

칼슘환원공정에 따른 Nd-Fe-B분말의 자기적 특성의 변화 (The magnetic property improvement of Nd-Fe-B magnet powder by Ca-reduction process)

한국기계연구원 박병연*, 김성덕, 최철진, 유지훈, 김병기,
부산대학교 박용호

1. 서론

Nd-Fe-B계 영구자성체는 희토류 금속과 천이금속의 합성에 의한 금속 조직의 미세한 결정 집합체이다. 이 합금의 각 미세 결정 입자들 간의 강한 상호교환작용에 의한 결정자화의 정렬로 등방성 자석임에도 불구하고 높은 자기적 특성을 가진다. 이러한 특성에 기인하여 높은 생산 비용에도 불구하고 우수한 자기적 특성으로 인해 현재 산업 전반에 널리 사용되고 있다.

본 연구에서는 비용절감 측면에서 유리한 환원-확산공정에 분무 건조를 도입하여 환원-확산공정의 단점을 수정·보완하여 초기분말을 생산하였다. 초기분말의 크기는 환원 온도와 환원 시간뿐만 아니라 최종 결정입자의 크기 및 미세구조를 변화시켜 자기적 특성에 영향을 미친다.

본 연구에서는 칼슘환원공정 및 수세공정의 변화 따른 미세구조 및 자기적 특성의 변화를 관찰·분석하여 우수한 특성을 가지는 분말을 생산하고자 하였다.

2. 실험방법

초기 합성원료인 $Nd(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$, $Fe(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$, H_3BO_3 를 화학양론적으로 칭량하여 증류수에 용해하여 분무 건조하였다.

분무 건조를 통해 얻어진 분말은 대기 분위기, $750^\circ C$ 에서 열처리하여 불필요한 가스들을 제거한 후 불 밀링 처리하여 분말의 미세화를 꾀하였다. 이후 H_2 분위기, $800^\circ C$ 에서 유지하여 산화물의 감소 및 수소의 침입에 의한 입자의 미세화를 꾀하였다.

수소 환원된 분말을 일정량의 칼슘과 혼합한 후 온도를 변화시키며 Ar분위기에서 환원 처리하였다. 칼슘환원 시 형성되는 CaO는 수세 공정을 통하여 제거되어 최종적으로 $Nd_2Fe_{14}B$ 분말을 합성하였다.

최종 분말들은 XRD, SEM, VSM을 사용하여 미세구조 및 자기적 특성을 측정하였다.

3. 결과 및 고찰

칼슘환원 공정의 단순화 및 온도의 변화를 통하여 $900^\circ C$ 에서 가장 우수한 자기적 특성을 나타내었으며 최종적으로 $1\mu m$ 이하의 미세한 분말을 생산할 수 있었다.

CaO의 효과적인 제거를 위하여 수세 공정의 개선(염화암모늄 및 에탄올 등의 첨가)을 꾀하였다. 수세 공정의 변화로 CaO의 함량을 현저히 저하시킬 수 있었으나 자기적 특성은 감소하는 경향을 나타내었다. 이에 대한 다양한 고찰이 필요하다.

본 연구는 산업자원부 민군겸용기술사업의 연구비 지원으로 수행되고 있습니다.