

Nd-Fe-B 소결 자석의 소결 후 열처리에 따른 계면상의 미세 구조 분석

박대원*, 이성래, 김동환¹, 장태석²

고려대학교 신소재공학과, 서울특별시 성북구 안암동 고려대학교, 136-713

¹한국기계연구원 부설 재료 연구소, 경남 창원시 창원대로, 641-010

²선문대학교 하이브리드공학부, 충남 아산시 탕정면 선문대학교, 336-708

1. 서론

Nd-Fe-B 소결 자석은 높은 자기적 특성 및 생산성이 우수하여 하이브리드 자동차의 모터 소재 및 전 산업분야에서 응용되고 있다. 현재 경제적인 자석 생산을 위해 희토류계의 함량을 줄이기 위한 연구가 활발히 진행되고 있다. 그중 Dy는 Nd에 비해 자연계에 1/10 정도로 희소하며 경제적이지 못하지만, 소결자석의 보자력 및 열적특성의 향상에 필수적이기에 이를 줄이기 위해 많은 연구가 진행되고 있다. Nd-Fe-B 소결자석의 보자력 거동은 nucleation type으로 Nd-rich 계면 상, 결합 등과 같은 미세 구조의 변화가 그 자기적 특성에 큰 영향을 미치게 된다 [1]. 따라서 소결자석은 계면상의 정확한 구조 및 주 상(main phase)과의 관계에 대해 이해하는 것은 소결자석의 성능 향상을 위한 근본적인 연구가 될 것이다. 이에 본 연구는 Nd-Fe-B 소결 자석의 실제 계면상의 구조를 확인 하였으며, 주상과의 관계 또한 확인하였다.

2. 실험방법

본 연구는 1070°C에서 4시간 동안 소결한 후 850°C에서 2시간동안 1차 열처리, 500°C에서 2시간 동안 2차 열처리한 소결자석을 통해 열처리에 따른 미세구조의 변화를 살펴보았다. 22.8Nd-9.77Dy-2.39TM-0.97B-64.0Fe (wt. %)의 시편은 ingot - strip casting - HDDR - jet milling - powder alignment - pressing - sintering을 통해 제조되었다. 미세 구조와 조성의 변화는 EPMA, HR-TEM을 통해 분석하였다.

3. 결과 및 고찰

실제 계면의 분석에 앞서 EPMA의 원소 맵핑을 통해 Nd 계면상의 종류들을 확인하였다. Nd 계면상은 크게 세 가지로 나뉘었는데, 첫 번째는 Cu와 Co가 rich하고 산소가 거의 없는 Cu/Co enriched 상으로 Nd_{64.8}Dy_{3.8}Co_{14.1}Cu_{7.5}O_{9.8}, Nd₆₆Dy₃Co₁₂Fe₁₁Cu₈의 조성을 가졌다. Nd_{51.5}Dy_{12.5}Fe₈O₂₈, Nd_{40.7}Dy_{8.4}Fe_{3.8}O₄₇, Nd_{31.4}Dy_{7.3}O₅₈의 Nd-Dy-O의 산화물상 또한 존재 하였으나 Nd-O의 상이 대부분을 이루었다. TEM을 통해 확인한 실제 계면상의 구조는 C-type으로 확인 되었으며 5nm 이하의 얇은 막에서도 뚜렷한 결정성이 확인 되었다. 주상의 (100)면과 계면상의 (110)면은 30°의 각도를 이루고 있었으며, 이때 계면과의 misfit이 3.11, 0.88%로 매우 작은 값을 나타냈다. C-type의 Nd₂O₃의 구조는 상온에서 준ty정한 상으로 500°C의 열처리 과정에서 A-type으로부터 상전이가 일어난 것이다. 문헌을 통해 C-type의 Nd₂O₃는 주상과 격자간의 misfit이 있는 상태로 만나며 열처리를 통해서도 이 misfit은 유지된다고 보고되었지만 [2], 본 연구를 통해 실제 계면상에서 결정질 상이 C-type으로의 상전이를 일으키면서 주상과 적은 격자간 misfit을 가질 수 있다는 것이 확인되었다.

5. 결론

EPMA 분석을 Co/Cu rich 상 및 Nd-Dy-O 및 Nd-O의 계면상을 확인하였으며, TEM 분석을 실제 계면상의 미세구조를 확인하였다. Cu enriched 상은 산소화가 거의 일어나지 않은 상이었으며, 결정질의 Nd-O 산화물상은

C-type의 Nd_2O_3 구조를 가졌다. 이는 A-type으로부터 전이 된 상이로 열처리 후 주상과 정합의 구조를 이루며, 미세구조상의 결함이 줄어들어 자화 반전의 그 자기적 특성의 향상이 있었다고 생각된다.

6. 참고문헌

- [1] H. Kronmuller, K.-D. Durst, M. Sagawa: J.Magn.Magn.Mater., 74 (1988) 291-302
- [2] Y. Shinba, T. J. Konno, K. Ishikawa, K. Hiraga, and M. Sagawa: J. Appl. Phys., 97, 053504 (2005)

본 연구는 지식경제부 소재원천기술개발사업의 연구비 지원으로 수행되었습니다.