

Dy₂O₃, DyF₃ 분말 첨가에 따른 Nd-Fe-B 소결자석의 미세구조와 자기적 특성 변화의 상관관계 연구

박송이*, 김태훈, 이성래, 남궁석¹, 장태석¹

고려대학교 신소재공학과, 서울특별시 성북구 안암동 5가 1, 136-713

¹선문대학교 하이브리드공학부, 충남 아산시 당정면 갈산리 100, 336-708

1. 서론

고에너지 Nd-Fe-B 소결자석은 전지자동차, 하이브리드 자동차의 모터와 같이 다양한 분야에 응용된다. Nd-Fe-B 소결자석의 자기적 특성은 잔류자화와 보자력의 크기에 의해 좌우된다. 특히 보자력을 향상시키기 위한 방법으로 Dy의 첨가가 효율적이다. Nd-Fe-B 소결자석에 Dy를 첨가함에 따라 높은 결정자기이방성을 가지는 (Nd, Dy)₂Fe₁₄B 상을 형성함으로써 보자력이 향상된다. 하지만 Dy는 Dy와 Fe 원자 간의 반강자성결합에 의한 잔류자화 감소, 적은 매장량으로 인한 경제성 악화의 문제점을 가지고 있기 때문에 Dy의 첨가량을 저감 하면서 고보자력을 가지는 소결자석을 개발하는 것이 중요하다. 최근, 이방성 에너지가 작은 결정립계 부근에만 선택적으로 Dy를 분포시킴으로써 적은양의 Dy로 효율적인 보자력 향상을 야기할 수 있는 core-shell 형태의 미세구조가 보고되고 있다[1-4]. 하지만, 이 연구는 박막증착을 통한 모델연구에 국한 되어 있고 얇은 두께의 소결자석에서만 보자력 향상 효과를 관찰 할 수 있는 한계가 있다. 본 연구에서는 Dy₂O₃ 또는 DyF₃ 분말을 첨가한 Nd-Fe-B 소결 자석의 미세구조와 상변화를 관찰하고 그것에 따른 자기적 특성의 상관관계를 연구하였다.

2. 실험방법

Dy₂O₃, DyF₃ 분말 첨가에 따른 자기특성의 변화를 조사하기 위하여 기본조성이 (Nd_{26.06}, Dy_{6.51}) FeBal. B_{0.97}M_{2.39} (wt. %, M = Cu, Al, Co, Nb) 인 Nd-Fe-B 분말을 준비하였다. Ball milling을 이용하여 Nd-Fe-B 분말과 Dy₂O₃, DyF₃ 분말을 각각 2.0, 2.4 (wt. %) 혼합하였다. 분말 첨가 후 소결한 두 Nd-Fe-B 소결자석의 총 Dy 함량은 8.1 wt. %이고 비교를 위해서 분말을 첨가하지 않은, 8.1 wt. % Dy를 함유한 소결자석(un-doped magnet)을 준비 하였다. 소결자석은 1070°C에서 4시간 동안 소결하고, 1차 열처리는 850°C에서 2시간, 2차 열처리는 530°C에서 2시간, 그리고 3차 열처리는 500°C에서 2시간동안 열처리하였다. 미세구조는 주사전자현미경 (JXA-8500F)을 이용하여 관찰하였고 EPMA (JXA-8500F Electron Probe Micro Analyzer), WDS (Wavelength Dispersive X-ray Spectroscopy), XRD (Rigaku D/MAX-2500V/PC, X-Ray Diffraction), HRTEM (FEI Tecnai F20, High Resolution Transmission Electron Microscopy)를 이용하여 상변화 및 상분포를 조사하였다. 또한 각 분말의 분해온도를 측정하기 위하여 TGA (Thermo Gravimetric Analysis)를 Ar 분위기 하에서 27°C에서 1000°C 까지 5°C/min로 승온하여 측정하였다.

3. 결과 및 고찰

Fig. 1은 각 소결자석의 자기적 특성 변화를 나타내었다. Dy₂O₃ 첨가한 소결자석의 보자력과 잔류자화는 33.2 kOe, 11.64 kG로써 분말을 첨가하지 않은 소결자석(un-doped magnet) (iHc = 33.4 kOe, 11.64 kG)과 거의 변화가 없으며, DyF₃ 첨가한 소결자석은 보자력 34.5 kOe, 잔류자화 11.21 kG이다.

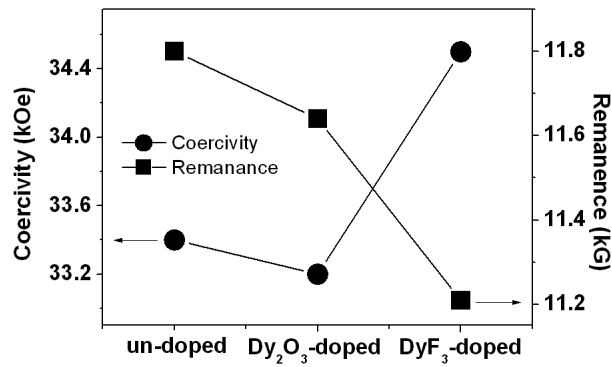


Fig. 1. Un-doped, Dy₂O₃, DyF₃ 첨가한 소결자석의 자기적 특성 변화.

