

B4

HDDR 처리한 $\text{Nd}_{16}\text{Fe}_{76-x}\text{B}_8\text{Zr}_x$ ($x = 0 - 2.0$) 합금의 이방성 및 자기적 성질에 관한 연구

부산수산대학교 재료공학과 권해웅*

Study on the anisotropic character and the magnetic properties of the HDDR processed $\text{Nd}_{16}\text{Fe}_{76-x}\text{B}_8\text{Zr}_x$ ($x = 0 - 2.0$) alloys

Department of Materials Science and Engineering,
The National Fisheries University of Pusan

H.W. Kwon*

1. 서론

Nd-Fe-B계 합금은 수소가스 중에서 적절한 온도로 가열처리하여 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 상을 Nd hydride, α -Fe 및 ferroboron으로 분해 (disproportionation) 하고, 이어서 분위기를 진공으로해서 탈 수소 (desorption) 및 재결합 (recombination) 시킴으로써 높은 보자력을 갖는 분말로 변환 될 수 있다 (1,2). 이러한 HDDR 분말의 높은 보자력은 재결합된 재료의 대단히 미세한 결정립 크기 (대표적 결정립 크기 : $\sim 0.3 \mu\text{m}$) 에 기인한다. 특히, Nd-Fe-B계 합금 중 Fe의 일부를 Zr, Ga, Hf 등으로 치환한 후 HDDR처리해서 얻은 분말에서는 이방성이 유도 된다 (3,4). 본 연구에서는 HDDR처리해서 얻은 $\text{Nd}_{16}\text{Fe}_{76-x}\text{B}_8\text{Zr}_x$ ($x = 0 - 2.0$) 합금분말의 입자 크기에 따른 보자력 및 이방성의 변화를 조사하고 HDDR분말의 이방성에 미치는 Zr첨가의 영향을 조사하였다.

2. 실험방법

Nd-Fe-B계 합금을 HDDR처리장치에 장입하고 rotary진공펌프를 이용, 10^{-2} mbar의 진공을 달성한 후 수소가스를 충전시켜 약 0.7 mbar의 압력이 유지되도록 하였다. 상온에서 합금시료의 수소화 처리 (hydrogenation) 를 마친 후 $10^\circ\text{C}/\text{min}$ 의 속도로 분해 (disproportionation) 온도인 810°C 로 시료를 가열하여 이 온도에서 2시간 동안 유지하였다. disproportionation과정이 완료될 때까지 수소가스의 압력은 0.7 mbar가 유지되도록 하였다. 2시간에 걸친 disproportionation과정이 끝난 후 rotary진공펌프를 이용, 탈수소 (desorption) 시키면서 동일한 온도에서 1시간 유지해서

분해상들 사이에 재결합 (recombination)을 유도하였다. HDDR처리한 재료는 pulveriser 및 ball mill로 분쇄하고, 표준체를 이용하여 분쇄된 분말의 입도를 구분하였다. 분말의 자기적 특성은 VSM을 이용, 측정하였으며 VSM측정 전 분말을 15 kOe의 자장 중에서 aligning시키고 wax로 bonding한 후 aligning방향 및 이와 수직인 방향으로 2nd quadrant demagnetisation curve를 측정하여 자기적 특성을 평가하였다. HDDR처리해서 제조한 분말 재료의 이방성은 aligning방향과 이에 수직인 두 방향에서 측정한 remanence값을 비교해서 아래의 식으로 주어지는 분말입자의 정렬도 (DoA) 로써 평가 하였다.

$$\text{Degree of Alignment (DoA)} = [Br_{(P)} - Br_{(T)}] / Br_{(P)}$$

$Br_{(P)}$: remanence along the aligning direction

$Br_{(T)}$: remanence along the direction perpendicular to the aligning direction

3. 실험결과 및 고찰

HDDR처리해서 얻은 $Nd_{16}Fe_{76-x}B_8Zr_x$ ($x = 0 - 2.0$) 합금분말은 10 - 12 kOe의 높은 보자력을 보였으며, HDDR처리 직후의 조대한 분말을 aligning 및 bonding한 후 aligning방향과 이에 수직인 방향으로 remanence값을 측정하여 비교한 결과, 상호간에 차이를 보이지 않아 ($DoA = 0$) 등방성 분말임을 확인할 수 있었다. 그러나, 분쇄에 의해 입자의 크기가 감소함에 따라서 두 방향에서 측정한 remanence값의 차이가 커지며 분말의 이방성이 크게 향상되는 것을 확인할 수 있었다. 또한, HDDR처리한 $Nd_{16}Fe_{76-x}B_8Zr_x$ ($x = 0 - 2.0$) 합금분말의 보자력은 분말입자의 크기가 감소함에 따라서 급격하게 저하됨을 확인할 수 있었다.

4. 참고문헌

1. T. Takeshita and R. Nakayama, 10th International Workshop on Rare Earth Magnets and Their Applications, Kyoto, Japan, 16-19 May, (1989), pp. 551-557
2. P.J. McGuiness, X.J. Zhang, X.J. Yin and I.R. Harris, *Journal of Less Common Metals*, 158, (1990), pp. 359-365
3. T. Takeshita and R. Nakayama, 11th International Workshop on Rare Earth Magnets and Their Applications, Pittsburgh, 21-24 October, (1990), pp. 49-71
4. P.J. McGuiness, C. Short, A.F. Wilson, and I.R. Harris, *Journal of Alloys and Compounds*, 184, (1992), pp. 243-255