

Nd-Fe-B계 소결자석의 자기적특성 향상 연구

김윤배* · 정우상 · 정원용

한국과학기술연구원 금속공정연구센터, 서울특별시 성북구 하월곡동 39-1

(2002년 3월 26일 받음, 2002년 4월 22일 최종수정본 받음)

Nd-Fe-B계 소결자석의 특성을 향상시키기 위해서는 Nd-Fe-B계 합금의 조성 및 제조공정을 조절하여 자성분말의 입도 및 입도분포, 강자성상인 Nd₂Fe₁₄B상의 분율, 자성분말의 배향도, 산소 함량, grain size 등과 같은 factor들을 최적화 하여야 한다. 본 연구에서는 실험실 규모로 Nd-Fe-B계 합금 조성 및 공정 조절을 통하여 Nd-Fe-B계 소결자석을 제조하는 연구를 수행하였으며, 분쇄매체, 분쇄시간 및 ball size에 따른 Nd-Fe-B계 소결자석의 자기적특성을 분석하여 최적의 분쇄조건을 조사하였다. 또한 분쇄과정 중 FeGa합금을 첨가하여 잔류자속밀도의 감소없이 Nd-Fe-B계 소결자석의 보자력을 향상시킬 수 있었다. 이와 같은 분쇄조건의 연구, FeGa 합금에 의한 보자력 향상, 건식분쇄 방법 및 powder blending 공정을 적용하여 잔류자속밀도(B_r) : 14.4 kG, 보자력(H_c) : 9.4 kOe, 최대자기에너지적(BH_{max}) : 47 MGOe의 자기적 특성을 갖는 Nd-Fe-B계 소결자석을 제조하였다.

주제어 : Nd-Fe-B계 소결자석, 자기적 특성, 분말, 분말혼합, 건식분쇄

I. 서 론

Nd-Fe-B계 소결자석은 우수한 자기적 특성 때문에 지난 10년 동안 그 사용범위가 급격히 증가하여, 현재 HDD의 voice coil motor, 진동 motor, speaker, MRI 등 전기, 전자 및 음향기기의 핵심부품으로 사용되고 있다. 최근에는 전기 전자기기의 소형화 및 고성능화 추세에 따라 점점 더 특성이 우수한 영구자석이 요구되고 있다. Nd-Fe-B계 영구자석이 개발된 이후 많은 연구가 진행되어 이 영구자석의 자기적 특성은 꾸준히 증가되어 왔다. Nd-Fe-B계 소결자석의 최대자기에너지적은 36 MGOe에서 50 MGOe 이상으로 증가하여 현재 실험실에서는 55 MGOe의 소결자석을 제조하는 것이 가능하다 [1]. 이와 같이 Nd-Fe-B계 소결자석의 자기적 특성을 향상시키기 위하여 조성의 개발과 함께 새로운 제조공정이 개발되고 있다. 최근의 연구결과에 의하면, 일본의 여러 영구자석 제조업체에서는 고품성 Nd-Fe-B계 소결자석을 제조하기 위하여 기존의 chilled mold casting 방법 대신 strip casting 공정을 개발하는데 성공하여 용해 주조 후 Nd-Fe-B계 ingot를 균질처리하지 않고도 α -Fe dentrite의 형성을 억제하고 Nd-rich상의 분포가 향상된 Nd-Fe-B계 자성합금을 제조할 수 있게 되었다. 또한 2종류 이상의 Nd-Fe-B계 합금 분말을 blending하는 공정이 개발되었는데 [2, 3], powder blending 공정에서는 stoichiometric Nd₂Fe₁₄B상 조성에 근접한 main alloy와 rare-earth rich Nd-Fe-B계 합금 분말을 혼합하여 자석을 제조하여 Nd-Fe-B 영구자석의 자기적 특성과 내산화성을 향상시키게 된다.

Nd-Fe-B계 소결자석을 제조하는데 있어서는 자성분말의 입도 및 입도분포, 강자성상인 Nd₂Fe₁₄B상의 분율, 자성분말의 배향 및 성형방법, 소결자석 내의 산소 함량 조절 및 미세한 grain size 등이 중요한 factor이다. 따라서 Nd-Fe-B계 소결자석의 특성을 향상시키기 위해서는 Nd-Fe-B계 합금의 조성 및 제조공정을 조절하여 위와 같은 factor들을 최적화 하여야 한다. 본 연구에서는 실험실 규모로 Nd-Fe-B계 합금 조성 및 공정 조절을 통하여 Nd-Fe-B계 소결자석을 제조하고 그 특성을 조사하였다.

