

Melt-spun Sm-Fe-Zr-type 합금 ribbon의 HDDR 특성

부경대학교 재료공학과 강성중*, 권해웅

HDDR CHARACTERISTICS OF MELT-SPUN Sm-Fe-Zr-TYPE ALLOY RIBBON

Department of Materials Science and Engineering, Pukyong National University,
S. J. Kang*, H. W. Kwon

1. 서론

영구자석용 재료에서 가장 중요한 특성은 maximum energy product($(BH)_{max}$)값으로서, 이를 향상시키기 위해서는 보자력 H_c 와 잔류자화 M_r 이 최대한 커야한다. Nd-Fe-B-type 재료에서 보자력의 향상은 상당히 이루어져 왔지만 잔류자화의 향상은 그다지 큰 성과를 거두지 못했다. 그러나 체적당 자화값이 큰 soft 상과 결정자기이방성이 큰 hard 상간의 교환상호작용을 이용하는 exchange-coupled 자성재료가 개발되면서 잔류자화의 향상은 큰 성과를 거두게 되고, 이 재료는 고성능 영구자석용 재료로서 크게 각광 받게 되었다. 이러한 exchange-coupled 자성재료에서 soft 상으로는 α -Fe, Fe_3B 등이 주로 이용되고 있으며 hard 상으로는 $Nd_2Fe_{14}B$, $SmCo_5$ 등의 결정자기 이방성이 큰 상들이 이용되고 있다. 최근에는 hard 상으로서 $Nd_2Fe_{14}B$ 보다 더 높은 이방성자계와 Curie온도를 갖는 $Sm_2Fe_{17}N_x$ -type 상을 이용한 exchange-coupled 자성재료에 대한 연구결과가 보고되고 있다[1]. 흥미있는 사실은 $Sm_2Fe_{17}N_x + \alpha$ -Fe의 exchange-coupled 자성재료에서 nanoscale의 $Sm_2Fe_{17}N_x$ 상을 효과적으로 형성하기 위한 방법의 일환으로 HDDR처리를 적용한 결과 고무적인 결과를 얻을 수 있는 것으로 보고되고 있다[2]. 본 연구에서는 $Sm_2Fe_{17}N_x + \alpha$ -Fe의 exchange-coupled 자성재료의 제조를 위한 melt-spun Sm-Fe-Zr 합금 ribbon의 HDDR 특성을 조사하였다.

2. 실험방법

arc 용해에 의해 제조된 $Sm_{7.9}Fe_{90.1}Zr_{2.0}$ 조성의 합금을 고순도 Ar gas 분위기에서 melt-spinning 하였다. melt-spinning시 냉각 휠의 원주 표면 속도 40 m/s로 ribbon을 제조하였다. 제조된 melt-spun ribbon은 분쇄하여 약 106 μm 입도의 분말로 가공하였다. 일부의 분말에 대해서는 고순도 Ar gas 분위기에서 750 $^{\circ}C$ 에서 1 시간동안 annealing처리하였다. melt-spun 상태의 분말 재료와 annealing한 분말 재료의 수소화 및 분해 특성은 수소 가스 중 DTA 및 TPA 실험을 통하여 조사하였다. 분말재료의 HDDR 처리는 전형적인 HDDR 처리방법으로 실시하였으며, HDDR 각 반응단계에서의 반응 완료 여부와 상변화는 XRD를 이용하여 조사하였다.

3. 실험결과

40 m/s 속도로 melt-spinning하여 제조한 $Sm_{7.9}Fe_{90.1}Zr_{2.0}$ 합금 ribbon에 대한 XRD 시험 결과, ribbon 재

료에는 결정상으로 SmFe_7 상이 형성되어 있고 여분의 Fe는 비정질상으로 존재하는 것으로 확인되었다. Fig. 1은 annealing하지 않은 melt-spun 분말재료의 수소화 및 분해 특성을 조사하기 위해서 약 1.8 kgf/cm^2 의 고순도 H_2 gas 분위기에서 실시한 DTA 결과이다. 240°C 부근에서 나타나는 발열반응은 SmFe_7 상의 수소화에 의한 것이며, 695°C 부근에서 나타나는 발열반응은 가열중 형성된 hydride의 분해에 의한 것으로 판단된다. exchange-coupled nanocomposite 자성재료에서 hard상으로 작용할 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_x$ 상의 미세화는 대단히 중요한데, HDDR처리를 적용하여 미세한 조직을 얻기 위해서는 분해 상태에서부터 분해상의 미세화가 전제되어야만 재결합한 후에 미세한 조직을 보장할 수 있다. 이는 HDDR 처리시 분해가 완료되면서 최대한 미세한 상으로 분해가 이루어져야함을 요구하는 것이다. Fig. 2는 분쇄한 분말을 약 1.8 kgf/cm^2 의 수소 분위기 중에서 각각의 온도까지 가열한 후 1 시간 유지해서 수소화 및 분해시킨 재료의 XRD 패턴을 보여 주고 있다. 700°C 이상의 고온에서 처리한 재료는 분해가 완료되어 분해상인 SmH_x 와 $\alpha\text{-Fe}$ 만 확인되고 있다. 650°C 이하의 온도에서 처리한 재료는 분해가 완료되지 않고 약간의 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{H}_x$ 상이 여전히 남아 있음을 확인할 수 있다. 이 결과에서 주목할 것은 700°C 에서 처리한 재료의 경우 완전히 분해가 일어남과 동시에 분해상의 회절 peak가 고온에서 처리한 재료에 비하여 broadening 되었음을 확연하게 보여주고 있다. 이는 HDDR 처리시 분해온도를 최대한 낮추어서 분해상의 미세화를 도모할 수 있으며 차후에 이어질 재결합 처리에서도 조건을 적절히 조절함으로써 조직의 미세화를 위한 HDDR처리를 최적화할 수 있음을 제시하는 것이다.

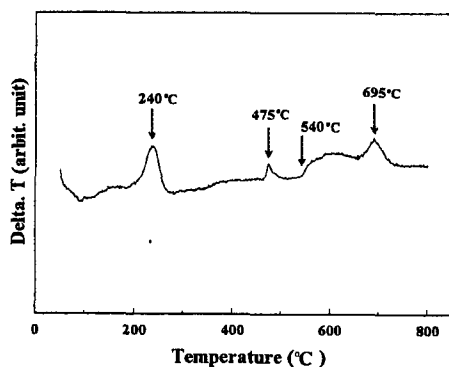


Fig. 1. DTA trace for the melt-spun powder

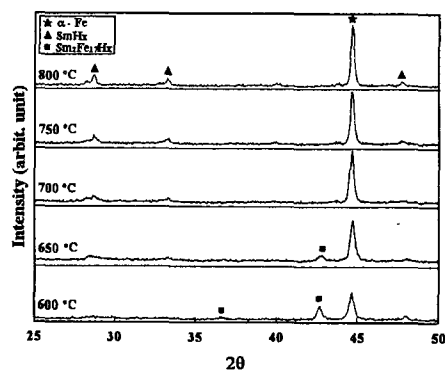


Fig. 2. XRD patterns for the disproportionated melt-spun powders

4. 참고문헌

- [1] J. Ding, Y. Liu, R. Street, and P. G. McCormick, *J. Appl. Phys.*, **75** (2), 1032 (1994)
- [2] T. Yamamoto, T. Hidaka, T. Yoneyama, H. Nishio, and A. Fukuno, *Proc. 14th Int. Workshop on Rare Earth Magnets and Their Application*, p. 121, Sao Paulo, Brazil, (1996).