



(19) 대한민국특허청(KR)  
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2021년10월22일  
(11) 등록번호 10-2317014  
(24) 등록일자 2021년10월19일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)  
H01F 1/055 (2006.01) H01F 1/057 (2006.01)  
H01F 41/02 (2006.01)
- (52) CPC특허분류  
H01F 1/0551 (2013.01)  
H01F 1/0577 (2013.01)
- (21) 출원번호 10-2017-0160638
- (22) 출원일자 2017년11월28일  
심사청구일자 2020년08월04일
- (65) 공개번호 10-2019-0061846
- (43) 공개일자 2019년06월05일
- (56) 선행기술조사문헌  
JP2004018932 A\*  
KR1019950004294 A\*  
\*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

- (73) 특허권자  
주식회사 엘지화학  
서울특별시 영등포구 여의대로 128 (여의도동)
- (72) 발명자  
인준호  
대전광역시 유성구 문지로 188 LG화학 기술연구원  
어현수  
대전광역시 유성구 문지로 188 LG화학 기술연구원  
(뒷면에 계속)
- (74) 대리인  
유미특허법인

전체 청구항 수 : 총 5 항

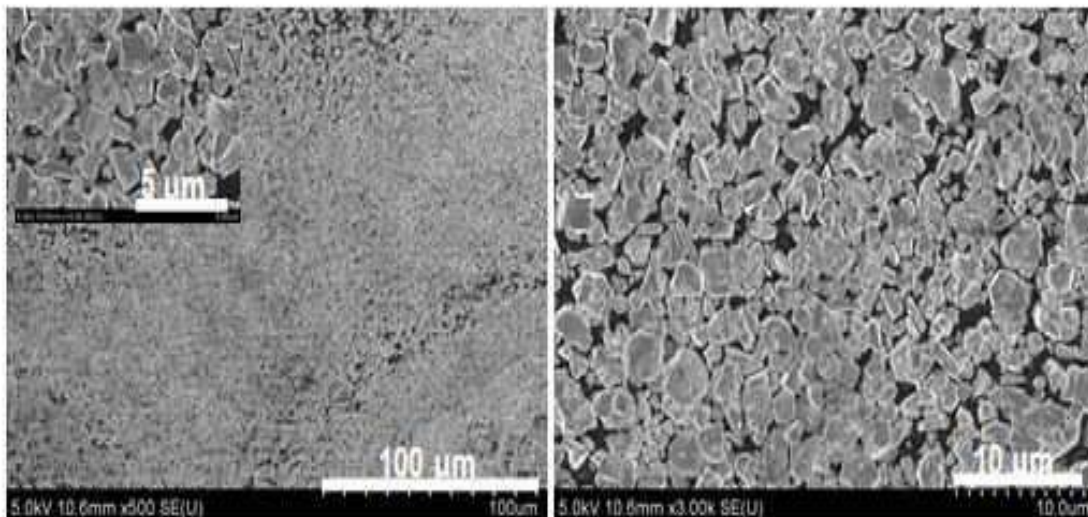
심사관 : 장영주

(54) 발명의 명칭 자석 분말의 제조 방법 및 자석 분말

(57) 요약

본 발명의 일 실시예에 따른 자석 분말의 제조 방법은 산화네오디뮴, 붕소, 전이 금속의 불화물 또는 염화물을 혼합하여 1차 혼합물을 제조하는 단계, 상기 1차 혼합물에 철, 칼슘을 혼합하여 2차 혼합물을 제조하는 단계, 상기 2차 혼합물을 930° C 내지 970° C의 온도에서, 5분 내지 15분 동안 가열하는 단계를 포함한다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류  
*H01F 41/0293* (2013.01)

(72) 발명자  
**최익진**  
대전광역시 유성구 문지로 188 LG화학 기술연구원

**권순재**  
대전광역시 유성구 문지로 188 LG화학 기술연구원

**최진혁**  
대전광역시 유성구 문지로 188 LG화학 기술연구원

**김인규**

대전광역시 유성구 문지로 188 LG화학 기술연구원

**신은정**

대전광역시 유성구 문지로 188 LG화학 기술연구원

**명세서**

**청구범위**

**청구항 1**

산화네오디뮴, 붕소, 전이 금속의 불화물 또는 염화물을 혼합하여 1차 혼합물을 제조하는 단계;

상기 1차 혼합물에 철, 칼슘을 첨가하고 혼합하여 2차 혼합물을 제조하는 단계;

상기 2차 혼합물을 930° C 내지 970° C의 온도에서, 5분 내지 15분 동안 가열하는 단계를 포함하는 자석 분말의 제조 방법.

**청구항 2**

제1항에서,

상기 제조된 자석 분말은 2 종 내지 3 종의 전이 금속이 도핑된 Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B인 자석 분말의 제조 방법.

**청구항 3**

제1항에서,

상기 전이 금속의 불화물 또는 염화물의 함량은 전체 1차 혼합물에 대하여 0.01 내지 0.05 at%인 자석 분말의 제조 방법.

**청구항 4**

제3항에서,

상기 전이금속의 불화물 또는 염화물은 AlCl<sub>3</sub>/AlF<sub>3</sub>, CuCl<sub>2</sub>/CuF<sub>2</sub>, GaCl<sub>3</sub>/GaF<sub>3</sub>, CoCl<sub>2</sub>/CoF<sub>2</sub>, CrCl<sub>3</sub>/CrF<sub>3</sub>, NiCl<sub>2</sub>/NiF<sub>2</sub> 및 ZrCl<sub>4</sub>/ZrF<sub>4</sub>로 이루어진 군에서 선택되는 하나 이상인 자석 분말의 제조 방법.

