

TCP법으로 합성된 나노결정형 Nd<sub>15</sub>Fe<sub>77</sub>B<sub>8</sub> 분말의 특성 조사(Properties of Nano-Crystalline Nd<sub>15</sub>Fe<sub>77</sub>B<sub>8</sub> Powders Synthesized by TCP)

선문대학교 재료화학공학부 이 대 훈\*, 장 태 석  
한국기계연구원 최 철 진, 김 병 기

## 1. 서론

현대의 영구자석들은 Alnico 주조자석을 제외하고는 모두 자성분말을 이용한 소결자석 또는 본드 자석 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.

## 2. 실험방법

목표조성이 Nd<sub>15</sub>Fe<sub>77</sub>B<sub>8</sub>인 Nd-Fe-B 자성분말을 spray drying, ball milling, H<sub>2</sub> reduction, Ca reduction, (ball milling), washing을 포함하는 열화학적인 방법(TCP)으로 제조하였다. 이들 입자들의 형상 및 입도를 SEM과 TEM으로 관찰하였으며, DTA, EDX, XRD(Cu K $\alpha$ ), ICP 분석을 통하여 상 변화 및 순도 등을 조사하였다. 자기특성은 최대인가자장 15 kOe인 VSM을 이용하여 측정하였다.

## 3. 결과 및 고찰

목표조성이 Nd<sub>15</sub>Fe<sub>77</sub>B<sub>8</sub>인 자성분말을 TCP법을 이용하여 제조한 결과, 분말의 주요상은 강자성 Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B였으며, 수세공정시 미처 제거되지 않은 소량의 CaO가 잔존하는 것을 알 수 있었다. 수세공정 전 불밀링을 20 시간동안 실시한 후 불밀링을 하지 않은 분말과 비교한 결과, 큰 상변화는 발견할 수 없었다. 그러나 이들 분말을 SEM으로 관찰한 결과, 전반적으로 불밀링을 실시한 분말의 입자 크기 분포가 상당히 불균일한 것에 반하여 불밀링을 하지 않은 분말은 대략 3 - 4  $\mu$ m의 균일한 입자 크기 분포를 나타냈다. 불밀링을 하지 않은 분말을 TEM으로 관찰한 결과, Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B 입자 주위에 CaO와 Nd-rich 상이 공존하는 것을 발견할 수 있었다. 한편 이들 분말에 대한 화학분석 결과, 불밀링을 한 분말의 경우 Nd와 Ca 함량이 각각 29.4 wt.%와 7.48 wt.%인데 반해, 불밀링을 하지 않은 분말은 Nd 함량(26.7 wt.%)이 낮은 대신 Ca 함량(9.87 wt.%)이 더 높게 조사되었다. 이것은 수세공정 전 불밀링을 하면 잔류 Ca의 제거에 도움이 됨을 시사하는 것이다. 그럼에도 불구하고 두 분말 모두 Ca 함량이 전반적으로 높게 검출됨으로서, 자기특성이 저하될 수 있음을 예측할 수 있었다.

수세공정 전에 불밀링을 하지 않은 분말의 자기특성은  $iH_c = 3.26$  kOe,  $B_r = 2.63$  kG이었으며, 20 시간동안 불밀링을 거친 분말의 경우는  $iH_c = 1.38$  kOe,  $B_r = 5.95$  kG였다. SEM과 TEM 관찰에서 예상한 대로 불밀링을 하지 않은 분말이 균일한 입자크기 분포와 Nd-rich 상의 존재로 인해 불밀링 한 분말보다 더 높은 보자력을 나타내었으며, 수세공정의 개선을 통하여 Ca 함량을 더 떨어뜨릴 경우, 이 보다 높은 자기특성을 얻을 수 있을 것으로 기대된다.

#### 4. 결론

TCP법을 이용하여 목표조성이  $Nd_{15}Fe_{77}B_8$ 인 분말을 제조할 경우 수세공정 전의 불밀링 유무에 관계없이  $Nd_2Fe_{14}B$ 가 주요상으로 존재하는 분말을 얻을 수 있었으며, 불밀링을 하지 않은 경우, 균일한 분말 크기 분포와  $Nd_2Fe_{14}B$  입자 주위에 Nd-rich 상이 존재함으로 인하여 불밀링을 거친 분말보다 높은 보자력을 나타내었다.

#### 5. 감사의 글

본 연구는 2001년도 민군겸용 기술사업(01-IT-MP-07)의 지원에 의해서 수행되었으며, 이에 감사드립니다.

#### 6. 참고문헌

- 1] C.S. Herget; Metal. Powd. Rep. 42, 1987, p 438.
- 2] S. Ram and J.C. Joubert; Appl. Phys. Lett. 61, 1992, p 613.
- 3] E. Claude, S. Ram, I. Gimenez, P. Chaudo, D. Boursier, and J.C. Joubert, IEEE Trans. Magn. 29, 1993, p 2767.
- 4] J.H. Lin, S.F. Liu, Q.M. Cheng, X.L. Qian, L.Q. Yang, and M.Z. Su; J. Alloys Compounds 249, 1997, p 237.
- 5] C.J. Chen, T.Y. Liu, Y.C. Hung, C.H. Lin, S.H. Chen, and C.D. Wu; J. Appl. Phys. 69, 1991, p 5501.
- 6] X.L. Dong, B.K. Kim, C.J. Choi, K.S. Park, and Z.D. Zhang; J. Mater. Res.; 16, 2001, p 1083.