

# Dy-X (X= Cu or Mn) 합금분말을 이용하여 infiltration 처리된 Nd-Fe-B 소결자석의 미세구조와 자기적 특성 연구

공주영<sup>1\*</sup>, 김태훈<sup>1</sup>, 이성래<sup>1</sup>, 김효준<sup>2</sup>, 이민우<sup>3</sup>, 장태석<sup>3</sup>

<sup>1</sup>고려대학교 신소재공학과, 서울특별시 성북구 안암동 고려대학교, 136-713

<sup>2</sup>자화전자 R&D 센터, 충청북도 청원군 자화전자, 363-922

<sup>3</sup>선문대학교 신소재 공학과, 충남 아산시 탕정면 선문대학교, 336-708

## 1. 서론

Nd-Fe-B 소결자석의 Dy 함량을 저감하기 위한 가장 효율적인 방법은 DyH<sub>2</sub>를 이용한 입계 확산 공정이다 [1]. 하지만, DyH<sub>2</sub> 화합물을 이용한 입계 확산 공정은 자석 표면으로부터의 Dy 확산 깊이가 제한되는 단점이 있다 [2]. 상대적으로 DyH<sub>2</sub> 화합물보다 낮은 용점을 가지는 Dy-함유 합금을 설계하여 Dy를 자석내부로 용이하게 확산시킴으로써, Nd-Fe-B 소결자석의 Dy 확산 깊이를 향상시킬 수 있다. 특히, 공정 조성인 Dy<sub>86</sub>Cu<sub>14</sub> (wt. %) 합금을 이용하면 metallic Dy의 용점 (1412 °C)과 비교하여 매우 낮기 때문에 Nd-Fe-B 소결자석의 Dy 확산 깊이를 향상시킬 수 있다 [3]. 하지만, 1차 열처리 온도 변화에 따른 Dy<sub>86</sub>Cu<sub>14</sub>-infiltration Nd-Fe-B 자석의 Dy 확산 거동과 미세구조 및 자기적 특성 변화는 아직 분명히 밝혀지지 않았다. 본 연구에서는, Dy<sub>86</sub>Cu<sub>14</sub>-infiltration 공정분해 처리된 Nd-Fe-B 소결자석의 미세구조와 자기적 특성을 알아보기 위하여, 1차 열처리 온도에 변화를 주었다. 특히, 미세구조의 명확한 기구를 알아보기 위하여 Dy<sub>88</sub>Mn<sub>12</sub>, DyH<sub>2</sub> infiltration/diffusion 처리된 시편과 비교 분석하였다.

## 2. 실험방법

조성이 Nd<sub>27.0</sub>Dy<sub>3.0</sub>Fe<sub>bal.</sub>B<sub>1.0</sub>M<sub>2.4</sub>(wt.%, M=Cu, Al, Co, and Nb)인 분말을 준비하여 자장성형 후 1060°C에서 4시간 동안 소결하였다. 10×10×5 mm<sup>3</sup>크기로 가공한 소결자석을 KOH 및 HNO<sub>3</sub>용액을 이용하여 탈지 및 에칭처리 하여 표면에 존재하는 이물질 및 산화층을 최소화 하였다. 각각의 표면 처리된 시편을 Dy<sub>86</sub>Cu<sub>14</sub> 및 Dy<sub>88</sub>Mn<sub>12</sub> 용액에 각각 담근 후, 진공 분위기에서 ultrasonic을 이용하여 자석표면에 균질하게 코팅되도록 유도하였다. Dy의 확산을 위한 1차 열처리는 900°C에서 2시간, 미세구조 개선을 위해 2차 열처리를 500°C에서 2시간 동안 진행하였다. 자기적 특성과 미세구조 분석은 BH loop tracer (Permagraph C-300, Magnet-Physik), SEM (Hitachi S-4300), EPMA, Line profile (JXA-8500F), HRTEM (FEI Tecnai F20)을 이용하여 미세구조 변화 및 자기적 특성 변화를 관찰하였다.

## 3. 결과 및 고찰

Fig. 1은 un-dipped 시편과 Dy의 용점을 효과적으로 낮출 수 있는 Dy<sub>86</sub>Cu<sub>14</sub>, Dy<sub>88</sub>Mn<sub>12</sub> 합금분말을 이용하여 infiltration 시킨 후, 1차 열처리 온도 변화에 따른 자기적 특성을 나타낸다. Fig. 1에서 볼 수 있듯이, 1차 열처리 온도 증가 (800 → 870 °C)에 따라 Dy<sub>86</sub>Cu<sub>14</sub> (22.3 → 24.8 kOe), Dy<sub>88</sub>Mn<sub>12</sub> (21.5 → 24.0 kOe) infiltration 된 두 시편 모두 보자력이 증가하였다. 특히, 1차 열처리 온도 870 °C에서 Dy<sub>86</sub>Cu<sub>14</sub> infiltration 시편은 un-dipped 시편 대비 약 16.3 %로 Dy<sub>88</sub>Mn<sub>12</sub>보다 3.6 % 증가율을 보였다. 그 이유는, Dy<sub>86</sub>Cu<sub>14</sub>-infiltration 처리된 시편은 Dy의 용점을 효과적으로 낮추고 (1412 → 790 °C), 동일한 열처리 온도조건에서 Dy의 확산 깊이가 향상되기 때문이다. 또한, Cu는 입계를 위주로 확산되면서, Dy의 입계확산을 도와주는 역할을 하였다 [4]. 하지만, Mn 첨가의 경우, Dy를 소모하는 RE-rich (Nd, Dy, O)상과 결합하면서 새로운 RE-rich (Nd, Dy, O,