**청구항 5**

제1항 내지 제4항 중 어느 한 항의 제조방법으로 제조된 자석 분말.

**발명의 설명**

**기술 분야**

[0001] 본 발명은 자석 분말의 제조 방법 및 자석 분말에 대한 것이다. 보다 구체적으로, 전이 금속이 도핑된 Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B계 합금 분말의 제조 방법 및, 전이 금속이 도핑된 Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B계 합금 분말에 대한 것이다.

**배경 기술**

[0002] NdFeB계 자석은 희토류 원소인 Nd 및 철, 붕소(B)의 화합물인 Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B의 조성을 갖는 영구자석으로서, 1983년 개발된 이후에 30년 동안 범용 영구자석으로 사용되어 왔다. 이러한 NdFeB계 자석은 전자 정보, 자동차 공업, 의료 기기, 에너지, 교통 등 여러 분야에서 쓰인다. 특히 최근 경량, 소형화 추세에 맞춰서 공작 기기, 전자 정보기기, 가전용 전자 제품, 휴대 전화, 로봇용 모터, 풍력 발전기, 자동차용 소형 모터 및 구동 모터 등의 제품에 사용되고 있다.

[0003] NdFeB계 자석의 일반적인 제조는 자석 분말 야금법에 기초한 strip/mold casting 또는 melt spinning 방법이 알려져 있다. 먼저, strip/mold casting 방법의 경우, Nd, 철, 붕소(B) 등의 금속을 가열을 통해 용융시켜 잉곳을 제조하고, 결정립 입자를 조분쇄하고, 미세화 공정을 통해 마이크로 입자를 제조하는 공정이다. 이를 반복하여, 분말을 수득하고, 자기장하에서 pressing 및 sintering 과정을 거쳐 비등방성 소결 자석을 제조하게 된다.

[0004] 또한, melt spinning 방법은 금속 원소들을 용융시킨 후, 빠른 속도로 회전하는 wheel에 부어서 급냉하고, 제트

밀링 분쇄 후, 고분자로 블렌딩 하여 본드 자석으로 형성하거나, 프레스하여 자석으로 제조한다. 그러나, 이러한 방법들은 고온의 용융 과정과 다단계 분쇄 과정, 분말 입자 표면을 코팅하는 공정이 필요하다.

[0005] 최근 자석 분말을 칼슘 환원-확산 방법으로 제조하는 방법이 주목되고 있다. Ca 환원-확산을 이용하여 900도씨 내지 1200도씨의 반응 온도에서 1~8 시간 동안 반응시켜 결정성 Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B 분말 입자 제조하고 세정을 통해 CaO 부산물을 제거한 후 건조를 통해 자석 분말을 얻는다. 그러나 이러한 방법으로 분말을 제조하는 경우, 소결 자석의 특성 향상을 위해 Cu, Al, Ga, Co 등의 금속 전구체를 합성 과정에서 넣어주게 된다. 이때 자석 입자가 합성되면서 동시에 소결에 의한 입자 뭉침으로 인해 입자 분산성이 저하되고 제트밀 등의 고에너지를 이용한 분쇄가 필요하다.

**발명의 내용**

**해결하려는 과제**

[0006] 본 기재는 950 내외의 온도에서 유도된 Ca-Nd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>의 발열성 산화-환원 반응을 (H<sub>f</sub>=-23 kcal/mol) 이용하여 반응 시간이 현저하게 단축된 자석 분말의 제조 방법 및 이러한 방법으로 제조된 자석 분말을 제공하고자 한다. 보다 구체적으로, Cu, Al, Ga, Zr, Co 등의 전이 금속이 2 종 내지 3 종이 첨가된 Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B계 합금 분말의 제조 방법을 제공하고자 한다.

**과제의 해결 수단**

[0007] 이러한 과제를 해결하기 위하여 본 발명의 실시예에 따른 자석 분말의 제조 방법은 산화네오디뮴, 붕소, 전이 금속의 불화물 또는 염화물을 혼합하여 1차 혼합물을 제조하는 단계, 상기 1차 혼합물에 철, 칼슘을 첨가하고 혼합하여 2차 혼합물을 제조하는 단계, 상기 2차 혼합물을 930° C 내지 970° C의 온도에서, 5분 내지 15분 동안 가열하는 단계를 포함한다.

[0008] 상기 제조된 자석 분말은 2 종 내지 3 종의 전이 금속이 도핑된 Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B일 수 있다.

[0009] 상기 전이 금속의 불화물 또는 염화물의 함량은 전체 1차 혼합물에 대하여 0.01 내지 0.05 at%일 수 있다.

[0010] 상기 전이금속의 불화물 또는 염화물은 AlCl<sub>3</sub>/AlF<sub>3</sub>, CuCl<sub>2</sub>/CuF<sub>2</sub>, GaCl<sub>3</sub>/GaF<sub>3</sub>, CoCl<sub>2</sub>/CoF<sub>2</sub>, CrCl<sub>3</sub>/CrF<sub>3</sub>, NiCl<sub>2</sub>/NiF<sub>2</sub> 및 ZrCl<sub>4</sub>/ZrF<sub>4</sub>로 이루어진 군에서 선택되는 하나 이상일 수 있다.

[0011] 본 발명의 일 실시예에 따른 자석 분말은 산화네오디뮴, 붕소, 전이 금속의 불화물 또는 염화물을 혼합하여 1차 혼합물을 제조하는 단계, 상기 1차 혼합물에 철, 칼슘을 각각 순차적으로 첨가하고 혼합하여 2차 혼합물을 제조하는 단계, 상기 2차 혼합물을 930° C 내지 970° C의 온도에서, 5분 내지 15분 동안 가열하는 단계로 제조될 수 있다.

