

# 수소반응속도가 Nd-Fe-B-Nb-Ga 합금의 미세조직과 자기특성에 미치는 영향

유지훈\*, 이상협, 김동환, 이동원, 김병기

한국기계연구원 부설 재료연구소 분말재료연구부, 경남 창원시 창원대로 531

## 1. 서론

최근 도요다 등과 같은 자동차업계에서 고출력이 요구되는 소형모터에 Nd계 희토류자석이 채용되기 시작하면서[1] Nd-Fe-B계 이방성분말을 제작하기 위한 여러 가지 연구들이 진행되고 있다[1-3]. 특히, HDDR(hydrogen-disproportionation-desorption-recombination)법은 분말의 입자미세화와 미세결정 이방화를 동시에 얻을 수 있는 방법으로써 현재 이들 이방성분말을 제작하는 가장 적절한 방법으로 주목받고 있으나, 현재까지의 연구결과로는 분말의 미세결정립계 및 표면에서 자기적인 결함을 완벽하게 제거하지 못하여 보자력 및 고온에서 자기특성이 불안정한 수준이다. 본 연구에서는 수소흡수에 의한 상분해 및 수소방출에 의한 재결합 반응시 수소 반응속도를 제어하여 자기특성을 개선하고자 하는 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), 알곤분위기에서  $1140\text{ }^{\circ}\text{C}\times 24\text{ hour}$  조건으로 균질화처리를 진행함으로써 주조시 형성된  $\alpha\text{-Fe}$  편석을 제거하였다. 균질화처리된 모합금은 수소반응로를 이용하여 다음과 같은 조건의 S-HDDR반응에 의하여 이방성 분말로 제조하였다.

500  $\mu\text{m}$  이하 크기로 분쇄된 모합금을 반응로에 장입하고, 반응로 초기진공도  $2\times 10^{-5}\text{ torr}$  분위기에서  $750\sim 850\text{ }^{\circ}\text{C}$  범위까지 가열한 후, 수소를 0.15~1.0 atm 범위로 주입하면서 상분해(disproportionation) 반응을 진행 하였고, 다시 동일 온도조건에서 진공 배기에 의하여 수소분압을 조절하여 반응속도를 제어하면서 재결합(recombination) 반응을 진행하여 미세한 재결정이 형성되도록 하였다. 또한, 이와 같은 S-HDDR 반응 후 분말에 형성된 미세크랙을 제거하고 분말의 형상을 개선하기 위하여 불의 크기 및 시간을 변경시키면서 불밀을 진행하였다.

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

## 3. 실험결과 및 고찰

Nd-Fe-B계 합금을  $700\sim 900\text{ }^{\circ}\text{C}$  온도범위에서 수소가스 분위기를 유지하면 모상의  $Nd_2Fe_{14}B + \text{Nd-rich}$ 는 수소를 흡수하면서  $\alpha\text{-Fe} + \text{Fe}_2\text{B} + \text{NdHX}$  으로 상분해가 일어나는데, 분해되는 반응속도를 제어함에 따라 최종적으로 얻어지는 분말의 미세구조와 이방화 정도를 제어할 수 있다. 본 연구에서는 상분해 과정에서 수소압력을 0.15 ~ 1.0 기압의 조건으로 변화시키며 제조된 분말의 자기특성을 조하여 보았으며, 그 결과는 그림 1과 같다. 그림에서 보는 바와 같이 수소분압이 감소함에 따라 잔류자속밀도가 직선적으로 증가하는 현상이 나타났는데, 이는 수소반응속도를 감소시킴에 따라 분해상의 반응이 균일하게 진행되면서 미세 결정립의 이방화 정도가 증가한 것에 기인한 것으로 판단된다. 한편, 수소분압을 0.15 기압까지 감소시키면 상분해가 완전히 진행되지 못하고 미반응된 조대한 입도의 분말이 얻어져 자기특성이 저하하는 현상이 나타났다

균일한 미세조직으로 상분해된 분말을 이용하여 분위기를 수소→진공으로 전환시킴으로서 수소방출에 의한 재결합 과정시 진공배기 제어에 의해 재결합 속도변화가 자기특성에 미치는 효과를 조사한 결과, 재결합 반응속

도 제어가 입자의 이방화 및 잔류자속밀도를 향상시키는데 중요한 변수로 작용함을 확인 하였다. 또한, 상분해-수소 방출 공정을 반복적으로 실시함에 따라 얻어지는 자기특성의 변화를 검토한 결과 그림 2과 같다. 상분해-수소 방출 공정을 반복적으로 실시하면 300~500 nm 크기의 균일한 결정립이 얻어졌으며 보자력을 향상시키는데 효과적임을 알 수 있었다.

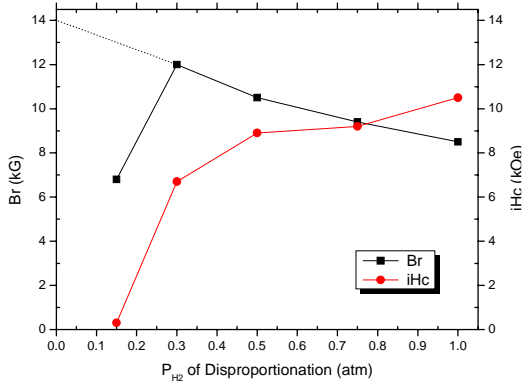


Fig.1 Variation of Br and iHc depending on  $H_2$  pressure on disproportionation reaction.

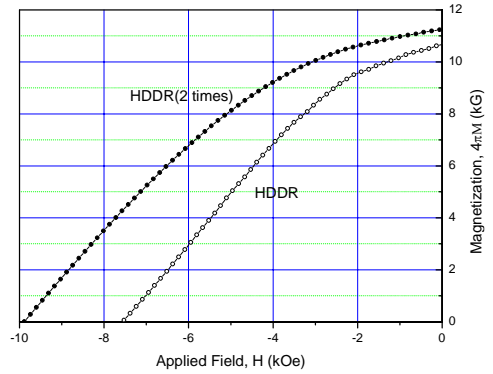


Fig.2 The effect of cyclic disproportionation-desorption reaction.

#### 4. 결론

$Nd_{12.5}B_{6.4}Ga_{0.3}Nb_{0.2}Fe_{bal}$  조성의 합금을 이용하여 상분해 및 재결합 과정에서 반응속도 제어에 따른 자기특성의 변화를 조사한 결과, 반응속도를 감소시킬 수 록 입자의 이방화정도 및 잔류자속밀도가 증가하였고, 상분해-수소 방출공정을 반복적으로 실시하면 미세구조를 보다 균일하게 제어가 가능하여 보자력이 증가하였다.

#### 5. 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.