

반복 HDDR 처리한 Nd-Fe-B-type 재료의 수소반응 특성 및 보자력

부경대학교 재료공학과 박상언*, 권해웅

HYDROGEN REACTION CHARACTERISTICS AND COERCIVITY OF THE MULTIPLE HDDR-TREATED Nd-Fe-B-TYPE MATERIALS

Department of Materials Science and Engineering, Pukyong National University,
S. U. Park*, H. W. Kwon

1. 서론

Nd-Fe-B-type boned 자석용 분말의 제조방법 중 HDDR 처리를 이용한 자성 분말의 제조는 Nd-Fe-B-type 합금과 수소와의 반응성을 이용하여 초기의 조대한 결정립을 미세화시켜 고보자력을 부여하는 방법이다. Nd-Fe-B-type 재료의 HDDR 처리에 있어서, HDDR 처리조건을 적절히 조절하여 보다 더 균일하고 미세한 결정립을 얻을 수 있다면, 최종적인 재료의 보자력은 더욱 더 향상될 것이다. 본 실험실에서는 Sm_2Fe_{17} -type 재료에 2회 HDDR을 실시한 후 질화 처리시켜 만든 $Sm_2Fe_{17}N_x$ 가 1회 HDDR 처리한 후 질화 처리시켜 만든 $Sm_2Fe_{17}N_x$ 보다 더 높은 보자력(1회 처리시 : 12 kOe, 2회 처리시 : 19 kOe)이 나타나는 것을 확인하였고, 이는 반복 HDDR 처리에 의해 결정립이 보다 더 미세하고, 균일하게 재결합되어 나타나는 결과임을 확인하였다. 따라서 본 연구에서는 Nd-Fe-B-type 재료의 보자력 향상을 위하여 반복 HDDR 처리를 적용하고, 반복 처리한 재료의 수소화 및 분해특성과 보자력을 조사하였다.

2. 실험 방법

본 연구에서 사용된 Nd-Fe-B-type 합금의 조성은 Nd 15 at%, Fe 77 at%, B 8 at%로서 고순도 성분 금속을 유도 용해로를 이용하여 용해, 제조하였다. 제조된 합금의 조직과 조성을 균질화하기 위해서 1000 °C, Ar 가스분위기 중에서 3일 동안 annealing하였다. annealing한 합금을 약 100 μm 입도의 분말로 가공한 후에 HDDR 처리로에 장입하고, 분위기를 진공으로 하여 8.0×10^{-6} mbar의 진공으로 도달하게 하고, 이후 수소를 충전하여 1.3 bar의 압력이 유지되도록 하였다. 수소 분위기 중에서 7 °C/min의 승온 속도로 상온에서 750 °C를 향하여 가열하면서 수소화와 분해를 실시하고, 이어서 750 °C에서 일정 온도로 유지하면서 로의 분위기를 진공으로 전환하여 30 분 동안 탈가스와 재결합을 실시하였고, 이후 상온까지 로냉하였다. HDDR 처리를 반복하여 실시하는 경우에 있어서는 기본적으로는 첫 번째 HDDR 처리와 동일한 조건으로 실시하였고, 이후 보자력의 향상을 위하여 2차 HDDR에 있어서는 조건을 변경하여 실시하였다. annealing한 상태, 또는 HDDR 처리한 상태의 Nd-Fe-B-type 재료의 HD 특성을 알아보기 위해 수소 가스분위기에서 DTA와 TPA를 실시하였고, 상 분석은 XRD를 이용하였으며, 자기적 특성은 VSM을 이용하여 측정하였다.