**발명의 효과**

[0012] 이상과 같이 본 실시예에 따른 자석 분말의 제조 방법은 반응 시간을 현저하게 단축시키면서 scale-up을 할 수 있어 경제적이며, 2 종 내지 3 종의 전이 금속이 도핑된 분산성이 높은 Nd계 분말 입자를 얻을 수 있다. 따라서 고 에너지의 제트밀 분쇄 공정을 생략할 수 있으며 합성 과정에서 주상 입자 표면에 NdF<sub>3</sub> 등의 불화물 피막이 형성될 수 있어 표면 처리 공정이 불필요하다.

**도면의 간단한 설명**

[0013] 도 1은 실시예 1에 따라 제조된 Nd<sub>2.0</sub>Fe<sub>13</sub>BAI<sub>0.05</sub>Cu<sub>0.05</sub> 자석 분말의 주사 전자 현미경 이미지를 나타낸 것이다.

도 2는 실시예 1에 따라 제조된 Nd<sub>2.0</sub>Fe<sub>13</sub>BAI<sub>0.05</sub>Cu<sub>0.05</sub> 자석 분말의 X-ray 회절 패턴을 나타낸 것이다.

도 3은 실시예 1에 따라 제조된 Nd<sub>2.0</sub>Fe<sub>13</sub>BAI<sub>0.05</sub>Cu<sub>0.05</sub> 자석 분말의 자화 이력 곡선을 나타낸 것이다.

도 4는 실시예 2에 따라 제조된 Nd<sub>2.0</sub>Fe<sub>13</sub>BAI<sub>0.05</sub>Cu<sub>0.05</sub>Ga<sub>0.01</sub> 자석 분말의 주사 전자 현미경 이미지를 나타낸 것이다.

도 5는 실시예 2에 따라 제조된  $Nd_{2.0}Fe_{13}BAl_{0.05}Cu_{0.05}Ga_{0.01}$  자석 분말의 X-ray 회절 패턴을 나타낸 것이다.

도 6은 실시예 2에 따라 제조된  $Nd_{2.0}Fe_{13}BAl_{0.05}Cu_{0.05}Ga_{0.01}$  자석 분말의 자화 이력 곡선을 나타낸 것이다.

도 7은 비교예 1에 따라 제조된  $Nd_{2.3}Fe_{13.5}BAl_{0.3}Cu_{0.05}$  자석 분말의 주사 전자 현미경 이미지를 나타낸 것이다.

도 8는 비교예 1에 따라 제조된  $Nd_{2.3}Fe_{13.5}BAl_{0.3}Cu_{0.05}$  자석 분말의 X-ray 회절 패턴을 나타낸 것이다.

도 9는 비교예 1에 따라 제조된  $Nd_{2.3}Fe_{13.5}BAl_{0.3}Cu_{0.05}$  자석 분말의 자화 이력 곡선을 나타낸 것이다.

도 10은 비교예 2에 따라 제조된  $Nd_{2.3}Fe_{13.5}BZr_{0.075}Al_{0.1}$  자석 분말의 주사 전자 현미경 이미지를 나타낸 것이다.

도 11는 비교예 2에 따라 제조된  $Nd_{2.3}Fe_{13.5}BZr_{0.075}Al_{0.1}$  자석 분말의 X-ray 회절 패턴을 나타낸 것이다.