II. 실험방법

본 연구에서는 단일조성(single alloy)의 Nd-Fe-B 합금 및 2종류 이상의 Nd-Fe-B계 합금 분말을 blending하는 방법(powder blending)에 의해 소결자석을 제조하였다. 단일조성(single alloy)에 의한 소결자석 제조에 사용된 Nd-Fe-B계 자성합금의 조성은 Nd₁₅TM₇₇B₈ 및 Nd₁₅TM₇₉B₆이었다. 또한 powder blending 공정에는 Nd₁₅TM₇₉B₆와 Nd_{12.6}TM_{81.4}B₆ 합금을 사용하였다. Nd-Fe-B계 자성합금은 99.9% 이상의 순금속을 사용하여 고주파진공유도용해로에서 용해·주조하였다. 용해·주조 후 잔존하는 α -Fe를 제거하기 위해 1050°C에서 20시간 동안 진공중에서 균질화처리하였다. Fig. 1은 용해주조 및 균질화처리한 Nd₁₅TM₇₉B₆ 합금의 back scattered electron image이다. Fig. 1(a)는 주조상태의 Nd-Fe-B계 합금으로, 회색의 기지상인 Nd₂Fe₁₄B상, 흰색의 Nd-rich상 그리고 검은색으로 보이는 dendritic α -Fe상이 존재한다. Fig. 1(b)는 1050°C에서 20시간 동안 균질화처리한 것으로, 기지상인 Nd₂Fe₁₄B상과 Nd-rich상만이 존재하고 균질화처리에 의해 α -Fe상은

*Tel: (02) 958-5426, E-mail: ybkim@kist.re.kr

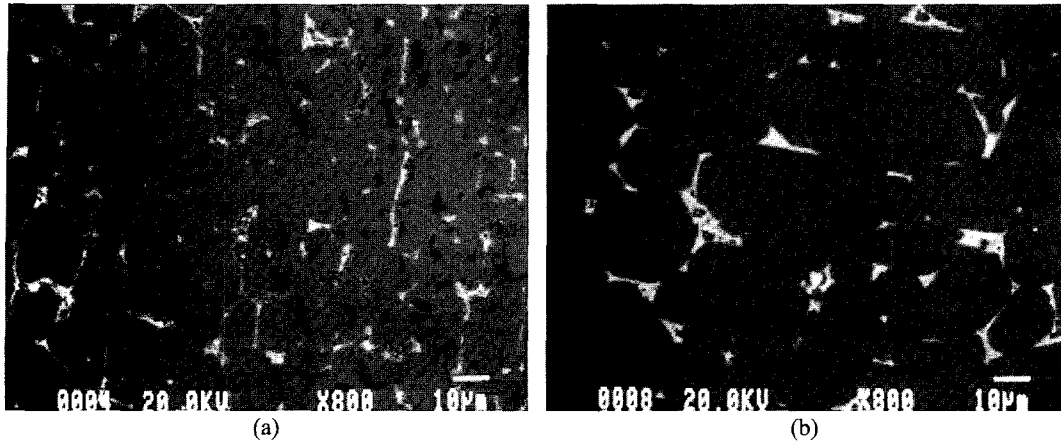


Fig. 1. Back scattered electron images of Nd-Fe-B alloys. (a) As cast (b) After homogenized.

모두 제거되었다.

Nd-Fe-B계 합금의 미분쇄는 습식방법과 건식방법을 사용하였다. 습식방법에서는 Nd-Fe-B계 자성합금을 먼저 상온에서 수소분쇄(Hydrogen Decrepiation)한 후 planetary ball mill에서 hexane을 분쇄매체로 사용하여 분쇄하였으며, 건식방법에서는 수소분위기하에서 ball mill을 이용하여 분쇄하였다. 미분쇄 후 Nd-Fe-B계 자성분말의 평균입도는 Fisher subsieve sizer를 이용하여 측정하였다. 분쇄된 Nd-Fe-B계 자성분말은 자장을 인가한 상태에서 자장방향과 수직으로 성형하여 1050~1100 °C에서 2~4시간 동안 진공중에서 소결한 후 400~600 °C에서 1~4시간 동안 진공중에서 열처리하였다. Nd-Fe-B계 소결자석의 자기적 특성은 DC magnetic hysteresis loop tracer를 이용하여 측정하였다. Nd-Fe-B계 소결자석의 미세조직 및 상은 Optical microscope, SEM-EDX 및 CuK α 선을 이용한 XRD에 의해 조사하였고, 소결자석 내의 산소함량은 Leco사 TC136을 이용하여 분석하였다.

III. 실험결과 및 고찰

3.1. Ball Mill에 의한 Nd-Fe-B계 합금의 분쇄공정 연구

Nd-Fe-B계 소결자석을 제조할 때 Nd-Fe-B계 자성합금의 분쇄에는 일반적으로 jet mill을 사용하고 있으나, 본 연구에서는 수소분쇄(Hydrogen Decrepiation)에 의해 Nd-Fe-B계 합금에 취성을 부여한 후 ball mill을 이용하여 습식 및 건식으로 미분쇄하는 방법을 사용하였다. Nd-Fe-B계 소결자석의 자기적 특성은 분말의 입도 및 입도분포에 의해 영향을 받기 때문에, 먼저 적절한 ball mill공정을 확립하기 위하여 ball milling에 사용된 분쇄매체, ball size, 분쇄시간 등의 분쇄조건에 따른 Nd-Fe-B계 소결자석의 자기적 특성을 조사하였다. 사용된 Nd-Fe-B계 합금의 조성은 Nd₁₅TM₇₇B₈이었다.

