

분무 건조와 R-D공정에 의한 Nd-Fe-B 분말이 합성과 자기적 특성 (Synthesis and Magnetic of Nd-Fe-B powders by Spray-Dry and Reduction-Diffusion processes)

한국기계연구원 박병연*, 최철진, 김병기

1. 서론

희토류계 영구자석은 높은 생산 비용에도 불구하고 우수한 자기적 특성으로 인해 현재 산업 전반에 널리 사용되고 있다. 우리는 비용절감 측면에서 유리한 R-D공정에 분무 건조 공정을 도입하여 R-D공정의 단점을 수정·보완하여 미세한 초기분말을 생산하였다.

이 미세한 초기분말은 최종 분말의 크기에도 영향을 미치며 여러 공정의 변화를 통해 우리가 원하는 자기적 특성을 얻을 수 있을 것이다. 우리는 여기서 공정의 변화 따른 자기적 특성의 변화를 관찰·분석하여 공정의 개선을 꾀하였다.

2. 실험방법

Nd-Fe-B계 영구 자석의 합성은 다음과 같은 단계로 이루어졌다.

기본 조성 $Nd_{15}Fe_{77}B_8$ 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 용해하였다.

이 수용액을 챔버 내부온도 130℃, 노즐회전 속도 15000rpm의 조건하에서 분무 건조하여 균일한 조성 및 크기(10~50 μm)을 가지는 미세한 초기 입자를 얻을 수 있었다.

분무 건조를 통해 얻어진 분말은 대기 분위기, 900℃에서 2시간동안의 열처리를 통하여 Cl, N등의 불순물 제거와 입자 미세화를 꾀할 수 있었다. 이 과정에서 여러 조성의 산화물(Nd_2O_3 , Fe_2O_3)을 형성된다. 이 분말을 불 밀링처리(20시간)를 한 후, H_2 분위기 하에서 800℃에서 2시간 유지하여 산화물을 감소시켰다.

수소 환원된 분말을 칼슘과 혼합하여 Ar분위기, 1000℃에서 3시간 동안 열처리한 후 ball milling을 실시하여 미세한 분말로 분쇄하여 반응성을 향상시켰다.

이 분말을 증류수에서 수세 처리하여 CaO 및 Ca를 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 결과 값의 변화는 미비하였다.

칼슘 환원 시 분위기 가스를 Ar과 N_2 로 각각 변화시켜 가스에 의한 미세 구조 및 자기적 특성의 변화를 분석·비교하였다.

가장 많은 자기적 특성에 영향을 미치는 부분은 수세부분으로 현재 가장 중심으로 실험하고 있는 부분이기도하다.

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

여기서 CaO를 제거가 가장 중요하며 수세 전 ball milling 공정의 추가나 수세 시 첨가제의 첨가 등을 통한 공정을 변화시켜 이때의 미세 구조 및 자기적 특성의 변화를 분석하였다.

Ball milling 시간은 0h, 3h, 5h, 10h, 20h로 변화시키고 이에 따른 미세조직 및 자기적 특성의 변화를 관찰하였다.

특히 ball milling 추가 시 동일 시료의 경우 약간의 보자력(H_c)의 감소를 가져왔지만 자속 밀도(B_m) 값이 약 두 배 정도의 증가를 가져와 최대 자기 에너지적(BH_{max})이 크게 향상되었다.