

Dy-X (X=F 또는 H) 분말 첨가와 입계 확산을 동시 처리한 Nd-Fe-B 소결자석의 미세구조와 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 소결자석의 Dy 함량을 저감하고 자기적 특성을 향상시키기 위해서는, 소결자석 내에 Dy 원자가 효율적으로 분포하도록 미세구조적 설계가 요구된다 [1, 2]. Dy-X (X=F 또는 H) 화합물을 이용한 분말 첨가 및 입계 확산 공정을 통해서 Nd-Fe-B 소결자석 내의 Dy 분포를 효율적으로 제어 할 수 있는데, DyF₃와 DyH₂ 화합물의 Dy 확산거동은 상이하기 때문에, 각각의 화합물이 분말 첨가 또는 입계 확산 공정에서 소결자석의 미세구조 및 자기적 특성에 미치는 영향 또한 매우 다르다 [1, 2]. DyH₂의 Dy은 입계 확산을 통해 주상으로 확산 되지만, DyF₃의 Dy은 격자 확산을 통한 확산이 지배적으로 일어난다 [1, 2]. 따라서, 소결자석의 보자력을 향상 시키는데 있어서 분말 첨가 공정에서는 DyF₃ 화합물이 유리하지만, 입계 확산 공정에서는 DyH₂ 화합물이 더 유리하다. 또한, DyF₃ 화합물이 소결자석 내에 존재 할 경우, Dy이 불필요하게 응집되어 있는 Nd 산화물 (RE-rich 상, Dy-Nd-O) 의 형성이 억제되는데 [1, 2], 이러한 산화물의 형성은 입계 확산 공정 동안의 Dy의 확산을 방해하는 주된 요소가 될 수 있다. 본 연구에서는 Dy-X 분말 첨가 공정과 Dy-X 용액을 이용한 입계 확산 공정을 Nd-Fe-B 소결자석에 동시에 처리하여 Dy-X 화합물 첨가의 장점을 극대화시켜 Dy 저감 효과를 최대로 이끌어 내기 위한 목적으로 연구하였다.

2. 실험방법

조성이 Nd₃₂Fe_{bal}B_{1.0}M_{2.4} (wt.%, M = Cu, Al, Co, 그리고 Nb)인 분말에 DyF₃ 또는 DyH₂ 화합물 분말을 첨가하여 Nd₂₇Dy_xFe_{bal}B_{1.0}M_{2.4} (x = 0.5 ~ 3.0 wt.%) 조성의 분말을 준비한 후, 1060 °C에서 4시간동안 소결을 진행하였다. 준비된 소결자석의 표면을 DyF₃ 또는 DyH₂ 용액을 이용하여 코팅 한 후, 입계확산을 위해 900°C에서 2시간동안 열처리 하였다. 이후에, Nd-rich 상의 미세구조 개선을 위해서 500 °C에서 2시간 동안 열처리 하였다. 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

Nd-Fe-B 소결자석 내의 DyF₃는 Dy의 격자 확산을 유도하지만, DyH₂는 Dy의 입계 확산을 유도한다 [1]. 따라서, 입계 확산 공정 동안에 DyH₂ 용액을 이용하여 입계확산 처리한 자석의 보자력이 DyF₃ 용액을 이용한 자석의 보자력보다 항상 우수하다. 따라서 DyF₃ 분말 첨가 자석과 DyH₂ 분말 첨가 자석에 DyH₂ 용액을 이용하여 입계 확산 처리 했을 때의 미세구조 및 자기적 특성 변화를 중점적으로 분석 하였다. 미세구조 분석 결과, DyF₃ 분말을 첨가하고 입계확산 처리한 소결자석의 경우, 자석 표면으로부터의 Dy 확산 깊이가 약 600 μm로 매우 높았다. 입계확산 처리 전에 DyH₂ 분말을 첨가한 소결자석의 경우에는 Dy의 확산 깊이가 약 200 μm 이었다. DyF₃ 분말을 첨가 하고 입계 확산 처리한 자석의 경우 RE-rich 상의 형성이 억제 되었지만, DyH₂ 분말을 첨가하고 입계 확산 처리한 자석의 경우에는 RE-rich 상의 형성이 관찰되었다. 주목 할 만 한 점은, 자석 표면으로부터 확산되는 Dy이

