

반복열처리를 통한 Nd-Fe-B 소결자석의 보자력 향상 기구 연구

김영도*, 김세훈, 김훈섭, 김진우

한양대학교 신소재공학과

1. 서론

본 연구에서는 보다 우수한 자성특성을 가지는 소결 자석을 제조하고자 Nd-Fe-B 소결자석을 특정 온도구간에서 반복열처리를 실시하였다. 반복열처리는 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 상과 Nd-rich상 간의 큰 열팽창계수 차이를 이용하여 결정립계에 응력이 인가시키고, 이렇게 인가된 응력은 자구벽의 이동을 방해하여 보자력을 향상시키는 원인으로 작용할 것으로 판단하였다.

2. 실험방법

$\text{Nd}_{11}\text{Dy}_4\text{Fe}_{76.5}\text{TM}_{2.5}\text{B}_6$ (TM=Co,Cu,Al)의 조성을 가지는 합금을 스트립 캐스팅을 이용하여 스트립을 제조하고 수소/탈수소처리를 한 후 젯 밀링 공정을 통하여 자성분말을 제조하였다. 이러한 분말을 150 MPa의 압력으로 20kOe(1.6MA/m)의 자장 하에서 자장성형을 한 후 1070oC 부근에서 일정시간 동안 소결을 진행하였다. 이 소결체를 850oC와 500oC에서 각각 일정시간 동안 열처리를 한 후 3차 열처리로써 반복 열처리를 실시하였다. 반복 열처리는 350~450oC 구간에서 승온속도 10oC/min으로 10-3torr의 진공하에서 1~8cycle까지 실시하였다. 딜라토미터 결과를 이용하여 반복 열처리 온도를 설정하고, 전자탐침현미경과 전자투과현미경을 이용하여 미세구조의 변화를 확인하였다. 또한 B-H loop tracer를 이용하여 자성특성을 측정하였다.

3. 실험결과

그림 1은 반복 열처리 전 후의 미세구조 및 이면각의 변화를 보여준다. 반복 열처리를 하기 전에 비해 반복 열처리를 진행 할수록 Nd-rich상이 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 상 주변에 고르게 분포하는 것을 확인 할 수 있다. 이는 이면각의 변화로도 확인할 수 있는데 반복 열처리 전에 110도를 가지던 것에 비해 반복 열처리 후 30도로 이면각이 크게 줄어든 것을 확인 할 수 있다.

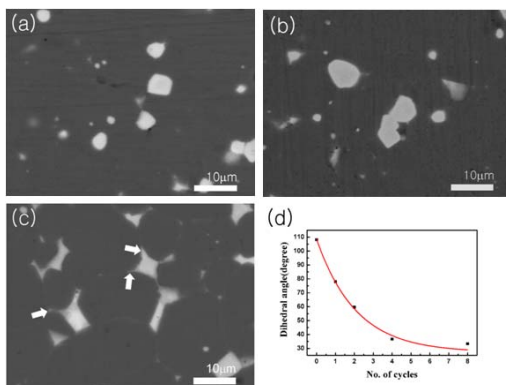


Figure 1. SEM BSE images of (Nd, Dy)-Fe-B sintered magnets before and after cyclic heat treatment; (a) non-treated, (b) two cycles, (c) eight cycles and (d) dihedral angle changes between the $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ grains. In the SEM figures, the white regions correspond to the Nd-rich phases and the dark regions to the main $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ phases.

그림 2는 반복열처리 한 시편의 TEM 사진을 보여주고 있다. TEM 분석 결과 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 상 내에 전위가 존재하는 것을 확인하였다. 반복열처리에 의한 반복적인 수축 팽창에 의해 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 상 내에 전위가 생성되었고 이 전위

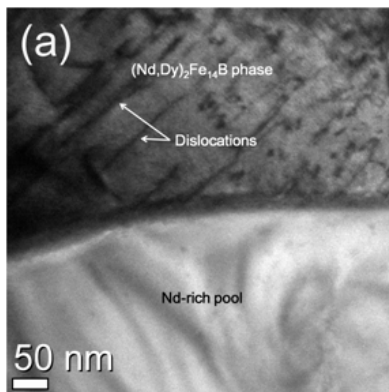


Figure 2. TEM image of cyclic heat treated specimen.

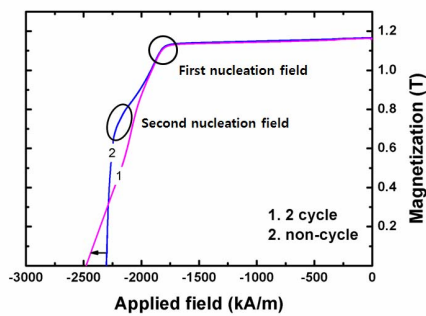


Figure 3. Demagnetization curves of (Nd, Dy)-Fe-B sintered magnet with and without cyclic heat treatment.

5. 참고문헌

¹ J.D. Livingston, J. Appl. Phys. 52(3),2544(1981).

² V.V. Stolyarov, D.V. Gunderov, A.G. Popov, V.S. Gaviko and A.S. Ermolenko, J. Alloy. Compd. 28169(1998).

본 연구는 지식경제부 소재원천기술개발사업의 연구비 지원으로 수행되었습니다.

가 자구벽의 이동을 억제하여 보자력의 증가를 일으킨 것으로 판단된다.¹

그림 3에서 볼 수 있듯이 반복 열처리를 한 시편의 경우 반복 열처리 하기 전 시편보다 완만한 곡선을 그리며 보자력이 감소하고 최종적으로 반복 열처리 하긴 이전의 시편보다 높은 보자력을 가지는 것을 확인 할 수 있다. 이는 1, 2차 핵생성필드에서 생성된 자구벽의 이동이 반복 열처리에 의해 생성된 전위에 의해 방해를 받아 역자구의 성장을 효과적으로 제어한 결과로 판단된다.²

4. 결론

1) 미세구조적인 관점에서, 높은 유동도를 가지는 Nd-rich상이 반복 열처리에 의한 열적 팽창과 수축과정을 통해 효과적으로 Nd₂Fe₁₄B 상 계면으로 침투하여 Nd₂Fe₁₄B 상 주변에 고르게 분포시켰다.

2) 반복 열처리 과정 중에 발생하는 열응력에 의해 Nd₂Fe₁₄B 상 내에 전위가 생성되었고 이는 자구이동을 방해하는 요인으로 작용하여 역자구벽의 이동을 효과적으로 제어하였다. 이로 인해 반복 열처리에 의해 보자력이 증가하였고 2cycle 시편에서 31.15kOe(2480kA/m)의 보자력 값을 나타내었다.