

열처리에 따른 Nd-Fe-B ingot의 파괴특성 변화

선문대학교, 재료화학공학부, 이 대 훈*, 장 태 석
 자화전자주식회사, 연구소 김 동 환, 김 승 호

Investigation of the fracture behavior change after heat treatment of Nd-Fe-B ingot

Division of Materials and Chemical Eng., Sun Moon Univ. D. H. Lee*, T. S. Jang
 Research Institute of Ja Hwa Electronics Co., D.H. Kim, Andrew S. Kim

1. 서 론

일반적으로 Nd-Fe-B 소결자석은 Nd-Fe-B ingot의 분쇄, 분말의 자장 성형, 소결, 후처리의 과정을 거쳐 제조된다. 이러한 과정 중 ingot의 준비 및 분쇄는 소결자석의 특성을 좌우하는 가장 기본적인 요소로서, 분쇄 후 분말의 크기는 물론 분말입자내 free Fe 또는 Nd-rich 상의 존재 유무도 소결자석의 특성에 직접적인 영향을 미친다. Nd-Fe-B ingot에는 기지조직인 Nd₂Fe₁₄B 외에 초정 α -Fe, Nd-rich 상 등이 존재하는데, 주로 편석상태로 존재하는 Fe는 분쇄 성능을 저하시킬 수 있으며, Nd₂Fe₁₄B 입계나 pocket에 존재하는 Nd-rich 상이 분쇄 후 분말내에 존재할 경우 자장 배열과 소결성을 저하시켜 궁극적으로 자기 특성의 감소를 불러 일으킬 수 있다. 따라서 ingot을 분쇄하기 전에 약 1,000 °C에서 장시간 균질화 처리하여 Fe를 제거하고 ingot의 특성을 개선하는 것이 일반적인 절차이다. 이와 같이 균질화 처리를 하면 ingot의 파괴 양상이 변하면서 분쇄가 훨씬 용이해져 균일한 입도의 분말을 얻을 수 있다. 그러나 이러한 ingot의 파괴 특성 변화는 1,000 °C이하의 비교적 낮은 온도에서 1 ~ 2 시간만 열처리하여도 여전히 일어나며, 궁극적으로 소결자석의 특성도 1,000 °C에서 열처리한 경우와 유사하거나 오히려 더 좋게 나타나고 있다. 이것은 소결자석의 특성 향상을 위한 ingot의 열처리 효과는 비교적 낮은 온도에서도 충분히 얻을 수 있음을 말해 주는 것이다. 따라서 본 연구에서는 이와 같은 열처리 후 ingot의 파괴 특성이 개선되는 원인을 알아 보기 위하여, 열처리 전후 ingot에서의 조직, 상, 성분 변화 등을 조사하였다.

2. 실험방법

Book mold 또는 cylinder type으로 제조된 여러 조성의 Nd-Fe-B ingot을 몇조각으로 파쇄한 후, 약 700 °C에서 수시간 동안 진공 열처리한 다음 급냉하였다. 열처리 전후 ingot에서의 파괴양상과 미세조직 변화를 광학현미경과 SEM을 이용하여 비교 관찰하였으며, X선 회절(Cu K α)과 EDX 분석을 이용하여 상변화를 조사하였다.

