의 미세조직 및 기계적 특성

수소환원한 나노복합분말을 공업적으로 응용 범위가 넓은 상압소결을 이용하여 나노복합재료를 제조한 후 특성을 평가하였다. Fig. 2는 소결 온도에 따른 Al₂O₃/Fe-Ni 나노복합재료의 XRD 분석결과로서, 복합재료는 소결 온도 범위인 1200°C~1400°C에서 다른 반응상의 형성없이 단지 Al₂O₃와 γ-Fe-Ni 상만으로 구성되어 있음을 알 수 있다. 이 결과는 수소분위기에서 열간가압소결(hot-pressing)을 통해 제조한 Al₂O₃/Fe-Ni 나노복합재료의 경우에 FeAl₂O₄라는 스피넬 구조의 반응상이 형성된다는 앞선 보고와 다른 결과를 나타낸다.^{9,10)} 우선적으로 이러한 반응상 형성의 유무는 소결로내 산소 분압 차이의 영향으로 해석된다.¹⁶⁾ 따라서 반응상 형성에 대한 정확한 해석과 제어를 위하여 열역학을 기초로 한 최적의 소결 조건 확립에 관한 추가적인 실험이 요구된다.

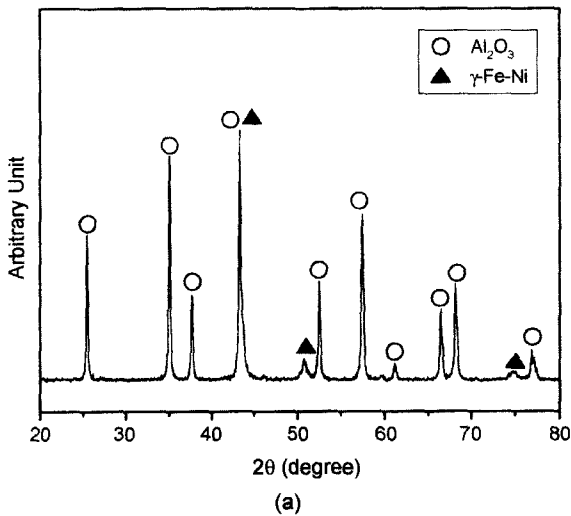


Fig. 1. XRD profiles (a) and TEM micrograph (b) of the Al₂O₃/Fe-Ni mixture reduced at 600°C for 1 h in H₂ atmosphere.

Table 1은 온도에 따른 소결체의 상대밀도와 Al₂O₃상의 평균입자 크기를 측정하여 나타낸 것이다. 전 시편에서 소결온도가 증가함에 따라 증가된 상대밀도를 보여주며 복합재료의 경우 순수한 Al₂O₃와 비교하여 약간 낮은 상대밀도 값을 나타냄을 알 수 있다. 평균입자 크기도 소결 온도의 증가에 따라 증가하는 경향을 나타내며 동일온도에서는 복합재료의 기지상 입자크기가 순수한 Al₂O₃ 보다 더 작은 값을 나타낸다. 이러한 복합재료에서의 입도 감소는 분산상에 의한 기지상 입계의 고착효과(pinning effect)¹⁷⁾로 해석할 수 있다. 즉, 균일하게 분산된 γ-Fe-Ni 입자들에 의한 Al₂O₃ 기지상 입계 이동의 방해와 이에 따른 기지상 입자성장의 억제 때문에 복합재료에서 상대적으로 감소된 입도를 나타내는 것으로 판단된다.

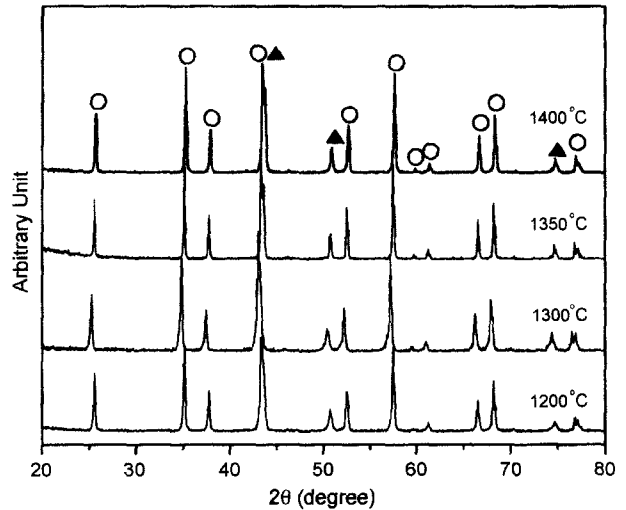


Fig. 2. XRD profiles of the composites with different sintering temperature (○ : Al₂O₃, ▲ : γ-Fe-Ni).