**발명을 실시하기 위한 구체적인 내용**

- [0014] 이제 본 기재의 실시예에 따른 자석 분말의 제조 방법에 대하여 상세하게 설명한다. 본 실시예에 따른 자석 분말의 제조 방법은,  $Nd_2Fe_{14}B$  자석 분말의 제조방법일 수 있다. 즉, 본 실시예에 따른 자석 분말의 제조 방법은  $Nd_2Fe_{14}B$ 계 합금 분말의 제조 방법일 수 있다.  $Nd_2Fe_{14}B$  합금 분말은 영구자석으로 네오디뮴 자석이라고 지칭하기도 한다.
- [0015] 본 발명의 일 실시예에 따른 자석 분말의 제조 방법은 산화네오디뮴, 붕소, Cu, Al, Ga, Co, Zr 등의 전이 금속의 불화물 또는 염화물을 혼합하여 1차 혼합물을 제조하는 단계, 상기 1차 혼합물에 철 및 칼슘을 순차적으로 각각 첨가하고 혼합하여 2차 혼합물을 제조하는 단계, 상기 2차 혼합물을 930° C 내지 970° C의 온도에서, 5분 내지 15분 동안 가열하는 단계를 포함한다.
- [0016] 상기 제조 방법은 산화네오디뮴, 붕소, 철, 2 종 내지 3 종의 전이 금속의 불화물 또는 염화물, 칼슘의 원재료를 혼합하고, 930° C 내지 970° C의 온도에서 원재료들의 환원 및 확산에 의해  $Nd_2Fe_{14}B$  합금 분말을 형성하는 방법이다. 구체적으로, 산화네오디뮴, 붕소, 철의 혼합물에서 산화네오디뮴, 붕소 및 철의 몰비는 1:14:1 내지 1.5:14:1 사이일 수 있다. 산화네오디뮴, 붕소 및 철은  $Nd_2Fe_{14}B$  자석 분말을 제조하기 위한 원재료이며, 상기 몰비를 만족하였을 때 높은 수율로  $Nd_2Fe_{14}B$  합금 분말을 제조할 수 있다. 만일 몰비가 1:14:1 이하인 경우 Nd 리치한 입계상의 미형성 및 알파상 Fe 가 형성되는 문제점이 있고, 상기 몰비가 1.5:14:1 이상인 경우 과도하게 남은 Nd가 후단 처리과정에서 남은 Nd가  $Nd(OH)_3$ 나  $NdH_2$ 로 바뀌거나 Nd-Ca이 형성될 수 있다. 또한, 합성 과정에서 환원된 Nd가 자석 분말 입자들 사이를 붙게 하여 입자 뭉침을 유발할 수 있고 이로 인해 자석 분말 입자의 순도 및 분산성이 저하됨으로 인한 자성 특성 감소가 나타날 수 있다.
- [0017] 상기 산화네오디뮴, 붕소, 철을 혼합하여 1차 혼합물을 제조하는 단계에서, 첨가되는 전이 금속의 불화물 또는 염화물은 2 종 내지 3 종의 전이 금속 불화물 또는 염화물일 수 있다. 이때 전이 금속 불화물 또는 염화물 함량은 전체 1차 혼합물에 대하여 0.01 내지 0.05 at%일 수 있다. 전이금속의 함량이 0.01 at% 미만인 경우 합성된 분말을 이용하여 소결된 자석의 특성 (보자력, 잔류 자속 밀도) 향상을 기대할 수 없다. 또한 전이금속의 함량이 0.05 at % 이상인 경우 합성 과정에서 입자 뭉침이 통제되지 않을 수 있고, 합성된 분말을 이용하여 소결된 자석의 특성이 저하될 수 있는 문제가 있다.
- [0018] 이러한 전이금속의 불화물이나 염화물은  $AlCl_3/AlF_3$ ,  $CuCl_2/CuF_2$ ,  $GaCl_3/GaF_3$ ,  $CoCl_2/CoF_2$ ,  $CrCl_3/CrF_3$ ,  $NiCl_2/NiF_2$  및  $ZrCl_4/ZrF_4$ 로 이루어진 군에서 선택되는 하나 이상일 수 있다. 구체적으로, 상기 군에서 선택되는 2 개 내지 3 개 일 수 있다.
- [0019] 산화네오디뮴, 붕소, 철, 2 종 내지 3 종의 전이 금속 불화물 또는 염화물, 칼슘의 원료 입자들이 서로 반응하여 자석 분말이 형성될 때,  $NdF_3$  또는  $NdOCl$  피막이 입자 표면에 형성될 수 있으며, 부산물로 형성되는 CaO와 함께 합성되는 입자 크기를 제어해 줄 수 있다. 즉, 금속 불화물이나 염화물을 사용하는 경우, 반응 과정 중에 합성되는  $NdFeB$ 계 분말 입자의 크기 제어가 용이하며, 응집 또한 제어할 수 있다. 또한,  $NdF_3$  등이 입자 표면에 코팅될 뿐 아니라  $NdFeB$  주상 입자에 2 종 내지 3 종의 전이 금속이 도핑 됨으로써 내부식성 향상이나보자력, 잔류 자화 밀도, 큐리 온도 등의 물성을 향상시킬 수 있다.

