환원 · 확산법에 의한 $Sm_2Fe_{17}N_x$계 희토류 영구자석재료의 제조에 관한 기초연구

(A Basic Study on the Production of $Sm_2Fe_{17}N_x$ Sysem Rare Earth Permanent Magnet Materils by the Reduction and Diffusion())

노승규[1], 한복수[2], 송창빈[1]
1.공주대학교 공과대학 대학원
2.대전산업대학교 기계공학부

1. 서 론

최근 전자제품의 소형, 경향화 추세에 따라 고성능 희토류영구자석의 수요가 급증하고 있으며, 그 제 조방법에 관한 연구도 활발하게 진행되고 있다. 그 중의 하나인 R-D process는 희토류 금속의 비교적 저렴한 희토류산화물과 천이금속의 분말을 혼합하여 1000~1200℃에서 Ca(혹은 CaH_2)과 같은 활성물질로 환원함과 동시에 확산시켜 분말상의 목적합금을 얻어내는 제조법으로서, 이미 외국에서는 Sm-Co계 및 Nd-Fe-B계 희토류 영구자석재료의 제조에 경제적 · 효율적인 프로세스로 대부분 채택하고 있다. 그러나 이 R-D process에 관한 연구보고는 국내 · 외적으로 대부분 기초연구에 관한 것으로서 저자들의 것을 포함하여 몇몇의 보고가 있는 정도이다.

본 연구내용은 그동안 저자들이 축적해 온 R-D process의 기초적인 데이터를 토대로 $Sm_2Fe_{17}Nx$계 영구자석의 제조의 일환으로 행한 기초적인 실험결과이다.

2. 실험방법

실험에 사용한 시료는 순도 99.9%의 Sm_2O_3분말, Fe분말(-325mesh), 그리고 99%의 칩상의 금속Ca을 사용하였다. 이들 분말시료는 소정량 천평하여 막자사발로 혼합한 후, Ca과 함께 Ta도가니에 넣고 Ar분위기에서 소정온도 · 시간으로 R-D실험을 행하였다. R-D반응 후, 얻어진 시료는 agate제의 막자사발로 100mesh 이하로 분쇄하여 XRD로 합금상을 분석하였으며, 몇몇의 시료는 수지에 마운팅, 미세연마 및 에칭하여 광학현미경(OM) 및 EDAX 등으로 확산상태를 관찰하였다. 또한 일부의 시료에 대해서는 생성된 CaO를 제거하기 위하여 수세(水洗) 후, 산소분석 및 ICP발광분석으로 합금조성의 정량분석을 행하였다.

질화처리는 고순도로 정제된 질소를 사용하여 250℃~500℃에서 4~16시간 행하였다. 질화처리한 분말시료는 ball-mill을 이용해서 미분쇄 한 후 질소분석과 VSM으로 자기적 특성을 조사하였다.

3. 실험결과

R-D실험결과 환원반응의 경우에 Ca의 융점보다 약간 높은 850℃ 및 900℃에서는 1시간의 가열에도 종료되지 않지만, 1000℃이상의 고온이 되면 수분정도에 완료됨을 확인하였다. 또한 Fe분말중에 Sm의 확산은 1100℃이상이 되면 환원과 동시에 빠르게 시작되지만, Fe분말의 중심까지 혹은 분말전체에 걸친 확산반응의 종료는 1100℃에서도 3h정도의 R-D반응이 필요하였으며, 이들 시료는 100mesh이하로 분쇄하여 수세 후 XRD분석한 결과 ASTM카드와 비교한 결과 Th_2Zn_{17} structure의 단상의 Sm_2Fe_{17}금속간화합물이 얻어짐을 확인할 수 있었다. 이하 그 밖의 질화처리 조건 및 자기적 특성 등에 관한 실험결과들은 지면상 발표당일에 보고한다.