Table 1. Relative Density and Matrix Grain Size of the Composites with Different Sintering Temperature

Sintering Temp. (°C)	Relative Density (%)		Matrix Grain Size (μm)	
	Monolith	Composite	Monolith	Composite
1200	88.3	86.2	—	—
1300	96.6	96.5	0.523	0.333
1350	97.4	98.4	0.793	0.546
1400	98.5	98.9	0.891	0.793

1400°C에서 상압소결한 순수한 Al₂O₃와 복합재료의 파단면을 SEM으로 관찰한 미세조직 사진을 각각 Fig. 3(a) 및 (b)에 나타내었다. 미세조직 사진에서 명확히 보여주듯이, 순수한 Al₂O₃와 비교하여 복합재료에서는 미세화된 기지상 입자크기를 나타내며 앞서 설명한 Table 1의 입도 측정 결과와 일치함을 알 수 있다. 또한 복합재료(Fig. 3(b))는 기공이 거의 관찰되지 않는 완전 치밀체이며 약 400 nm 크기로 밝게 보이는 γ-Fe-Ni 분산입자들이 Al₂O₃ 기지상의 입계에 균일하게 분산되어 있음을 알 수 있다. 따라서 제조된 복합재료는 Niihara에 의하여 제안된 intergranular-type 나노복합재료로 정의할 수 있다.³⁾

Fig. 4는 각 소결 온도에서의 상압 소결한 순수한 Al₂O₃와 복합재료의 파괴강도 및 파괴인성 값의 측정 결과이다. Ball-on-3-ball 법으로 측정된 Al₂O₃/Fe-Ni 나노복합재료의 파괴강도(Fig. 4(a))는 소결 온도가 증가함에 따라 증가하며, 1350°C에서는 574 MPa로서 최대 값을 나타내었다. 이러한 최대 값의 존재는 Table 1에 나타낸 바와 같이 1350°C에서 98% 이상의 치밀화가 이루어졌고 또한 기지상의 입자크기도 1400°C 경우보다 작았기 때문으로 판단된다. 한편, 복합재료의 파괴강도는 1300°C 이상의 소

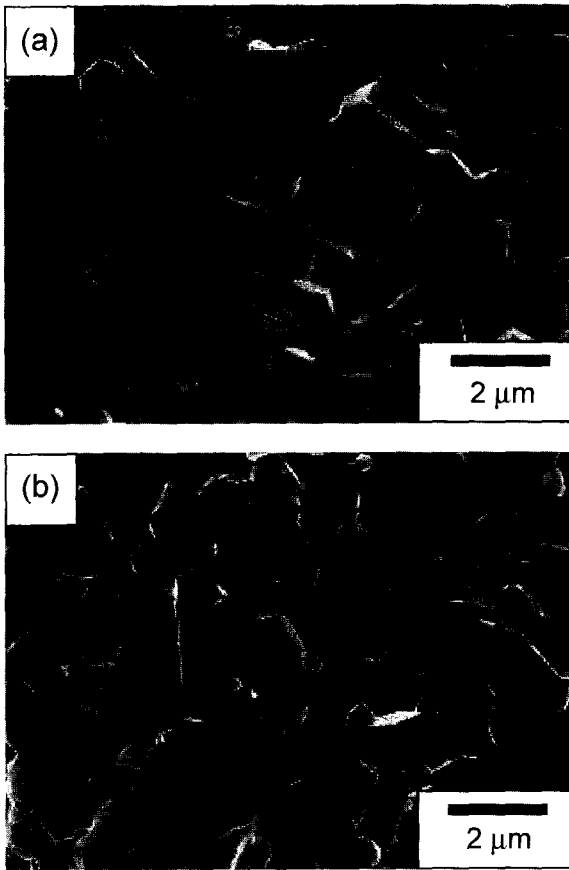
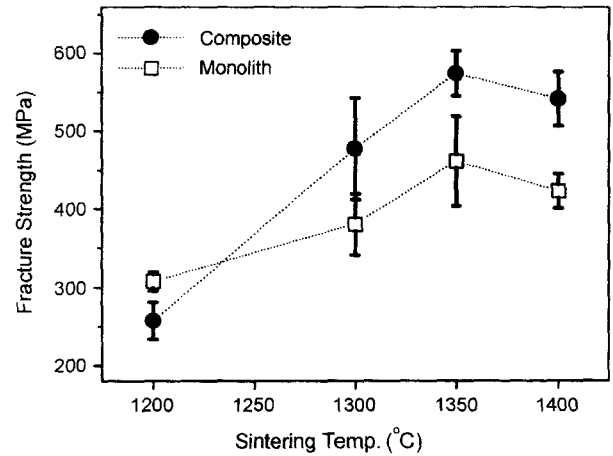


