

## 분무 건조와 환원-확산 공정에 의한 Nd-Fe-B 분말의 합성과 자기적 특성 (Synthesis and Magnetic of Nd-Fe-B powders by Spray-Dry and Reduction-Diffusion processes)

한국기계연구원 박병연\*, 김정환, 최철진, 김병기

### 1. 서론

Nd-Fe-B계 영구 자석의 개발 이후 여러 방법으로 자기적 특성이 우수한 영구 자석을 제조하기 위한 연구가 진행되고 있으며, 현재 환원-확산법과 급랭 응고법이 일반적인 제조방법으로 사용되고 있다.

본 연구에서는 에너지 적으로 유리한 환원-확산법에 분무 건조를 도입하여 이 공정의 단점을 수정·보완하여 우수한 자기적 특성을 가지는 Nd-Fe-B계 영구 자석의 개발을 위한 공정의 변화를 통하여 이에 따른 자기적 특성의 변화를 관찰·분석하여 공정의 개선을 꾀하였다.

### 2. 실험방법

Nd-Fe-B계 영구 자석의 합성은 다음과 같은 단계로 이루어졌다.

$Nd_{15}Fe_{77}B_8$ 를 합성하기 위하여  $Nd(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$ ,  $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ ,  $H_3BO_3$ 를 화학양론적인 비율로 칭량하여 이온이 제거된 물에 용해하여 챔버 온도 250°C, 노즐회전 속도 15000rpm의 조건하에서 분무건조하여 균일한 조성을 가지는 미세한 초기 입자를 얻을 수 있었다.

이를 대기 분위기, 900°C에서 열처리하여 Cl, N 등의 불필요한 가스를 제거한 후 불밀링처리를 하였다. 이후  $H_2$  분위기 하에서 800°C에서 2시간 유지하여 산화물을 감소시켰다.

수소환원된 분말을 칼슘과 혼합하여 Ar과  $N_2$  분위기에서 각각 1000°C에서 3시간 동안 열처리한 후 불밀링을 실시하여 분쇄하여 반응성을 향상시켰다.

이 분말을 수세 처리하여 CaO를 제거한 후 이를 진공상태에서 건조하여 최종적으로  $Nd_2Fe_{14}B$  분말합금을 제조하였다.

### 3. 결과 및 고찰

$Nd_{15}Fe_{77}B_8$ 를 목표조성으로 하여 각 단계별 공정을 거친 후 형성되는 상들을 분석한 결과 분무건조, 탈지 및 수소 환원 과정은 실험의 반복에 따른 결과값의 변화가 미비하였다.

칼슘 환원시 분위기를 가스를 Ar과  $N_2$ 로 각각 변화시켜 가스에 의한 미세 구조 및 자기적 특성의 변화를 분석·비교하였다.

수세 후 회수된 분말은  $Nd_2Fe_{14}B$  주상과 CaO가 공존하는 형태로 존재한다.

여기서 CaO를 제거하기 위한 수세 과정이  $Nd_2Fe_{14}B$ 계 영구자석의 자기적 성질에 가장 많은 영향을 끼치는 것으로 사료되어 수세 전 불밀링의 추가나 수세 시 첨가제의 첨가 등을 통한 공정을 변화시켜 이때의 미세 구조 및 자기적 특성의 변화를 분석하였다.

특히 불밀링 추가시 동일 시료의 경우 보자력(Hc)은 10%의 감소를 가져왔지만 자속 밀도(Bm) 값이 약 두 배 정도의 증가를 가져와 최대자기에너지적(BH<sub>max</sub>)의 향상을 가져왔다.

특히 불밀링의 추가시 용매와의 반응을 향상시켜 수세기 소요되는 시간을 현저히 감소시킬 수 있었다. 하지만 이 과정만으로는 CaO를 완전히 제거하기는 힘들었다.

CaO를 보다 효과적으로 제거하기 위하여 첨가제로 초산을 사용한 경우 Ca의 양은 현저히 감소시킬 수 있었으나 자기적 특성은 오히려 저하되었다. 이는 초산에 의해 자기적 특성을 갖는 원소의 일부가 같이 제거되는 것으로 사료된다.

따라서 다른 원소들에 영향을 주지 않으면서 효과적으로 CaO를 제거할 수 있는 방안의 모색이 필요하다.