- [0020] 다음, 상기 1차 혼합물에 철 및 칼슘을 각각 첨가하고 혼합하여 2차 혼합물을 제조한다. 이때 칼슘은 환원제일 수 있다.
- [0021] 다음, 상기 2차 혼합물을 930° C 내지 970° C의 온도에서, 5분 내지 15분 동안 가열한다. 본 단계는 불활성가스 분위기 하에서, 5분 내지 15분 동안 수행될 수 있다. 통상적으로 칼슘 환원-확산 방법을 이용하여 NdFeB계 입자를 제조하는 경우 900° C 내지 1200° C의 반응 온도에서 0.5시간 내지 8시간 동안 반응시켜 결정성 Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B 입자를 제조하였다. 그러나 이 경우 반응시간이 오래 걸리기 때문에 경제성이 떨어지는 문제점이 있었다.
- [0022] 그러나 본 발명의 경우, 930° C 내지 970° C의 온도에서, 5분 내지 15분 동안 가열하여 Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B 입자를 제조할 수 있는바 경제적이다. 본 발명은 약 950° C의 온도에서 연료 역할을 하는 Ca과 산화제 역할을 하는 Nd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>의 발열성 산화-환원 반응을 이용하여 반응시간을 단축시켰으며, 5분 내지 15분의 반응시간에도 결정성 NdFeB계 입자를 제조할 수 있다.
- [0023] 따라서 기존 제조 방법에 비하여 경제적이다 또한, 1차 혼합물에 포함된 전이 금속들은 입자 소결을 유도하여 제조 후 자석 분말의 분산도를 저하시킬 수 있다. 그러나 본 발명의 일 실시예에 따른 자석 분말의 제조 방법은 반응시간을 5분 내지 15분으로 단축시킴으로써 이와 같은 현상을 억제할 수 있다. 즉, 가열 시간이 길어지는 경우 자석 분말의 1차 입자들끼리 뭉치는 문제점이 있을 수 있으나, 본 발명은 반응 시간을 단축함으로써 이러한 문제를 예방하였다.
- [0024] 이렇게 제조되는 자석 분말은 Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B일 수 있다. 또한, 제조된 자석 분말의 크기는 0.5 μm 내지 10 μm일 수 있다. 또한, 일 실시예에 따라 제조된 자석 분말의 크기는 0.5 μm 내지 5 μm일 수 있다.
- [0025] 즉, 930° C 내지 970° C의 온도에서 원재료의 가열에 의하여 Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B 합금 분말이 형성된다. 통상적으로, Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B 합금 분말을 형성하기 위하여는 원재료를 1500° C 내지 2000° C의 고온에서 용융시킨 후 급냉시켜 원재료 덩어리를 형성하고, 이러한 덩어리를 조분쇄 및 수소 파쇄 등을 하여 Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B 합금 분말을 수득한다.
- [0026] 그러나 이러한 방법의 경우, 원재료를 용융하기 위한 고온의 온도가 필요하고, 이를 다시 냉각 후 분쇄해야 하는 공정이 요구되어 공정 시간이 길고 복잡하다. 또한, 이렇게 조분쇄된 Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B 합금 분말에 대하여 내부식성을 강화하고 전기 저항성 등을 향상시키기 위해서 별도의 표면 처리 과정이 요구된다.
- [0027] 자석 분말을 칼슘 환원-확산 방법으로 제조하는 방법은 Ca 환원-확산을 이용하여 900도씨 내지 1200도씨의 반응 온도에서 1~8 시간 동안 반응시켜 결정성 Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B 분말 입자 제조하고 세정을 통해 CaO 부산물을 제거한 다음 자석 분말을 수득한다.
- [0028] 그러나 이러한 방법으로 분말을 제조하는 경우, Cu, Al, Ga, Co 등의 전이 금속을 넣어주면 자석 분말 입자가 합성되면서 동시에 소결에 의한 입자 뭉침이 발생하여 입자 분산성이 저하되고 제트밀 등의 고에너지를 이용하여 분쇄해야 하는 문제가 있다.
- [0029] 그러나 본 실시예에서와 같이 환원-확산방법에 의하여 NdFeB계 분말을 제조하는 경우, 930° C 내지 970° C의 온도에서 원재료들의 환원 및 확산에 의해 2 종 내지 3 종의 전이 금속이 도핑된 Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B 합금 분말을 형성한다. 이 단계에서, 합금 분말의 크기가 수 마이크로미터 단위로 형성되기 때문에, 별도의 고 에너지를 이용한 분쇄 공정이 필요하지 않다. 보다 구체적으로, 본 실시예에서 제조되는 자석 분말의 크기는 0.5 μm 내지 10 μm 일 수 있다. 특히, 원재료로 사용되는 철 분말의 크기를 조절하여 제조되는 합금 분말의 크기를 조절할 수 있다.
- [0030] 그러면 이하에서 일 실시예에 따른 자석 분말에 대하여 설명한다. 본 실시예에 따른 자석 분말은 앞서 설명한 제조 방법으로 빠른 시간 내에 100~200 g 수준으로 제조될 수 있다. 또한, 본 실시예에 따른 자석 분말은 2 종 내지 3 종의 전이 금속이 도핑된 Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B를 포함하고, 크기가 0.5 μm 내지 10 μm 이며, 표면에 불화물 절연막이 코팅되어 있을 수 있다. 이러한 불화물은 전이 금속의 불화물일 수 있다
- [0032] 그러면 이하에서 구체적인 실시예를 통하여 본 기재에 따른 자석 분말의 제조방법에 대하여 설명한다.
- [0034] **실시예 1: Nd<sub>2.0</sub>Fe<sub>13</sub>BAl<sub>0.05</sub>Cu<sub>0.05</sub> 의 제조**
- [0035] Nd<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 32.68 g, B 1.05 g, AlF<sub>3</sub> 0.41 g, CuCl<sub>2</sub> 0.65 g을 날젠 통에 넣고 paint shaker로 30 분 혼합한다. 다음, 여기에 Fe 70.50 g를 넣고 paint shaker로 30 분 혼합하고, 마지막으로 Ca 17.16 g을 넣고 tubular mixer로 1

시간 혼합한다. 다음 내부가 carbon sheet로 둘러싸인 SUS 튜브에 다져 넣고 불활성 가스(Ar, He) 분위기에서 950°C 에서 10 분 동안 튜브 전기로 안에서 반응시킨다. 반응이 종료된 후 성형물을 auto-grinding하고 Tris-acetic acid buffer 또는 암모늄 나이트레이트가 녹아 있는 메탄올에 분말을 넣고 10-30 분간 homogenizer 처리와 30 분에서 2 시간 이내로 ball mill 처리를 통해 CaO 불순물을 제거한다. 다음, 아세톤으로 세정하고 건조한다. 그 결과 제조된 자석 분말의 주사 전자 현미경 이미지를 도 1에, X-ray 회절 패턴을 도 2에, 자화 이력 곡선을 도 3에 나타내었다. 그 결과를 통해 반응 시간이 단축되어도 분산성이 우수하고 3000 Oe 내외의 보자력을 가지는 Cu, Al이 도핑된 결정성 Nd계 자석 분말 입자가 합성됨을 확인할 수 있었다.