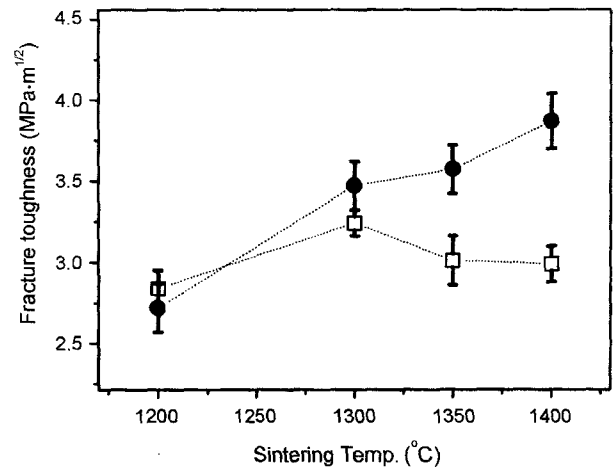
Fig. 3. Fracture surfaces of specimens sintered at 1400°C observed in SEM; (a) monolithic Al₂O₃, (b) Al₂O₃/Fe-Ni composite.

결 온도에서 순수한 Al₂O₃와 비교하여 증가된 값을 나타낸다. 일반적으로 세라믹재료에서 파괴원의 크기는 조밀한 다결정체의 입자크기와 비례하므로, 입자의 크기가 작을수록 파괴강도는 높은 값을 나타내게 된다. 따라서 소결체의 기지상 입도를 비교한 Table 1의 결과를 고려할 때, 복합재료에서 높은 파괴강도 값을 나타내는 이유는 이러한 입자미세화에 기인한 것으로 설명할 수 있다.¹⁸⁾ 그리고 다음에서 설명할 분산입자의 crack bridging에 의한 파괴인성의 향상도 파괴강도 증가에 기여한 것으로 판단된다.

소결 온도에 따른 순수한 Al₂O₃ 및 복합체의 파괴인성 변화를 Fig. 4(b)에 나타내었다. 1300°C 이상의 소결 온도에서는 복합체의 경우가 순수한 Al₂O₃ 보다 증가된 파괴인성을 나타내며 온도가 증가함에 따라 파괴인성은 증가하여 1400°C에서 최대 값인 3.9 MPa·m^{1/2}을 보여준다. 일반적으로 세라믹 기지 복합재료에서의 파괴인성 증가는 진행되는 균열과 분산상의 작용에 의한 crack bridging, crack deflection 또는 금속분산상 자체의 소성변형 등의 기구로서 설명할 수 있다.^{19,20)} 본 실험에서도 Fig. 5의 SEM



(a)



(b)

Fig. 4. Fracture strength (a) and toughness (b) with different sintering temperature for Al₂O₃/Fe-Ni composites and Al₂O₃ monolith.

