

환원-확산법에 의한 Sm-Fe-N계 자성분말 제조

이정구*, 강석원, Ping-Zhan Si¹, 최철진

기능재료연구본부, 한국기계연구원 부설 재료연구소

¹College of Materials Science&Engineering, China Jiliang University

1. 서론

최근 녹색성장을 위한 에너지 고효율 이용이라는 사회적 요구에 따라 고성능 희토류 영구자석이 주목을 받고 있다. 희토류 영구자석 중에서 Sm-Fe-N계 자석은 Nd계에 버금가는 자기적 특성과 우수한 내식, 내열성을 나타내기 때문에 제조단가 절감과 고특성화만 달성된다면 향후 그 수요가 급격히 증가할 것으로 예상된다. Sm-Fe-N계 자석은 크게 Sm₂Fe₁₇ 모합금 제조공정과 모합금의 질화처리공정에 의해 제조되어진다. 모합금 제조에는 주로 용해주조법, 기계화학법, 환원-확산법, 습식법 등이 이용되고 있지만 공정비용 면에서 환원-확산법이 가장 유리한 것으로 알려져 있다. 하지만 지금까지 환원-확산공정의 최적화를 위한 체계적인 연구는 미흡한 실정이다. 따라서, 본 연구그룹은 환원-확산법을 이용하여 고특성 Sm-Fe-N계 자성분말을 제조할 목적으로 각 단계별로 체계적인 연구를 수행 중이다. 본 연구에서는 Sm₂Fe₁₇ 단상 모합금 분말의 제조와 이러한 분말의 질화거동 및 이에 따른 자기적 특성 변화에 대해 살펴보았다.

2. 실험방법

실험은 먼저 원료분말인 Sm₂O₃ 분말, Fe 분말, Ca 분말을 균일하게 건식혼합한 후 일축가압하여 pellet-type의 성형체를 만들었다. 이 성형체를 철제 도가니에 반 밀봉상태로 장입한 후, 관상로를 이용하여 Ar 분위기, 1,100°C에서 환원확산반응을 실시하였다. 이때 Sm₂O₃과 Ca은 이론당량의 최대 50%와 300% 과량으로 첨가하였다. 환원확산반응 후 실온까지 냉각시킨 다음, 반응물을 증류수 속에 넣어 교반시키면서 수세를 실시하여 CaO와 미반응 Ca를 제거하였다. 수세과정에서 제거되지 않은 Ca는 산세처리를 통하여 그 함유량을 최소화하였다. 분말의 잔류 산소 함량과 잔류 Ca 함량은 gas analyzer와 ICP-AES을 이용하여 조사하였다. 그 다음으로 이렇게 환원확산반응에 의해 얻어진 Sm-Fe 합금분말을 이용하여 질화처리를 실시하였다. 질화처리를 하기 전에 튜브 안을 10⁻⁶ torr로 진공배기한 다음 고순도(99.999%) 질소를 1기압까지 flow 시켜 1100°C에서 16시간 유지하였다. 마지막으로 이렇게 얻어진 분말은 볼밀을 이용하여 수 마이크로 크기까지 미분쇄하였다. 분말의 상과 미세조직은 XRD와 SEM을 이용하여 분석하였으며, 자기적 특성은 VSM을 이용하여 측정하였다.

