

Al-Cu 또는 Mn-Cu를 첨가한 Nd-Fe-B 소결자석의 미세구조 및 자기적 특성 최적화 연구

김태훈^{1*}, 이성래¹, 김효준², 이민우³, 장태석³

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

²자화전자 R&D 센터, 충청북도 청원군 자화전자, 363-922

³선문대학교 신소재공학과, 충남 아산시 탕정면 선문대학교, 336-708

1. 서론

Nd-Fe-B 소결자석에 Cu와 같은 Nd-rich 상의 용점을 낮출 수 있는 저용점 원소를 첨가하고 열처리 하면, Nd-rich 입계상의 연속성 및 균질도가 향상되어 보자력이 증가한다 [1, 2]. 또한, 열처리 (500 °C) 동안에 Cu가 과량 응집된 Nd-rich 상 (20 ~ 45 at.% Cu)이 형성되는데, Nd-rich 상에 대한 Cu의 과량 응집으로 인해서 준안정 C-Nd₂O₃ 상이 안정화 되고, Nd-rich 상의 비자성성이 향상되어 열처리 이후에 보자력이 증가한다 [1, 2]. 사전 연구결과에 의하면, 소결자석의 보자력 향상에 기여하는 Cu가 과량 응집된 Nd-rich 상의 형성 기구는 약 500 °C 에서 형성되는 Nd-Cu간의 공정분해 반응이다 [1, 2]. 따라서, 상대적으로 Cu의 응집도가 낮은 Nd-rich 상의 형성이 불가피한데, 미량의 Cu가 응집된 Nd-rich 입계상은 연속성 및 비자성성이 좋지 않을 뿐만 아니라 안정한 h-Nd₂O₃로 형성되기 때문에 보자력 향상에 기여하지 못한다 [2]. Cu와 함께 다른 저용점 원소 (Al 또는 Mn)를 Nd-Fe-B 소결자석에 첨가하고 적절히 열처리함으로써 Cu가 미량 응집된 Nd-rich 상의 구조/화학적 특성을 향상시키면, 소결자석의 보자력 향상 효과를 극대화 할 수 있다. 본 연구에서는 Al/Cu 또는 Mn/Cu 동시첨가에 의한 Nd-Fe-B 소결자석의 미세구조 및 자기적 특성의 변화를 연구 하였다.

2. 실험방법

조성이 29.0Nd-3.0Dy-bal.Fe-1.0B-2.0M (wt.%, M = Co, Nb) 인 분말에 Mn (0.1 wt.%) - Cu (0.1wt.%) 또는 Al (0.3wt.%) - Cu (0.3wt.%) 분말을 첨가하여 1050 °C에서 4시간동안 소결을 진행하였다. 비교를 위해 Cu만 0.3 wt.% 첨가된 소결자석을 준비 하였다. 준비된 소결자석을 790 ~ 530 °C 에서 2시간동안 1차 열처리 하였다. 이후에, 530 °C에서 2시간, 500 °C에서 2시간 동안 2차, 3차 열처리를 진행하였다. 각 시편의 미세구조 변화는 주사전자현미경 (JXA-8500F)과 투과전자현미경 (FEI Tecnaif20)을 이용하여 관찰 하였으며, EPMA (JXA-8500F Electron Probe Micro Analyzer), SADP (FEI Tecnaif20)를 이용 하여 상변화 및 상분포를 관찰 하였다.

3. 결과 및 고찰

동일한 열처리 조건 (소결 : 1050 °C - 1차 열처리 : 790 °C - 2차 열처리 : 530 °C - 3차 열처리 : 500 °C) 하에서 제조된 소결자석의 경우, Cu만 첨가 된 소결자석과 비교하여 Al-Cu를 첨가한 소결자석의 보자력은 약 0.5 kOe 증가하였지만, Al-Mn을 첨가한 소결자석의 보자력은 거의 차이가 없었다. 두 자석 모두 잔류자화 값의 변화는 없었다. 미세구조 분석 결과, Al-Cu 첨가 자석 내의 Al은 Cu가 미량 응집된 Nd-rich 상 (Cu^{low}-rich 상)에만 응집되어 있었다 (4~5 at.% Al). 하지만, Mn-Cu 첨가 자석 내의 Mn은 Cu^{low}-rich 상과 Cu가 과량 응집되어 있는 Nd-rich 상 (Cu^{high}-rich 상) 내에 고르게 분포하고 있었다 (2~3 at.% Mn). Mn-Cu 이원계 상평형도를 살펴보면, Mn은 Cu에 대한 용해도가 매우 높다 [3]. 따라서, Mn은 Cu의 응집도에 상관없이 Nd-rich 상에 고르게 분포한다. 하지만, Al의 경우에는 Cu에 대한 용해도가 거의 없기 때문에 상대적으로 Cu의 응집도가 낮은 Cu^{low}-rich 상에만 선택적으로 분포한다. 이 결과, Al/Cu 첨가자석의 Cu^{low}-rich 입계상의 비자성성 및 연속성이 향상되어 보자력이 소폭 향상 되었다. 하지만, Cu^{low}-rich 상의 결정구조를 h-Nd₂O₃ 상에서 C-Nd₂O₃ 상으로 개

