

HDDR 공정에서 수소압력 및 분위기에 따른 Nd-Fe-B계 합금분말의 이방화 특성에 관한 연구

유지훈^{1,*}, 김동환¹, 이상협^{1,2}, 최문희^{1,2}, 김양도², 권해웅³, 김병기⁴

¹한국기계연구원 부설 재료연구소 기능재료연구본부

²부산대학교 공과대학 재료공학부

³부경대학교 공과대학 신소재공학부

⁴울산대학교 공과대학 신소재공학부

1. 서론

고에너지적 Nd-Fe-B계 본드자석용 분말을 제조하기 위한 방법으로는 HDDR(Hydrogen-Disproportionation-Desorption-Reconmination)법 혹은 열간 Die upset 법 등이 제안되고 있으며, 이들 두 공정에 의하여 얻어지는 분말의 자기적 성능 및 양산성을 비교해 보면 전자의 경우 더 경제적인 잇점이 있는 것으로 알려져 있다[1-3]. HDDR법은 Nd-Fe-B계 합금을 이용하여 수소가스에 의한 합금의 수소화(Hydrogen-Disproportionation) 및 탈수소화(Desorption-Reconmination) 하는 과정을 거치면서 입자미세화 및 미세결정 이방화를 동시에 얻을 수 있는 방법으로써 각각 상변화단계의 반응속도를 일정한 속도로 균일하게 제어하는 것이 중요하다. 본 연구에서는 Nd-Fe-B 합금에 대하여 수소반응속도 제어에 따른 합금분말의 이방화 특성을 조사하기 위하여, 수소분해 및 탈수소화 과정에서 수소분압 및 분위기 변화에 따른 미세구조 자기적 특성을 평가하고, 미세구조 이방화를 개선하는 연구를 진행하였다.

2. 실험방법

사용된 모합금은 유도가열방식에 의해 $Nd_{12.5}B_{6.4}Ga_{0.3}Nb_{0.2}Fe_{bal}$ 조성의 합금인곳트로 제작되었고(Less Commen Metals Ltd/영국), 알콘분위기에서 $1000^{\circ}C \times 24$ hour 조건으로 균질화처리를 진행함으로써 주조시 형성된 α -Fe 편석을 제거하였다. 균질화처리된 모합금은 고진공 수소반응로를 이용하여 아래와 같은 조건의 HDDR 반응에 의하여 이방성 분말로 제조하였다.

500 μm 이하 크기로 분쇄된 모합금을 반응로에 장입하고, 반응로 초기진공도 2×10^{-5} torr 분위기에서 $810^{\circ}C$ 로 가열한 후, 수소화 반응 속도를 제어하기 위하여 고순도 수소를 0.15~1.0 atm의 압력범위로 변화시키면서 수소화 반응을 진행하였다. 이때 분위기는 진공, Ar+H₂ 혼합가스 그리고 H₂ flow의 세가지로 수행하였다. 또한, 탈수소화 과정에서 이방화 기구를 조사하기 위해 수소의 분압을 변화시켰으며 상기한 세가지 분위기 내에서 수행하여 미세한 결정이 형성되도록 하였다. 또한 상기 수소화 및 탈수소화 과정을 연속으로 수행함으로써 균질한 미세구조를 갖도록 하였다.

제조된 분말의 자기적 특성은 1.2T의 정렬자장으로 분말을 배향한 후, VSM을 이용하여 자장배향 방향으로 M-H 곡선을 측정하였고, 형성된 상과 미세구조는 각각 XRD 및 FE-SEM을 이용하여 분석하였다.

3. 실험결과 및 고찰

수소화 과정에서 초기 저온에서 수소처리를 한 시편의 경우, 초기 수소흡수를 통해 안정적인 상분해가 가능해짐으로 인해 이방화율이 증가하였으며, 따라서 각형성이 3.5% 개선됨을 확인하였다. 상분해 과정에서 다양한 분위기를 적용한 결과, 반응속도가 느릴수록 미세조직 이방화율이 증가함을 확인하였고, 안정적인 분해속도 제어를 위해서는 Ar+H₂ 혼합기체 조건보다 H₂ flow 조건이 훨씬 효과적임을 알 수 있었다. 반면 수소방출

과정에서는 반응속도가 빠를수록 미세조직 이방화율이 증가하는 것으로 나타났고, 효율적인 탈수소 및 재결합을 위해서는 Ar flow 조건이 적합함을 알 수 있었다.