3. 실험결과 및 고찰

Annealing상태의 Nd-Fe-B-type 재료와 반복 HDDR 처리한 재료의 수소화 및 분해 특성을 알아보기 위하여 1.8 bar의 수소분위기에서 승온 속도를 7 °C/min으로 하여 800 °C까지 승온하면서 DTA를 실시하였다. 그 결과는 Fig. 1에 나타내었다. Fig. 1에서 (a)는 annealing한 상태의 Nd-Fe-B-type의 재료이고, (b), (c), (d), (e)는 1회부터 4회까지 동일한 조건으로 반복 HDDR 처리한 재료의 DTA 결과이다. 그림에서 첫 번째 나타나는 peak는 수소화에 의한 발열 peak이고, 두 번째 나타나는 peak는 분해에 의한 발열 peak이다. 그림에서 알 수 있는 바와 같이 분해 온도는 annealing한 재료의 경우에 비하여 HDDR 처리한 경우가 50-60 °C 정도 낮게 나타나고 있다. 수소화 온도 역시 annealing한 재료의 경우에 비하여 HDDR 처리한 경우가 약 70 °C이상 낮아짐을 알 수 있다. 본 연구에서 주목할 것은 수소화에 따른 발열량이 annealing한 상태보다는 HDDR 처리한 경우가 낮아지며, 반복횟수가 4회 이상이 되면 발열 peak는 거의 관찰되지 않는다. 수소화에 따른 압력의 저하를 조사하는 TPA 결과에서는 4회 처리한 재료의 경우에도 수소의 흡수로 인한 상당한 압력의 감소가 확인되었으며, XRD 결과에서는 4회 처리한 후 matrix 와 phase는 Nd₂Fe₁₄B로 확인되었다. 현재로서는 4회 반복 HDDR 처리한 재료의 수소화에 따른 발열 peak가 나타나지 않는 이유를 정확하게 이해하지 못하고 있다. 본 연구에서는 또한 반복 HDDR 처리한 재료의 보자력 변화에 대한 연구 결과도 토의한다.

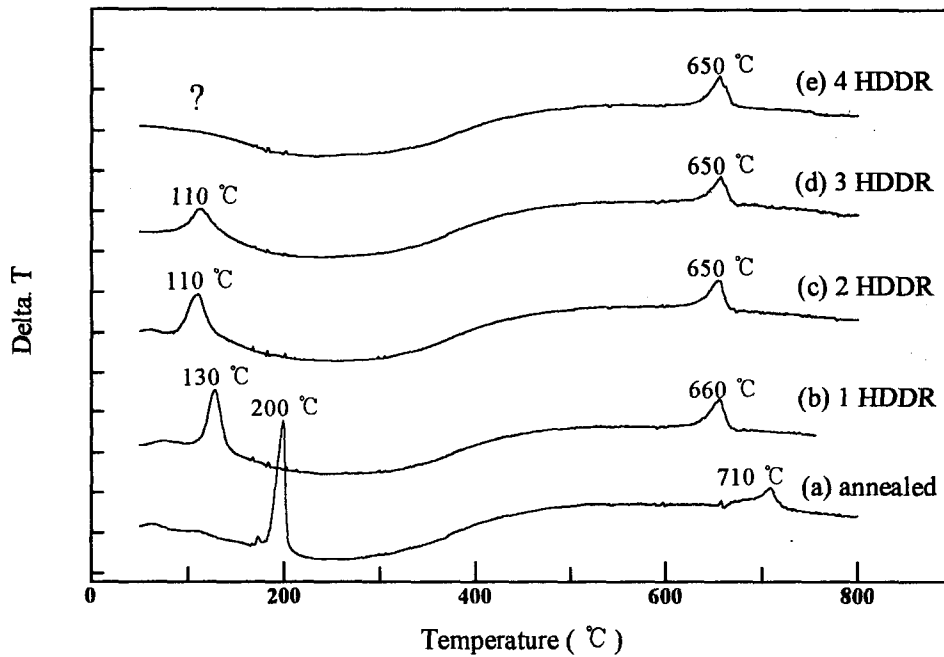


Fig. 1 DTA traces of the Nd-Fe-B-type materials under different condition.