

Cu 함량 변화에 따른 Nd-Fe-B 소결자석의 미세구조와 자기적 특성 변화의 상관관계 연구

김태훈^{1*}, 이성래¹, 남궁석², 장태석²

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

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

1. 서론

Nd-Fe-B 소결자석의 보자력기구는 역자구의 핵생성이기 때문에 소결 후 열처리를 통해서 미세구조를 개선 하면 Dy를 저감하면서 보자력을 향상 시킬 수 있다 [1]. 소결 후 열처리를 하면, 주상과 정합도가 높고 균질한 Nd-rich 상이 형성 되고, 인접한 주상이 비자성 Nd-rich 입계상에 의해 분리된 형태의 미세구조가 구현 된다 [1]. 또한, 준안정상인 C-type Nd₂O₃ Nd-rich상의 형성으로 주상과의 격자부정합이 감소되어 보자력이 향상 된다 [2]. Nd-Fe-B 소결자석에 Cu를 첨가하고 열처리를 진행 하면, 열처리에 의한 미세구조 변화가 증진되기 때문에, 보자력 향상을 위해서는 Cu의 첨가가 필수적이다 [3, 4]. 본 연구에서는, Cu의 함량 변화에 따른 Nd-rich 삼중점상 및 입계상의 미세구조 변화를 관찰하고, 자기적 특성 변화와의 상관관계를 연구하였다.

2. 실험방법

조성이 12Nd-2.7Dy-(76.45-x)Fe-xCu-6B-2.65M (x=0.2, 0.3, 0.4, 0.5), (at. %, M=Al, Co, Nb) 인 Nd-Fe-B 소결자석을 준비 하였다. 소결은 1070 °C에서 4시간동안 진행 하였고, 소결 후 1차 열처리를 850°C에서 2시간, 2차 열처리를 530°C에서 2시간, 그리고 3차 열처리를 500°C에서 2시간동안 진행 하였다. 각 시편의 미세구조 변화는 주사전자현미경 (JXA-8500F)과 투과전자현미경 (FEI TecnaiF20)을 이용하여 관찰 하였으며, EPMA (JXA-8500F Electron Probe Micro Analyzer), SADP (FEITecnaif20)를 이용 하여 상변화 및 상분포를 관찰 하였다.

3. 결과 및 고찰

Fig. 1은 Cu 함량 변화에 따른 자기적 특성의 변화를 나타낸다. Cu 함량이 증가할수록 보자력이 28.7 kOe에서 26.1 kOe로 감소하였다. 잔류자화는 큰 변화를 나타내지 않았다. Cu 함량에 따른 소결자석의 상 분포 및 상 형성 변화를 EPMA를 통해 관찰하였다. 모든 시편에서 Nd, Dy, O이 rich 한 상 (RE-rich)과, Nd, Co, Cu, O이 rich한 상 (Cu-rich)이 삼중점 영역에서 관찰 되었다. 모든 시편에서의 Cu-rich 삼중점상은, 응집되어 있는 Cu의 함량이 약 5-10 at. %로 낮은 상 (Low Cu-rich)이 있는 반면, 약 35-45 at. %로 매우 높은 Cu 응집도를 보이는 Cu-rich 상 (High Cu-rich)이 존재 하였다. Cu 함량에 따른 소결자석의 Cu 분포 변화를 확인해 보면, Cu 함량이 증가할수록, High Cu-rich 삼중점상의 부피 분율이 증가하는 것을 알 수 있다. TEM 및 SADP를 통해 각 Cu-rich 삼중점상의 미세구조를 분석한 결과, Low Cu-rich 삼중점상의 결정구조는 안정상인 hexagonal Nd₂O₃ 이지만, High Cu-rich 삼중점상의 경우에는 준안정상인 C-type Nd₂O₃ 상으로 관찰 되었다. 보고된 바에 의하면, 준안정 C-type Nd₂O₃ 상은 계면에너지를 통해서 안정화 된다 [2]. 하지만, 본 연구에서는 거대한 삼중점상으로 관찰되었기 때문에, C-type Nd₂O₃상의 안정화 기구가 계면에너지 뿐만 아니라, Cu의 응집 또한 안정화 기구가 될 수 있다. hexagonal Nd₂O₃와 C-type Nd₂O₃는 결정구조적으로 밀접한 연관이 있기 때문에 [5], 다량의 Cu (약 40 at. %) 응집으로 인해서, hexagonal Nd₂O₃의 Nd 원자가 재배열되어 C-type Nd₂O₃상으로 변태 될 수 있다. Cu 함량이 증가함에 따라서, 보자력 향상에 기여하는 상인 C-Nd₂O₃ 삼중점상의 형성이 증가 하였는데, 보자력은 감소하였다. Cu-rich 삼중점상에서 형성된 입계상을 TEM을 통해서 관찰 한 결과, 시편의 Cu 함량이 증가할수록, 두께가 두꺼운 입계상 (약 100nm)의 분율이 증가하였다. 두꺼운 입계상을 line 분석 한 결과, 얇은 입계상보다

