

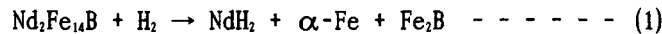
I 5 (초청강연)

HDDR법으로 만든 Nd-Fe-B계 영구자석의 이방화 메카니즘 (Mechanism of forming magnetic anisotropy in HDDR-processed Nd-Fe-B Permanent magnets)

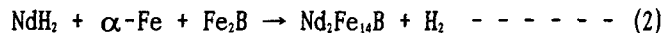
삼성전기 종합연구소 최판규

1. HDDR법이란.

HDDR법은, 종래의 초급냉법으로만이 가능하다고 생각되어있던, Nd₂Fe₁₄B화합물의 미세결정구조를 단순히 수소중에서 열처리하는 것으로 실현가능한 것으로, 이방성 Nd-Fe-B계 본드자석분말을 제조하는 방법이다. 즉 Hydrogenation(수소화), Disproportionation(상분해), Desorption(탈수소), Recombination(상재결합)의 머리글자만 따서 부르는 수소중의 열처리법이다. Nd-Fe-B계 자석중의 강자성체인 Nd₂Fe₁₄B상은, 약 650℃이상의 온도, 약 1기압의 수소분위기중에서 수소를 흡수해서



의 상변화를 일으켜, 3종류의 상으로 분해한다. 그 분해한 상태에서 강제적으로 탈수소를 행하면,



의 가역적인 상변화에 의해, 재차 Nd₂Fe₁₄B상이 생성된다. 이 반응만을 보면 단순한 가역반응으로만 보이지만, 중요한 점은 반응종료시점에서의 결정입경이 0.1μm 정도의 대단히 미세하고, 그 위에 결정방위가 갖추어진 Nd₂Fe₁₄B상 결정입자로 구성되어, 커다란 iHc와 함께 이방성도 나타내지는 것이다.

2. 본 연구의 목적

상기에서 기술한 바와 같이, HDDR프로세스에서 일어나는 이방화의 메카니즘을 해명하기 위해 본 연구에서는, 수소화조건에 따른 Nd₂Fe₁₄B상의 분해거동과 이방화와의 관계를 조사했다. 또한 최적수소화조건에서의 미분해 Nd₂Fe₁₄B상의 존재여부를 확인하며, 동시에 분해상들에 대해서도 조직관찰을 행했다.

3. 실험방법

Nd_{13.0}Fe_{67.9}Co_{11.0}Ga_{1.0}Zr_{0.1}B_{7.0} 조성의 Ingot를, 1140℃에서 16시간 용체화를 행한 다음, 기계적분쇄로 약 100μm의 분말로 만들어, 적외선반사로를 사용하여 여러 조건의 수소화처리(HD처리) 및 탈수소처리(DR처리)를 행했다.

HD처리후의 잔존Nd₂Fe₁₄B상의 양을 측정하기 위해, 진공중에서 650~900℃의 소정의 온도까지 올려 H₂가스를 주입하여, 15~960min 동안 수소화처리를 행했다. 처리후는 탈수소반응 등에 의한 조직변화를 방지할 목적으로 H₂가스를 주입한 그대로 실온까지 로를 방냉시켰다. 다음에, 이방화도에 미치는 수소화처리조건의 영향을 조사하기위해, 상술한 것과 같은 수소화처리를 행한 다음, 계속해서 탈수소화처리를 행했다. 탈수소화처리는, 850℃에서 30min 동안, 150Torr의 감압중에서 Ar기류(2ℓ/min)중에서 배기를 행했다.