3. 실험결과 및 고찰

본 연구에서는 Sm의 증발손실을 보상하기 위하여 Sm₂O₃를 이론당량보다 최대 50%까지 많이 첨가하여 환원확산반응을 실시하였다. 그 결과, Sm₂O₃ 첨가량의 증가에 따라 잔류 α-Fe의 양이 줄어드는 것을 확인할 수 있었으며, Sm₂O₃를 약 40% 과량으로 첨가했을 때 α-Fe가 거의 제거되어 Sm₂Fe₁₇ 단상 분말이 형성되는 것을 확인하였다 [그림 1]. 또한 환원확산반응 후 수세한 분말의 잔류 Ca 함유량이 약 33,000 ppm정도였지만, 산세처리를 통해 300 ppm이하로 감소하는 것을 확인하였다. 분말 내 잔류 산소함량은 1,700 ppm 정도로 용해주조법에 의해 제조된 분말보다는 다소 많았다. 이러한 분말을 질화처리한 결과, Sm₂Fe₁₇N_x 자성분말을 성공적으로 제조할 수 있었다. 마지막으로 볼밀을 이용하여 Sm₂Fe₁₇N_x 자성분말을 수 μm까지 미분쇄한 결과, 질화 후 분말의 포화자화(Ms)와 보자력(Hc)은 118 emu/g, 492 Oe이었지만 7시간 미분쇄한 후에는 152 emu/g, 3371 Oe까지 증가하는 것을 확인하였다. 그림 2는 미분쇄 시간에 따른 자기특성 변화를 나타내었다.

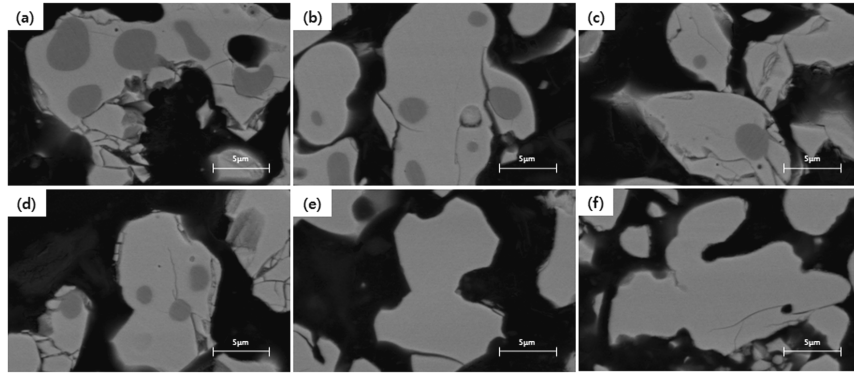


Fig. 1. SEM micrographs of cross section of R-D treated powders (a)Excess of Sm_2O_3 10% (b)Excess of Sm_2O_3 20% (c)Excess of Sm_2O_3 30% (d)Excess of Sm_2O_3 35% (e)Excess of Sm_2O_3 40% (f)Excess of Sm_2O_3 50%.

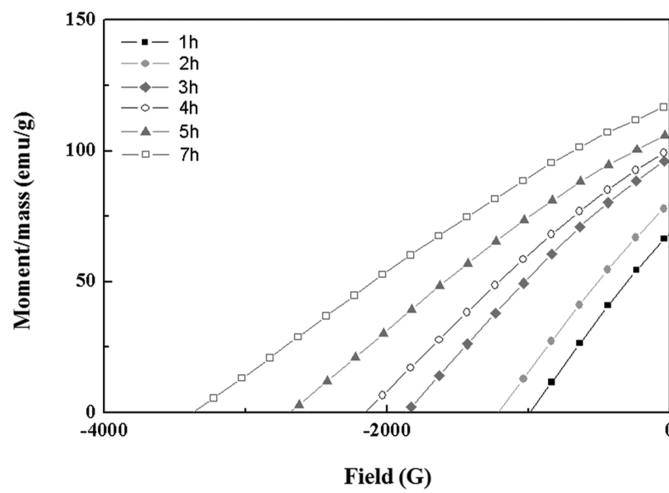


Fig. 2. Demagnetization curves of $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_x$ powder milled for 1-7 hour.

4. 참고문헌

- [1] H. Kwak, J. G. Lee, C. J. Choi, 한국분말야금학회지 **16** 336 (2009).
- [2] J. G. Lee et al., 한국분말야금학회지 **16** 1 (2009)
- [3] J. Lee, C. J. Choi, 재료마당 **23** 10 (2010).

본 연구는 지식경제부 소재원천기술개발사업의 연구비 지원으로 수행되었습니다.