

HDDR처리후 질화처리해서 제조한 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_x$ -type 재료의 자기적 특성에 관한 연구

부경대학교 재료공학과 반영립*, 권해웅

Study on the magnetic properties of the $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_x$ -type material produced by a combination of HDDR and nitrogenation

Department of Materials Science and Engineering, Pukyong National University
Y. R. PAN*, H. W. KWON

1. 서론

Coey⁽¹⁾ 등에 의해 개발된 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_x$ -type 재료는 그 우수한 자기적 특성으로 인하여 차세대 영구자석용 재료로 각광받고 있다. $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_x$ -type 재료는 여러 가지 방법으로 제조되고 있는데, 그 중에서도 HDDR(hydrogenation, disproportionation, desorption, recombination) 처리를 적용, $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}$ 합금의 결정립을 미세화시켜 질화반응이 효과적으로 일어나게 하는 방법은 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_x$ -type 재료 제조시 가장 큰 문제점 중의 하나인 고체-기체간의 낮은 반응성을 효과적으로 개선할수 있는 것으로 알려져 있다⁽²⁾. 본 연구에서는 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_x$ -type 재료의 효과적인 제조방법을 확립하기 위한 노력의 일환으로 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}$ 합금의 HDDR 특성을 조사하고, HDDR 처리를 적용한 후 질화반응시켜 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_x$ -type 재료를 제조하였다. 제조된 재료의 자기적특성과 열적안정성을 조사하고 conventional 방법으로 제조한 재료의 특성과 비교하였다.

2. 실험방법

본 연구에 사용한 합금은 고순도(> 99.98 %) 성분 금속을 유도용해로를 이용하여 제조하였으며, 그 조성은 Sm 10.11 at%, Fe 89.89 at%로서 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}$ stoichiometric composition에 가깝다. 제조된 합금 ingot를 아르곤가스 분위기 중에서 2 주일간 1000 °C에서 annealing하여 미반응의 free iron을 최대한 제거하였다. annealing한 합금은 nitrogenation 처리하기전 HDDR처리를 하였다. $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}$ 합금을 약 60 μm 입도의 분말로 가공한 후 HDDR처리로에 장입하고 분위기를 진공으로 해서 6×10^{-6} mbar의 진공도에 도달하면 수소를 충전하여 1 bar의 압력이 유지되도록 하였다. 수소분위기 중에서 상온에서 부터 750 °C까지 10 °C/min의 승온속도로 가열하면서 hydrogenation을 실시하고 750 °C에서 2 시간 동안 유지하여 disproportionation을 실시하였다. 이어서 동일한 온도를 유지하면서 분위기를 진공으로 전환하여 2 시간 동안 desorption과 recombination을 실시하였다. HDDR 처리가 끝난 합금을 그대로 장치내에 두고서 질소가스를 충전하여 1 bar의 압력이 되도록 한 후 450 °C에서 12 시간동안 nitrogenation하여 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_x$ -type 재료를 제조하였다(이하, 이러한 HDDR+nitrogenation 방법을 combination법 이라 한다). 한편, conventional 방법을 이용해서도 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_x$ -type 재료를 제조하였는데, 이경우는 annealing 한 합금을 약 20 μm 입도의 분말로 가공한 후 nitrogenation로에 장입하고 분위기를 진공으로 해서 6×10^{-6} mbar의 진공도에 도달된 후 1 bar의 질소가스를 충전하여 475 °C에서 12 시간 동안 nitrogenation 하였

다. 제조된 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_x$ -type 재료의 자기적특성은 TMA, VSM을 이용하여 측정하였으며, DTA를 이용하여 이재료의 고온에서의 열적안정성을 조사하였다.

3. 실험결과 및 고찰

Fig. 1은 combination법과 conventional 방법으로 제조한 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_x$ -type 재료의 자기적 특성을 VSM으로 측정하여 얻은 demagnetisation curve이다. Fig. 1에서 보는 바와 같이 combination법으로 제조한 재료는 입자의 크기가 약 $60 \mu\text{m}$ 로서 대단히 조대함에도 불구하고 약 12 kOe 정도의 높은 보자력을 갖는다. 그러나 conventional 방법으로 제조한 재료의 경우는 약 $20 \mu\text{m}$ 의 조대한 입자상태에서 높은 보자력이 나타나지 않았다. combination법으로 제조한 재료의 경우 조대한 입자상태에서도 높은 보자력을 보이는 것은 HDDR에 의해 대단히 미세한 결정립이 형성되었기 때문인 것으로 설명할 수 있다. conventional 방법으로 제조한 재료의 경우 낮은 보자력은 지나치게 조대한 결정립 때문이다.

Fig. 2는 두가지 방법으로 제조한 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_x$ -type 재료에 대한 TMA결과이다. 두 재료다 충분히 nitride가 되었음을 알 수 있으며, 특히 흥미로운 현상은 combination법으로 제조한 재료의 경우, 400°C 부근에서 magnetisation증가가 나타난다는 것이다. 이는 고온에서의 결정자기이방성의 감소만으로는 설명하기 어렵고 HDDR처리에 의한 결정립의 미세화와 밀접한 관계가 있는 것으로 판단된다.

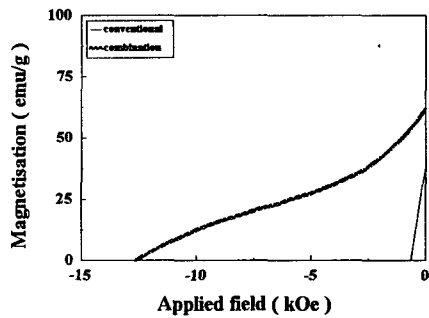


Fig. 1. Demagnetisation curves of the $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_x$ -type materials produced by different ways.

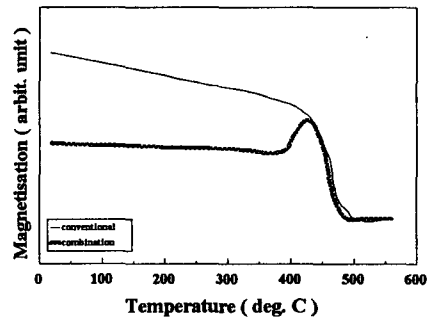


Fig. 2. TMA tracings for the $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_x$ -type materials produced by different ways.

4. 참고문헌

- (1) J.M.D. Coey, H. Sun, J. Magn. Magn. Mat., 87(1990), L254.
- (2) H. Nakamura, S. Sugimoto, M. Okada and M. Homma, Materials Chemistry and Physics., 32 (1992) 280.