습식방법에 의해 ball milling을 할 때에는 분쇄매체를 필요로 하는데, 산화성이 강한 Nd-Fe-B계 합금의 경우 분쇄매체에 의해서도 자기적 특성이 영향을 받게 된다. Nd-Fe-B계 자성합금의 습식 분쇄시 분쇄매체에 의한 영향을 알아보기 위하여 hexane과 ethanol을 분쇄매체로 사용하여 ball milling 후 소결자석을 제조하여 자기적 특성을 비교하였다. Ball milling 시간은 30 분으로 동일하게 하였다. Fig. 2는 분쇄매체에 따른 Nd-Fe-B계 소결자석의 감자곡선을 나타낸 것으로, 분쇄매체로 hexane을 사용하였을 때 잔류자속밀도, 보자력 모두 ethanol에서 보다 우수한 특성을 나타내었다. 이것은 분쇄매체에 존재하는 수분의 함량이 hexane의 경우 0.001 % 이하로 ethanol의 0.1 %보다 현저히 낮기 때문인 것으로 생각된다. 분쇄매체에 함유되어 있는 수분은 자성분말을 산화시켜 소결체의 밀도를 감소시키고, Nd₂Fe₁₄B 상의 volume fraction을

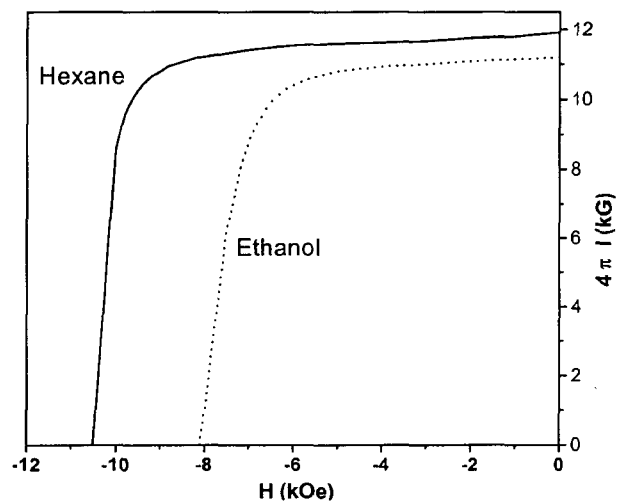


Fig. 2. Demagnetization curves of Nd-Fe-B sintered magnets milled in hexane and in ethanol.

줄여 잔류자속밀도를 감소시킨다. 또한 Nd-rich intergranular phase의 산화는 Nd-Fe-B계 소결자석의 보자력에 나쁜 영향을 미친다. 따라서 습식방법에 의해 Nd-Fe-B계 합금을 미분쇄할 때에는 분쇄매체내에 함유되어 있는 수분함량을 고려하여 분쇄매체를 선정해야 한다.

Nd-Fe-B계 소결자석을 제조할 때 분쇄된 분말의 입도는 소결자석의 자기적 특성 및 grain size 등 미세조직에 큰 영향을 미치게 되며, ball mill을 이용한 분쇄에서 최종 분말의 입도는 사용된 ball의 크기 및 분쇄시간 등에 의해 영향을 받게 된다. 본 실험에서는 ball milling을 할 때 ball의 크기에 따른 영향을 조사하기 위해 4 종류의 크기가 다른 ball을 사용하여 ball milling한 후 소결자석을 제조하여 자기적 특성을 비교하였다. 분쇄시 분쇄시간(30 분) 및 ball mill의 rotation speed(600 rpm)는 동일하게 하였으며, 분쇄매체로는 hexane을 사용하였다. Fig. 3은 ball 크기에 따른 Nd-Fe-B계 소결자석의 자기적 특성 및 소결체의 밀도를 나타낸 것이다. 소결체의 밀도는 ball 크기가 작아짐에 따라 증가되는 경향을 보였으며, 잔류자속밀도와 보자력은 직경 8 mm의 ball을 사용하였을 때 가장 우수한 특성을 나타내어, 이후의 실험에서는 ball mill을 이용한 습식분쇄에서 직경 8 mm의 ball을 사용하였다. 그러나 ball mill을 이용하여 분쇄할 때 ball의 크기와 최적의 입도 및 입도분포와의 관계는 ball mill의 energy와 관계되는 rotation speed에 따라 서로 달라지기 때문에, ball mill의 rotation speed를 고려하지 않은 본 연구의 결과는 일반적으로 통용되는 것으로 볼 수는 없으며, 본 연구의 분쇄

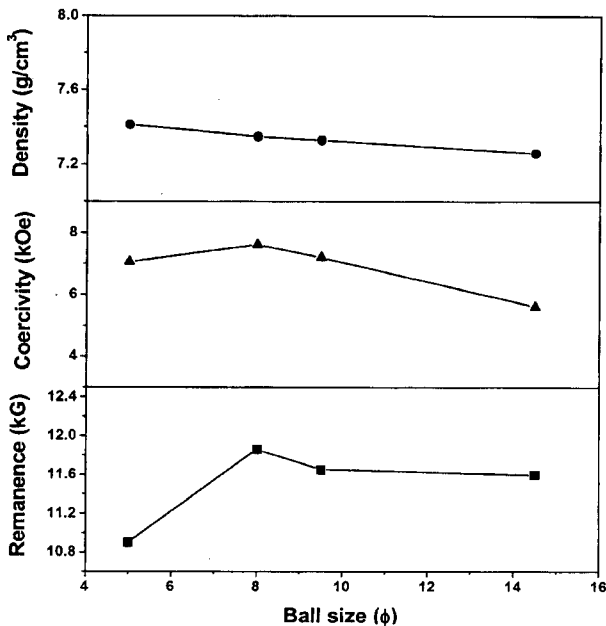


Fig. 3. Magnetic properties and density of Nd-Fe-B sintered magnets with a variation of ball size.