선 할 정도로 Al의 응집도가 높지는 않기 때문에 Al-Cu 첨가자석의 보자력 향상 폭이 크지 않다. 그림 1은 1차 열처리 온도 변화에 따른 Al-Cu 또는 Mn-Cu 첨가자석의 보자력 변화를 나타낸다. Al-Cu 첨가자석과 Mn-Cu 첨가자석 모두 1차 열처리 온도가 각각 Al-Nd, Mn-Nd 간의 공정 분해 반응 온도일 때 보자력이 향상되었다. Cu만 첨가한 자석과 비교하여, Al-Cu 첨가 자석의 경우 약 1.2 kOe, Mn/Cu 첨가 자석의 경우 약 0.5 kOe의 보자력 향상 효과가 있었다. 미세구조 분석 결과, Al-Cu 첨가 자석의 경우 Al이 과량 응집된 Cu^{low}-rich 삼중점상 (Nd_{45.0}Al_{11.4}Cu_{4.7}Co_{6.4}O_{32.5}) 및 입계상이 형성 되었다. Mn-Cu 첨가 자석의 경우에도 Mn의 응집도가 높은 Cu^{low}-rich 삼중점상 (Nd_{42.9}Mn_{14.3}Cu_{8.9}Co_{5.7}O_{28.2}) 및 입계상이 관찰되었다. Al 또는 Mn이 과량 응집된 Cu^{low}-rich 삼중점상 및 입계상의 결정구조 분석 결과 준안정한 C-Nd₂O₃ 였다. Al-Nd 또는 Mn-Nd 간의 공정 분해 반응을 통해서 Al 또는 Mn의 Cu^{low}-rich 삼중점상 및 입계상으로의 응집도가 향상되었고, 이로 인해 입계상의 연속성 및 비자성성 개선 효과가 극대화 되어 그림 1과 같이 보자력이 향상 되었다.

4. 결론

Al-Cu 또는 Mn-Cu 가 동시 첨가된 Nd-Fe-B 소결자석의 1차 열처리 온도 변화에 따른 미세구조 및 자기적 특성의 변화를 관찰 하였다. 기존의 1차 열처리 온도 (790 °C)에서 열처리한 소결 자석의 경우, Al-Cu 첨가 자석은 보자력이 소폭 증가했지만 (0.4 kOe), Mn-Cu 자석의 경우에는 보자력의 변화가 없었다. 소결자석 내의 Al은 자발적으로 Cu의 응집도가 낮은 Cu^{low}-rich 상으로 응집되기 때문에 Al-Cu 첨가 자석의 Cu^{low}-rich 상의 미세구조가 개선되어 보자력이 소폭 향상되었다. 흥미로운 점은, 1차 열처리 온도가 Al-Nd 또는 Mn-Nd 간의 공정 분해 반응 온도 일 때, 두 자석 모두 보자력이 향상 되었다. 각각의 공정 분해 반응으로 인해서, 소결자석 내 Cu^{low}-rich 상의 Al 또는 Mn의 응집도가 약 2 ~ 3배 증가하였다. 이 결과, 과량의 Al 또는 Mn의 응집으로 인해서 Cu^{low}-rich 입계상의 결정구조가 C-Nd₂O₃ 상으로 변태되었고, 연속성 및 비자성성이 향상되었다. Al-Cu 또는 Mn-Cu 동시첨가 및 1차 열처리 온도 최적화를 통해서, 저융점 원소 첨가를 통한 Nd-Fe-B 소결자석의 보자력 향상 효과를 극대화 할 수 있다.

5. 참고문헌

- [1] W. F. Li, T. Ohkubo, and K. Hono, Acta. Mater. 57, 1337 (2009).
- [2] Tae-Hoon Kim, Seong-Rae Lee, Min-Woo Lee, Tae-Suk Jang, Jin Woo Kim, Young Do Kim, and Hyo-Jun Kim, Acta Mater. 66, 12 (2014).
- [3] Binary Alloy Phase Diagrams. 2, 1713 (1986).

6. 감사의 글

본 연구는 2014년도 지식경제부 지원의 기술 혁신사업(No.10043780)의 연구비 지원으로 수행되었습니다.

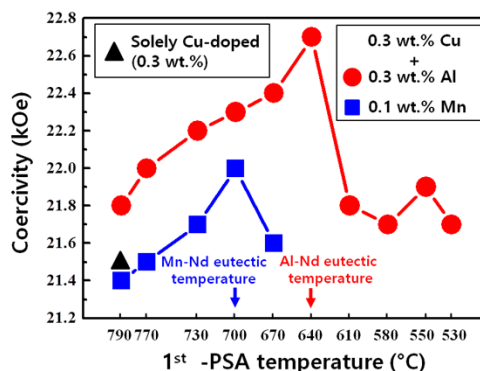


그림 1. Al-Cu (원) 또는 Mn-Cu (사각형)가 첨가된 Nd-Fe-B 소결자석의 1차 열처리 온도 변화에 따른 보자력의 변화.