

# 열처리에 따른 Nd-Fe-B 소결 자석의 미세구조와 자기적 특성 연구

김태훈\*, 이성래, 김동환<sup>1</sup>, 장태석<sup>2</sup>

고려대학교 신소재공학과, 서울특별시 성북구 안암동 고려대학교, 136-713

<sup>1</sup>한국기계연구원 부설 재료 연구소, 경남 창원시 창원대로, 641-010

<sup>2</sup>선문대학교 하이브리드공학부, 충남 아산시 당정면 선문대학교, 336-708

## 1. 서론

Nd-Fe-B 소결 자석의 자기적 특성은 그것의 미세구조에 큰 영향을 받는다. 특히, Nd-Fe-B 소결자석의 보자력 형성 기구가 nucleation type이기 때문에, 역자구가 핵 생성될 확률이 높은 불안정한 미세구조는 Nd-Fe-B 소결자석의 보자력을 감소시킨다[1]. 또한, 소결자석을 열처리 하였을 때 보자력이 크게 향상 되는데, 이것은 열처리에 따른 Nd-rich 상의 미세구조의 변화와 관련이 깊다[2,3].

본 연구에서는, 열처리에 따른 소결자석의 Nd-rich 삼중점상과 입계상의 미세구조의 변화를 살펴 보고, 그것과 자기적 특성 향상간의 상관관계를 분석 하였다.

## 2. 실험방법

시편의 조성은  $Nd_{11.30}, Dy_{3.35}Fe_{76.55}M_{2.8}B_6(at\%)$ , ( $M=Co, Cu, Al, Nb$ )이고, 소결시 온도는  $1080^{\circ}C$ 였으며, 4시간 동안 소결을 진행한 시편을 준비 하였다. 소결 이후 1차 열처리를  $850^{\circ}C$ 에서 2시간 진행한 시편과, 1차 열처리 이후에 2차 열처리를  $500^{\circ}C$ 에서 2시간동안 진행한 시편이 준비 되었다. 소결 자석의 미세구조의 변화는 주사 전자현미경(JXA-8500F)과 투과전자현미경(FEITecnaif20)을 이용하여 관찰하였으며, 소결 자석의 열처리에 따른 상변화 및 상분포를 조사하기 위해서 EPMA(JXA-8500F Electron Probe Micro Analyzer), SADP (FEITecnaif20)를 이용 하였다.

## 3. 결과 및 고찰

열처리에 따른 Nd-Fe-B 소결체에서의 상 분포와 형성을 알아보기 위하여 EPMA mapping을 한 결과,  $(Nd,Dy)_2Fe_{14}B$ 의 주상이 존재를 하고 Nd가 rich한 삼중점상이 존재를 하게 된다. 이러한 삼중점상은 크게 Nd,Dy,O-rich상, Nd,Co,Cu,O-rich상, 그리고 이 두상이 혼재되어 있는 상이다. 또한, 2차 열처리( $500^{\circ}C$ )를 진행한 후의 시편의 미세구조를 살펴보면 Nd,Co,Cu,O-rich 삼중점상에서부터 형성된, Cu가 rich한 얇은 입계상의 형성을 확인 할 수 있다. 이러한 비자성 입계상은 주상을 고립 시키는데 주된 역할을 하게 되고, Cu가 첨가되고 열처리가 진행됨에 따라 더욱 유리하게 발달 된다는 것을 알 수 있다[4]. 자기적 특성의 변화를 측정해본 결과 예상했던 바와 같이, as-sintered, 1차 열처리된 시편 에서의 보자력 보다 2차 열처리 후의 시편에서의 보자력이 매우 크게 나타나는 것을 알 수 있다. 열처리에 따른 Nd,Dy,O-rich삼중점상의 미세구조의 변화를 살펴 보면, As-sintered 시편에서는 hexagonal- $(Nd,Dy)_2O_3$ 의 결정구조를 보이지만, 1차 열처리와 2차 열처리 시편에서는 fcc- $(Nd,Dy)O$ 로 결정구조가 변하였다. Fig. 1은 열처리에 따른 Nd,Dy,O-rich 삼중점상에서 형성된 입계상의 미세구조의 변화를 보여 준다. As-sintered, 1차 열처리 시편 모두, 삼중점상에서 형성된 결정립계에는 두 주상 사이에 입계상의 형성 없이 두 인접한 주상이 직접적으로 맞닿아 있는 모습을 볼 수 있다. 열처리 조건에 따른 시편의 Nd,Co,Cu,O-rich삼중점상의 미세구조의 변화를 살펴본 결과, as-sintered 에서는 주상과 인접한 부분에서는 단결정 이지만 가운데 부분에서는 다결정체를 형성 하는 모습을 볼 수 있다. 하지만 열처리가 진행됨에 따라 가운데 부분까지 단결정화가 일어나는 모습을 볼 수 있다. As-sintered와 1차 열처리 시편에서의 Nd,Co,Cu,O-rich 삼중점상에는 hexagonal- $(Nd,Dy)_2O_3$ 상이 포함되어 있는 것을 알 수 있고, 결정화가 많이 진행