Fig. 2는 (a) Dy₂O₃ 첨가 (b) DyF₃ 첨가한 소결자석의 EPMA mapping image이다. Dy₂O₃ 첨가한 소결자석의 경우 (Nd, Dy, O)-rich (RE-rich) 상과 (Nd, Cu, Co, O)-rich (Cu-rich) 삼중점상이 관찰되며, Dy 원소는 결정립계를 따라 분포한다. 반면, DyF₃ 첨가한 소결자석의 경우에는 RE-rich 상은 형성되지 않고 Cu-rich 삼중점상과 Nd, F, O-rich 상을 형성하며, Dy 원소는 결정립 내에 골고루 분포한다. Dy₂O₃ 첨가한 소결자석의 경우 Nd₂Fe₁₄B 간의 결정립계를 따라 Dy가 분포하고 DyF₃ 첨가한 소결자석의 경우 Nd₂Fe₁₄B 내에 Dy가 골고루 분포하는 것을 볼 수 있다. 이는 Dy 확산의 거동 차이점으로 설명할 수 있는데, 각 분말의 TGA 결과, DyF₃ 분말은 약 620°C에서 열분해가 일어나고 Dy₂O₃ 분말은 1000°C 이하에서 열분해가 일어나지 않았다. 또한 DyF₃ 결합에너지(1593kJ/mol)가 Dy₂O₃의 결합에너지(1820kJ/mol) 보다 작다. 그러므로 DyF₃에서 Dy의 chemical potential이 Dy₂O₃에서 Dy의 chemical potential 보다 클 것이라고 예상된다. 따라서 DyF₃ 첨가한 소결자석에서 Dy의 분해가 쉽게 일어나 RE-rich 상의 형성 없이 Dy 원자가 결정립 내에 골고루 분포하고, Dy₂O₃ 첨가한 소결자석에서 Dy의 분해는 어려우므로 결정립계 주위에 분포한다. 이 결과, DyF₃ 첨가한 소결자석의 보자력이 향상되고 잔류자화가 감소된다.

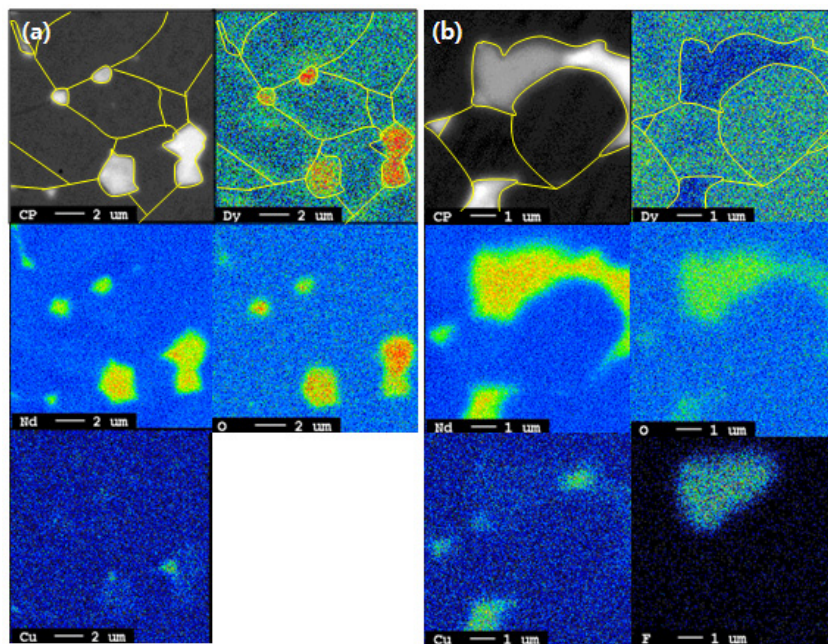


Fig. 2. (a) Dy₂O₃, (b) DyF₃ 첨가한 소결자석의 EPMA mapping image

4. 결론

첨가분말 종류에 따른 Nd-Fe-B 소결자석의 미세구조와 자기적 특성 변화의 상관관계를 연구 하였다. 두 분말의 화학적 거동 차이에 의해서 DyF₃ 분말을 첨가한 경우, Dy가 결정립 내에 골고루 분포 하지만, Dy₂O₃ 분말을 첨가 했을 때에는 Dy가 삼중점상 및 결정립계 부근에서만 분포한다. 이 결과, 높은 분율의 (Nd, Dy)₂Fe₁₄B 상의 형성으로 인하여 DyF₃ 분말을 첨가하면 보자력이 향상되지만, Dy와 Fe는 반강자성결합을 하기 때문에 잔류자화는 감소한다.

5. 참고문헌

- [1] D. S. Li, S. Suzuki, T. Kawasaki, and K. Machida, Jpn. J. Appl. Phys., 47, 7876 (2008)
- [2] K. Hirota, H. Nakamura, T. Minowa, and M. Honshima, IEEE Trans. Magn., 42, 2909 (2006)
- [3] D. S. Li, M. Nishimoto, S. Suzuki, K. Nishiyama, M. Itoh, and K. Machid, 2009 IOP Conf. Ser. : Mater. Sci. Eng., 1, 012020 (2009)
- [4] M. Komuro, Y. Satsu, and H. Suzuki, IEEE Trans. Magn., 46, 3831 (2010)