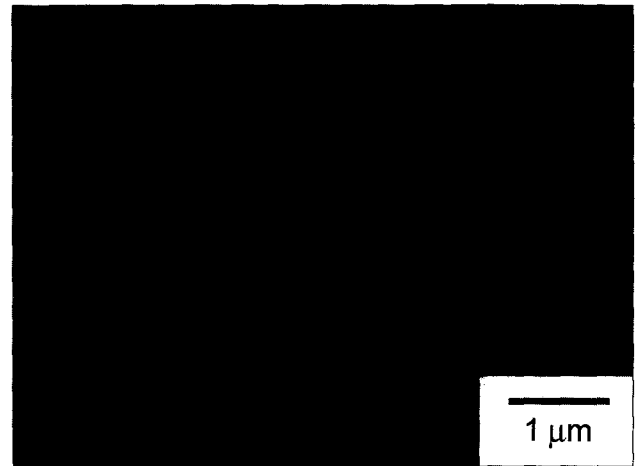


Fig. 5. SEM micrograph showing crack propagation on the surface of Al₂O₃/Fe-Ni composites sintered at 1400°C.

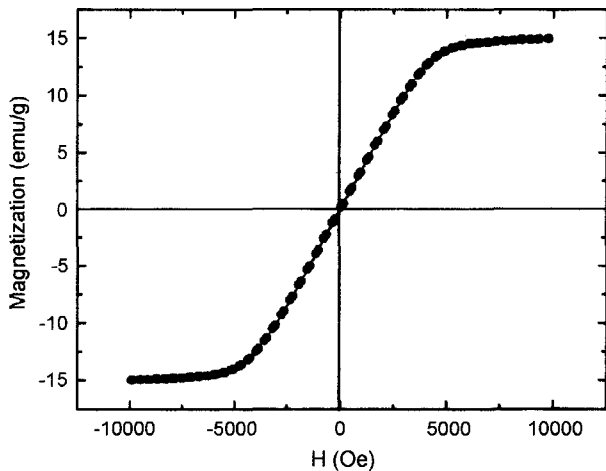


Fig. 6. Room-temperature magnetization versus applied magnetic-field curve for Al₂O₃/Fe-Ni composites sintered at 1400°C.

사진에서 볼 수 있듯이 crack bridging과 crack deflection 등의 현상이 관찰되는바 이러한 기구들이 복합재료의 파괴인성 증가에 기여한 것으로 판단된다.

3.3. 나노복합재료의 자기적 특성

본 연구에서 선택한 Al₂O₃/Fe-Ni 나노복합재료는 기계적 특성의 향상은 물론 첨가한 Fe-Ni 합금상에 기인한 새로운 기능성의 구현이 가능하다. Fig. 6은 1400°C에서 소결한 나노복합재료의 자기이력곡선으로, 상온에서 ±10 kOe의 외부자장을 가하면서 VSM을 이용하여 측정된 결과이다. 복합체의 포화자화는 합금상의 무게로 환산할 경우 150 emu/g이었고 보자력은 17.9 Oe로서 상압소결로 제조한 Al₂O₃/Fe-Ni 나노복합재료는 강자성 특성을 나타냄을 알 수 있다. 자기적 특성의 미세조직 의존성을 자세히 분석하고자 각 온도에서 소결한 복합재료의 포화자화와 보자력 값 및 TEM을 이용하여 측정된 Fe-Ni 합금 입자의 크기를 Table 2에 나타내었다. 포화자화는 모든 소결 온도에서 큰 변화가 없이 14.6~15.0 emu/g의 값을 나타내었다. 그러나 분산상의 입자 크기가 감소할수록 보자력은 증가하였고, 1200°C에서 소결한 복합재료의 경우 분산상의 평균 입자 크기는 93 nm로서 보자력은 61.4 Oe로 급격