된 2차 열처리 시편에서 hexagonal Nd 결정이 형성 됨을 알 수 있다. Nd,Co,Cu,O-rich 삼중점상에서는 Fig. 2에서 보는 바와 같이 Nd,Dy,O-rich 삼중점상 에서는 다르게 명확하게 주상 사이에 입계상이 형성 된 것을 볼 수 있다. Fig. 2의 EDX spectrum을 보게 되면, as-sintered에서의 입계상에는 Cu가 포함되어 있지 않지만, 열처리가 진행됨에 따라 입계상에 Cu가 유입되어 Cu를 포함하는 상을 형성한다는 것을 알 수 있다. 그리고, as-sintered 에서의 입계상은 대부분이 비정질상이지만, 열처리가 진행됨에 따라 Fig. 2의 SAD pattern에서 보는 바와 같이 결정성이 향상되어 가는 것을 확인할 수 있다.

## 5. 결론

Nd,Co,Cu,O-rich 삼중점상에서는 두 주상사이에 약 5-10nm 두께의 입계상이 형성되었다. 2차 열처리 후의 삼중점상과 입계상에서의 SAD pattern를 분석해 보면, hexagonal Nd 가 형성된 것을 알 수 있는데, 이것은 Nd-Cu 상평형도에서 500°C 부근의  $L \rightarrow Nd + NdCu$  공정 반응에 의한 것이라는 것을 짐작 할 수 있다.[4] 이러한 반응에 의해서 2차 열처리 후에 입계상의 결정성이 향상 된다고 할 수 있다. 또한, 이 반응에 의해 2차 열처리 후에 입계상에서의 Cu의 함량이 증가 되고, 이것으로 인해 입계상의 비자성성이 증가 됨에 따라 주상간의 고립을 효율적으로 형성하기 때문에, Nd,Co,Cu,O-rich 삼중점상에서 형성된 입계상이 열처리 후 자기적 특성의 향상에 주된 영향을 미칠 것이라고 예상된다.

## 6. 참고문헌

- [1] M. Sagawa, S. Hirosawa, H. Yamamoto, S. Fujimura, Y. Matsuura, Jap. J. Appl. Phys. 26 (1987)785
- [2] M. Matsuura, S. Sugimoto, R. Goto, N. Tezuka, J. Appl. Phys. 105, (2009)07A741
- [3] T. Fukagawa, S. Hirosawa, J. Appl. Phys. 104, (2008)013911
- [4] W. F. Li, T. Ohkubo, T. Akiya, H. Kato, K. Hono, J. Mater. Res. 24 (2009)413

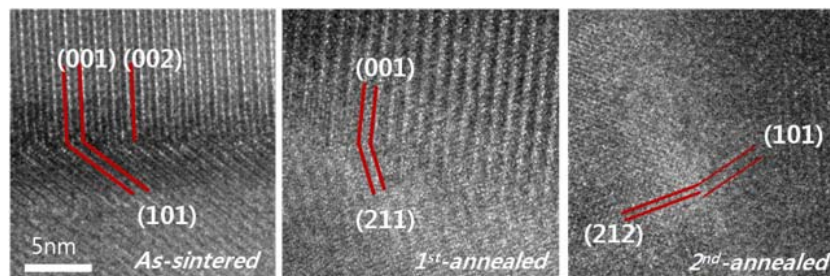


Fig. 1. TEM image of grain boundary from Nd,Dy,O-rich TJP as a function of annealing step

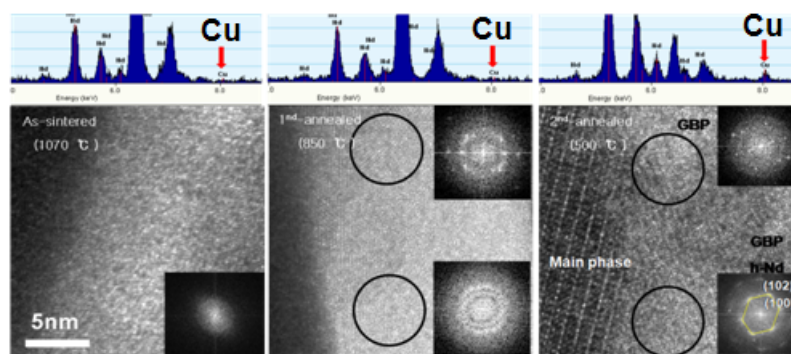


Fig. 2. TEM image and SADP of grain boundary phase from Nd,Co,Cu,O-rich TJP as a function of annealing step. Upper inset is EDX profile of grain boundary phase