B7

Mechanical alloying에 의해 제조된 $Co_{20}Cu_{80}$ 미세입상합금의 구조 및 자기적 특성

충북대학교 유용구*, 유성초, 양동석
청주대학교 김원태

Structural and magnetic properties of $Co_{20}Cu_{80}$ nanogranular alloy manufactured by mechanical alloying.

Chungbuk National University Y. G. Yoo*, S. C. Yu, D. S. Yang
Chongju University W. T. Kim

1. 서 론

Co-Cu[1], Co-Ag, Fe-Ag 등과 같이 비자성 원소기지에 자성상이 미세하게 분산된 미세입상합금에서는 자성상간의 상호작용으로 인해 외부자장에 따른 스핀의존산란현상을 유도할 수 있으며 그 결과 거대자기 현상이 나타기도 한다. 본 연구에서는 대표적인 미세입상 합금인 Co-Cu 합금을 mechanical alloying 방법으로 제조할 때 시간에 따라 Cu 비자성기지로 Co원소가 확산되는 것을 milling 시간에 따라 자세히 분석하였으며 그에 따른 자기특성 변화를 조사하였다. 합금의 구조분석은 X-선회절과 EXAFS(Extended X-ray Absorption Fine Structure) 실험을 통하여 행하였으며, 자기 특성은 시료진동형자력계(VSM)을 이용하여 측정하였다.

2. 실험방법

순수한 fcc 및 hcp 구조를 가지는 Co 원소와 fcc구조를 가지는 Cu 원소분말을 SPEX 8000 Mixer & Mill 을 사용하여 Ar 분위기에서 최대 24시간 까지 mechanical alloying 하였다. 비자성기지에 자성입자를 분포시키기 위하여 $Co_{20}Cu_{80}$의 조성을 선택하였다. Ball 과 분말의 비율은 최적의 조건인 6:1 로 하였으며, 합금화 과정을 조사하기 위하여 합금화시간을 1, 2, 4, 6, 12, 24 시간으로 변화시켰다. 구조적인 분석을 위해 Mo-Kα 원을 이용하여 X-선 회절실험을 하였다. 그리고 자세한 구조적인 특성을 규명하기 위하여 EXAFS 실험을 수행하였다. EXAFS 실험은 포항가속기 연구소의 방사광 가속기(PLS)의 3C1XAFS 에서 수행하였다. 기초 자기특성은 VSM을 이용하였으며, 상온에서 1 T 의 인가자장하에서 수행하였다.

3. 실험결과 및 고찰

Milling 시간에 따른 X-선 회절실험 결과에 따르면 fcc 및 hcp 구조를 갖는 Co 입자들은 milling 시작되면서 바로 사라지기 시작했다. Milling 이 진행되면서 fcc구조의 peak는 broadening해졌으며, 6시간 이후로는 큰 변화를 보이지 않았다. X-선 회절 peak 를 이용하여 Cu의 격자상수를 계산하였다. Milling 이 진행되면서 Cu 의 격자상수값은 감소하였으며, 이는 Co 의 이온반경이 Cu 에 비해 작기 때문에 Co 입자들이 Cu속으로 확산되어 가면서 Cu의 격자상수가 줄어듦을 알 수 있다.

또한 X-선 회절 peak로부터 결정립 크기를 계산하였다. 계산법은 Williamson-Hall plot을 이용하였다. 24시간 milling된 합금의 계산된 결정립 크기는 약 300 Å정도였으며, 이로써 미세입상합금이 형성되었음을 알 수 있다.

Milling 시간에 따른 자세한 합금화 과정을 조사하기 위하여 EXAFS 실험을 수행하였다(Fig. 1). EXAFS 분석결과에 따르면 $Co_{20}Cu_{80}$ 미세입상 합금이 형성되었음을 볼 수 있었다. Co K 각에서 EXAFS 흡수선의 Fourier 변환 분석에 의하면 1시간 동안 milling된 시료의 흡수선은 세기의 작은 축소를 제외하면 순순한 Co 흡수선과 비슷하였다. 그러나 milling 시간이 증가함에 따라 Co 흡수선은 점진적으로 변화하여 공간 거리 R 에 따른 피크의 주기성은 Cu 의 주기성과 유사하여 졌다. 이것은 mechanical alloying시 Co 원자들이 점진적으로 Cu 기지안으로 확산되어서 Co 원자를 둘러싼 이웃원자들이 Co에서 Cu로 변하게 되며 fcc 구조를 나타내는 X-선 회절 실험결과와 일치한다..

VSM을 이용하여 시료의 자기적 특성을 조사하였다. 상온에서 1 T의 자장을 가하여 자기이력곡선을 측정하였다. 그러나 1 T의 인가자장하에서는 포화되지 않았음을 나타내고 있다. 이러한 현상은 분포된 자성입자의 크기가 작아서 그들 간의 직접적인 교환상호작용이 약하게 이루어지고 있음을 알 수 있으며, 자기이력 곡선에서 hysteresis loop를 나타내는 것은 일부 강자성상이 존재하기 때문이라 여겨진다. 또한 Milling 시간이 증가함에 따라 자화값은 감소함을 나타내는데, 역시 Co입자들이 Cu기지로 확산됨으로써 magnetic softening이 일어나기 때문이다.

4. 결 론

Mechanical alloying법을 이용하여 $Co_{20}Cu_{80}$ 미세입상합금을 제조하였다. X-선 회절실험과 EXAFS 실험을 통하여 milling 시간에 따른 구조적인 변화를 자세히 분석하였다. 이들 결과에 의해 Co 자성입자가 Cu 비자성기지에 확산되어 $Co_{20}Cu_{80}$ 합금이 형성되었음을 확인하였다. VSM 실험을 통한 milling 시간에 따른 자화값의 변화로부터 간접적으로 합금화가 되었음을 확인하였으며, 자기이력곡선은 1 T의 자장하에서 포화되지 않았는데, Co입자들의 직접적인 교환상호작용이 이루어지지 않았음을 알 수 있었다.

5. 참고문헌

[1] M. Rubinstein, V.G. Harris, B.N. Das and N.C. Koon, Phys. Rev. B, **50**(17) 12550 (1994)

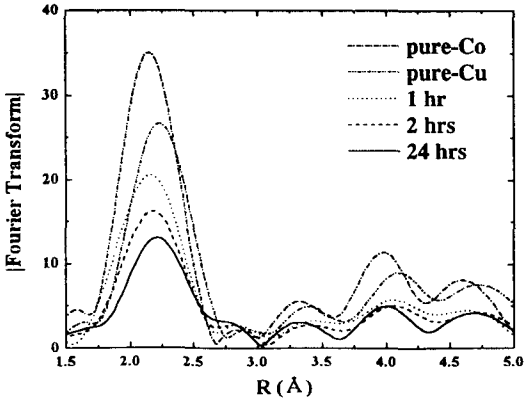

Fig. 1 Fourier transform of the Co K-edge EXAFS spectra on $Co_{20}Cu_{80}$ nanogranular alloy as a function of milling times.