[0037] **실시예 2: Nd<sub>2.0</sub>Fe<sub>13.0</sub>BGa<sub>0.01</sub>Al<sub>0.05</sub>Cu<sub>0.05</sub>의 제조**

[0038] Nd<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 33.24 g, B 1.04 g, AlF<sub>3</sub> 0.40 g, CuCl<sub>2</sub> 0.65 g, GaF<sub>3</sub> 0.12 g을 날젠 통에 넣고 paint shaker로 30 분 혼합한다. 다음, 여기에 Fe 69.96 g를 넣고 paint shaker로 30 분 혼합하고, 마지막으로 Ca 16.65 g을 넣고 tubular mixer로 1 시간 혼합한다. 다음 내부가 carbon sheet로 둘러싸인 SUS 튜브에 다져 넣고 불활성 가스(Ar, He) 분위기에서 950°C 에서 10 분 동안 튜브 전기로 안에서 반응시킨다. 반응 종료 후 세정 처리는 실시예 1과 동일하다. 그 결과 제조된 자석 분말의 주사 전자 현미경 이미지를 도 4에, X-ray 회절 패턴을 도 5에, 자화 이력 곡선을 도 6에 나타내었다. 그 결과를 통해 반응 시간이 단축되어도 분산성이 우수하고 3000 Oe 내외의 보자력을 가지는 Cu, Al, Ga이 도핑된 결정성 Nd계 자석 분말 입자가 합성됨을 확인할 수 있었다.

[0040] **비교예 1: Nd<sub>2.3</sub>Fe<sub>13.5</sub>BAl<sub>0.3</sub>Cu<sub>0.05</sub>의 제조**

[0041] Nd<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 35.84 g, B 1.00 g, CaF<sub>2</sub> 0.6 g, AlF<sub>3</sub> 2.33 g, CuCl<sub>2</sub> 0.62 g을 날젠 통에 넣고 paint shaker로 30 분 혼합한다. 다음, 여기에 Fe 69.82 g를 넣고 paint shaker로 30 분 혼합하고, 마지막으로 Ca 17.15 g을 넣고 tubular mixer로 1 시간 혼합한다. 다음 내부가 carbon sheet로 둘러싸인 SUS 튜브에 다져 넣고 불활성 가스(Ar, He) 분위기에서 950 °C 에서 6 시간 동안 튜브 전기로 안에서 반응시킨다. 반응 종료 후 세정 처리는 실시예 1을 따른다. 그 결과 제조된 자석 분말의 주사 전자 현미경 이미지를 도 7에, X-ray 회절 패턴을 도 8에, 자화 이력 곡선을 도 9에 나타내었다. 실시예 1,2에 제시된 Nd계 자석 분말 입자와 비교예 1에서 제시된 Nd계 자석 분말 입자를 비교하면 반응 시간이 1-6 시간에서 5분 내지 15분으로 단축해도 분말 입자의 결정성 및 자화 이력 곡선이 비슷한 수준으로 유지되고 분산성이 향상됨을 확인할 수 있었다.

[0043] **비교예 2: Nd<sub>2.3</sub>Fe<sub>13.5</sub>BZr<sub>0.075</sub>Al<sub>0.1</sub>**

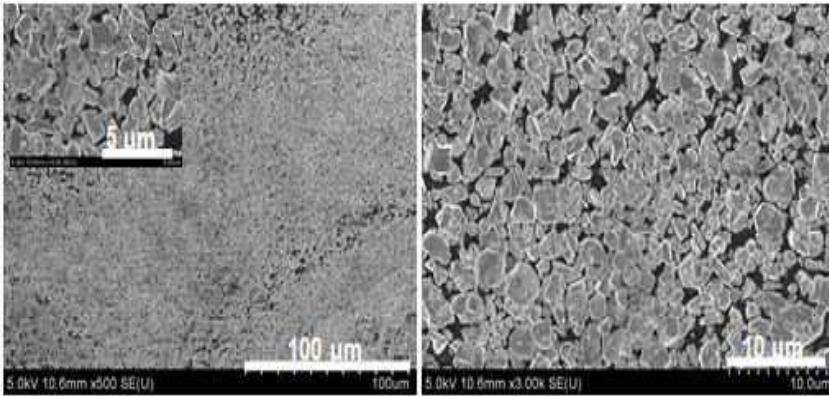
[0044] Nd<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 34.99 g, B 0.98 g, CaF<sub>2</sub> 0.6 g, AlF<sub>3</sub> 0.76 g, ZrF<sub>4</sub> 1.13 g을 날젠 통에 넣고 paint shaker로 30 분 혼합한 다음, 여기에 Fe 68.16 g를 넣고 paint shaker로 30 분 혼합하고, 마지막으로 Ca 20.66 g을 넣고 tubular mixer로 1 시간 혼합한 다음 내부가 carbon sheet로 둘러싸인 SUS 튜브에 다져 넣고 불활성 가스(Ar, He) 분위기에서 950 °C 에서 6 시간 동안 튜브 전기로 안에서 반응시킨다. 반응 종료 후 세정 처리는 실시예 1을 따른다. 그 결과 제조된 자석 분말의 주사 전자 현미경 이미지를 도 9에, X-ray 회절 패턴을 도 10에 나타내었다. 실시예 1,2에 제시된 Nd계 자석 분말 입자와 비교예 1에서 제시된 Nd계 자석 분말 입자를 비교하면 반응 시간이 1-6 시간에서 5분 내지 15분으로 단축해도 분말 입자의 결정성 비슷한 수준으로 유지되고 분산성이 향상됨을 확인할 수 있었다.

[0046] 이상과 같이 본 기재에 따른 다양한 전이 금속이 2 종 내지 3 종 도핑된 자석 분말의 제조 기존 방법에 비하여 고온이 요구되지 않으며, 반응 시간을 현저하게 단축할 수 있고 별도의 고 에너지를 이용한 분쇄 공정이 요구되지 않고, 표면 처리 과정 또한 생략할 수 있어 경제적이다.

