

DyF₃-표면코팅 된 Nd-Fe-B 소결자석에서 소결 후 열처리 조건이 미세구조와 자기적 특성에 미치는 영향

배경훈^{1*}, 김태훈¹, 이성래¹, 이민우², 장태석²

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

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

1. 서론

Nd-Fe-B 소결자석의 Dy 함량을 저감하기 위해서는, core-shell 미세구조를 구현해야 한다. 이를 위한 공정 중에서 표면코팅확산 공정은, 자석 표면에서 내부로 Dy이 확산 될 때 결정립계를 통하여 확산되기 때문에 core-shell 미세구조 구현에 가장 유리하다 [1, 2]. DyF₃분말을 첨가하면, Dy 원자의 확산이 향상되고 Dy 원자가 응집되어 있는 RE-rich (Rare-earth rich, Nd-Dy-O)상 형성이 억제되기 때문에 보자력이 효율적으로 향상된다 [3]. 따라서, DyF₃ 화합물을 이용하여 표면코팅확산공정을 하면, 효율적으로 Dy-저감 고특성 Nd-Fe-B 소결자석을 제조 할 수 있다 [2]. 하지만, 1차 열처리 온도 변화에 따른 DyF₃-표면코팅확산처리된 Nd-Fe-B 자석의 Dy 확산 거동과 미세구조 및 자기적 특성 변화는 아직 분명히 밝혀지지 않았다. 본 연구에서는 1차 열처리 온도에 따른 Nd-Fe-B 소결 자석의 미세구조와 상변화, 그리고 그에 따른 자기적 특성의 상관관계를 관찰하여 DyF₃-표면코팅확산공정을 위한 이상적인 1차 열처리 온도를 규명하였다.

2. 실험방법

실험 방법은 Nd_{27.68}Dy_{4.89}Fe_{bal.}B_{1.0}M_{2.4}(wt.%, M=Cu, Al, Co, 그리고 Nb)분말을 준비 1060°C에서 4시간 동안 소결하였다. 10×10×5 mm³크기의 소결자석은 50 wt. %의 DyF₃용액에 15분 동안 ultrasonic을 이용하여 코팅하였다. 1차 열처리는 700~950°C에서 4시간, 2차 열처리는 500°C에서 2시간 동안 처리하였다. 미세구조와 자기적 특성 분석은 EPMA, WDS, HRTEM, 그리고 BH loop tracer를 이용하였다. 미세구조는 주사전자현미경 (JXA-8500F)을 이용하여 관찰하였고 EPMA (JXA-8500F) (Electron Probe Micro Analyzer), WDS (Wavelength Dispersive X-ray Spectroscopy), HRTEM을 이용하여 상 변화 및 상 분포를 조사하였다.

3. 결과 및 고찰

Fig. 1은 1차 열처리 온도에 따른 DyF₃ 표면코팅확산 공정을 이용한 Nd-Fe-B 소결자석의 자기적 특성을 비교하였다. 1차 열처리 온도(700~900°C) 변화에 따른 보자력은 26.7에서 29.06 kOe으로 증가하였다. 반면, 950°C-1차 열처리 시편의 경우 29.06에서 27.9 kOe 감소하였다. 1차 열처리 온도(700~950°C) 변화에 따른 잔류자화는 12.3에서 12.28 kG으로 변화가 없었다. 1차 열처리 온도 변화에 따른 미세구조를 비교하여 보면, 온도가 증가(700~950°C)할수록, 자석 표면에서부터 결정립계를 따라 내부로 Dy 확산도 증가되었다. 이는, 열처리 온도 증가에 따른 표면에 흡착하고 있는 DyF₃ 화합물의 분해가 촉진되고, Dy의 확산이 상대적으로 용이하기 때문이다. DyF₃ 화합물의 분해에 따른, 확산영역에서의 RE-rich상 부피 분율 분석결과, 1차 열처리 온도(700~950°C) 증가에 따라 1.6에서 0.2 %로 효과 적으로 감소와 함께 core-shell 미세구조가 향상 되었다. 이 결과, 잔류자화 감소 없이 Nd-Fe-B 소결자석의 보자력을 향상하기 위해, DyF₃-표면코팅확산 공정을 적용한 기본목표를 충족하였다. 하지만, 950°C-1차 열처리 시편의 보자력 감소의 원인을 분석하기 위해, 1차 열처리 900, 950°C 시편을 TEM을 이용하여 Cu-rich 삼중점상과 결정립계 결정구조를 분석 하였다. 900°C-1차 열처리한 시편은 C-Nd₂O₃상이 Cu-rich 삼중점상과 결정립계 영역에서 형성 되었다. 반면, 950°C-1차 열처리 온도 시편은

