V-3

d-HDDR법을 이용한 이방성 Nd-Fe-B 재료분말의 제조

부경대학교 신소재공학부
김정환, 권해웅

(Feasibility Study of *d*-HDDR for Preparation of Anisotropic Nd-Fe-B Powder)

School of Materials Science and Engineering, Pukyoung National University,
Busan, 608-739, Korea
J. H. Kim*, H. W. Kwon

1. 서론

수소의 흡수 및 분해를 이용하는 HDDR process는 조대한 결정립으로 구성되어 보자력을 보이지 않는 주조 상태의 Nd-Fe-B-type 합금을 미세한 결정립의 재료로 변환시켜 고보자력의 자성분말을 제조하는데 효과적으로 이용되고 있다. 특히, 수소화 단계 이후 분해 초기 단계에서의 낮은 수소 압력을 도입함으로써 분해 반응의 속도를 조절하여 재결합된 결정립이 모 결정립의 결정배향을 유지하도록 하는 소위 *d*-HDDR 기술이 개발되어 이방성 Nd-Fe-B 자성분말을 얻는 유용한 방법으로 기대를 모으고 있다. 본 연구에서는 합금의 조성과 첨가제, 그리고 분해 초기단계에 도입되는 수소 압력의 변화에 따른 이방성 및 자기적 특성의 변화를 조사하였다.

2. 실험방법

본 연구에는 아래의 Table.1에 나와 있는 3종류의 합금을 사용하였으며, 합금은 유도용해로를 이용하여 제조하였다. 제조된 합금 ingot는 Ar gas 분위기 하에서 1070 ℃에서 72시간 동안 균질화 처리를 하였다. 균질화 처리한 합금A, B, C ingot는 파쇄하여 직경이 약 0.5~1.0 mm 크기의 조대한 분말로 가공하였다. 이 분말은 반응로 내의 압력이 6×10^{-6} mbar의 진공도에 도달하게 한 후 350 ℃에서 1.0 kgf/㎠의 수소압을 도입하여 60 min 동안 유지한 후 7 ℃/min의 일정한 속도로 분해온도를 향해 가열되는 중에 수소화를 유도하였다. 이후에 분해 온도인 820 ℃에서 다양한 수소압(합금AB : H_2=0.1-1.0 kgf/㎠, 합금C : H_2=0.3-1.0 kgf/㎠) 분위기로 제어한 후 소정의 시간동안 분해를 유도하였다. 분해 실시 후 동일한 온도인 820 ℃에서 소정의 시간동안 분위기를 진공으로 하여 흡수된 수소를 탈 gas함과 동시에 분해상들 사이에서 재결합이 일어나도록 유도하였다. 균질화 처리한 합금A,B,C의 수소와의 반응성은 TPA와 DTA를 이용하여 분석하였으며, 상분석은 XRD(Cu-Ka)를 이용하여 확인하였고 미세조직은 SEM 및 TEM을 이용하여 조사하였다. *d*-HDDR 재료의 자기적 특성은 VSM (최대자장 15 kOe)을 이용하여 측정하였다.

Table.1. Chemical composition of the alloys (at %)

	Nd	Fe	B	Co	Ga	Zr
alloy A	15	77	8			
alloy B	12.6	81.4	6			
alloy C	12.6	68.7	6	11.0	1.0	0.1

3. 결과 및 고찰

A, B, C 합금들에 대한 DTA와 TPA를 이용한 수소반응성 조사 결과, Co, Ga, Zr등이 첨가된 합금 C는 그렇지 않은 합금A, B에 비하여 분해속도가 현저하게 느리므로 분해를 위해서는 높은 수소 압력과 온도 및 긴 시간이 필요하였다. Fig.1은 합금C의 수소 압력에 따른 보자력과 이방성의 정도(DoA)를 보여주고 있다. 합금C를 0.3 kgf/㎠의 비교적 낮은 분해 압력에서 분해시켰을 경우 분해가 완전하게 일어나지 못하여 분해 전 초기모상의 결정배향과 같은 이방성을 보이며, 또한 분해에 필요한 임계압력에 크게 미치지 못해 재결합 후 조대한 결정립의 형성으로 인해 보자력이 현저하게 낮았다. 그에 비해 충분히 높은 수소압력, 1.0 kgf/㎠으로 분해시킨 경우에는 재결합 단계에서 미세한 결정립이 형성되어 합금C의 보자력이 크게 향상되었다. 그러나, 높은 수소압력은 초기모상의 배향성을 잃게 하여 등방성을 보이는 원인이 된다. Fig. 2에서는 0.7 kgf/㎠의 수소압력에서 분해 후 재결합한 샘플의 Demagnetisation curve를 보여주고 있으며, 이 그림에서는 적절히 낮은 수소압력을 도입함으로써 고보자력을 얻을 수 있으며, 또한 DoA(자장방향과 평행한 방향(straight-line) 대 수직 방향(dot-lone)의 잔류 잔화 값의 비로서 나타내어지는 이방성의 정도)가 약 44 %인 이방성을 나타냄으로써 초기모상의 결정배향을 유지하는 이방성 자성 분말을 제조하는 것이 가능하다는 것을 보여준다.

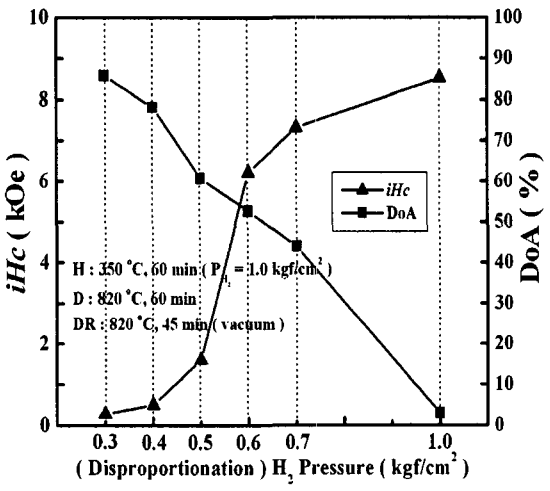

Fig. 1. Dependence of the magnetic properties of $Nd_{12.6}Fe_{68.7}B_6Co_{11.0}Ga_{1.0}Zr_{0.1}$(alloy C) powder on the hydrogen pressure.

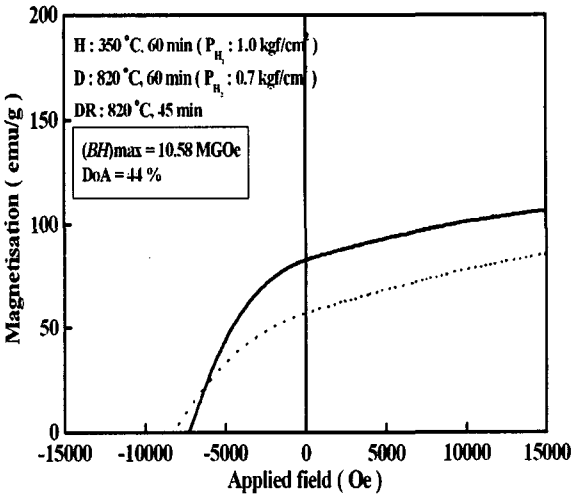

Fig. 2. Demagnetisation curve of magnetically easy (straight-line) and hard (dot-line) direction of $Nd_{12.6}Fe_{68.7}B_6Co_{11.0}Ga_{1.0}Zr_{0.1}$(alloy C) powder.