

## 소결공정에 따른 미세구조 변화

김영도\*, 김진우, 김세훈

한양대학교 신소재공학과

### 1. 서론

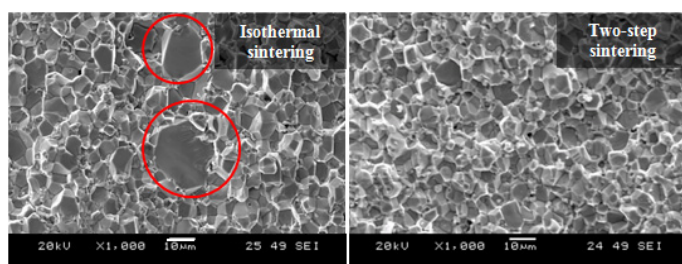
Nd-Fe-B 소결자석은 1980년대에 등장한 이래 현재까지 최고성능의 영구자석으로 각광 받으며, 우수한 자기특성으로 인해 전자기기, 자동차 및 의료기기 등 산업 전반에 사용되고 있다. 본 연구에서는 보다 우수한 자성특성을 가지는 소결 자석을 제조하고자 소결공정 변화를 통한 미세구조 변화를 유도 하였으며, 이에 따른 고보자력 (Nd,Dy)-Fe-B 자성분말의 소결거동과 균일한 미세구조를 가지는 최적의 소결조건을 제시하였으며, 이에 따른 자성특성을 측정하였다.

### 2. 실험방법

$Nd_{13}Dy_2Fe_{76.2}TM_{2.8}B_6$ (TM=Co, Cu, Al, Nb; at.%)의 조성을 가지는 자성분말을 제조하였다. 이러한 분말을 150 MPa의 압력으로 일축자장성형을 한 후,  $10^{-6}$  torr 이하의 진공 분위기에서 다양한 소결공정을 적용하여 진 밀도를 가지는 시편을 제조 하였다. SEM 을 이용하여 미세조직 관찰 하였으며 소결시편의 밀도는 아르키메데스 법을 이용하여 측정하였고, 결정립 크기를 측정하기 위하여 시편을 연마한 후 단면을 관찰하여 이미지 분석 을 실시하였다. XRD, EDS, SEM 을 이용하여 상분석 및 미세조직 관찰 하였다. B-H loop tracer를 이용해 상온에서의 자성특성을 평가하였다.

### 3. 실험결과

Nd-Fe-B계 소결자석은 일반적으로 강자성상인  $Nd_2Fe_{14}B$ 상과 비자성상인 Nd-rich 계면 상으로 이루어져 있어 Nd-rich가 액상인 영역에서 액상소결을 통해 제조된다. 현재 개발된 Nd-Fe-B 소결자석의 경우 큐리온도가 낮고, 높은 온도에서 자기적 성능의 열화가 심하게 진행된다는 단점이 있기 때문에 새로운 합금설계 및 공정의 최적화를 통해 보자력을 향상시킴으로써 사용온도를 200°C 정도로 높이는 고온 안정성 연구가 활발히 진행되고 있다. 보자력은 미세구조와 결정립의 크기와 밀접한 관계를 가지고 있어, 비자성상인 Nd-rich 상이  $Nd_2Fe_{14}B$ 상간의 미세구조를 개선시키고 결정립 성장을 억제시킴으로써 보자력의 향상을 가져올 수 있다. 입자성장과 비정상적으로 큰 결정립 생성을 억제하는 것을 목적으로 Two-step 소결을 적용 하여 미세 결정립을 가지는 Nd-Fe-B 소결자석을 제조하였다.



(a)

(b)

Fig. 1. Fracture surface morphologies of (a) isothermal sintered specimen and (b) two-step sintered specimen.

그림 1은 등온소결과 Two-step 소결 공정시의 미세구조 변화를 파단면을 통하여 관찰하였다. 그 결과 평균 결정립 크기는 등온소결시 8.4  $\mu\text{m}$ , Two-step 소결시 결정립 크기를 효과적으로 제어 하여 5.8  $\mu\text{m}$ 의 결정립 크기를 가지는 소결자석을 제조하였으며, 등온소결시 관찰되었던 불균일한 입자 성장 또한 감소하였다.

그에 따른 자성특성 변화는 그림 2에 나타내었다. 보자력은 등온소결시에는 약 23.3 kOe, Two-step 소결 공정 시에는 약 26 kOe로 측정되었으며, 이러한 미세구조 변화는 보자력 값이 증가하는 원인으로 판단되었다.

그림 3은 NdFeB 소결자석의 제조함에 있어 Nd-rich의 미세구조를 변화 시켜 보자력을 증가시키는 개선된 소결공정의 모식도이다. 개선된 소결 공정을 통하여 등온소결시의 불균일한 미세구조 및 국부적으로 삼중점에 존재하는 액상인 Nd-rich의 미세구조를 고르게 분포하는 목적으로 연구를 수행하였다.

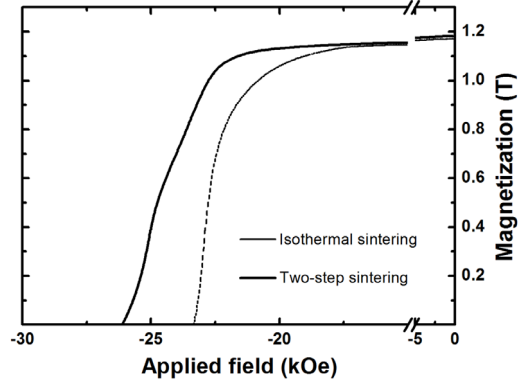


Fig. 2. Demagnetization curves of isothermal sintered specimen and two-step sintered specimen.

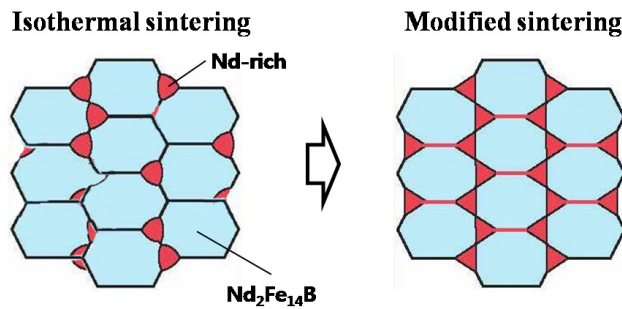


Fig. 3. Schematic illustration of microstructure changes

그 결과 보자력은 개선된 소결 공정 적용시 27.77 kOe에서 29 kOe로 약 1.5 kOe 증가하였다. 이는 개선된 소결공정 중 액상의 이동을 통하여 결정립계에 Nd-rich가 균일하게 분포함으로써 인접한  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 상간의 자기교환 결합 작용을 억제 하여 효과적으로 자장절연체 역할을 하였기 때문으로 판단된다.

#### 4. 결론

- 1) 고보자력 (Nd, Dy)-Fe-B 소결자석의 제조를 위한 소결 공정 변화를 통하여 미세구조를 유도하였고 진 밀도를 가지는 (Nd, Dy)-Fe-B 소결자석을 제조하였다. 이러한 Two-step 소결 공정은 결정립 크기를 효과적으로 제어하였으며, 불규칙한 입자성장을 최소화하여 그 보자력이 약 3kOe 증가하였다.
- 2) Nd-rich의 미세구조를 개선하는 목적으로 수행된 개선된 소결공정은 등온소결공정에 비해 보자력이 약 1.5 kOe 정도 증가한 결과를 나타내었으며 Nd-rich의 미세구조 제어를 통하여 보자력 값을 향상시킬 수 있음을 확인하였다.