

TCP법에 의한 Nd-Fe-B 분말의 합성 Synthesis of Nd-Fe-B powders by TCP

선문대학교 재료화학공학부 이대훈* · 장태석
한국기계연구원 최철진 · 김병기

1. 서 론

현대의 영구자석들은 Alnico 주조자석을 제외하고는 모두 자성분말을 이용한 분말야금학적인 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.

2. 실험방법

조성이 $Nd_{15}Fe_{77}B_8$ 인 Nd-Fe-B 자성분말을 spray drying, ball milling, H_2 reduction, Ca reduction, washing을 포함하는 열화학적인 방법(TCP)으로 제조하였다. 이들 입자들의 형상 및 입도를 SEM으로 관찰하였으며, EDX와 XRD($Cu K\alpha$) 분석을 이용하여 상 변화 및 순도 등을 조사하였다. 자기특성은 최대인가자장 20kOe인 VSM을 이용하여 측정하였다.

3. 결과 및 고찰

$Nd_{15}Fe_{77}B_8$ 을 목표조성으로 하여 각 단계별 공정을 거친 후 형성되는 상들을 분석한 결과, 분무 건조, 탈지 및 수소 환원, Ca 환원에 이르기까지 별 이상이 없었으며, 수세를 거친 최종 생산된 분말의 경우, $Nd_2Fe_{14}B$ 주상과 소량의 Fe_2O_3 , CaO 및 $NdFe_4B_4$ 가 공존하였다. 또한 Ca 환원 공정시 Ca 첨가량에 따른 변화는, $Nd_2Fe_{14}B$ 를 목표조성으로 할 때와는 달리, 큰 변화를 일으키지 않았다. Ca의 다량 첨가는 제조된 분말의 입자 크기를 증가시키며 자기 특성을 저하시키므로 필요한 양 이상의 Ca 투입은 바람직하지 않음을 볼 때, $Nd_{15}Fe_{77}B_8$ 목표조성에서의 이러한 상 변화는 매우 긍정적인 것으로 생각된다. 또한 제조된 분말의 SEM 관찰결과 1 μm 이상의 조대한 분말들이 서로 뭉쳐져 dimple 형상으로 존재하였으며, EDX 측정결과 대부분이 정량적 $Nd_2Fe_{14}B$ 상으로 밝혀졌으며

기타 다른 상은 발견되지 않았다. 그러나 자기특성은 기대했던 것에는 미치지 못하였는데, 이것은 제조된 분말의 화학분석 결과 산소 함량이 1wt.% 내외로 다량 함유되어 있었으며, 또한 SEM 관찰 결과에서 나타났듯이 분말의 형상 및 표면 상태와 관련이 있을 것으로 생각된다. 따라서 분말 제조 공정상의 조금 더 세심한 조정과 함께 결정립을 적절한 크기로 유지할 수 있는 제조공정의 제어가 중요함을 알 수 있었다.

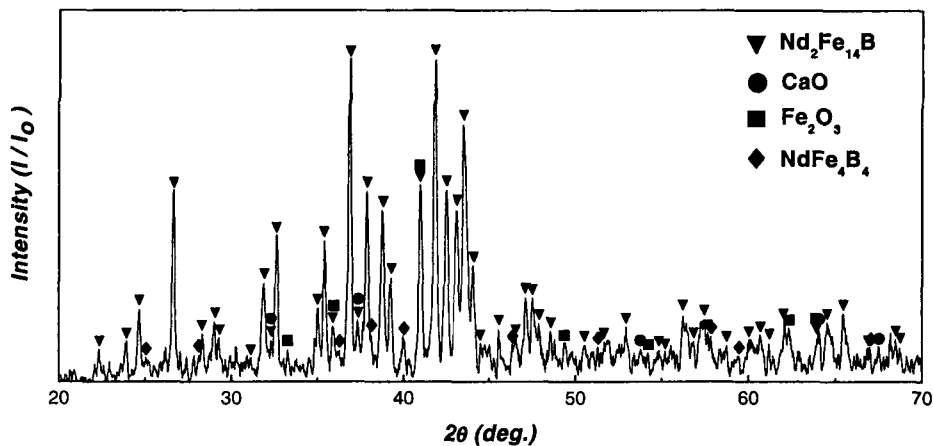


Fig. 1. XRD (Cu K α) diffraction pattern of Nd₁₅Fe₇₇B₈ powder after washed and dried.

4. 결 론

TCP법을 이용하여 목표조성이 Nd₁₅Fe₇₇B₈인 분말을 제조할 경우 Ca 투입량에 관계없이 Nd₂Fe₁₄B가 주요상으로 존재하는 분말을 얻을 수 있었으나, 분말 크기 및 형태, 산소의 과다 함유 등으로 자기 특성은 전반적으로 저조하였다.

5. 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.