입계상 내의 Nd와 Cu의 함량이 감소하였고, Fe의 함량이 증가 하였다. 이 결과, 입계상의 비자성성이 악화되어 인접한 강자성 Nd₂Fe₁₄B 결정립간의 상호교환작용을 효율적으로 억제하지 못할 뿐만 아니라, 입계상 내에 존재하는 Fe 원자와 Nd₂Fe₁₄B 결정립간의 상호교환작용이 형성되어 보자력이 감소된다.

5. 결론

Cu 함량 변화에 따른 Nd-Fe-B 소결자석의 미세구조와 자기적 특성의 변화를 관찰 하였다. Nd-Fe-B 소결자석에는 Cu 응집도가 낮은 (약 5-10 at. %) Low Cu-rich 삼중점상과 Cu 응집도가 매우 높은 (약 35-45 at. %) High Cu-rich 삼중점상이 형성 되고, Cu 함량이 증가할수록 High Cu-rich 삼중점상의 부피 분율이 증가 한다. Low Cu-rich 삼중점상은 안정상인 hexagonal Nd₂O₃ 상이지만, High Cu-rich 삼중점상은 준안정상인 C-type Nd₂O₃ 상이다. 소결자석 내의 Cu 함량이 증가할수록 두께가 두꺼운 Nd-rich 입계상 (약 100nm)의 형성 분율이 증가하였다. 두꺼운 입계상의 Nd, Cu 함량이 매우 적었고, Fe의 함량이 증가 하였다. 따라서, Nd-rich 입계상의 비자성성이 악화되어 인접한 주상간의 상호교환작용을 억제하지 못하고, 입계상 내의 Fe와 주상과의 상호교환 작용이 형성되었기 때문에, Cu 함량이 증가함에 따라 보자력 향상에 기여하는 C-Nd₂O₃ 삼중점상의 형성이 증가되었음에도 불구하고 보자력이 감소된다.

6. Acknowledgement

This research was supported by a grant from the Fundamental R&D Program for Core Technology of Materials funded by the Ministry of Commerce, Industry and Energy and Basic Science Research Program through the National Research Foundation of Korea (NRF) funded by the Ministry of Education, Science and Technology (2011-007200), Republic of Korea.

7. 참고문헌

- [1] W. F. Li, T. Ohkubo, and K. Hono. Acta. Mater. 57, 1337 (2009).
- [2] Tae-Hoon Kim, Seong-Rae Lee, Dong-Hwan Kim, Seok Nam-Kung, and Tae-Suk Jang. J. Appl. Phys. 109, 07A703 (2011)
- [3] M. Matsuura, S. Sugimoto, T. Fukada, R. Goto, and N. Tezuka. Journal of Physics : Conference Series 200, 082019 (2010).
- [4] W. F. Li, T. Ohkubo, T. Akiya, H. Kato, and K. Hono. J. Mater. Res. 24, 413 (2009).
- [5] Gin-ya Adachi and Nobuhito Imanaka. Chem. Rev. 98, 1479 (1998).

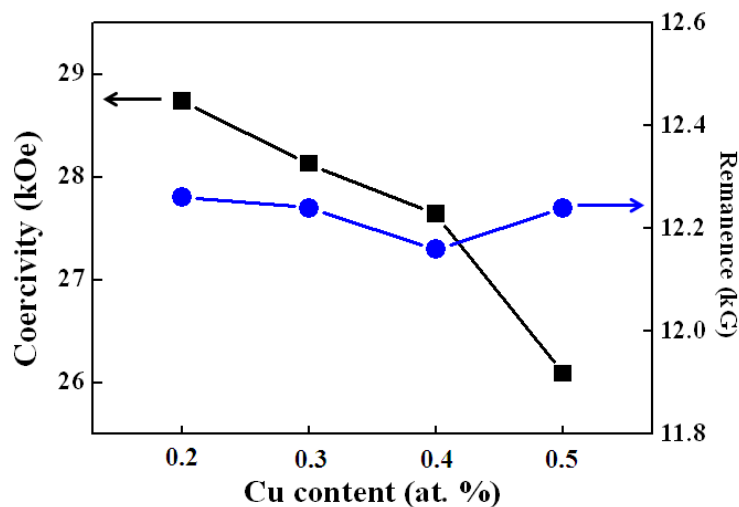


Fig. 1 Cu 함량에 따른 Nd-Fe-B 소결자석의 자기적 특성 변화