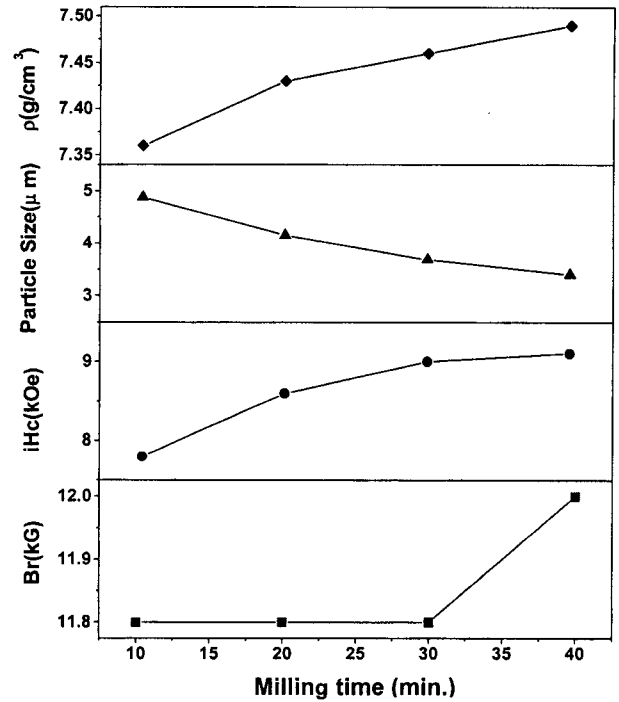


Fig. 4. Magnetic properties and density of Nd-Fe-B sintered magnets and particle size with a variation of milling time.

조건으로만 적용된다.

Ball milling시 분쇄시간에 따른 영향을 조사하기 위하여 분쇄시간을 40 분까지 변화시켰다. Fig. 4는 분쇄시간에 따른 소결자석의 자기적 특성 변화를 나타낸 것이다. 잔류자속밀도는 분쇄시간이 30 분까지는 변화를 나타내지 않았으며 40 분에서 0.2 kG 증가하였다. 보자력은 분쇄시간이 길어짐에 따라 증가하는 경향을 보였으며, 소결체의 밀도는 보자력과 마찬가지로 분쇄시간이 증가함에 따라 증가하였다. Fisher subsieve sizer로 측정된 분말의 평균입도가 분쇄시간이 30~40 분 일 때 약 4 μm 이하로 줄어드는 것으로 보아 분쇄시간은 30~40 분이 적절한 것으로 사료된다. 분쇄시간이 이보다 더 길어지면 입자가 더 미세해져 산화에 의한 영향이 커지고 따라서 자기적 특성은 감소할 것으로 생각된다.

이상과 같이 ball mill을 이용하여 Nd-Fe-B계 합금의 습식 방법에 의한 분쇄조건을 조사한 결과, 분쇄시간 30~40 분, 사용된 ball의 직경 8 mm, 그리고 분쇄매체로는 hexane을 사용하는 것이 본 연구에서 Nd-Fe-B계 소결자석을 제조하는 최적의 조건이었다.

3.2. Nd-Fe-B계 소결자석의 보자력 향상

Nd-Fe-B계 소결자석의 자기특성 중 보자력(coercivity)을 향상시키기 위해 Nd-Fe-B계 자성합금을 제조할 때 Nd를 다른

희토류계 원소인 Dy 및 Tb[4] 등으로 치환시키거나, 낮은 용점을 갖는 Al, Ga, Zn 및 높은 용점을 갖는 Nb, Mo, V, W, Ti 등을 첨가하는 것이 효과적인 것으로 알려져 있다[5]. 그러나 상기의 첨가원소들은 Nd-Fe-B계 소결자석의 보자력은 향상시키지만 포화자화를 감소시키고 따라서 잔류자속밀도와 최대자기에너지적을 감소시키는 문제가 있다. 상기한 첨가원소 중 Ga은 melt-spun Nd-Fe-B magnet[6-8], Nd-Fe-B die-upset magnet[9, 10], Nd₂Fe₁₄B/Fe₃B과 Nd₂Fe₁₄B/ α -Fe composite magnet [11, 12], 이방성 Nd-Fe-B HDDR magnet[13], Nd-Fe-B계 소결자석[14-20] 등 Nd-Fe-B계 영구자석의 자기적 특성을 향상시키는데 효과적인 원소로 알려져 있다. 특히 Co가 함유된 Nd-Fe-B계 소결자석의 경우 Ga의 첨가는 보자력을 현저하게 증가시킬 뿐만 아니라, 열적 안정성을 향상시키는 것으로 알려져 있다[14-20]. 그러나 Ga은 일반적으로 Nd-Fe-B계 자성 합금을 제조하는 과정에 첨가되기 때문에 비자성인 Ga이 많은 양 Nd₂Fe₁₄B상에 고용되게 되며, 이것은 Nd₂Fe₁₄B상의 포화자화를 감소시키고 따라서 잔류자속밀도와 최대자기에너지적을 저하시키게 된다[14-16, 18, 21].