이 과정에 대한 미세구조를 분석한 결과, 수소방출시에도 분해상은 그대로 유지되었고, a-Fe/Fe₂B 및 a-Fe/NdH_x 상이 균일한 라멜라 구조를 형성하고 있음을 확인하였다. 최종 재결합이 완료된 시편의 내부는 200-300 nm 크기의 미세결정립이 형성됨으로써, 우수한 보자력을 확보할 수 있었다.

한편 수소화 및 탈수소 과정을 반복처리한 시편의 경우, 더욱 미세하고 균질한 결정립이 형성됨으로써, 보자력과 이방화율이 동시에 향상되는 것으로 나타났다(그림 1).

4. 결론

HDDR 공정을 이용하여 이방성 Nd-Fe-B 합금분말을 제조함에 있어, 수소화 및 탈수소화 과정에서 압력 조건 및 분위기에 따른 자기적 특성을 조사한 결과, 수소화 과정에서는 초기 저온수소처리를 하고 H₂ flow 조건에서 반응속도를 느리게 하였을 때, 그리고 탈수소 과정에서 Ar flow 조건에서 반응속도를 빠르게 하였을 때 가장 우수한 이방화율을 나타내었으며, 상기 과정을 반복처리함으로써, 균질한 미세구조에 따른 보자력과 이방화율 향상을 얻을 수 있었다.

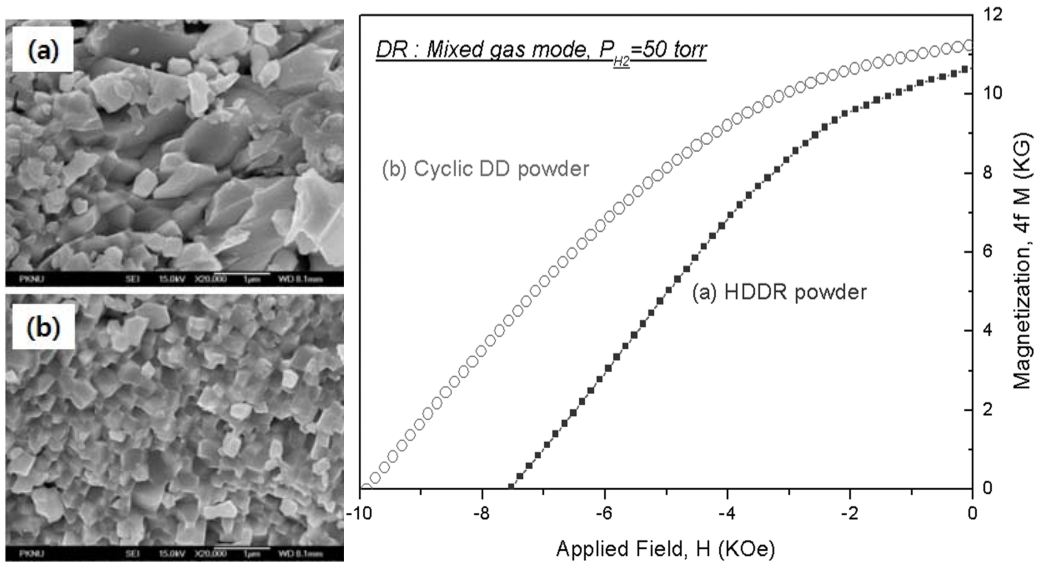


그림 1. 반복 수소화-탈수소화 처리한 Nd-Fe-B 합금분말의 미세구조 및 자기적 특성

참고문헌

- [1] N. Hamada, C. Mishima, H. Mitarai, Y. Honkura, IEEE Trans. Magn. 39 (2003) 2953.
- [2] O. Gutfleisch, K. Khlopkov, A. Teresiak, K.H. Muller, G. Drazic, C. Mishima, Y. Honkura, IEEE Trans. Magn. 39 (2003) 2926.
- [3] Y.Honkura, C.Mishima, N.Hamada, G.Drazic, O.Gutfleisch, Journal of MMM, 290-291 (2005) 1282

본 연구는 지식경제부 소재원천기술개발사업의 연구비 지원으로 수행되었습니다.