

방전 플라즈마 소결로 제조된 (Nd, Dy)-Fe-B 영구자석의 미세구조가 자기적 특성에 미치는 영향

Effect of Microstructure on Magnetic Property in (Nd, Dy)-Fe-B Permanent Magnet Fabricated by Spark Plasma Sintering

김진우*, 송선용, 김영도
한양대학교 신소재공학과

1. 서론

본 연구에서는 고보자력 (Nd, Dy)-Fe-B 영구자석의 결정립 크기를 줄이기 위하여 방전 플라즈마 소결을 도입 하였으며 이에 따른 소결거동과 미세구조를 분석하고 자성특성을 측정하였다. 또한 제조된 소결체의 미세구조분석을 통하여 방전 플라즈마 소결이 자기적 성질에 미치는 영향에 대해서 고찰하였다.

2. 실험방법

평균입경이 약 5 μm 인 $\text{Nd}_{13}\text{Dy}_2\text{Fe}_{76.2}\text{TM}_{2.8}\text{B}_6$ (TM=Co,Cu,Al,Nb;at.%)조성의 합금 분말을 이용하여, 약 120 MPa의 압력을 가하여 일축자장성형을 한 후, 승온 속도 10°C/min, 소결 온도 600°C에서 1시간 동안 가소결을 실시하고, 방전 플라즈마 소결장치를 사용하여 가소결체를 승온 속도 100°C/min, 소결 온도 750~1000°C, 유지 시간 15분, 소결 압력 30 MPa, 10^{-3} torr 이하의 진공 분위기에서 소결을 실시하였다. XRD, EDS 를 이용하여 상분석을 실시하였고, 미세조직 관찰을 위해 SEM을 이용하였다. TEM을 이용한 EDS 분석의 전처리를 위해 FIB 처리를 하였다. 또한 소결시편의 밀도 측정은 아르키메데스법을 이용하였고, 결정립 크기를 측정하기 위하여 시편을 연마한 후 단면을 관찰하여 이미지 분석을 실시하였다. 또한 상온에서의 소결체의 자성특성을 측정하기 위하여 B-H loop tracer를 이용하였다.

3. 실험결과

결정립 크기를 변화시키기 위하여 SPS 공정을 적용한 후 미세구조 변화에 따른 자성특성을 Table 1. 로 나타내었다. SPS 소결 후에는 잔류자속밀도는 0.6 T로 등온소결 시에 비해 약 50% 감소하였다.

sintering process	Hc (kOe)	Br (T)	(BH)max (MGoe)	(g/cm ³)	Grain size (μm)
Isothermal sintering 1050oC/4h	16.77	1.19	35	7.46	7.3
SPS 1000oC/15m	7.1	0.6	11	7.65	5.9

Table 1. Summary of sintering conditions and their results.

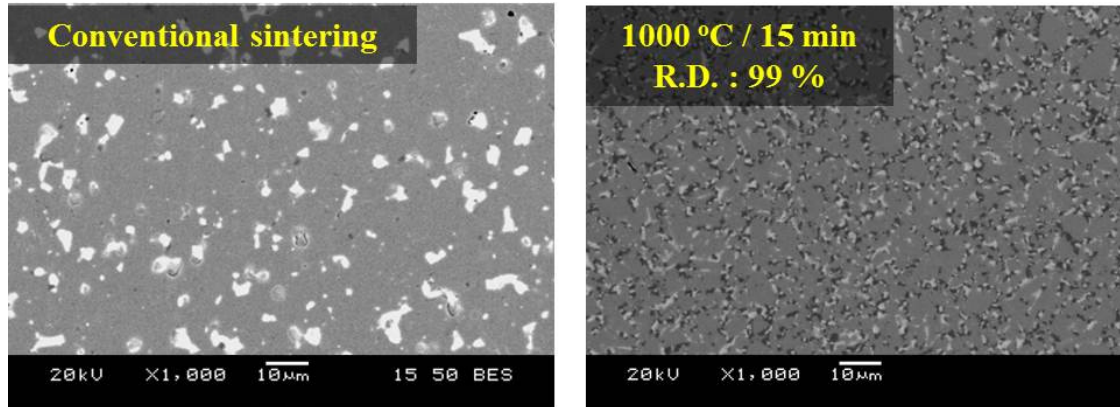


Fig. 1. SEM image of conventional sintering and sinter plus spark plasma sintering.

이러한 자기적 성능 감소의 원인을 고찰하기 위하여 SEM 을 통하여 미세구조를 분석한 결과, 일반적으로 (Nd, Dy)-Fe-B 영구자석에서 관찰되는 $Nd_2Fe_{14}B$ 와 Nd-rich 상이 아닌 새로운 상이 생성되었음을 확인 하였다. 이러한 상을 TEM 분석을 통하여 관찰하였으며 강자성상인 $Nd_2Fe_{14}B$ 상이 B-rich 상과 α -Fe 상으로 상분해가 일어났음을 확인하였다. 즉 이러한 새로운 상의 존재는 강자성상($Nd_2Fe_{14}B$)의 상분율을 저하시켜 자기적 성능이 감소된 것으로 판단하였다[1]. 또한 XRD 분석결과 배향성의 흐트러짐이 분석되었으며, 이는 자성특성 저하를 가져오게 된 것으로 판단된다[2].

미세구조의 변화 및 상변화를 통해 판단할 때, SPS 소결은 결정립 크기를 효과적으로 줄이는데 성공 하였으나 상변화 및 배향성의 흐트러짐으로 인하여 그 자기적 특성이 감소하는 것으로 판단된다. 추후, 배향성을 유지함과 동시에 열처리를 통한 상변화를 유도 하게된다면 SPS 공정을 통하여 결정립 감소에 따른 고보자력 (Nd, Dy)-Fe-B 영구자석의 제조가 가능할 것으로 판단된다.

4. 결론

- 1) 미세한 결정립 크기를 갖는 (Nd, Dy)-Fe-B 영구자석의 제조를 위하여 SPS 소결을 도입한 결과 기존 소결공정 대비 20% 감소된 $5.9\mu m$ 의 결정립을 갖는 (Nd, Dy)-Fe-B 영구자석을 제조할 수 있었다.
- 2) SPS로 제조된 (Nd, Dy)-Fe-B 영구자석의 자기적 특성을 측정한 결과 7.1 kOe의 보자력을 나타내었으며 기존 소결공정에 비해 상대적으로 낮은 값을 나타내었다. 이는 SPS 소결 중 공정상의 특수성에 의한 상변화 및 배향성의 흐트러짐으로 인한 것으로 판단되었다.

5. 참고문헌

- [1] F.D. Saccone, and H. Sirkin: Phys. B. Cond. Mater **354** (2004) 209.
- [2] S.H. Kim, J. W. Kim, and Y. D. Kim: J.Kor. Powder Metall. Inst., **17** (2010) 154 (Korean).