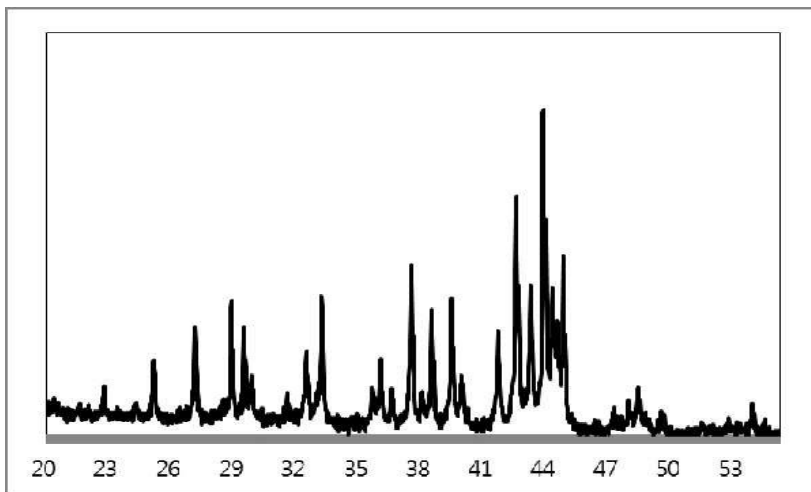
[0048] 이상에서 본 발명의 바람직한 실시예에 대하여 상세하게 설명하였지만 본 발명의 권리범위는 이에 한정되는 것은 아니고 다음의 청구범위에서 정의하고 있는 본 발명의 기본 개념을 이용한 당업자의 여러 변형 및 개량 형태 또한 본 발명의 권리범위에 속하는 것이다.