본 연구에서는 이런 문제점을 고려하여 Ga을 Nd-Fe-B 자성합금의 용해 주조시 첨가하는 방법을 사용하지 않고, 순수한 원소가 아닌 Fe-Ga 합금을 제조하여 Nd-Fe-B계 소결자석을 제조할 때 분쇄공정에 첨가하여 잔류자속밀도와 최대자기에너지적을 저하시키지 않고 Nd-Fe-B계 소결자석의 보자력을 향상시키고자 하였다. 미분쇄는 습식방법으로 하였으며, 실험에 사용된 Nd-Fe-B계 합금의 조성은 Nd₁₅TM₇₉B₆이었다. Fig. 5는 첨가한 Fe-Ga 합금이 Nd-Fe-B계 소결자석의 자기적 특성에 미치는 영향을 나타낸 것이다. 보자력은 Fe-Ga 합금이 0.1 wt.% 첨가되었을 때 급격히 증가하였으나, 잔류자속밀도와 최대자기에너지적은 Fe-Ga 합금이 0.2 wt.% 첨가될 때까지 변화가 없었으며 Fe-Ga 합금의 첨가량이 더 증가하면 조금씩 감소하였다. 따라서 Fe-Ga 합금의 첨가에 의해 잔류자속밀도를 감소시키지 않고도 Nd-Fe-B계 소결자석의 보자력을 효과적으로 향상시킬 수 있었다. 이때 Fe-Ga합금의 적정 첨가량은 0.1-0.2 wt.%로서, 잔류자속밀도와 최대자기에너지적의 변화없이 보자력만 약 1.7 kOe 증가하였다. Back-scattered electron image와 EPMA 분석에 의하면 Fe-Ga 첨가에 따라 Nd-Fe-B계 소결자석의 보자력이 향상되는 원인은, Fe-Ga 첨가에 의해 grain boundary에 wettability가 좋은 Nd₃₀-Fe_{70-x}Ga_x(x \leq 5) 또는 Nd₆Fe₁₃Ga상이 형성되기 때문인 것으로 생각된다. 이 상은 Ga을 함유한 Nd-Fe-B계 자석에 관한 다른 연구[20, 22]에서도 발견되었다.

3.3. Powder Blending에 의한 Nd-Fe-B계 소결자석의 제조
분말야금법에 의해 Nd-Fe-B계 소결자석을 제조할 때 기존

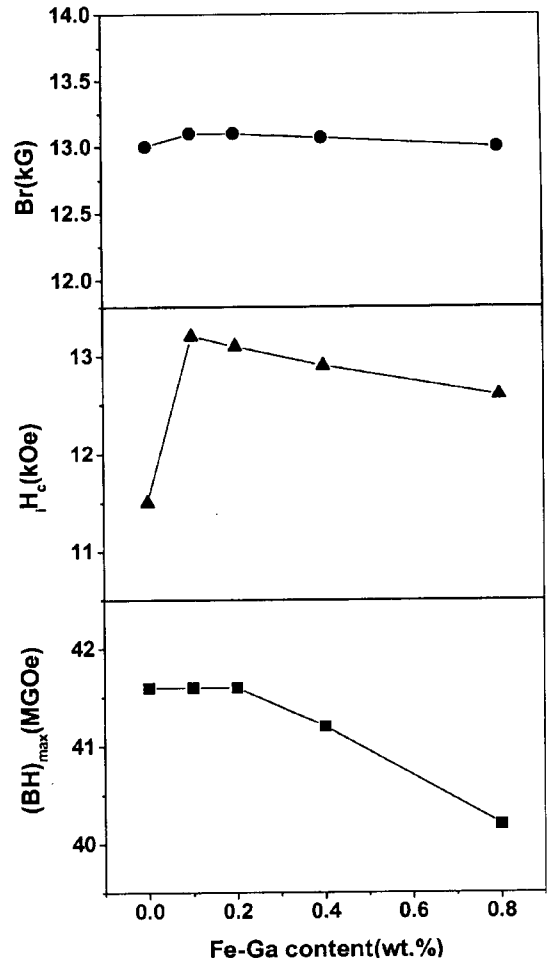


Fig. 5. Magnetic properties of Nd-Fe-B sintered magnets with a variation of FeGa content.

에는 단일조성의 Nd-Fe-B계 합금을 사용하는 방법이 이용되어 왔으나, 최근 Nd-Fe-B 영구자석의 자기적 특성과 내산화성을 향상시키기 위하여 powder blending 공정이 개발되었다 [2,3]. Powder blending 공정에서는 stoichiometric Nd₂Fe₁₄B 상 조성에 근접한 main alloy와 rare-earth rich Nd-Fe-B계 합금 분말을 혼합하여 최종 조성의 Nd-Fe-B계 자석을 제조하게 된다. 본 연구에서도 powder blending 공정을 적용하여 Nd-Fe-B계 소결자석의 제조를 시도하였으며, 습식 미분쇄 이외에 건식분쇄에 의해서도 Nd-Fe-B계 소결자석을 제조하여 자기적 특성을 비교하였다. 실험에 사용된 Nd-Fe-B계 합금의 조성은 Nd₁₅TM₇₉B₆와 Nd_{12.6}TM_{81.4}B₆이었다.

