

WS₂/Al 도핑된 Nd-Fe-B 소결자석에서 WS₂ 분말 크기 및 DyH₂ 입계확산 처리 효과 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

Dy 원소 첨가 없이 Nd-Fe-B 소결자석의 보자력을 향상 시키는 효과적인 방법 중 하나는 소결 및 열처리 과정 중 입자성장을 억제 하는 것이다 [1, 2]. WS₂와 같은 고용점 황화물을 Nd-rich 상의 용점강화 원소인 Al을 동시 첨가하면 W-함유 상을 입계에 선택적으로 석출시켜 입자성장을 효과적으로 제어 할 수 있다 [2]. 그러나 입계에 형성된 W-함유 석출물은 주상과의 격자 부정합이 높다. 또한, 소결 및 열처리 동안 석출상으로 인한 입계에 이동을 효과적으로 억제하기 위해서는 석출상의 크기를 제어해야 한다. 하지만, 여전히 입계에 형성된 석출상은 역자구 핵생성으로 작용하여 결정립 크기 대비 보자력을 극대화하기 힘들다. DyH₂입계확산공정으로 이방성 자계가 높은 Dy-rich core-shell 미세구조를 입계에 형성하면 석출상에 의한 문제점을 해결 할 수 있을 것으로 기대된다. 본 연구에서는, WS₂/Al 분말 첨가의 단점을 보완하고 입자성장 억제 효과를 극대화하기 위하여 WS₂ 분말 크기를 미세화 시켰고, WS₂/Al이 첨가된 Nd-Fe-B 소결자석에 DyH₂를 입계확산 처리하여 미세구조와 자기적 특성 변화간의 상관관계를 연구하였다.

2. 실험방법

Al이 0.3 wt.% 첨가된 (Nd_{30.0}Dy_{2.0})-Fe_{bal}B_{1.0}M_{2.5}분말에 WS₂ 분말을 크기 별로 0~0.8 wt.% 첨가하여 소결자석을 제조하였다. 이때, 석출상 크기 제어를 위한 WS₂ 분말들은 습식분쇄기를 이용하여, 분말크기를 3.8, 1.2, 0.6 μm로 각각 변화시켜 첨가하였다. 자장성형 후 1070°C에서 4시간 동안 소결하였다. 이후, 10×10×5 mm³크기로 가공한 소결자석을 KOH 용액을 이용하여 탈지처리 하였다. 또한, 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 EPMA, Line profile (JXA-8500F) (Electron Probe Micro Analyzer), BH loop tracer을 이용하여 미세구조 변화 및 자기적 특성 변화를 관찰하였다.

3. 결과 및 고찰

WS₂ 분말 크기 변화에 따라, 최적의 자기적 특성을 내는 WS₂ 첨가량은 감소하였다 (그림 1). 0.6 μm 크기의 분말이 0.4 wt.% 첨가된 자석의 평균 결정립 크기는 7.6 에서 6.2 μm로 가장 효과적으로 감소하였다. 첨가 분말의 크기가 작아질수록 입계에 형성된 석출상의 크기 및 분포가 결정립 성장억제에 효과적 이었다. 또한, 석출상 분포도 향상으로 자구벽 핀닝 효과도 향상 시켰다. 그 결과, 0.6 μm WS₂분말 도핑된 소결 자석은 잔류자화 감소 없이 17.7에서 19.2 kOe로 WS₂/Al이 도핑 된 소결자석 중 보자력 증가가 가장 크게 나타내었다. 반면, WS₂ 분말이 과잉 첨가된 자석의 경우, 석출상이 입계뿐만 아니라 입내에도 불균질하게 분포하면서 입자성장 억제 효과가 감소하고 자기적 특성도 감소하였다. 0.6 μm 분말을 이용한 0.4 wt.% WS₂/Al 동시 첨가 자석

