

메카노 케미칼 공정에 의한 극미세 Nd-Fe-B계 합금분말의 제조
 Synthesis of nano sized Nd-Fe-B based alloy powder by mechano-chemical process

한국기계연구원 최철진*, 박규섭, X.L.Dong, 김병기

1. 서론

최근 전자통신, 기계부품의 소형화, 고성능화에 따라 자기적 특성이 우수한 Nd-Fe-B계 자석의 수요가 급증하고 있다. 현재 Nd-Fe-B계 자석은 급냉응고법 및 잉고트파쇄법이 상용화되고 있으나, 각각 성형공정의 어려움, 분쇄공정의 오염가능성 등으로 인해, 고성능의 Nd계 영구자석의 제조에 어려움이 있다. 따라서 본 연구에서는 상기 두 공정에 필수적인 분쇄공정을 생략할 수 있으면서 나노구조를 갖는 분말제조가 가능한 새로운 분말제조공정인 메카노케미칼공정을 Nd-Fe-B계 영구자석 분말제조공정에 도입하여 개발가능성을 탐색하고자, 공정변수에 따른 분말의 미세조직 및 상변화과정을 고찰하고자 하였다.

분말가
 분말가

2. 실험방법

분말을 제조하기 위해 먼저 Nd 금속염(Nd(NO₃)), Fe 금속염(FeCl₃) 및 보론산(H₃BO₃)으로 구성된 혼합수용액을 용기온도 150~250°C, 노즐의 회전속도 8000~15000 rpm, 혼합수용액 공급속도 5~15 ml/min의 조건으로 스프레이 드라이하여 시초분말을 만들었다. 이렇게 제조된 시초분말을 탈염처리, 수소 분위기하에서의 환원처리, Ca 분말과 혼합하여 성형한 후 아르곤 분위기에서 환원처리공정 및 세척공정을 통해 Nd₂Fe₁₄B의 단일상을 갖는 분말을 제조하였다. 각각의 공정에서 온도 및 시간을 변화시켰을 때의 분말특성의 변화를 XRD, 주사 및 투과현미경으로 분석하였다.

150
 500
 1000
 1500
 2000
 2500
 3000
 3500
 4000
 4500
 5000
 5500
 6000
 6500
 7000
 7500
 8000
 8500
 9000
 9500
 10000
 10500
 11000
 11500
 12000
 12500
 13000
 13500
 14000
 14500
 15000

3. 결과 및 고찰

스프레이 드라이공정으로 얻어진 시초분말은 비정질상태였으며, 탈염공정후에는 Nd 산화물과 Fe 산화물의 결정상으로 이루어져 있었다. 또한 이 분말을 수소 분위기에서 600°C 이상의 온도에서 환원처리하면 Fe 산화물은 환원이 되고, Ca 입자를 첨가, 혼합한 후 Ar 분위기에서 1000°C 이상의 온도에서 환원처리하면 Nd 산화물은 환원, 확산되어 Nd₂Fe₁₄B상을 형성하였다. 이러한 스프레이 드라이, 탈염공정, 수소 및 Ca환원공정단계로 이루어진 메카노 케미칼공정에 의해 제조된 분말은 20nm 이하의 매우 미세한 Nd₂Fe₁₄B상의 결정립 및 1 μm 이하의 분말 크기로 이루어져 있었다. 따라서 이 공정에 의해 제조된 분말을 본드 및 소결 자석용으로 활용할 경우 새로운 고성능의 영구자석을 제조할 수 있을 것으로 판단된다.

4. 참고문헌

1) M. Sagawa, J. Japan Soc. Powder and Powder Met., 46(5) (1999) 457
 2) Y. Kaneko, K. Majiima, S. Kastuyama, and H. Nagai, J. Japan Inst. Metals, 57(4) (1993) 470

9-10714
 100-12282
 Washing process
 M.P.
 32
 via