처리를 끝낸 시료에 대해, 자기측정, X선회절, 조직관찰 및 조성의 화학분석을 행했다. 자기측정은, 시료를 파라핀과 혼합하여 10kOe (1T) 정도의 자장을 걸어 자장방향으로 배향시킨 후, 강자장 Pulse자화측정장치 (max15T) 를 사용하여 75kOe (7.5T) 의 자장하에서 행했다. X선회절은 회전대음극식X선회절장치MXP18을 이용했다. 측정에는, Cu-K α 선을 사용하고, 전압은 40kV, 전류는 200mA를 기준으로하여 측정했다. 수소화처리를 행한 시료의 조직은 고분해능투과형전자현미경 (High Resolution Transmission Electro Microscopy) 를 사용하여, 가속전압 400kV로 관찰하였다. 조성의 화학분석은 가속전압 300kV의 HRTEM/EDS를 이용하였다.

4. 결과 및 고찰

HD처리조건과 HD처리후 잔존하는 Nd₂Fe₁₄B상의 양을 나타내는 X선 410 반사강도의 등고선, 즉 수소화반응에 있어서의 주상(Nd₂Fe₁₄B상)의 분해곡선은 750℃ 부근에 꼭지점을 가지는 C형의 곡선으로 나타난다. 이방화도의 등고선 역시 750℃ 부근에 꼭지점을 가지는 C형의 곡선으로 나타나, 전술의 수소화반응에 있어서의 Nd₂Fe₁₄B상의 분해곡선과 거의 일치한다. 이것은 잔존하는 Nd₂Fe₁₄B상의 양이 이방화도를 크게 좌우한다는 것을 의미한다.

최적수소화처리조건인 850℃-120min에서 수소화처리한 분말의 조직을 관찰한 결과, 전술의 분해상(NdH₂, α -Fe, Fe₂B) 이외에 100nm 이하의 미세한 Nd₂Fe₁₄B입자들이 관찰되었다. 또한, 그 입자들의 방위가 거의 수소처리전의 Nd₂Fe₁₄B상과 일치하고 있어, 이들 미세Nd₂Fe₁₄B입자들은 어떤 상변태에 의해 재생성한 것이 아니라 주상이 잔존하고 있는 것으로 판명되었다.

잔존하는 미세Nd₂Fe₁₄B입자들의 화학조성분석을 행한 결과, 첨가원소인 Co와 Ga의 양이 수소처리전의 Nd₂Fe₁₄B상내에 함유량보다 많이 농축되어 있는 것을 알았다. Co나 Ga은 수소화처리과정에서 주상의 분해를 억제하는 역할을 가지고 있기 때문에, 이들 원소가 수소화를 억제시켜, 잔존Nd₂Fe₁₄B입자들이 존재한다고 생각된다.

따라서, HDDR법으로 만든 Nd-Fe-B계 영구자석의 이방화는, 원래의 방위를 가지고 DR반응에서 상의 재결합에 있어서의 중심역할을 하는, 미세히 분산해 있는 잔존 Nd₂Fe₁₄B입자들에 의해 기인한다고 생각한다.

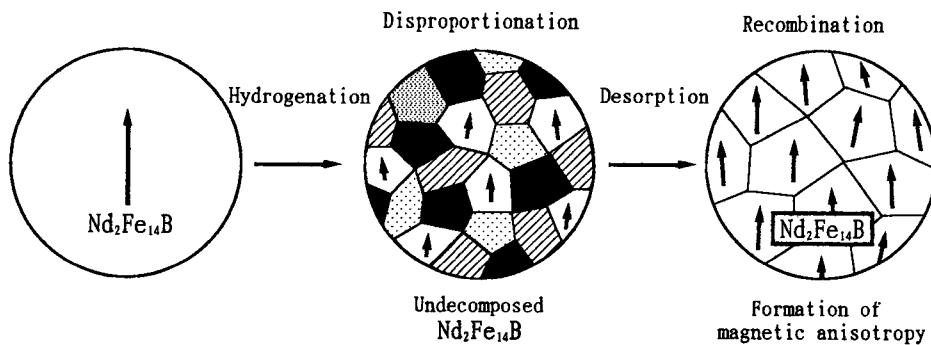


Fig.1 The schematic diagram of the mechanism of forming magnetic anisotropy in HDDR-processed Nd₂Fe₁₄B powders.