

TCP법으로 제조한 나노결정형 Nd-Fe-B 분말의 특성조사
(Properties of nano-structured Nd-Fe-B powders synthesized by TCP)

선문대학교 이대훈, 장태석
 기계연구원 최철진, 김병기

현대의 영구자석들은 Alnico 주조자석을 제외하고는 모두 자성분말을 이용한 분말야금학적 인 소결자석 또는 본드자석 형태로 제조된다. 따라서 자성분말의 형상, 크기, 입도, 순도, 조성 등이 자석의 자기적 특성을 우선적으로 결정하며, 이러한 구조적, 화학적 인자들은 영구자석의 고성능화를 위해 자성분말 또는 결정립이 초미세화 함에 따라 자기 특성을 결정하는 더욱 중요한 요소로 작용하고 있다. 그러므로 이들 인자와 자기적 특성간의 상관관계를 정확히 규명하고 보다 잘 이해하는 것이 극대화된 자기 특성을 갖는 나노결정형 자성체를 개발하는데 절대적으로 필요하다. 본 연구에서는 최적의 나노결정형 Nd-Fe-B계 자성분말을 개발하기 위하여, 열화학공정(Thermo-Chemical Process)을 이용하여 나노결정질 Nd-Fe-B 자성분말을 제조하고, 이들의 공정변화에 따른 구조적, 화학적 인자들과 자기특성과의 상관관계를 조사하였다.

조성이 $Nd_2Fe_{14}B$ 와 $Nd_{15}Fe_{77}B_8$ 인 Nd-Fe-B 자성분말을 spray drying, ball milling, H₂ reduction, Ca reduction, washing을 포함하는 열화학적인 방법(TCP)으로 제조하였다. 이들 입자들의 형상 및 입도를 TEM과 SEM으로 관찰하였으며, EDX와 XRD(Cu K α) 분석을 이용하여 상 변화 및 순도 등을 조사하였다. 자기특성은 최대인가자장 20 kOe인 VSM을 이용하여 측정하였다.

제조된 분말의 형상을 SEM으로 관찰한 결과, 전반적으로 구형의 형태를 유지하고 있었다. 또한 TEM 분석 결과, 목표조성이 $Nd_2Fe_{14}B$ 인 분말은 거의 비정질상태인 것으로 나타났는데, 이는 Fe가 primary phase로 형성될 가능성이 큰 이 조성의 분말에서 결정화가 이루어질 수 있는 요건이 충분히 갖추어지지 않았기 때문인 것으로 보인다. 그러나 목표조성이 $Nd_{15}Fe_{77}B_8$ 인 분말의 경우, ball milling 전에는 nm 크기의 미세입자들과 함께 길이가 1 μm 를 상회하는 장방형 입자들이 종종 발견된 반면, ball milling 후에는 10 nm 이하의 미세한 결정립들이 발견되었으며, 이들 미세 결정립들의 경계에서는 Nd-rich 상과 같은 결정립상을 거의 발견할 수 없었다. XRD 분석 결과, 이들 분말은 대부분 강자성 $Nd_2Fe_{14}B$ 상으로 이루어진 것을 알 수 있었다. 전반적으로 자기적 특성은 아직 기대치에 미치지 못하였고, 목표조성이 $Nd_2Fe_{14}B$ 인 분말은, TEM 분석결과에서도 예견할 수 있듯이, 그 특성이 더욱 열등하였다. 그러나, 보자력은 조성에 관계없이 ball milling하지 않은 것이 더 높게 나타나는 경향을 보였는데, 이는 ball milling에 의해 결정립들이 단자구 크기 이하로 지나치게 미세화되기 때문인 것으로 생각된다.