

## 폐자성분말의 자기적 특성에 미치는 열처리의 영향

선문대학교 재료화학공학부 이 대 훈\*, 장 대 석  
 자화전자 연구소 김 승 호, 남 공 석  
 부경대학교 재료공학과 권 해 응, 정 인 철

### Effect of heat treatment on the magnetic properties of the scrap magnetic powder

Division of Materials and Chemical Eng., Sunmoon Univ., Dae-Hoon Lee\*, Taesuk Jang  
 Jahwa Electronics Co., Ltd., A.S. Kim, S. Namgung  
 School of Materials Science and Engineering, Pukyong National University, H.W. Kwon, I.C. Jung

#### 1. 서론

산업과 문명이 발달함에 따라 각종 자동화 및 성능 향상을 위한 핵심 부품으로 많은 소결 자석들이 생산되고 있다. 그러나 이들의 폐기물들은 해가 갈수록 늘어만 가면서 심각한 환경오염 문제로 대두되고 있으며, 이에 따라 이 폐기물들을 수거하여 재활용 할 수 있는 방법들이 다각도로 강구되고 있다. 따라서 위와 같이 폐기된 각종 산업 및 생활용품 등에 들어 있는 소결자석들을 수거하여 고특성의 수지자석으로 전환할 수 있다면, 폐기물에 의한 환경오염 문제 해결에 일조함은 물론 폐기물이 고부가가치 제품으로 전환됨에 따라 기업의 기술발전과 상품 경쟁력 확보에도 기여하게 되어, 궁극적으로 국가의 기술 및 국제 경쟁력 제고에 큰 도움이 될 수 있을 것이라 생각된다.

본 연구에서는 늘어만 가는 폐소결자석에 대한 재처리 연구의 일환으로, 열처리 환경에 따라 다양하게 변화하는 폐자석 분말의 자기특성을 조사하고, 이러한 변화의 원인을 규명함으로써, 폐자석을 이용한 고특성 수지자석 제조용 분말을 개발하고자 한다.

#### 2. 실험방법

폐소결자석은  $Nd_{14}Fe_{bal}Co_1B_6$  조성에 Dy, Cu, Nb 등의 원소들이 소량 포함된 것으로 이들을 산세한 후 jet-mill을 이용하여 75 ~ 150  $\mu m$  으로 분쇄하였다. 분쇄된 폐자성분말은  $DyF_3$  와 같은 첨가물을 혼합한 후 다양한 온도에서 진공 열처리 하였다. 이들 자성분말들의 형상 및 입도를 SEM으로 관찰하였으며, EDX와 XRD(Cu  $K\alpha$ ) 분석을 이용하여 상 변화 및 분포 등을 조사하였다. 자기특성은 최대인가자장 20 kOe인 VSM을 이용하여 측정하였다.

#### 3. 결과 및 고찰

$DyF_3$ 를 첨가하지 않고 열처리한 분말은 열처리전 원료분말에 비해 소폭 향상된 보자력 값을 나타내고 있었다. SEM 조사결과 이 분말들은 열처리를 통하여 분말 표면이 개선되는 한편, grain boundary pocket에 묻혀져 있던 Nd-rich 상들이 표면과 grain boundary에 고르게 분포되어 존재하고 있었다. 이와 같은 분말의 구조적인 변화가 열처리된 자성분말의 자기특성 향상에 주요 원인이라 생각되나, 이 분말들의 자기특성은 수지자석 제조용 분말의 자기특성에는 미치지 못하였다. XRD 분석결과 열처리전 원료분말은 주로 강자성  $Nd_2Fe_{14}B$  상과 소량의 Nd-Co( $Nd_4Co_3$ -type) 상으로 구성되어 있었으나, 열처리 후  $Nd_2Fe_{14}B$  상과 Nd-Co 상은 그대로 유지 되는 한편, 다양한 형태의  $Nd_2O_3$  상이 함께 형성되어, 이 분말들의 자기특성 향상을 저해하고 있는 것으로 나타났다.

