

B 14

Nd-계 영구자석의 High Energy Ball Milling 의 분쇄기구에 관한 연구

(주)럭키금속 기술연구소 유충식*, 김대수, 이은덕, 김배근

A Study on the Mechanism of High Energy Ball Milling of Nd-based permanent magnet

Lucky Metals Corp.
Research & Development Center

C. S. YOON*, D. S. KIM
E. D. LEE, B. K. KIM

1. 서론

Nd-계 영구자석의 제조기술은 크게 분말야금법과 Melt Spinning Technique 으로 대별할 수 있다. 분말야금법에 의한 제조방법은 합금 Ingot 의 제조, 파.분쇄, 자장중 성형 및 소결, 열처리 등으로 이루어진다. Nd-계 소결자석에서 분말야금법으로 분말을 제조할 때 분말 제조기술은 소결체의 Microstructure를 결정하는데 중요하며 자기적 특성도 분말제조에 의존하게 된다. 일반적으로 Nd-계 합금분말은 2-10 μm 의 평균입도를 가지도록 조정하는데, 이때에 분말의 입도분포가 중요하게 된다. 즉, 강자성상인 Nd₂Fe₁₄B 와 액상 소결을 촉진하며 소결체의 보자력을 갖게하는 비자성상인 Nd-rich 상 그리고 B-rich 상등의 Phase Distribution 이 분말제조방법에 의존하게 된다. 그런데, 분말을 Conventional Ball Mill 또는 High Energy Ball Mill에 의해서 분쇄하는 경우에 초기합금 Ingot 의 상의 분포가 불균일하고, 분쇄된 이후에도 상이 균일하게 Mixing 되지 않게 된다. 또한, 분쇄를 2-10 μm 이하로 할수록 산화되기 쉽기 때문에 영구자석을 제조하기가 어렵다고 알려져 있다. 한편, Y. Bogatin (1) 에 의하면 효과적으로 자기적 특성을 나타내는 평균입도는 2 μm 이며, 분말표면에 화학적으로 불균일한 상의 zone 이 형성되며 그 이하로 분쇄되는 경우에는 이 화학적으로 불균일한 zone 이 파괴되어 자기적 특성이 급격히 감소하게 된다고 보고하고 있다. 그러나, 분쇄기구 및 분쇄에 따라서 분말에 도입되는 상의 양상에 관해서는 알려져 있지 않다. 본 연구는 Nd-계 영구자석재료에서 High Energy Ball Mill을 사용하여 분쇄할 때의 분쇄기구 및 분말에 도입되는 상의 양상에 관해서 조사하고 그에 따른 자기적 특성을 조사하였다.

2. 실험방법

Nd₁₆Fe₇₆B₈ 의 조성을 갖는 합금을 분말야금법에 의해서 영구자석으로 제조하였다. 합금 Ingot을 Jaw Crusher로 210 μm 이하로 파쇄하고 Planetary Ball Mill 과 Stainless Steel Ball 을 이용하여 습식으로 평균입도 1-6 μm 의 분말을 제조하였다. 이를 15 kOe의 자장으로 입자를 배열해서 0.5 ton/cm² 의 압력으로 성형한 후, Ar 분위기중에서 1080-1100 C 에서 1 시간동안 소결한 후 600 C 에서 1 시간동안 열처리 하였다.

분말의 평균입도는 Fisher Sub-Sieve Sizer 로 측정하였고, 분쇄에 따라서 분말에 도입되는 Nd₂Fe₁₄B 상의 양상을 관찰하고, 잔류응력의 도입을 간접적으로 측정하기 위해서 Mo Target을 사용하여 X-ray diffractometer 로 측정하였다.

또한, Auger Spectroscopy 를 이용하여 분쇄에 따라서 분말에 도입된 상의 Morphology 를 관찰하였다. 제조된 영구자석은 Vibrating Sample Magnetometer 을 이용하여 자기이력곡선으로부터 자기특성을 조사하였다.