도면

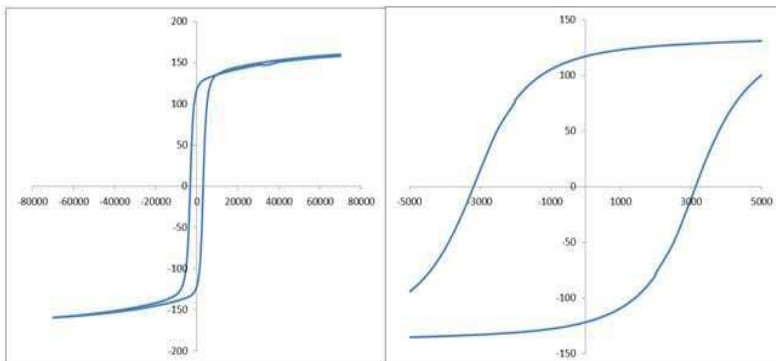
도면1



도면2

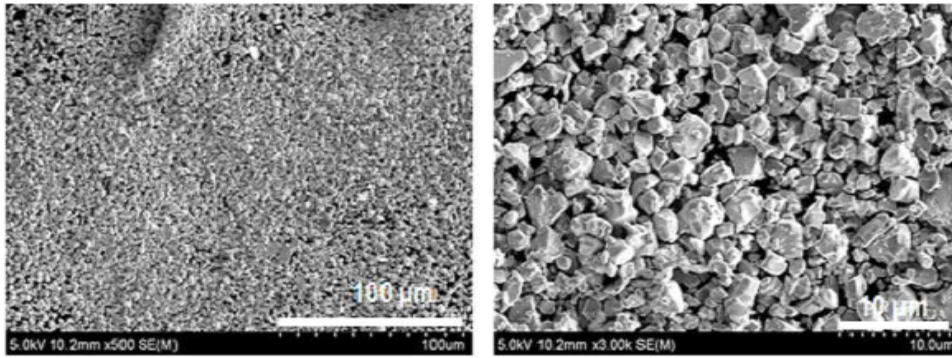


도면3

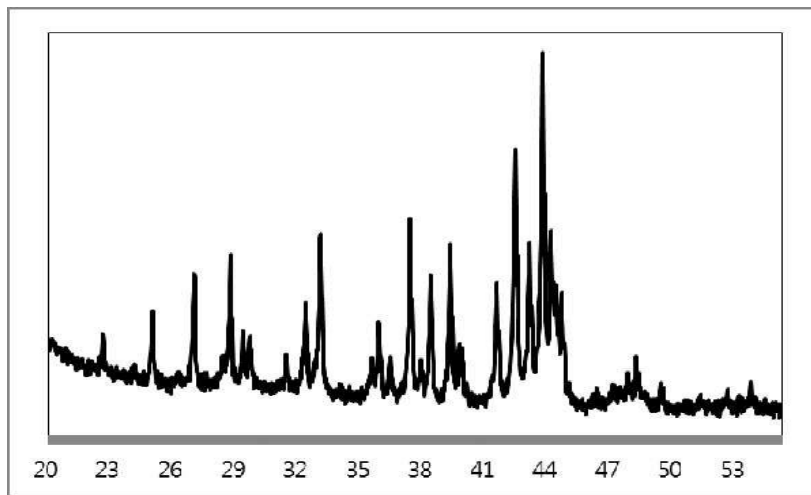




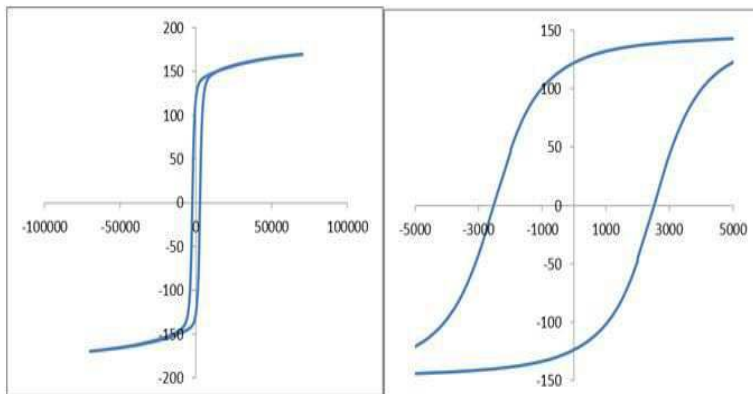
도면4



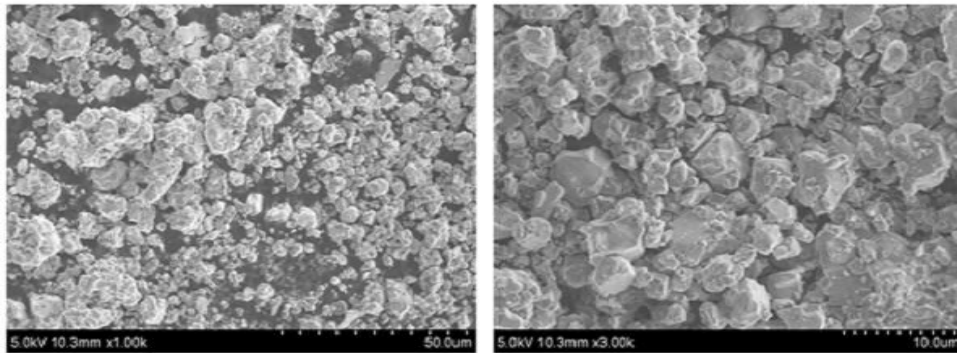
도면5



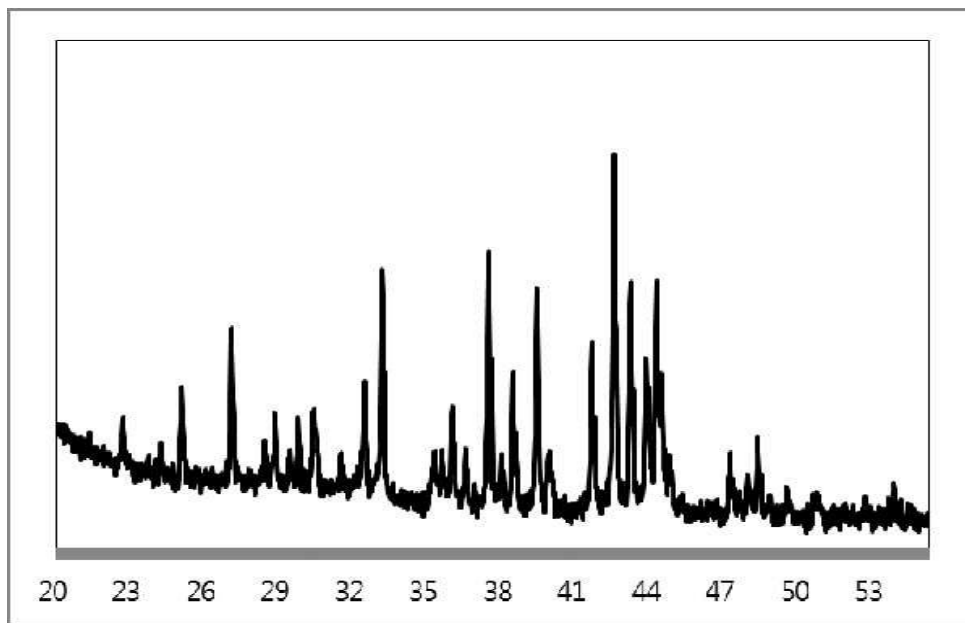
도면6



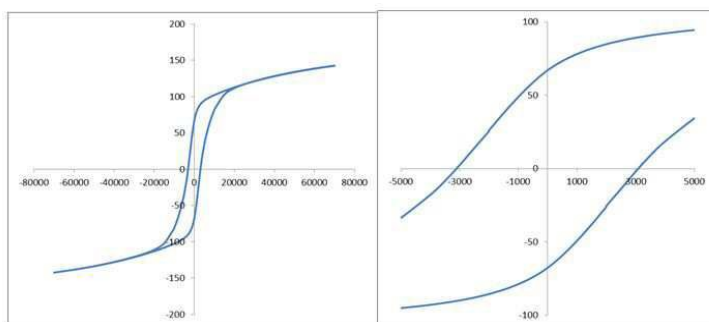
도면7



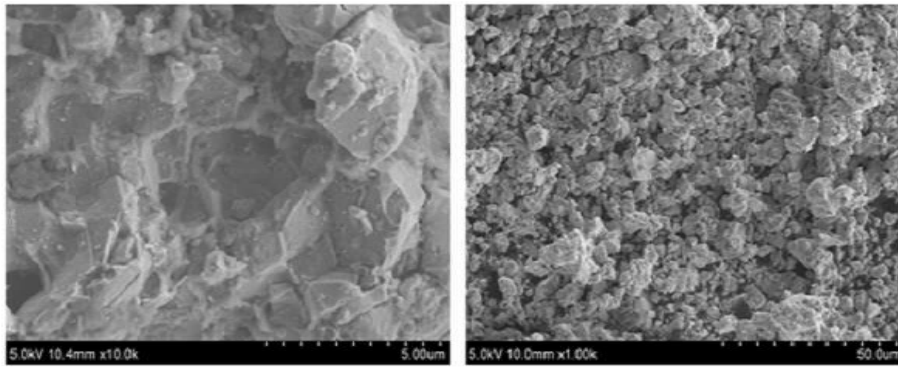
도면8



도면9



도면10



도면11