h-Nd₂O₃상으로 형성 되었다. C-Nd₂O₃상 형성은 주상과의 격자 부정합을 감소 h-Nd₂O₃상 보다 상대적으로 계면 에너지를 줄여줌으로써, 역자구의 핵생성을 억제 시켜 보자력 향상에 기인한다 [4]. Nd-O 상태도에 따르면, 950°C 부근에서는 h-Nd₂O₃상 보다 fcc-NdO상으로 형성되기 쉽다 [4]. 1차 열처리에서, h-Nd₂O₃상의 형성은 2차 열처리 동안 Cu 분리에 의해 안정화 될 수 있는 C-Nd₂O₃ 상 형성에 필수 요소 이다 [5]. 그러므로, 950°C-1차 열처리 시 C-Nd₂O₃상이 형성되기에는 너무 높은 온도라고 볼 수 있다. 따라서, 900°C-1차 열처리 온도는 효율적인 core-shell 미세구조 발달과 함께 Nd-rich 상의 개선을 위한 최적의 조건이다.

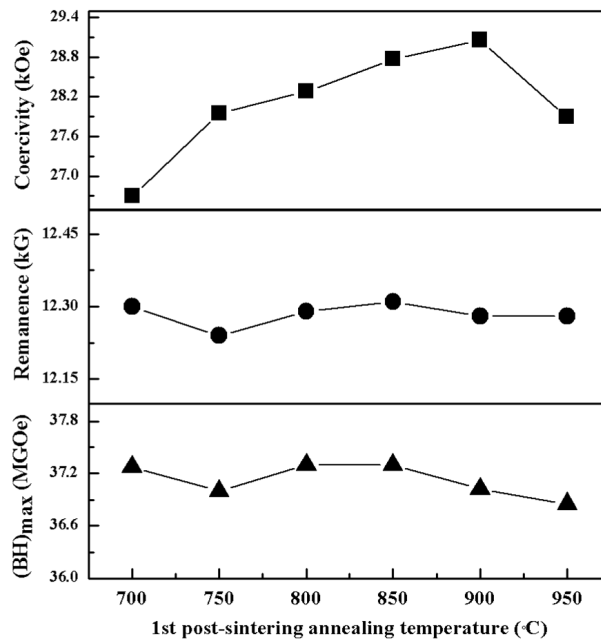


Fig. 1. 1차 열처리 온도에 따른 DyF₃- 표면코팅확산 공정을 이용한 Nd-Fe-B 소결자석의 자기적 특성.

4. 결론

DyF₃-표면확산공정을 이용한 Nd-Fe-B 자석은 900°C-1차 열처리 시, 잔류자화 감소 없이 29.06 kOe으로 최대 보자력을 나타 내었다. 최적의 1차 열처리 온도(900°C)으로 DyF₃-표면확산공정 이용에 따른 미세구조 개선은 다음과 같이 요약 할 수 있다. 첫째, 최적화된 Dy 내부 확산 깊이와 효율적인 core-shell 미세구조, 둘째, 효과적인 RE-rich상 억제 그리고 셋째, 삼중점상 및 결정립계에서의 C-Nd₂O₃상 형성으로 인한 보자력 향상이다.

5. 감사의 글

본 연구는 2012년도 교육과학기술부의 재원으로 한국연구재단의 지원을 받아 수행된 기초연구사업과 지식경제부 소재원천기술개발사업의 연구비 지원으로 수행되었습니다.

6. 참고문헌

- [1] K. Hirota, H. Nakamura, T. Minowa, and M. Honshima, IEEE. Tran. Magn. 42, 10 (2006).
- [2] H. Nakamura, K. Hirota, M. Shima, T. Minowa, and M. Honshima, IEEE. Tran. Magn. 41, 10 (2005).
- [3] S. E. Park, T. H. Kim, S. R. Lee, D. H. Kim, S. Namkung, and T. S. Jang, IEEE. Tran. Magn. 47, 3259 (2011).
- [4] T. H. Kim, S. R. Lee, D. H. Kim, S. Namkung, and T. S. Jang, J. Alloys Compd. 537, 261-268 (2012)
- [5] S. Nishio, S. Sugimoto, R. Goto, M. Matsuura, and N. Tezuka, Mater. Tran. 50, 4 (2009).