3. 결과 및 고찰

열처리 전후 ingot에서의 파괴 양상을 관찰한 결과, 열처리 전에는 crack의 전파가 상당히 불규칙하게 이루어지고 있는 반면, 열처리 후에는 입계에 분포한 Nd-rich 상을 따라 crack이 전파되는 입계 파괴가 주로 일어나고 있는 것을 알 수 있었다. Fig. 1에 나타난 바와 같이, 열처리 전의 파괴 양상은 상당히 복잡한 반면, 열처리 후에는 취성파괴 양상이 뚜렷하게 나타나면서 깨끗한 파단면을 보여주고 있으며, 입내파괴도 어느정도 일어나고 있는 것을 알 수 있었다. 한편 열처리에 따른 미세조직의 변화를 조사한 결과, 비교적 낮은 온도에서 짧은 시간 열처리 했음에도 불구하고 열처리 전에 광범위하게 존재 하던 초정 Fe가 기지조직으로 확산되어 들어가면서 열처리 후에는 현저히 감소하는 것을 알 수 있었으며, 이러한 Fe의 감소 현상은 ingot의 조성에 따라 민감하게 변화하는 것을 확인할 수 있었다. 열처리에 따른 새로운 상의 형성 유무는 확실하게 판단할 수 없었으나, 열처리 후에는 $Nd_2Fe_{14}B$ 의 격자상수가 약간 증가하는 것을 X선 회절 결과에서 확인할 수 있었다. EDX 분석 결과에 따르면, 열처리에 따른 변화가 가장 크게 일어나는 곳은 Nd-rich 상 구역이었다. 이 구역은 열처리전에는 대부분 Nd로 구성되어 있으면서 소량의 Fe와 다량의 Cu, Co 등이 집중되어 있었으나, 열처리 후에는 Nd 양이 감소 (혹은 Fe 양이 증가)하면서 Nd : (Fe,Co)의 비율이 거의 3 : 2에 이르고 있었다. 또한 Co는 열처리 후 이 구역에서 현저히 감소하였다. 이것은 열처리에 의해 Nd-rich 상 자체는 물론 이들이 존재하는 $Nd_2Fe_{14}B$ 의 입계 특성도 변하게 되는 것을 암시하며, 궁극적으로 이러한 변화와 기지조직에서의 결정학적 변화가 ingot의 파괴 양상을 변화시키는 요인이 되는 것으로 생각된다.

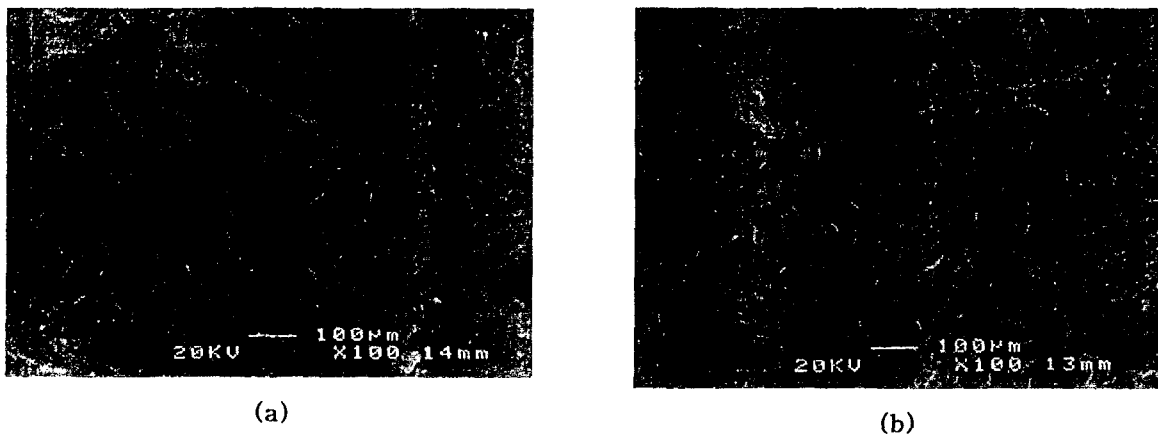


Fig. 1. Fracture surfaces of a Nd-Fe-B ingot (a) before heat treatment and (b) after heat treatment at 700 °C.

4. 결론

소결자석 제조용 Nd-Fe-B ingot을 700 °C 부근에서 수시간 동안 열처리한 결과, 초정 Fe의 감소, 기지조직인 $Nd_2Fe_{14}B$ 의 격자상수 변화, Nd-rich 상의 변화 등이 동시에 일어나는 것을 알 수 있었다. 특히 Nd-rich 상에서는 열처리에 따른 성분변화가 뚜렷히 일어나면서 그 자체는 물론 이들이 분포하는 기지조직의 입계 특성도 변화시킴으로써, 전체 ingot의 파괴 특성을 변화시키는데 큰 역할을 하고 있는 것으로 보인다.