

DyH_x-DyF₃ 혼합용액을 이용하여 입계확산공정 처리한 Nd-Fe-B 소결자석의 미세구조와 자기적 특성의 변화

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 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]. 따라서 Dy 원자의 확산도를 향상시킬 수 있는 물질을 입계 확산 공정을 위한 재료로 선택해야 한다. DyF₃ 화합물을 첨가 할 경우 Dy 원자의 확산도가 매우 향상 되고 Dy이 불필요하게 응집되어 있는 RE-rich 상 (Dy-Nd-O)의 형성이 억제되어 보자력이 매우 향상되지만 잔류자화가 감소한다 [3]. 반면, DyH_x 화합물을 첨가하면 core-shell 구조가 형성 되고 결정립 정렬도가 향상되어 잔류자화의 감소 없이 보자력이 소폭 향상된다 [4]. 본 연구에서는, DyH_x와 DyF₃각 재료의 장점을 모두 취하여, Dy 원자의 확산도를 향상시키고 동시에 이상적인 core-shell 미세구조를 구현하여 Dy 저감효과를 극대화하기 위해서 DyH_x-DyF₃ 혼합용액을 제조하여 표면에 코팅 한 후 입계확산공정 처리한 Nd-Fe-B 소결자석의 미세구조와 자기적 특성의 변화를 관찰 하였다.

2. 실험방법

조성이 Nd₃₂Fe_{bal}B_{1.0}M_{2.4}(wt.%, M=Cu, Al, Co, 그리고 Nb)인 분말을 준비하여 자장성형 및 소결을 진행하였다. 소결은 1060°C에서 4시간 동안 진행하였다. 10×10×5 mm³크기로 가공한 소결자석을 DyH_x-DyF₃ 혼합용액에 담근 후 진공분위기 하에서 5분 동안 ultrasonic을 가하여 자석 표면에 용액이 균질하게 코팅되도록 유도하였다. DyH_x : DyF₃ 혼합비율은 10:0, 1:9, 3:7, 5:5, 7:3, 9:1, 0:10 으로 달리 하였다. 1차 열처리는 900°C에서 2시간, 2차 열처리 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 상변화 및 상 분포를 조사하였다.

3. 결과 및 고찰

Fig. 1은 DyH_x : DyF₃ 혼합비율에 따른 Nd-Fe-B 소결자석의 자기적 특성변화를 나타낸다. DyH_x : DyF₃ 혼합비율이 0:10 에서 9:1로 변화됨에 따라서 보자력은 27.76에서 29.34kOe으로 증가 하였다. 반면, 용액의 혼합비율 0:10 (DyF₃100%)인 경우, 보자력은 29.15kOe로 감소하였다. 잔류자화는 DyH_x : DyF₃ 혼합비율 10:0에서 3:7로 변화됨에 따라서 12.62에서 12.64 kG로 변화가 없었지만 혼합비율 1:9에서는 12.55kG로 감소하였다. 성능지수(보자력+최대에너지적)는 DyH_x : DyF₃ 혼합비율 3:7에서 68.72 (39.48MGOe + 29.24kOe)로 가장 높았다. 혼합 비율에 따른 미세구조를 비교하여 보면, DyH_x : DyF₃ 혼합비율이 0:10에서 3:7로 변화됨에 따라서 자석내부로의 Dy 확산 깊이가 80에서 150μm로 증가 되었다. 혼합비율이 0:10 (DyF₃ 100%)인 경우에는 대부분의 Dy가 자석 표면부의 주상에 밀집되어 있다. 하지만, 혼합비율이 3:7인 경우에는 Dy의 확산깊이가 향상되어 자석 표면부에 밀집되어 있는 Dy의 분율이 감소하였고 표면부의 미세구조 또한 core-shell 구조로 형성되었다.

