

Mechanical milling 한 Nd-Fe-B 분말의 hot-pressing에 의한 nano 결정립구조의 bulk 재료 제조

부경대학교 신소재공학부
김정환, 정인철, 권해웅

Feasibility Study of Hot-pressing of Mechacally Milled Nd-Fe-B Powder for Preparation of Nanograined Bulk Material

School of Materials Science and Engineering, Pukyong National University,
Busan, 608-739, Korea

J. H. Kim*, I. C. Jung, H. W. Kwon

1. 서론

나노 결정립 구조로 된 Nd-Fe-B 재료는 조대한 결정립으로 구성된 재료에 비하여 여러 가지 우수한 자기적 특성을 갖는 것으로 알려져 있다. 나노 결정립 구조의 Nd-Fe-B 재료를 제조하기 위한 방법으로는 급랭응고법이 가장 널리 이용되고 있다. 그러나 최근에 와서, 이 급랭응고법 외에 mechanical milling법도 나노 결정립 구조의 Nd-Fe-B 재료를 제조하는 효과적인 방법으로 많이 연구되고 있다. mechanical milling법에서는 필요한 조성을 갖는 pre-alloy lump를 고에너지의 mechanical milling으로 amorphous화 하고, 이를 열적으로 annealing 하여 다시 결정화 한다. 이때 결정화된 자성상의 Nd₂Fe₁₄B 결정립은 나노 크기의 결정립으로 결정화되어 우수한 자기적 특성을 보이게 된다. 지금까지 연구되고 있는 나노 결정립 구조의 Nd-Fe-B 재료는 대부분이 분말 형태로서 분말을 bulk화 하는 것에 관한 연구는 그다지 수행되지 않았다. 본 연구에서는 Nd₁₅Fe₇₇B₈ pre-alloy를 고 에너지로 mechanical milling하여 재료 전체를 amorphous화 한 후 이를 고온에서 hot-pressing하여 bulk상의 나노 결정립상을 갖는 Nd-Fe-B 재료를 제조하여 그 자기적 특성을 조사하고 bulk화 가능성을 조사하였다.

2. 실험방법

본 연구에 사용한 pre-alloy는 Nd₁₅Fe₇₇B₈ 조성으로, 합금은 유도 용해로를 이용하여 제조하였으며, 제조된 합금 ingot는 Ar gas 분위기 하에서 1070 °C에서 72시간 동안 균질화처리를 하였다. 균질화처리한 합금 ingot는 파쇄하여 약 100 μm 이하의 조대한 분말로 가공하였다. 이 분말을 shaker mill을 이용하여 48시간 동안 mechanical milling하였다. mechanical milling시 합금분말은 밀링 볼과 원료분말의 무게비로 20 : 1이 되도록 vial에 장입하였다. 원료분말과 밀링 볼이 장입된 vial 내부를 진공으로 한 후, 고순도의 Ar gas로 충전하여 밀링을 하였다. 밀링이 완료된 분말은 회수하여 ring상의 Cu constrain에 넣은 후 hot-pressing 장치의 상, 하 punch 사이에 두고 소정의 압력을 가한 후 유도 코일을 이용해서 소정의 온도로 필요한 시간 동안 가열하여 bulk화 시켰다. hot-pressing된 bulk 재료의 상분석은 XRD(Cu-Kα)를 이용하였으며, 미세조직은 SEM 및 TEM을 이용하여 조사하였다. hot-pressing 재료의 자기적 특성은 VSM(최대자장 15 kOe)를 이용하여 측정하였다.

3. 결과 및 고찰

48시간 동안 mechanical milling한 pre-alloy는 amorphous 상으로 변환되었다. 이 amorphous 재료는 500 °C - 700 °C 온도 범위에서 40분 동안 hot-pressing 함으로써 결정화되는 동시에 consolidation도 이루어졌다. 그러나, 500 °C 이하의 온도 범위에서 hot-pressing한 경우는 고밀도의 bulk화가 이루어지지 못하고 loose compact 형태가 되었다. 그러나 600 °C 이상에서 hot-pressing한 재료는 고밀도의 bulk화가 이루어졌다. hot-pressing한 재료의 hot-pressing 온도에 따른 보자력의 변화를 Fig. 1에 나타내었다. 그림에서 보는바와 같이, hot-pressing한 재료의 보자력은 hot-pressing 온도와 더불어 점차 증가하여 650 °C 이상에서 포화상태에 이르고 있다. 지나치게 낮은 hot-pressing 온도인 500 °C에서 약 6 kOe의 낮은 보자력이 얻어지는 것은, 낮은 온도로 인하여 amorphous 재료의 결정화가 완벽하게 이루어지지 않았기 때문으로 생각된다. 550 °C이상에서 8 - 9 kOe의 높은 보자력이 얻어지는 것은 hot-pressing 동안 결정화가 충분히 이루어졌고, 결정화된 결정립의 크기가 대단히 미세하기 때문인 것으로 생각된다. hot-pressing한 bulk 재료가 자기적으로 이방성을 갖는지의 여부를 확인하기 위하여, 얻어진 bulk 재료를 다시 조대한 분말로 분쇄한 후 자장을 가하여 자기적 배향을 시켰다. 배향

