

기계적 합금화에 의한 Sm-Fe계 합금분말의 합성 및 가열에 의한 상변화 (Preparation of Sm-Fe Alloy Powders by Mechanical Alloying and Their Phase Transformation Subjected to Heat Treatment)

목포대학교 신소재공학과 김명근*, 이충효
삼척대학교 금속공학과 석명진
울산대학교 재료금속공학부 김지순, 권영순

희토류금속은 고성능 영구자석재료, 자기기록재료 및 수소저장재료등 기능성 재료의 중요한 원소로 주목받고 있으며 이들 기능재료에 관한 제조 및 연구도 활발하게 진행되고 있다. 최근 Sm-Fe계의 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}$ 금속간화합물로부터 큐리온도가 높고 강한 일축자기이방성을 가진 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_x$ 계 희토류 영구자석재료의 제조가 화제가 되고 있다. 이것은 현재 최강의 영구자석으로 실용화되고 있는 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 계 자석에 비하여 자기특성 및 내환경성면에서 우수한 성질을 갖기 때문이다. 한편 Sm-Fe계 평형상태도에서 알 수 있는 바와같이 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}$ 상은 incongruent 조성으로 용액으로부터 포정반응을 거쳐 화합물이 생성될 수 있다. 용융법에 의한 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}$ 화합물 생성시 Sm이 기화하여 조성의 제어가 어렵고 포정반응시 초정 α -Fe가 잔존하기 쉬운 반면 기계적 합금화에서는 실은 분말합성 공정이므로 비교적 용이한 조성제어가 기대된다.

따라서 본 연구에서는 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_x$ 상 제조를 위한 전구물질인 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}$ 상의 합성을 위하여 $\text{Sm}_x\text{Fe}_{100-x}$ ($x=11, 13, 15, 17$)조성의 혼합분말을 기계적 합금화처리하여 출발조성이 생성상에 미치는 영향과 가열에 의한 상변화를 조사하였다. 출발원료는 고순도 화학제 Sm (99.9%, 평균입경 $750\mu\text{m}$) 및 Fe (99.9%, 평균입경 $150\mu\text{m}$)분말을 사용하여 고에너지 유성형 볼밀장치(독일제, Fritsch P-5)로 Ar분위기에서 볼밀처리를 행하였다.

$\text{Sm}_x\text{Fe}_{100-x}$ ($x=11, 13, 15, 17$)조성의 모든 혼합분말에서 40 h MA처리에 의하여 Sm-Fe계 비정질상의 halo pattern과 bcc-Fe의 회절피크가 관찰되었다. 또한 MA시료의 DSC분석 결과 600°C 에서 결정화에 의한 sharp한 발열피크가 관찰되었다. 이 결과를 바탕으로 출발조성이 생성상에 미치는 영향을 조사하였는데 화학양론조성에 가까운 $\text{Sm}_{11}\text{Fe}_{89}$, $\text{Sm}_{13}\text{Fe}_{87}$ 조성의 경우 ($\text{Sm}_2\text{Fe}_{17} + \alpha\text{-Fe}$)상이 생성되었으며, $\text{Sm}_{17}\text{Fe}_{83}$ 조성의 경우 ($\text{Sm}_2\text{Fe}_{17} + \text{SmFe}_3$)상이 관찰되었다. 또한 $\text{Sm}_{15}\text{Fe}_{85}$ 조성에서 거의 단상의 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}$ 이 생성되는데 이것은 Fe에 비해 Sm 증기압이 높아 열처리시 손실될 수 있고 볼밀 초기에 분말시료가 불이나 용기에 Sm의 부착되는 정도가 Fe에 비하여 심한 것과 관련이 있는 것으로 사료된다.