한편,  $DyF_3$ 를 첨가하여 열처리한 분말들은  $DyF_3$ 를 첨가하지 않은 분말들에 비해 대폭 보자

력이 향상되어 약 11 kOe 이상의 값들을 나타내고 있었다. DyF<sub>3</sub>가 첨가된 분말들에서도 열처리전에는 역시 강자성 Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B 상과 Nd-Co 상이 존재하였지만, 이 분말들을 열처리 하게 되면, Nd-Co 상 대신 각종 Co-F 상이 형성되었으며, 다량의 NdF<sub>2</sub> 상이 나타남을 확인 하였다. 또한 기존의 Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B 상과 Nd-rich 상의 two phase로 구성된 미세 구조도 더욱 복잡하게 변화하여 두 가지 종류의 Nd-rich 상과 Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B subgrain을 감싸는 boundary 상이 새롭게 형성되는 것이 발견되었다. 따라서, 이 분말들의 높은 보자력 향상은, 열처리를 통한 분말 표면 및 Nd-rich 상의 고른 분포를 바탕으로, 첨가된 DyF<sub>3</sub>가 고온에서 분해되어 dysprosium은 Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B 결정립 내부로 침입하여 분말의 자기이방성을 향상시켰으며, fluorine 또한 grain boundary 및 각각의 상으로 빠르게 확산하여 산소 대신 각종 flouride를 형성함으로써 산화를 억제한 것이 주요 원인이라 생각된다. 또한, 확산된 flourine은 분말 내부에 boundary 상을 형성하여 각각의 Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B subgrain을 고르게 isolate 시키므로써 이웃한 subgrain간의 자기상호작용을 적절히 방해함으로써 이와 같은 보자력 향상에 크게 기여 했을 것으로 판단된다.

이와 같은 다양한 구조적, 화학적 요인으로 인해 DyF<sub>3</sub>를 첨가하여 열처리한 분말들에서 보자력이 크게 향상되었으나, 이들 분말을 이용하여 수지자석을 제조할시에는 저온(~ 200 ℃)에서 cureing 과정이 반드시 필요하므로 수지자석 제조용 분말들은 비교적 저온에서의 열안정성이 충분히 확보되어야만 한다. 불행히도 DyF<sub>3</sub>를 첨가하여 열처리한 분말들을 200 ℃에서 1시간동안 aging한 후의 자기특성은 열처리전 원료분말보다도 더 낮은 결과를 나타냈다. 이러한 자기특성, 특히 보자력의 저하는 열처리 준비과정 중 분말에 흡착된 산소의 영향으로 발생한 분말 표면의 산화가 주요한 원인이라 생각되며, 또한 EDX 분석결과 나타난 aging시의 Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B 결정립에서의 dysprosium의 이탈도 영향을 미칠 것이라 생각된다. 따라서 수지자석 제조용 자성분말을 보다 안정적으로 얻기 위해서는 분말 처리 공정을 조금 더 신중하게 처리해야 하며, 또한 산화억제를 위한 분말의 선처리 개발이 중요할 것으로 생각된다.

#### 4. 결론

페소결자석을 고틈성 수지자석 제조용 분말로 전환하기 위해, 페자석을 분쇄하여 DyF<sub>3</sub>를 첨가한 후 열처리한 결과, 11 kOe 이상의 높은 보자력을 얻을 수 있었으나, aging시에 발생한 분말 표면의 산화와 Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B 결정립에서의 dysprosium의 이탈로 전반적인 고틈성 수지자석 제조용 분말의 자기특성에는 미치지 못하였다.

#### 5. 감사의 글

본 연구는 산업자원부 공통핵심과제 사업(# 10003000)의 지원에 의해서 수행되었으며, 이에 감사드립니다.

#### 6. 참고문헌

- 1] H. H. Stadelmaier and N. C. Liu, Materials Letters, 4, 1986, p 304.
- 2] Er. Girt, K.M. Krishnan, G. Thomas, Z. Altounian, and M. Dikeakos, J. Appl. Phys., 88, 2000, p 5311.
- 3] S. Hirose, Y. Tsubokawa, and R. Shimizu, 7th Int. Symp. on Magnetic Anisotropy & Coercivity in RE-TM Alloys, Canberra, July 1992, p 162.