

Magnetic Properties of Nd₁₅Fe₇₇B₈ Powders Prepared by TCP

Division of Materials and Chemical Eng., Sunmoon Univ., D. H. Lee* and Taesuk Jang

Korean Institute of Machinery & Materials, J. H. Kim, C. J. Choi, and B. K. Kim

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 자성체를 개발하는데 절대적으로 필요하다. 본 연구에서는 최적의 Nd-Fe-B계 자성분말을 개발하기 위하여, 열화학공정(Thermo-Chemical Process)을 이용하여 나노결정형 Nd-Fe-B 자성분말을 제조하고, 이들의 공정변화에 따른 구조적, 화학적 인자들과 자기특성과의 상관관계를 조사하였다.

2. 실험방법

조성이 Nd₁₅Fe₇₇B₈인 Nd-Fe-B 자성분말을 spray drying, debinding, H₂ reduction, Ca reduction, washing을 포함하는 열화학적인 방법(TCP)으로 제조하였다. 이들 입자들의 형상 및 입도를 SEM과 TEM으로 관찰하였으며, EDX와 XRD(Cu K α) 분석을 이용하여 상 형성, 순도 등을 조사하였다. 자기특성은 최대인가자장 20 kOe인 VSM을 이용하여 측정하였다.

3. 결과 및 고찰

분무건조, 탈지, 수소 환원, Ca 환원, 수세 등의 각 단계별 공정을 거쳐 얻어진 최종 분말을 분석한 결과, 주요 상으로 Nd₂Fe₁₄B가 형성되면서 동시에 소량의 Fe₂O₃, CaO 및 NdFe₄B₄가 공존하는 것을 알 수 있었다. 특히 Ca 환원 공정에서 Ca 첨가량을 변화시켰을 때, Nd₂Fe₁₄B를 목표조성으로 하였을 경우와는 달리, 형성되는 상이나 분말의 형상에 큰 영향을 미치지 않고 Nd₂Fe₁₄B가 주상으로서 안정하게 형성되었다. 제조된 분말의 크기는 대체로 1 μ m 내외였으며, 분말 표면에서 Ca의 이탈시 형성된 것으로 생각되는 dimple이 종종 발견되었다. 그러나 분말의 자기적 특성은 매우 열악하였는데, 최종 분말의 성분분석 결과, 산소 (~ 1 wt%)와 Ca (~ 0.2 wt%)이 다량 함유되어 있는 것으로 보아, 이들이 자기 특성을 열화시키는 직접적 요인임을 알 수 있었다. 한편 제조된 분말들을 800 ~ 1000 °C에서 1시간 동안 진공 열처리한 결과, α -Fe가 다량 형성되면서 상대적으로 Nd₂Fe₁₄B는 감소하였고, 동시에 Nd₂O₃, Fe₃O₄와 같은 산화물이 형성되었다. 이로부터 열처리에 의한 보자력의 향상은, 특히 분말에 내재된 산소(또는 산화물)의 함량이 많은 경우에는, 기대하기 어려움을 알 수 있었다. 따라서 분말의 자기적 특성을 향상

시키기 위해서는 CaO의 제거와 함께 산소의 유입 가능성이 가장 큰 수세공정의 제어가 급선무라고 판단하여, Ar 분위기하에서 washing하면서 그 시간을 조절한 결과, 소량의 CaO가 여전히 존재함에도 불구하고 자기적 특성, 특히 보자력이 약 3.5 kOe까지 현저하게 향상되는 것을 알 수 있었다.

4. 결 론

TCP법을 이용하여 목표조성이 Nd₁₅Fe₇₇B₈인 분말을 제조할 경우 Nd₂Fe₁₄B가 주상으로서 안정하게 형성되는 분말을 얻을 수 있었으나, Ca과 산소의 과다 함유 등으로 자기 특성은 전반적으로 열악하였다. 그러나 CaO의 제거에 필수적인 수세공정을 적절히 제어하여 분말을 제조한 결과, 보자이 크게 향상되어 약 3.5 kOe 정도의 보자력값을 얻을 수 있었다.

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.