HDDR 처리한 Nd-Fe-B계 재료의 보자력의 재현성

김경민[1*], 권해웅[1], 이정구[2], 유지훈[2]
[1]부경대학교 재료공학과
[2]한국재료연구소

1. 서론

Nd-Fe-B계 영구자석은 우수한 자기적 특성으로 인하여 친환경자동차와 신재생에너지 분야에서의 사용이 확대되고 있으며 그 수요도 급증할 것으로 예상된다. 대부분의 Nd-Fe-B계 영구자석은 고밀도의 bulk 형태로 사용되지만 분말형태의 재료로 사용되는 경우도 대단히 많다. 고성능의 Nd-Fe-B계 영구자석 분말을 제조하는 가장 효과적인 방법중에 하나가 HDDR 공정이다. HDDR 공정은 Nd-Fe-B계 영구자석재료합금에 수소를 반응시켰다가 탈수소하는 간단한 공정이다. 이 공정으로 얻어진 분말은 대단히 미세한 결정립으로 구성되어 높은 자기적특성, 특히 높은 잔류자화와 높은 보자력을 보여, 이 공정으로 제조된 분말은 이미 상용화 되어 bonded 자석 등에 널리 응용되고 있다. HDDR 공정에서의 실질적인 어려움은 제조된 분말의 특성이 공정제어에 대단히 민감하여 특성의 재현성이 대단히 낮다는 점이다. 본 연구에서는 HDDR 처리한 Nd-Fe-B계 영구자석재료 보자력의 재현성과 HDDR 공정 변수와의 상관관계를 조사하였다.

2. 실험방법

strip cast한 $Nd_{12.5}Fe_{80.6}B_{6.4}Ga_{0.3}Nb_{0.2}$ 합금을 HDDR 처리분말제조에 사용하였다. HDDR 실시 전 이 합금에 대하여 사전 HD(hydrogen decrepitation; 수소파쇄)를 실시하고, 그 분말에 대하여 HDDR 처리를 시행하였다. 사전 HD(수소파쇄) 처리한 분말을 진공 중에서 가열하여 수소분해(disproportionation) 온도에 도달하는 즉시 수소를 도입하여 $Nd_2Fe_{14}BH_x$상의 분해를 유도하였다. 분해가 완료된 재료는 일반적인 탈수소(desoption) 및 재결합(recombination)과정을 통하여 HDDR 처리를 완료하였다. HDDR 처리한 재료의 보자력 재현성을 향상시키기 위하여 사전 HD(수소파쇄) 처리한 분말을 진공 중에서 가열하여 수소분해(disproportionation) 온도로 가열하는 도중 580 ℃ - 620 ℃ 온도 범위에서 소정시간 동안 진공 중에서 유지한 후 분해온도로 계속해서 가열하였다. 그 이후 공정은 일반적인 HDDR 공정과 동일하게 유지하여 수소분해 온도를 향하여 가열하는 도중 중간온도 범위에서 진공 중 유지시간이 HDDR 처리재의 보자력의 재현성에 미치는 영향을 정밀하게 조사하였다.

3. 결과 및 고찰

그림 1은 HDDR 처리시 사전 HD(수소파쇄) 처리한 분말을 진공 중에서 가열하여 수소분해(disproportionation) 온도로 가열하는 도중 중간온도 범위에서 진공 중 유지 처리하지 않는 기존의 HDDR 공정으로 처리한 재료의 보자력과 중간온도 범위에서 진공 중 유지 처리한 재료의 보자력 재현성을 비교하여 보여준다. 중간온도 범위에서 진공 중 유지 처리 유무를 제외하면 전체 HDDR 처리공정은 동일한 조건에서 실시하였으며, 동일 조건에서 3개의 시편을 제조하여 그 보자력의 재현성을 조사한 것이다. 그림에서 보는 바와 같이, 사전 HD(수소파쇄) 처리한 분말을 진공 중에서 가열하여 수소분해(disproportionation) 온도로 가열하는 도중 600 ℃ 에서 10분동안 진공 중에서 유지한 후 HDDR 처리를 실시한 재료의 보자력은 그 처리를 시행하지 않는 기존의 공정으로 제조한 재료의 비하여 보자력의 재현성이 크게 향상된다. 사전 HD(수소파쇄) 처리한 분말을 진공 중에서 가열하여 수소분해(disproportionation) 온도로 가열하는 도중 중간온도 범위에서 진공 중 유지 처리한 재료는 그 처리를 하지 않은 재료와 비교하여 HD(수소파쇄)후 잔류수소의 함량 및 수소 흡입 및

탈수소로 인한 미세균열의 발생 정도에 차이가 있을 것으로 생각 되며, 중간온도 범위에서 진공 중 유지 처리한 재료는 처리하지 않은 재료에 비하여 HDDR 반응 전 조직 및 반응의 균일성이 향상되고 그로 인하여 HDDR 처리한 최종 재료의 보자력 재현성이 향상되는 것으로 판단된다.

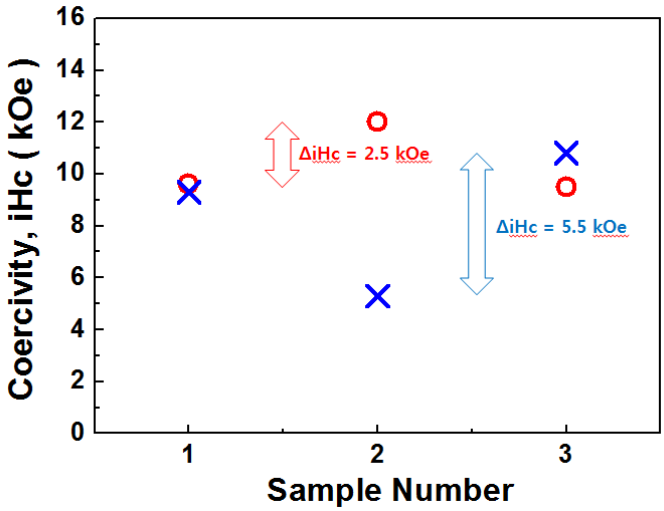

Fig 1. Comparison of reproducibility of coercivity for the Nd-Fe-B-type material treated with(O)/without(X) vacuum heating (600 ℃, 10 min) before HDDR treatment.