보고에 의하면, DyF₃ 화합물 분말을 첨가한 경우 주상에 대한 Dy 원자의 확산도가 향상되어서 Dy이 주상에 균질하게 분포한다 [3]. 하지만, DyH_x 분말을 첨가한 자석의 경우, Dy은 주상 내부까지 확산되지 못하고 결정립계 부근에만 확산되어 core-shell 구조를 형성한다 [4]. 따라서 DyF₃ 100% 용액을 이용하여 입계확산처리 한 경우, 표면에 코팅되어 있는 DyF₃ 화합물이 자석내부로 확산되어 들어가기 전에 자석 표면부의 주상으로 확산되어 버리기 쉽다. 이 결과, DyF₃ 100% 용액을 코팅한 자석의 경우 자석내부를 향한 Dy 원자의 확산도가 감소하고 대부분의 Dy 원자가 자석 표면부의 주상에 균질하게 존재한다. 하지만, DyH_x : DyF₃ 혼합비율이 3:7인 경우, DyH_x 화합물의 존재로 인해서 자석 표면의 주상에 대한 Dy 원자의 확산도가 억제되고 Dy이 결정립계를 따라 자석내부로 확산된다. 이 결과, 자석 내부로의 Dy 원자 확산도가 향상되고 표면부의 주상에서도 core-shell 구조를 보인다. 또한, DyH_x : DyF₃ 혼합비율이 3:7인 소결자석의 상 분포를 분석 한 결과, DyF₃ 화합물의 존재로 인해서 RE-rich상의 부피 분율이 0.5%로 매우 감소되었다. 입계확산공정에 DyH_x-DyF₃ 혼합용액을 사용함으로써, 자석 내부로의 Dy 원자 확산도를 향상시킴과 동시에 RE-rich 상의 형성을 억제하여 자기적 특성이 향상 되었다.

4. 결론

DyH_x : DyF₃ 혼합비율에 따른 Nd-Fe-B 소결자석은 3:7에서 68.72 (39.48MGOe + 29.24kOe)로 가장 최적의 성능지수를 보였다. 최적의 DyH_x-DyF₃ 혼합용액을 이용하여 입계확산공정처리를 하면 자석 내부로의 Dy 원자 확산도가 향상됨과 동시에 RE-rich상의 형성이 억제되어 Dy 저감효과가 극대화된다.

5. 감사의 글

이 연구는 2012년도 지식경제부 지원의 기술 혁신사업 (No.10043780)과 교육과학기술부의 재원으로 한국연구재단의 지원을 받아 수행된 기초연구사업임 (2011-0007200).

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] K. H. Bae, T. H. Kim, S. R. Lee, D. H. Kim, S. Namkung, and T. S. Jang, J Appl. Phys., 112, 093912 (2012).

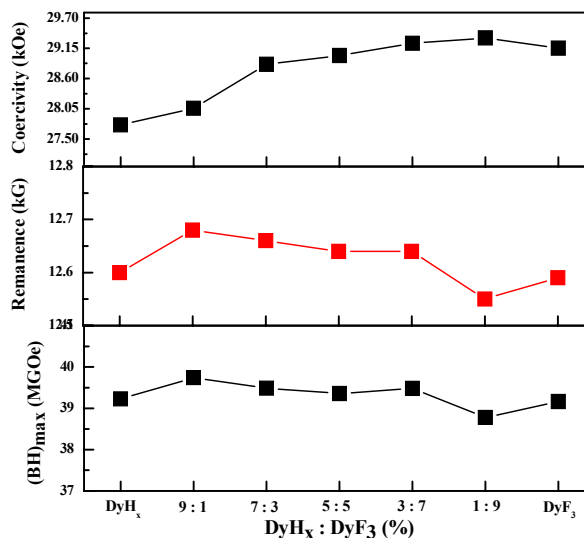


Fig. 1. DyH_x : DyF₃ 혼합비율에 따른 입계확산공정을 이용한 Nd-Fe-B 소결자석의 자기적 특성