히 증가하였다. 일반적으로 보자력은 결정립 크기 및 잔류응력, 전위밀도 등 미세조직에 큰 영향을 받는다고 알려져 있다.⁵⁾ 특히, 결정립 크기는 보자력에 커다란 영향을 미치는데, 결정립 크기가 감소할수록 보자력은 증가하다가 임계치에 이르면 최대가 되고 그보다 결정립 크기가 감소하게 되면 보자력은 급격히 감소하게 된다.²¹⁾ 이때 보자력의 임계치를 나타내는 조건인 결정립의 크기, 즉 단자구의 크기는 다음 식(1)과 같이 계산할 수 있다.²²⁾

$$D \sim \frac{4(AK_1)^{1/2}}{\alpha\mu_0 M_s^2} \quad (1)$$

여기서, A는 교환상수(exchange coefficient), μ₀는 진공 투자율(permeability of the vacuum), M_s는 포화자화(saturation magnetization) 그리고 α는 0.0596이다. 위의 식에 따라 본 실험계인 Fe-50 wt% Ni에서의 단자구의 크기를 계산하면 3.2 nm이다. 따라서 Table 2에 나타낸 바와 같이 본 실험에서 제조한 복합체의 분산상의 입자크기는 93~402 nm로서 Fe-Ni 입자들은 단자구 상태로 존재하는 것이 아님을 알 수 있다. 그러므로 앞서 설명한 바와 같이 소결온도가 감소할수록, 즉 분산 입자크기의 감소에 따라 보자력이 증가할 것으로 판단되며 이는 본 실험의 결과와 일치한다.

4. 결 론

본 연구에서는 화학용액법과 수소환원으로 Al₂O₃ 분말 표면에 약 20 nm 크기의 Fe-Ni 합금 입자가 균일하게 분산된 나노합금분말을 합성하였다. 제조한 나노복합분말은 공업적 응용 가치가 높은 상압소결을 이용하여 치밀화시켰고 미세조직 및 기계적, 자기적 특성을 조사하였다. 상압소결을 이용하여 제조한 모든 복합재료는 Al₂O₃ 및 γ-Fe-Ni 상으로만 구성되어 있었으며 다른 반응상은 형성되지 않았다. 1350°C 이상의 소결 온도에서 복합재료는 98.4% 이상의 상대 밀도를 가졌다. 복합재료에서 Al₂O₃ 기지상의 입자는 순수한 Al₂O₃와 비교하여 평균 입자 크기가 감소하였다. 복합재료의 최대파괴강도와 파괴인성은 각각 574 MPa과 3.9 MPa · m^{1/2}로서 동일한 소결 조건의 순수한 Al₂O₃ 보다 약 20% 증가한 값을 나타내었다. 이는 제 2상의 첨가로 인한 Al₂O₃ 기지상 입자의 미세화 및 crack bridging 등의 인성 증가 기구에 의한 영향 때문으로 해석하였다. 복합재료의 자기적 특성을 측정된 결과, 자기이력곡선은 Fe-Ni 분산상의 영향으로 인하여 강자성 특성을 나타냈으며, 분산상의 입자 크기가 감소할수록 보자력은 증가하였다. 본 실험결과는 상압소결 방법을 이용하여서도 구조용 세라믹스에 기능성을 부여하는 동시에 향상된 기계적 특성을 갖는 나노복합재료를 제조할 수 있는 가능성을 보여주었다.

Table 2. Fe-Ni Particle Size and Magnetic Properties of the Composites with Different Sintering Temperature

Sintering Temp. (°C)	Particle Size (nm)	Saturation Magnetization (emu/g)	Coercive Force (Oe)
1200	93	14.6	61.4
1300	132	14.9	35.2
1350	288	14.8	20.0
1400	402	15.0	17.9

감사의 글

본 연구는 한국과학재단 목적기초연구(과제번호 R01-2000-00229) 지원으로 수행되었음.

