

Nd-Fe(-Co)-B(-Ga-Zr)-type 합금의 HDDR특성 및 HDDR처리한 재료의 자기적 특성

부경대학교 재료공학과 강두인*, 손성우, 권해웅
한국과학기술연구원 금속연구부, 김윤배, 정원용

HDDR characteristics of the Nd-Fe(-Co)-B(-Ga-Zr)-type alloys and magnetic properties of the HDDR treated materials

Department of Materials Science and Engineering, Pukung National University,
D. I. Kang, S. W. Shon, H. W. Kwon
Division of Metals, KIST, Y. B. Kim, W. Y. Jeung

1. 서론

HDDR처리는 조대한 결정립으로 되어 있어서 경자성을 전혀 보이지 않는 구조상태의 Nd-Fe-B-type 합금을 미세한 결정립으로 구성된 재료로 변환시켜 고보자력의 재료를 얻는데 효과적으로 이용되고 있다. Nd-Fe-B 3원계 기본합금의 HDDR 분말재료는 자기적으로 등방성이지만, Zr, Ga, Hf, Co 등의 원소를 치환 혹은 첨가한 후 HDDR 처리해서 얻은 분말은 상당한 정도의 이방성이 보이며 그 크기는 첨가원소의 종류, 첨가 혹은 치환량, HDDR variables 등에 크게 의존하는 것으로 알려져 있다. 본 연구에서는 Nd-Fe-B 3원계 합금 및 이방성 향상을 위하여 합금 중 Fe의 일부를 타원소로 치환한 합금의 HDDR특성을 조사하였으며, 이들 합금을 HDDR처리한 후 재료의 자기적, 열자기적 특성을 조사하였다.

2. 실험방법

본 연구에서는 표1에 주어진 것처럼 3종류의 합금을 사용하였으며, 각 합금은 고순도의 성분금속을 유도용해로를 이용하여 용해, 제조하였다. 제조된 합금 ingot내에 존재하는 다량의 free iron을 제거하고 조직과 조성을 균질화하기 위해서 1000 °C, Ar가스분위기 중에서 합금 A와 B는 3일동안, 합금 C는 6일동안 annealing하였다. annealing한 합금은 직경 0.5 mm 크기의 분말로 가공한 후 HDDR처리로내에 장입하였다. 반응로내의 압력이 3×10^{-5} mbar의 진공도에 도달하게 한 후 수소를 도입하고(수소 압력 : 0.2 kgf/cm^2) 시료를 7 °C/min의 일정한 속도로 가열하였다. 상온에서부터 분해온도를 향해 가열되는 도중에 수소화 과정이 일어나고 분해온도에 도달하면 이 온도에서 소정의 시간동안 유지하여 분해가 완료되도록 처리하였다. 분해가 완료된 시료는 분위기를 진공으로 해서 흡수된 수소를 탈 gas함과 동시에 분해상들 사이에 재결합이 일어나도록 유도하였다. annealing한 합금의 수소와의 반응성은 TPA를 이용하여 조사하였으며 여러 가지 조건하에 있는 시료의 상분석은 XRD를 이용하여 확인하고 미세조직은 편광현미경 및 투과전자현미경을 이용하여 조사하였다. HDDR처리한 재료의 자기적 특성은 VSM을 이용하여 조사하였으며, 열자기적 특성은 Sucksmith-type balance를 이용하여 조사하였다.

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

	Nd	Fe	Co	B	Ga	Zr
alloy A	12.6	bal.		6		
alloy B	12.6	bal.		6		0.1
alloy C	12.6	bal.	11.5	6	1.0	0.1

3. 결과 및 고찰

각종 합금의 수소와의 반응성을 조사하기 위하여 시행한 TPA 결과에 의하면, Co, Ga, Zr 등을 함유하고 있는 합금 B 및 C는 합금 A에 비하여 수소화 온도가 현저하게 높으며, 이들 치환원소가 각종합금의 분해온도에 미치는 영향은 그다지 크지 않은 것으로 확인되었다. 재결합시간에 따른 HDDR처리재료의 보자력의 변화를 조사한 결과, 재결합 초기에 보자력은 최대값을 보인 후 재결합시간이 증가함에 따라 급격하게 감소하였으며 장시간으로 재결합시간이 더욱 길어지면 놀랍게도 감소된 보자력은 서서히 회복되어 첫 번째 최대치에 버금가는 높은 보자력을 보인 후 다시 감소하였다. 초기의 높은 보자력은 재결합에 의한 결정립의 미세화때문인 것으로 생각되며, 재결합시간이 충분히 긴 경우에 나타나는 높은 보자력의 회복은 재결합 시간이 길어짐에 따라 재결합된 결정립사이의 결정립계가 더욱 더 분명하게 형성되고 이 분명한 결정립계에 의해서 자구벽의 이동이 방해를 받을 가능성이 있기 때문인 것으로 추정된다.

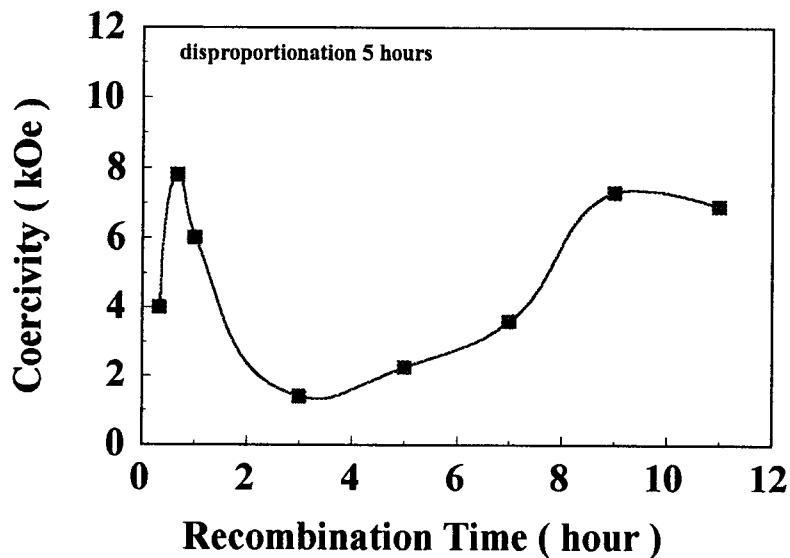


Fig. 1. Variation of the coercivity as a function of recombination time for the Nd-Fe(-Co)-B(-Ga-Zr) alloy