에 DyH₂입계확산공정 처리 이후 자석의 보자력은 잔류자화 감소 없이 22.9 kOe로 증가하였으며, WS₂/Al을 첨가하지 않은 자석보다 1.7 kOe 이상 높았다. 입계 근처에 형성된 Dy-rich core-shell 미세구조로 인해 주상의 격자상수가 감소되어 W-Fe-B 석출상과 주상과의 격자 부정합이 효과적으로 억제 되었고, 석출상 크기가 미세해짐에 따라 석출상과 주상과의 접촉 면적을 최소화 하여 구조적 결함에 따른 역자구 핵생성을 적절히 억제하였다. 또한, WS₂과 Al 분말을 동시에 첨가하면 Nd-rich 입계상의 연속성과 균질성이 향상되고 희토류 응집 산화물상 형성을 억제하여 Dy 입계 확산 깊이도 향상 되었다. 결론적으로, 석출상 크기가 제어된 WS₂/Al 첨가 자석에 DyH₂입계확산공정을 적용하여 입자 성장 억제를 극대화 하였고, 석출상 크기 미세화 및 Dy-rich core-shell 미세구조를 형성시켜 입계에서의 역자구 핵생성이 적절히 억제되어 WS₂/Al이 첨가되지 않은 Dy 입계확산 처리된 자석보다 8.1% 보자력이 향상 되었다.

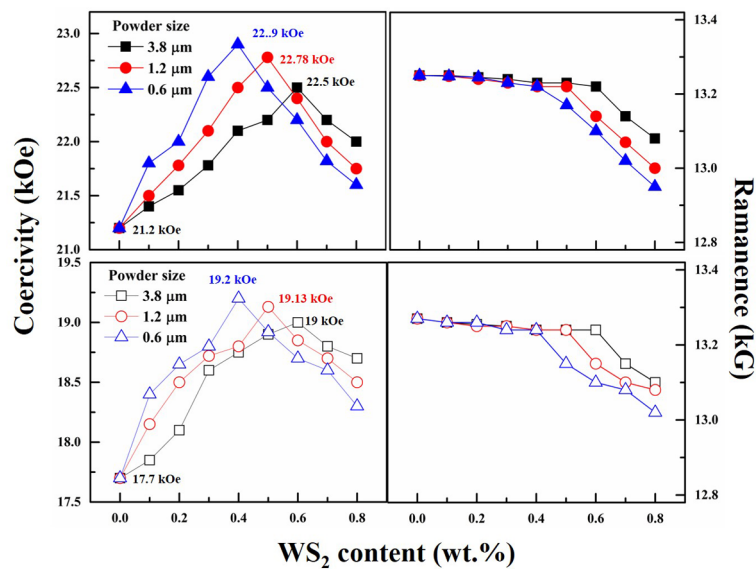


그림 1. WS₂/Al 도핑된 Nd-Fe-B 소결자석의 WS₂ 분말 크기 및 첨가량, DyH₂ 입계확산 유무에 따른 자기적 특성 변화

4. 결론

0.6 μm 크기의 WS₂ 분말 0.4 wt.% 첨가한 자석에 DyH₂ 입계확산 처리하면 잔류자화 감소 없이 22.9 kOe로 최대 보자력을 나타 내었다. WS₂ 분말 크기 미세화 및 WS₂/Al 동시 첨가자석에 DyH₂ 입계확산공정을 적용함에 따른 미세구조 개선은 다음과 같이 요약 할 수 있다. 첫째, 평균입자 크기 감소, 둘째, 석출상과 주상과의 격자부정합 최소화로 인한 역자구 핵생성 억제 그리고 셋째, 입계상 개선 및 희토류 응집 산화물상 형성 억제로 인한 Dy 확산 깊이 증가로 보자력이 8.1% 향상되었다.

5. 참고문헌

- [1] W.F. Li, A.M. Gabay, M. Marinescu-Jasinski, J.F. Liu, C. Ni, G.C. Hadjipanayis, J. Magn. Mater. 324, 1391-1396 (2012).
- [2] K. H. Bae, S. R. Lee, H. J. Kim, M. W. Lee, and T. S. Jang, J. Alloys Comp. 673, 321-326 (2016).

6. 감사의 글

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