REFERENCES

1. M. Ruhle, N. Claussen and A. H. Heuer, "Transformation and Microcrack Toughening as Complementary Processes in ZrO₂-toughened Al₂O₃," *J. Am. Ceram. Soc.*, **69** [3] 195-97 (1986).
2. T. K. Kang, O. J. Kwon and K. L. Weisskopf, "Mechanical Properties of Al₂O₃-SiC Whisker Composite Materials," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **23** [3] 62-6 (1986).
3. K. Niihara, "New Design Concept of Structural Ceramics-ceramic Nanocomposites," *J. Ceram. Soc. Jpn.*, **99** [10] 974-82 (1991).
4. T. Sekino and K. Niihara, "Microstructural Characteristics and Mechanical Properties for Al₂O₃/Metal Nanocomposites," *Nanostruct. Mater.*, **6** [5-8] 663-66 (1995).
5. T. Nakayama, T. Sekino, Y-H. Choa and K. Niihara, "Fabrication of Nano-sized Metal Dispersed Magnesia Based Composites and Related Mechanical and Magnetic Properties," *Kor. J. Ceram.*, **5** [4] 395-99 (1999).
6. T. Sekino and K. Niihara, "Fabrication and Mechanical Properties of Fine-tungsten-dispersed Alumina-based Nanocomposites," *J. Mater. Sci.*, **32** [15] 3943-49 (1997).
7. T. Sekino, T. Nakajima, S. Ueda and K. Niihara, "Reduction and Sintering of a Nickel-dispersed-alumina Composite and its Properties," *J. Am. Ceram. Soc.*, **80** [5] 1139-48 (1997).
8. S-T. Oh, M. Sando and K. Niihara, "Preparation and Properties of Alumina/Nickel-cobalt Alloy Nanocomposites," *J. Am. Ceram. Soc.*, **81** [11] 3013-15 (1998).
9. J. S. Lee, S-T. Oh and S. Namkung, "Processing and Magnetic Properties of Ni-Fe Alloy Dispersed Alumina Nanocomposites," in *Synthesis, Functional Properties and Applications of Nanostructures*, Vol. 676, MRS Conference Proceedings. Edited by H. W. Hahn *et al.*, MRS, Warrendale, in print.
10. H. J. Lee, Y. K. Jeong, S-T. Oh, J. S. Lee and T. Sekino, "Fabrication of Al₂O₃/Fe-Ni Nanocomposites by Atmosphere-controlled Sintering and their Properties," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **39** [2] 199-203 (2002).
11. E. P. Wohlfarth, *Ferromagnetic Materials*, Vol. 2, pp. 123, North-holland Publishing Co., Amsterdam, 1980.
12. S. E. Park, J. H. Lee and H. L. Lee, "Determination of the Biaxial Strength by Ball-on-3-ball Test," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **36** [3] 225-30 (1999).
13. ASTM Standard F394-78, pp.466-450 in *ASTM Annual Book of Standards*, Vol. 15.02, Section 15. American Society for Testing and Materials, Philadelphia, PA, 1996.
14. G. R. Antis, P. Chantikul, B. R. Lawn and D. B. Marshall, "A Critical Evaluation of Indentation Techniques for Measuring Fracture Toughness: II, Strength Method," *J. Am. Ceram. Soc.*, **64** [9] 539-43 (1981).
15. J. S. Lee, T. H. Kim, J. H. Yu and S. W. Chung, "In-situ Alloying on Synthesis of Nanosized Ni-Fe Powder," *Nanostruct. Mater.*, **9** [1-8] 153-56 (1997).
16. S. Schicker, T. Erny, D. E. Garcia, R. Janssen and N. Clausen, "Microstructure and Mechanical of Al-assisted Sintered Fe/Al₂O₃ Cermets," *J. Eur. Ceram. Soc.*, **19** [13-14] 2455-63 (1999).
17. C. S. Smith, "Grains, Phase and Interphases: An Interpretation of the Microstructure," *Trans. Metall. Soc. AIME*, **175** 15-51 (1948).
18. W. D. Kingery, H. K. Bowen and D. R. Uhlmann, *Introduction to Ceramics*, pp. 783-90, John Wiley and Sons, New York, 1976.
19. T. Ohji, Y-K. Jeong, Y-H. Choa and K. Niihara, "Strengthening and Toughening Mechanisms of Ceramic Nanocomposites," *J. Am. Ceram. Soc.*, **81** [6] 1453-60 (1998).
20. B. Budiansky, J. C. Amazigo and A. G. Evans, "Small-scale Crack Bridging and the Fracture Toughness of Particulate-reinforced Ceramics," *J. Mech. Phys. Solids*, **36** [2] 167-87 (1988).
21. B. D. Cullity, *Introduction to Magnetic Materials*, pp. 385-89, Addison-Wesley Publishing Com., Massachusetts, 1972.
22. G. Bertotti, *Hysteresis in Magnetism*, pp. 215-16, Academic Press, San Diego, 1998.