Fig. 6은 Nd₁₅TM₇₉B₆ 합금과 Nd_{12.6}TM_{81.4}B₆ 합금을 무게비로 1:1 혼합하여 습식분쇄에 의해 제조한 Nd-Fe-B계 소결자석의 감자곡선이다. 분쇄할 때 0.1 wt.% FeGa 합금을 첨가하였다. 제조된 Nd-Fe-B계 소결자석은 13.75 kG의 잔류자속밀도, 11.2 kOe의 보자력, 45.0 MGOe의 최대자기에너지적을

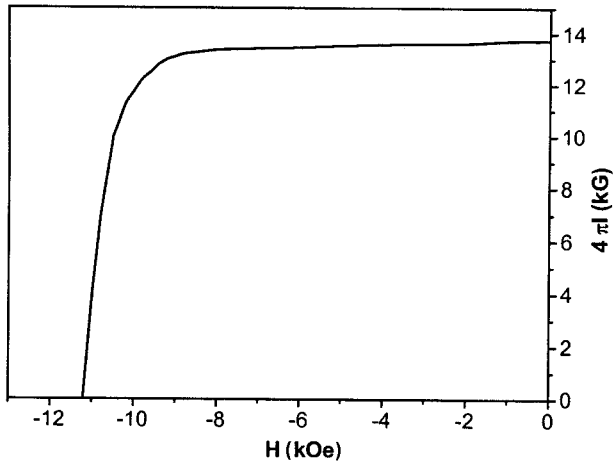


Fig. 6. Demagnetization curve of a Nd-Fe-B sintered magnet fabricated by powder blending and wet milling.

나타내었다. 소결밀도는 이론밀도에 근접한 7.51 g/cm^3 이었으며, 소결자석내의 산소함량은 2000 ppm이었다.

Fig. 7은 $\text{Nd}_{15}\text{TM}_{79}\text{B}_6$ 합금과 $\text{Nd}_{12.6}\text{TM}_{81.4}\text{B}_6$ 합금을 무게 비로 1:1 혼합하여 건식분쇄에 의해 제조한 Nd-Fe-B계 소결자석의 감자곡선이다. 건식 미분쇄에서는 Nd-Fe-B계 합금에 수소를 주입하여 취성을 부여한 후 ball mill을 이용하여 수소분위기하에서 분쇄하였다. 건식분쇄는 250 rpm의 속도에서 5 시간 동안 하였으며, 습식분쇄와 마찬가지로 0.1 wt.% FeGa 합금을 첨가하였다. 분쇄된 분말은 container에서 꺼내기 전에 산화 및 발화되는 것을 방지하기 위하여 solvent로 protection하였다. 건식분쇄방법에 의해 제조된 Nd-Fe-B계 소결자석은 잔류자속밀도 14.4 kG, 보자력 9.4 kOe, 최대자기에너지적 47 MGOe의 자기적 특성을 나타내었다. 소결밀도는 7.53 g/cm^3 로 이론밀도에 근접하였고, 소결자석내의 산소함량

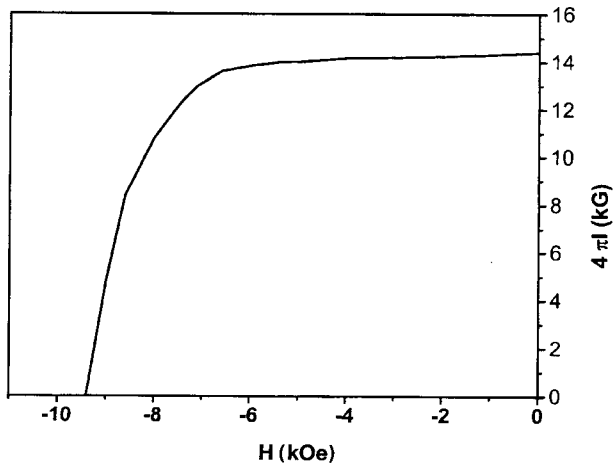


Fig. 7. Demagnetization curve of a Nd-Fe-B sintered magnet fabricated by powder blending and dry milling.

1800 ppm이었다. 습식분쇄에 의해 제조된 Nd-Fe-B계 소결자석과 비교하면 건식분쇄에 의해 Nd-Fe-B계 소결자석의 잔류자속밀도 및 최대자기에너지적은 증가한 반면 보자력은 감소하였고, 특히 각형비(loop squareness)가 낮아진 것을 알 수 있다. 또한 산소함량도 200 ppm 감소하였다. Table I은 습식 및 건식분쇄에 의해 제조된 Nd-Fe-B계 소결자석의 자기적 특성 및 산소함량을 비교한 것이다. Nd-Fe-B계 소결자석의 잔류자속밀도가 14.4 kG일 경우 이론적인 최대자기에너지적은 51.8 MGOe로, 건식분쇄에 의해 얻어진 본 연구의 결과는 이론적인 최대자기에너지적보다 4.8 MGOe 낮은 값을 나타내었다. 이와 같이 본 연구에서 건식분쇄에 의해 제조된 Nd-Fe-B계 소결자석의 최대자기에너지적이 이론적인 값에 도달하지 못한 것은 Fig. 7의 감자곡선에서 보듯이 보자력의 감소, 특히 낮은 각형비에 기인한 것이다.