Mn) 상을 형성하였다. 1차 열처리 온도 900 °C 에서는 Dy<sub>86</sub>Cu<sub>14</sub> (24.8 → 23.9 kOe), Dy<sub>88</sub>Mn<sub>12</sub> (24.0 → 22.6 kOe) 두 시편 모두 보자력이 감소하였다. 미세구조 분석 결과, 1차 열처리 온도가 (800 → 900 °C) 로 증가함에 따라, Dy<sub>86</sub>Cu<sub>14</sub> infiltration 시킨 자석은 Dy 확산 깊이가 400 μm 로 증가하여 Dy<sub>88</sub>Mn<sub>12</sub> (300 μm)과 DyH<sub>2</sub> (350 μm) 시편보다 향상 되었다. 더불어, Nd-rich 입계상의 용점을 감소시킴으로써, DyH<sub>2</sub> 와 Dy<sub>88</sub>Mn<sub>12</sub> 보다 Dy 확산 이 상대적으로 용이하다. 하지만, Nd-rich 상에 Cu 가 응집되면, Nd-rich 상의 용점 및 상 변태 온도가 감소한다 [4]. 따라서, 900°C 부근에서는 fcc-NdO 상으로 형성되기 쉽다 [4]. 1차 열처리에서, h-Nd<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 상의 형성은 2차 열처리 동안 Cu 분리에 의해 안정화 될 수 있는 C-Nd<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 상 형성에 필수 요소이다. 따라서, 900°C 1차 열처리 시 보자력 향상에 기여하는 C-Nd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>상이 형성되기에는 너무 높은 온도라고 볼 수 있다. 그러므로, 870 °C 에서 1차 열처리온도는 효율적인 core-shell 미세구조 발달과 함께 Nd-rich 상의 개선을 위한 최적의 조건이다.

#### 4. 결론

입계확산 공정 효과의 극대화를 위해서, Dy-X (Cu or Mn) 공정조성을 이용하여 1차 열처리 온도 변화에 따른 미세구조 및 자기적 특성 변화를 관찰하였다. 최적의 자기적 특성을 나타내는 1차 열처리 온도는 870 °C 이며, Dy<sub>86</sub>Cu<sub>14</sub> infiltration 처리된 시편이 가장 높은 보자력을 나타내었다 (+ 3.48 kOe). Dy<sub>86</sub>Cu<sub>14</sub> infiltration 처리된 시편은 Dy 이 결정립계를 따라서 분포하였고 Nd-rich 입계상의 분포가 향상되었다. Dy<sub>86</sub>Cu<sub>14</sub> 저융점 합금분말의 첨가는 Dy 의 확산 깊이를 증가시켰으며 (~350 μm), 삼중점 상 및 결정립계에서의 C-Nd<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 상 형성으로 보자력을 효과적으로 증가시켰다.

#### 5. 참고문헌

- [1] K. H. Bae, T. H. Kim, S. R. Lee, S. Namkung, and T. S. Jang, IEEE. Tran. Magn., 49, 3251 (2013).
- [2] N. Oono, M. Sagawa, R. Kasada, H. Matsui, A. Kimura, J. Magn., 323, 297-300 (2011).
- [3] Binary Alloy Phase Diagrams 2014;35:208-219.
- [4] T. H. Kim, S. R. Lee, M. W. Lee, T. S. Jang, J. W. Kin, Y. D. Kim and H. J. Kim, Acta Mater., 66, 12-21 (2014).

#### 6. 감사의 글

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

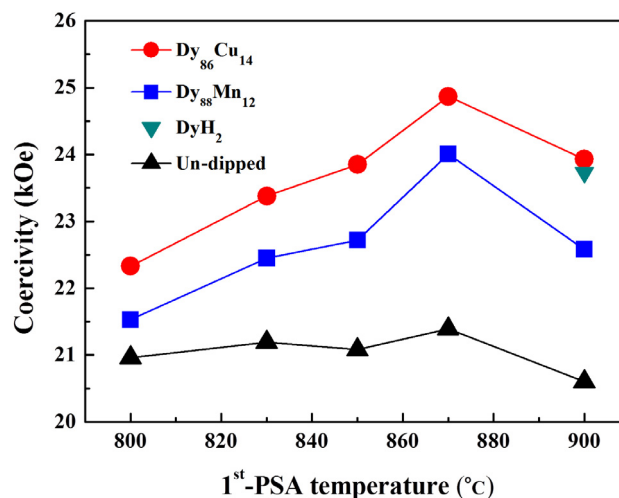


Fig. 1. 합금분말 DyCu, DyMn 공정 조성을 이용하여 1차 열처리 온도변화에 따른 보자력 변화.