

반복 HDDR 처리에 의한 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_x$ -type 재료의 보자력 향상에 관한 연구

부경대학교 박상언*, 권해웅

Study of the coercivity enhancement in the $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_x$ -type material using a multiple HDDR treatment

Pukyong National University S. U. PARK*, H. W. KWON

1. 서 론

Coey⁽¹⁾ 등에 의해 개발된 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_x$ -type 재료는 우수한 자기적 특성으로 인하여 차세대 영구자석으로 기대되고 있다. $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_x$ -type 재료의 제조에 있어서 가장 큰 문제점 중에 하나인 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}$ -질소간의 낮은 반응성을 향상시키기 위해 HDDR (hydrogenation, disproportionation, desorption, recombination)처리를 이용하고 있다. HDDR 처리에 의해 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}$ 합금의 결정립을 미세화 시켜 질화 반응을 효과적으로 개선할 수 있다고 알려져 있다.⁽²⁾ $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}$ 합금에 대하여 HDDR 처리를 행하면 일반적으로 처리 후 상당량의 free-Fe가 잔존하는 것으로 확인되고 있다. HDDR 처리과정에서 조건을 적절히 조절하여 free-Fe의 잔존없이 균일한 재결합이 일어나도록 한다면 최종 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_x$ 재료의 보자력은 향상될 것으로 기대 된다. 본 연구에서는 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_x$ 재료의 보자력을 향상시키기 위하여 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}$ 합금의 nitrogenation 전에 HDDR을 반복 적용시킨 후 질화 반응시켜 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_x$ -type 재료를 제조하였으며, 반복 HDDR 처리가 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_x$ -type 재료의 보자력에 미치는 영향을 조사하였다.

2. 실험방법

본 연구에서 사용한 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}$ -type 합금은 고순도 성분 금속을 유도 용해로를 이용하여 용해, 제조하였다. 합금의 조성은 Sm 22.7 wt%, Fe 89.89 wt%, Nb 5.0 wt%로서, 합금 용고조직의 균일화를 위해 약간의 Nb를 첨가하였다. 제조된 합금 ingot를 아르곤 가스분위기 중에 1000 °C에서 2 일간 annealing하여 미반응의 free iron을 최대한 제거하였다. annealing한 합금은 약 60 μm 입도의 분말로 가공한 후에 HDDR 처리로에 장입하고 분위기를 진공으로 하여 6.0×10^{-6} mbar의 진공에 도달하게 하고 이후 수소를 충전하여 1.3 bar의 압력이 유지되도록 하였다. 수소 분위기 중에서 7 °C/min의 승온 속도로 상온에서부터 750 °C를 향하여 가열하면서 hydrogenation을 실시하고 750 °C에서 2 시간 동안 유지하면서 disproportionation을 실시하였다. 이어서 동일한 온도를 유지하면서 분위기를 진공으로 전환하여 2 시간 동안 desorption과 recombination을 실시하였고 이후 상온까지 로냉하였다. HDDR 처리를 반복 실시하는 경우에는 첫번째 HDDR 처리와 동일한 조건으로 실시하였다. HDDR 처리가 끝난 합금은 그대로 장치 내에 두고서 6.0×10^{-6} mbar의 진공 분위기로 만든 후 질소 가스를 충전하여 1.7 bar의 압력이 되도록 한 후 450 °C에서 8 시간동안 nitrogenation 실시하여 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_x$ -type 재료를 제조하였다. 제조된 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_x$ -type 재료의 자기적 특성은 VSM을 이용하여 조사하였고, 시료의 상분석은 XRD를 이용하여 조사하였다.

3. 실험결과 및 고찰

$\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}$ 합금을 nitrogenation 전에 1회 HDDR 처리한 후 질화 반응시켜 만든 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{Nx}$ -type 재료와 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}$ 합금의 nitrogenation 전에 2회 HDDR 처리한 후 질화 반응시켜 만든 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{Nx}$ -type 재료의 자기적 특성을 VSM으로 측정하여 얻은 결과, nitrogenation 전에 1회 HDDR 처리한 후 질화 반응시켜 만든 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{Nx}$ -type 재료는 약 12 kOe 정도의 보자력을 나타내고 있는 반면, nitrogenation 전에 2회 HDDR 처리한 후 질화 반응시켜 만든 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{Nx}$ -type 재료에 있어서는 약 19 kOe 의 높은 보자력을 나타내고 있는 것을 확인할 수 있었다. HDDR 처리전 annealing한 재료 및 HDDR 처리한 재료에 대하여 XRD를 실시하였으며, 그 결과를 Fig. 1에 나타내었다. Fig. 1에서 (a)는 annealing한 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}(4\%\text{Nb})$ 재료, (b)는 nitrogenation 전 1회 HDDR 처리한 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}(4\%\text{Nb})$ 재료, (c)는 nitrogenation 전 2회 HDDR 처리한 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}(4\%\text{Nb})$ 재료에 대한 XRD pattern을 나타내고 있다. Fig. 1에서 보는 바와 같이 annealing한 상태에서 약간의 α -Fe가 잔존하고 있는데, 1회 HDDR 처리한 후에 이 free-Fe은 그 양이 증가한 것으로 나타나고 있다. 그러나 2회 HDDR 처리한 재료에서는 free-Fe이 상당히 감소한 것을 알 수 있다. nitrogenation 전에 1회 HDDR 처리한 후 질화 반응시켜 만든 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{Nx}$ -type 재료보다 2회 HDDR 처리한 후 질화 반응시켜 만든 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{Nx}$ -type 재료가 더욱 높은 보자력을 나타내는 것은 반복 HDDR 처리에 의해 재료가 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}$ 으로 균일하게 재결합된 결과로 판단된다.

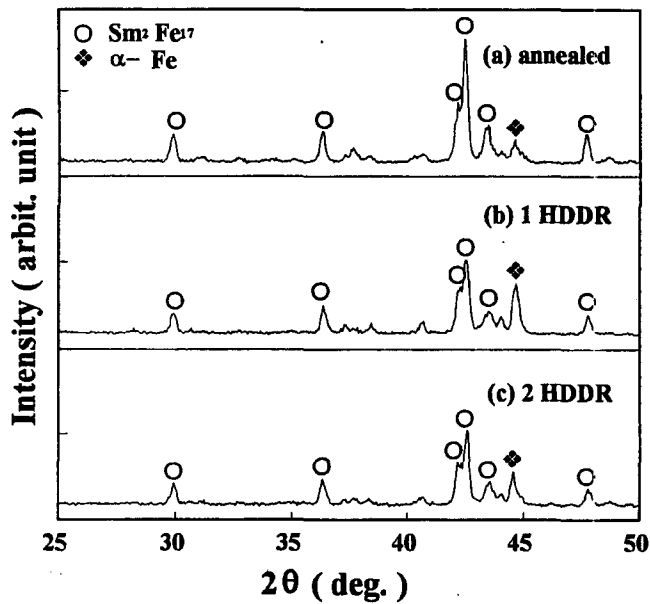


Fig. 1 XRD patterns of $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}(4\%\text{Nb})$ alloy under various conditions.

4. 참고문헌

- (1) J.M.D. Coey, H. Sun, J. magn, Magn. Mat., 87(1990), L254.
- (2) Y.R. Pan, H.W. Kwon, 한국자기학회1997년도추계연구발표회논문개요집, 62.