건식분쇄에 의해 제조된 Nd-Fe-B계 소결자석의 보자력 및 각형비가 감소한 원인을 조사하기 위하여 습식 및 건식 분쇄에 의해 제조된 Nd-Fe-B계 소결자석의 미세구조를 비교 조사하였다. Fig. 8은 습식 및 건식분쇄에 의해 제조된 Nd-Fe-B계 소결자석의 광학현미경 사진이다. 사진에서 알 수 있듯

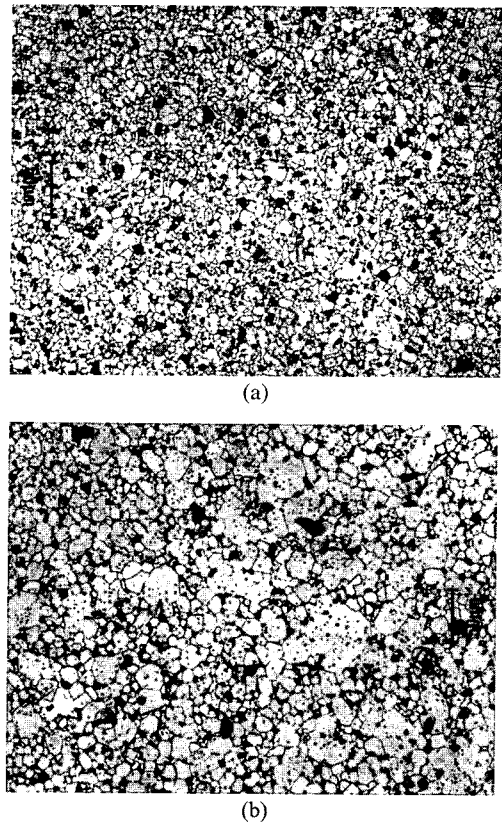


Fig. 8. Optical micrographs of Nd-Fe-B sintered magnets fabricated by (a) powder blending and wet milling and (b) powder blending and dry milling.

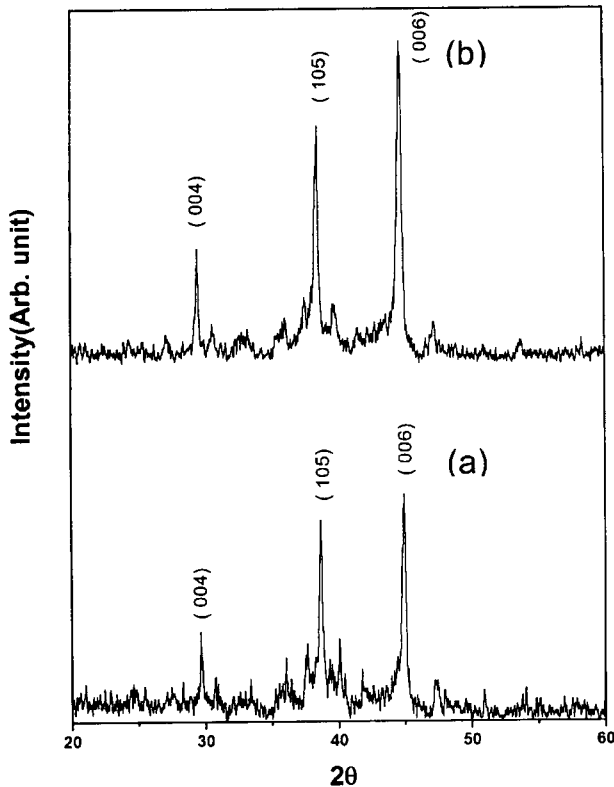


Fig. 9. X-ray diffraction patterns of Nd-Fe-B sintered magnets fabricated by (a) powder blending and wet milling and (b) powder blending and dry milling.

이, 습식분쇄에 의해 제조된 Nd-Fe-B계 소결자석은 전체적으로 grain size가 작고 또한 균일하게 분포되어 있는 반면 건식분쇄에 의해 제조된 Nd-Fe-B계 소결자석은 작은 grain 사이에 큰 grain들이 부분적으로 존재하고 있다. 따라서 건식분쇄에 의해 제조된 Nd-Fe-B계 소결자석이 보자력이 작고 각형비가 좋지 않은 것은 이와 같이 큰 grain들이 미세조직내에 존재하기 때문인 것으로 생각된다. 이것은 건식분쇄에서 사용되었던 ball mill의 분쇄에 필요한 energy가 작아 좁은 입도 분포를 얻지 못했기 때문인 것으로 생각되며, 상업적으로 이용되는 jet mill과 같은 분쇄장비를 이용하여 Nd-Fe-B계 소결자석을 제조할 경우 이와 같은 문제는 없을 것으로 사료된다.

Fig. 9는 습식 및 건식분쇄에 의해 제조된 Nd-Fe-B계 소결자석의 XRD pattern을 나타낸 것이다. XRD pattern에서 보듯이 (105) peak과 (006) peak의 상대적인 비[23]가 습식분쇄에 비해 건식분쇄에 의해 제조된 Nd-Fe-B계 소결자석이 더 큼을 알 수 있다. 따라서 건식분쇄에 의해 정렬도가 향상된 것이 Nd-Fe-B계 소결자석의 잔류자속밀도를 증가시키는데 기여한 것으로 사료되나, 이에 관해서는 추가적인 연구가 필요한 것으로 생각된다. 건식분쇄에 의해 Nd-Fe-B계 소결자석의 잔류자속밀도가 증가한 또 다른 이유는 Table I에서 보듯

Table I. Magnetic properties and oxygen content of Nd-Fe-B sintered magnet fabricated by powder blending method.

	B_r (kG)	H_c (kOe)	$(BH)_{max}$ (MGOe)	Oxygen content (ppm.)
Wet milling	13.75	11.2	45	2000
Dry milling	14.4	9.4	47	1800

이 소결체내의 산소함량이 감소하여 소결자석내 Nd₂Fe₁₄B상의 분율이 증가하였기 때문인 것으로 생각된다.

