

## 나노 결정형 Nd-Fe-B계 합금의 질화처리에 의한 자기적 특성 변화 연구.

(A Study on the magnetic properties of nitrated Nd-Fe-B nano-crystalline alloys.)

선문대학교. \*김문배, 이대훈, 장태석

### 1. 서 론

최근의 강자성 재료에 대한 연구들은 가능한 한 인위적인 구조조정을 통하여 자기특성을 개선시키거나 새로운 특성을 갖도록 하는데 집중이 되고 있다. 그 대표적인 예가 연자성상과 강자성상 사이의 교환상호작용에 의해 잔류자화가 향상된 nanocomposite 자석의 개발이다.[1-4] 그러나 지금까지 개발된 Nd-Fe-B계 nanocomposite 합금의 경우, 잔류자화값은 만족할 만큼 높은 반면, 보자력이 너무 낮아 irreversible loss가 크기 때문에 실질적으로 상온보다 높은 온도에서 사용하는 데에는 문제가 있는 것으로 밝혀졌으며, 따라서 이 nanocomposite 합금의 보자력을 향상시키고 안정화시키기 위한 연구가 많이 진행되고 있다. 본 연구에서는  $\alpha$ -Fe/Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B계 nanocomposite 합금의 질화처리를 시도하고, 이에 따른 상변화, 자기특성의 변화 등을 조사함으로써, 새로운 Nd-Fe-B nanocomposite 합금의 개발 가능성을 알아보았다.

### 2. 실험 방법

기본조성이 Nd<sub>9</sub>Fe<sub>84</sub>B<sub>7</sub>인 모합금을 Ar 분위기에서 arc 용해하여 제조하고 이를 다시 적당한 크기로 분쇄하여 석영관에 넣고 재용해한 후, 40%로 회전하는 Cu wheel( $\Phi$  200mm)에 0.5mm의 노즐을 통하여 Ar 분위기에서 용탕을 분사함으로써 리본 합금을 제조하였다. 제조된 리본합금들은 750℃에서 7분간 열처리한 후 급랭하여  $\alpha$ -Fe와 Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B로 nanocomposite화 하였다. 질화처리는 이들 nanocomposite 합금을 400 $\mu$ m 이하로 분쇄한 후 550℃에서 0.5~5시간 동안 실시하였다. 질화처리 전 후 시편들의 상 및 자기특성 변화는 DTA, XRD, TEM, VSM 등을 이용하여 조사하였다.

### 3. 결과 및 고찰

우선 nanocomposite 리본합금을 550~700℃에서 10 hr, 24 hr 동안 질화처리 한 후 XRD로 분석한 결과, 리본표면에서의 질화처리가 균일하게 일어나지 않았음에도 불구하고 모든 시편에서  $\alpha$ -Fe가 뚜렷이 증가한 반면 Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B는 현저히 감소하는 것을 관찰할 수 있었다. 이것은 시편의 실질적 질화여부에 관계없이 질소 분위기 하에서 장시간 열처리 하면 Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B의 상분해가 가속화하면서 연자성상인  $\alpha$ -Fe의 형성이 상대적으로 증가함을 암시하는 것이다. nanocomposite 합금을 분쇄한 후 질화처리한 시편에서도 질화처리 시간이 증가함에 따라 이와 같은 상분해 현상이 뚜렷해져  $\alpha$ -Fe는 증가하는 반면 Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B는 감소하였으며,  $\alpha$ -Fe의 결정립 크기도 비례하여 증가하였다. 또한 1시간 이상 질화처리한 경우 Fe<sub>4</sub>N이 형성되는 것을 발견할 수 있었다. 질화처리에 따른 시편내의 질소함량을 분석한 결과, 30분 질화처리 시에는 약 800 ppm이었으나, 1시간 후에는 1,000 ppm 이상으로 증가하였다.

질화처리된 시편들의 자기특성들을 조사한 결과, 질화 처리에 의한 연자성상의 증가와 강자성상의 감소 때문에 질화처리 시간이 증가할수록 보자력이 감소하는 경향을 나타내었으며, exchange spring 효과의 감소에 의해 잔류자화도 감소하는 것을 알 수 있었다.

#### 4. 결 론

$\alpha$ -Fe/Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B계 나노복합합금을 질화처리한 결과, 질화처리가 강자성상의 분해를 촉진하면서 연자성  $\alpha$ -Fe 상이 증가하는 것을 발견할 수 있었다. 이에 따라 질화처리 후에는 질화처리 전보다 보자력이 감소하였으며, 불균일한 연자성상이 과도하게 형성됨에 따라 exchange spring 효과도 감소하여 잔류자화도 감소하였다.

#### 5. 참고 문헌

- 1] R. Coehoorn, D.B. de Mooij, and C. de Waard, J. Magn. Magn. Mater. 80, 1989, p 101.
- 2] S. Hirose, H. Kanekiyo, and M. Uehara; J. Appl. Phys. 73, 1993, p 6488.
- 3] E.F. Kneller and R. Hawig; IEEE Trans. Magn. MAG-27, 1991, p 3588.
- 4] A. Manaf, R.A. Buckley, and H.A. Davies; J. Magn. Magn. Mater. 128, 1993, p 302.

\* 본 연구는 한국과학재단 지역대학 우수과학자 지원연구(R05-2000-000-00246-0) 프로그램의 지원으로 수행되었음.