

Nd-Fe-B 소결자석의 산소농도에 따른 Dy 입계확산 거동에 관한 연구

배경훈^{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 소결자석의 Dy 함량을 저감하기 위해서는 core-shell 미세구조를 구현해야 하며, 이를 위한 가장 효율적인 방법은 입계확산공정(Grain Boundary Diffusion Process)이다 [1, 2]. 그러나, 자석 표면에서 내부로의 Dy 확산 깊이가 매우 제한적이어서 자석 전체의 보자력 향상 효과를 기대하기는 어렵다 [2]. 특히, 산소함량이 높은 소결자석에서 입계확산 처리 시, 입계상을 생성하지 않고, Dy를 소모 시키는 RE-rich (Nd-Dy-O)상의 형성을 돕고, 표면에서부터 내부로 Dy 확산을 억제 시킨다. 따라서 Dy 원자의 확산도를 향상시키기 위해서는, 자석 내에 존재하는 산소함량을 최소화해야 한다. 하지만, 산소 함량 차이에 따른 Nd-Fe-B 자석의 Dy 입계확산 거동에 따른 미세구조 및 자기적 특성변화는 아직 분명히 밝혀지지 않았다. 본 연구는, 저산소 공정을 이용하여, 상대적으로 낮은 산소 함량인 Nd-Fe-B 소결 자석을 제조하여 입계확산 공정 처리에 따른 자기적 특성과 미세구조와의 상관관계를 분석 하였다.

2. 실험방법

조성이 $Nd_{30.0}Dy_{3.0}Fe_{bal.}B_{1.0}M_{2.4}$ (wt.%, M=Cu, Al, Co, and Nb)인 분말을 일반 공정과 저산소 공정에서 동일하게 1050°C 4시간 동안 소결하였다. 10×10×5 mm³크기로 가공한 소결자석을 KOH 용액을 이용하여 탈지처리 하였다. 이후에 1 wt.%의 HNO₃ 용액을 이용하여 자석의 표면을 50초 동안 에칭 하였다. 표면 처리된 시편을 DyH₂ 용액에 담근 후, 진공분위기에서 총 3분동안 ultrasonic을 이용하여 자석표면에 균질하게 코팅되도록 유도하였다. Dy의 확산을 위한 1차 열처리는 900°C에서 2시간, 미세구조 개선을 위해 2차 열처리를 500°C에서 2시간 동안 진행하였다. 미세구조와 자기적 특성 분석은 HRTEM, EPMA, Line profile (JXA-8500F) (Electron Probe Micro Analyzer), BH loop tracer을 이용하여 미세구조 변화 및 자기적 특성 변화를 관찰하였다.

3. 결과 및 고찰

Nd-Fe-B 소결자석의 산소함량을 분석 한 결과, 저산소 공정을 통해 소결자석을 제조함으로써 자석내의 산소 함량이 ~3000에서 ~1500 ppm으로 매우 감소하였다. Fig.1은 공정 차이에 따른 입계확산 처리된 Nd-Fe-B 소결자석의 자기적 특성 변화를 보여 주고 있다. 자기적 특성을 비교하여 보면, 저산소 공정 자석의 경우, DyH₂ 입계확산 처리 후 보자력이 23.59 kOe으로 가장 높은 보자력을 나타내었다. 일반 공정과 비교하여 보자력 증가율은 13.4에서 18.1%로 4.7%이상 증가 하였다. 또한, 잔류자화도 13.02에서 12.89 kG로 일반 공정 자석보다 감소폭이 낮다. 일반 자석의 경우, 입계상이 불연속적으로 형성 되었고 산화물상의 부피가 매우 크다. 반면, 저산소 소결 자석의 미세구조 분석 결과, 산화물상의 부피가 감소하였으며, 입계상이 매우 연속적으로 형성 되어 있다. 공정 차이에 따른 소결체의 Nd-Cu-Co-O rich (Cu-rich) 삼중점상을 HRTEM 이용하여 분석한 결과, 일반 자석의 경우, Cu-rich 삼중점상의 결정구조는 fcc-Nd₄₂Cu_{8.7}Co₆O_{43.3}으로 산소함량이 매우 높았다. 반면, 저산소 자석의 경우, dhcp-Nd₈₈Cu₁₂구조로 산소가 존재하지 않는 metallic-Nd 상으로 형성 되어 있었다. Nd-O 상

태도에서 산소 함량이 감소할수록 액상선의 온도가 낮아진다 [3]. 결국, 산소함량의 감소는, 1050°C 소결 시, 상대적으로 낮은 온도에서부터 액상소결이 가능해짐으로써 산소 함량이 높은 자석보다 입계상이 개선되는 효과를 얻었다. 그로인해, DyH₂ 입계확산 처리 후 Dy 확산 깊이를 분석 해본 결과, 저산소 공정을 이용한 자석의 Dy 확산 깊이가 350 μm로 일반 공정 자석 보다 150 μm 향상 되었다. 저산소 공정을 이용한 자석으로 입계확산 처리함으로써, 연속적인 입계상 형성과 산화물상의 형성 억제로 인해, Dy 확산 깊이가 증가하여 자기적 특성이 향상 되었다.

4. 결론

저산소 공정을 이용한 Nd-Fe-B 소결자석은, DyH₂ 용액을 이용한 입계확산 이후, 잔류자화 감소 없이 23.59 kOe로 최대 보자력을 나타내었다. 저산소 공정으로 제조된 소결자석의 Dy 입계확산에 미치는 영향은 다음과 같이 요약 할 수 있다. 첫째, 최적화된 Dy 내부 확산 깊이, 둘째, 낮은 산소 함량으로 인한 산화물상 억제 그리고 셋째, 연속적인 입계상 형성으로 인한 보자력 향상이다.

5. 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. Nishio, S. Sugimoto, R. Goto, M. Matsuura and N. Tezuka, Mater. Trans. 50, 723 (2009).

6. 감사의 글

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

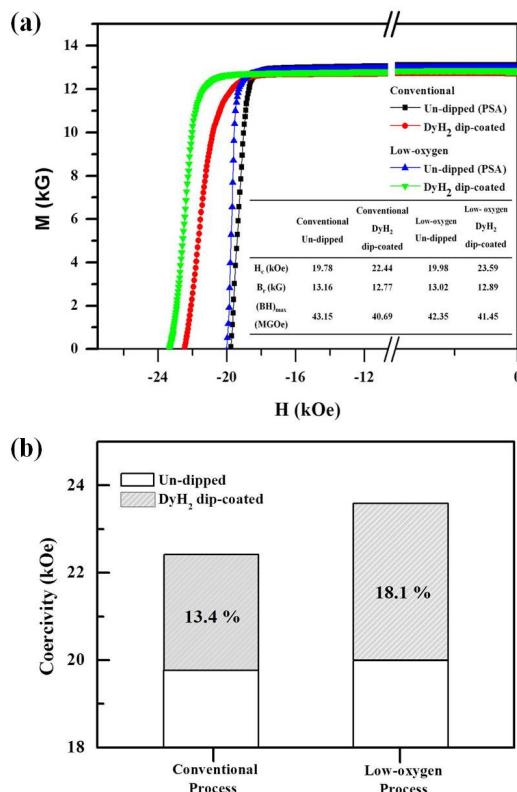


Fig. 1. 공정 차이에 따른 DyH₂-입계확산 처리된 Nd-Fe-B 소결자석의 자기적 특성의 변화.