시킨 분말재료 시험편에 대하여 배향 방향과 평행한 방향 및 이에 수직인 방향으로 demagnetisation curve를 측정하여 bulk 재료의 이방성을 조사하였다. 그림 2에서 보는 바와 같이 배향 방향과 평행한 방향에서 측정된 잔류자화 값이 자기적 배향 방향에 수직인 방향에서 측정되는 잔류자화 값보다도 다소 높게 나타나고 있다. 이는 mechanical milling 후 hot-pressing한 bulk 형태의 나노 결정립 구조를 갖는 Nd-Fe-B 재료가 약간의 이방성을 가짐을 의미하는 것으로 볼 수 있다. 이 이방성의 발생 원인은 hot-pressing 중 결정화되는 결정립들이 가해지는 압력의 작용으로 부분적으로 배향되었기 때문으로 추측된다.

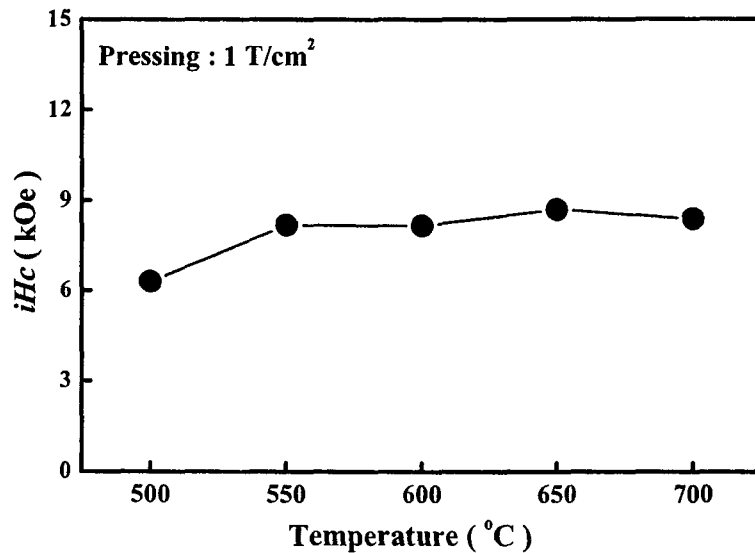


Fig. 1. Variation of the intrinsic coercivity the hot-pressed Nd-Fe-B material as a function of pressing temperature.

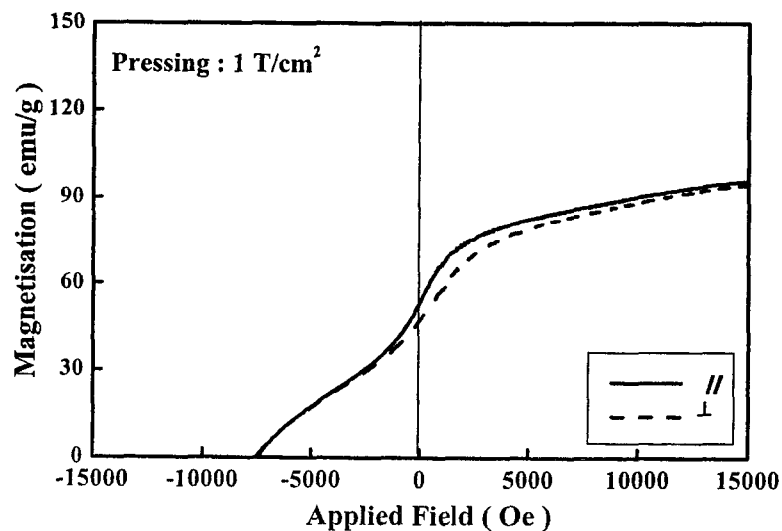


Fig. 2. Demagnetisation curves of the aligned powder from hot-pressed bulk Nd-Fe-B material measured along the aligning direction and transverse to it.