IV. 결 론

본 연구를 통하여 얻어진 결과는 다음과 같다.

1. Fe-Ga 합금 첨가에 의해 잔류자속밀도를 감소시키지 않고도 Nd-Fe-B계 소결자석의 보자력을 효과적으로 향상시킬 수 있었다. Fe-Ga 합금의 적정 첨가량은 0.1~0.2 wt.%로, 이 때 잔류자속밀도와 최대자기에너지적 변화없이 Nd-Fe-B계 소결자석의 보자력이 약 1.7 kOe 증가하였다.
2. Power blending 공정, 건식분쇄공정, FeGa 합금 첨가 및 Nd-Fe-B계 자성합금의 조성 조절을 통하여 잔류자속밀도: 14.4 kG, 보자력: 9.4 kOe, 최대자기에너지적 47 MGOe의 자기적 특성을 갖는 Nd-Fe-B계 소결자석을 제조할 수 있었다.

참 고 문 헌

- [1] Y. Kaneko, IEEE Trans. Mag, **36**(5), 3275(2000).
- [2] M. Honshima and K. Ohashi, J. Mater. Eng. and Perf., **1**, 218(1994).
- [3] K. Takebuchi, S. Fujito, S. Hashimoto, K. Yajima, USP 5,595,608.
- [4] J. J. Croat, J. F. Herbst, P. W. Lee and P. E. Pinkerton, J. Appl. Phys., **55**, 2078(1984).
- [5] K. H. Buchow, Rep. Prog. Phys., **54**, 1123(1991).
- [6] V. Panchanathan and J. J. Croat, IEEE Trans. Magn. **25**, 4111 (1989).
- [7] S. X. Zhou, P. Johansson, S. J. Savage, and L. Y. Cui, IEEE Trans. Magn. **26**, 1739(1990).
- [8] H. A. Davies, J. Magn. Mater. **157-158**, 11(1996).
- [9] Y. Nozawa, K. Iwasaki, S. Tanigawa, M. Tokunaga, and H. Harada, J. Appl. Phys. **64**, 5285(1988).
- [10] T. Saito, M. Fujita, T. Kuji, K. Fukuoka, and Y. Syono, J. Appl. Phys. **83**, 6390(1998).
- [11] S. Hirose, H. Kanekiyo, and M. Uehara, J. Appl. Phys. **73**, 6488(1993).
- [12] J. F. Liu and H. A. Davies, J. Magn. Mater. **157-158**, 29 (1996).
- [13] R. Nakayama and T. Takeshita, J. Alloys Compd. **193**, 259 (1993).
- [14] M. Endoh, M. Tokunaga, and H. Harada, IEEE Trans. Magn.

- 23, 2290(1987).
- [15] M. Tokunaga, H. Kogure, M. Endoh, and H. Harada, *IEEE Trans. Magn.* **23**, 2287(1987).
- [16] M. Tokunaga, Y. Nazawa, K. Iwasaki, M. Endoh, S. Tanigawa, and H. Harada, *IEEE Trans. Magn.* **25**, 3561(1989).
- [17] J. Hu, Z. Wang, Y. Wang, J. Zhao, X. Rao, and N. Zhang, *IEEE Trans. Magn.* **25**, 3429(1989).
- [18] J. Fidler, C. Groiss, and M. Tokunaga, *IEEE Trans. Magn.* **26**, 1948(1990).
- [19] M. Leonowicz, *J. Magn. Magn. Mater.* **83**, 211(1990).
- [20] B. Grieb, C. Pithan, E.-Th. Henig, and G. Petzow, *J. Appl. Phys.* **70**, 6354(1991).
- [21] C. G. Quan, Y. Z. Wang, L. Yin, and J. G. Zhao, *Solid State Commun.* **72**, 955(1989).
- [22] J. Bernardi, J. Fidler, M. Seeger and H. Kronmuller, *IEEE Trans. Magn.* **29**, 2773(1993).
- [23] T. Saito, M. Fujita, T. Kuji, K. Fukuoka and Y. Syono, *J. Appl. Phys.* **83**, 6390(1998).

Improvement of Magnetic Properties of Nd-Fe-B Type Sintered Magnet

Yoon B. Kim*, W.S. Jung and W.Y. Jeung

Metal Processing Research Center, KIST, Seoul 136-791, Korea

(Received 26 March 2002, in finan form 22 April 2002)

In order to increase the magnetic properties of a Nd-Fe-B sintered magnet, the general factors including particle size and its distribution, volume fraction of $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ phase, degree of alignment of $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ grain, oxygen content and grain size etc. should be optimized by controlling the composition of Nd-Fe-B alloy as well as the manufacturing process. In this study, fabrication of the Nd-Fe-B sintered magnet was carried out in a laboratory scale by controlling the composition of Nd-Fe-B alloy and the manufacturing process. The optimum milling condition was found by investigating the milling media, milling time and ball size. The addition of FeGa was effective to increase the coercivity of the Nd-Fe-B sintered magnet. A remanence of 14.4 kG, a coercivity of 9.4 kOe and a maximum energy product of 47 MGOe were obtained from the sintered magnet.

Key words : Nd-Fe-B sintered magnet, magnetic property, Ball mill, Powder blending, Dry milling