확산 도중에 RE-rich 상과 반응하면, RE-rich 상에 흡수되어 더 이상 입계 확산 되지 않고 손실되어 버린다. 다시 말해서, 입계 확산 공정 이전에 DyF₃ 분말을 첨가하여 RE-rich 상의 형성이 억제됨으로써, 입계 확산 공정 동안의 Dy의 확산 깊이가 매우 향상 되었다. 또한, DyF₃ 분말이 첨가되면 소결자석의 밀도는 소폭 감소하는데 [1], 이 또한 DyF₃ 분말을 첨가하고 입계 확산 처리한 소결자석의 Dy 확산 깊이 향상의 원인이 된다. 그림 1은 DyF₃ 또는 DyH₂ 화합물 분말을 첨가하고 DyH₂ 화합물 용액을 이용하여 입계확산 처리한 Nd-Fe-B 소결자석의 Dy 함량에 따른 자기적 특성의 변화를 나타낸다. 예상대로, DyF₃ 분말 첨가 후 DyH₂ 용액을 이용하여 입계확산 처리한 소결자석의 보자력이 가장 우수하였다. 하지만, 그림 1에서 보는 바와 같이 DyF₃ 분말 첨가 공정과 DyH₂ 입계 확산 공정을 동시에 처리한 자석의 Dy 함량이 1.5 wt.% 이상이면 잔류자화가 급격하게 감소하였다. 앞서 언급했듯이, DyF₃ 분말 첨가의 최대 단점이 잔류자화의 손실이기 때문에, 미량의 DyF₃ 분말 첨가만이 허용된다 [1]. 따라서, 그림 1에서 보듯이 입계 확산 공정 효과를 극대화 할 수 있는 DyF₃ 첨가 자석의 Dy 함량은 0.5 또는 1.0 wt.% 가 적합하다. 이때의 보자력은 각각 19.72와 21.1 kOe로써, 화합물 분말을 첨가하지 않고 DyH₂ 용액을 이용하여 입계확산 처리한 소결자석의 보자력보다 각각 9.9 %, 11.1 % 높은 수치이며, 이는 3.5 wt.%, 4.0 wt.%의 Dy를 첨가한 일반 소결자석의 보자력에 해당 한다. 결론적으로, DyF₃ 분말을 첨가하고 DyH₂ 용액을 이용하여 입계확산 처리한 소결자석은 잔류자화의 감소 없이 보자력이 매우 향상 되어 약 3.0 wt.%의 Dy 저감 효과를 얻을 수 있었다.

4. 결론

DyF₃ 또는 DyH₂ 화합물 분말을 첨가하고 DyH₂ 화합물 용액을 이용하여 입계확산 처리한 Nd-Fe-B 소결자석의 자기적 특성 및 미세구조를 관찰 하였다. DyF₃ 분말 첨가 공정과 DyH₂ 입계 확산 공정을 동시에 적용한 경우, 분말 첨가 없이 입계 확산 처리한 자석과 비교하여 Dy의 확산 깊이가 200% 향상 되었다. 또한, 입계 확산 처리 전 DyF₃ 첨가 자석의 Dy 함량이 1.0 wt.% 일 때 잔류자화의 감소 없이 보자력이 11.1 % 향상 되었다. 입계 확산 공정 이전에 소량의 DyF₃ 분말 첨가를 통해 입계 확산 공정 효과를 극대화 함으로써 약 3.0 wt.%의 Dy 저감 효과를 얻을 수 있다.

5. 참고문헌

- [1] Tae-Hoon Kim, Seong-Rae Lee, Hyo-Jun Kim, Min-Woo Lee, and Tae-Suk Jang, J. Appl. Phys. 115, 17A763 (2014).
- [2] Kyoung-Hoon Bae, Tae-Hoon Kim, Seong-Rae Lee, Hyo-Jun Kim, Min-Woo Lee, and Tae-Suk Jang, J. Appl. Phys.112, 093912 (2012).

6. 감사의 글

본 연구는 2012년도 교육과학기술부의 재원으로 한국연구재단의 지원을 받아 수행된 기초연구사업 (2011-0007200)과 지식경제부 지원의 기술 혁신사업(No.10043780)의 연구비 지원으로 수행되었습니다.

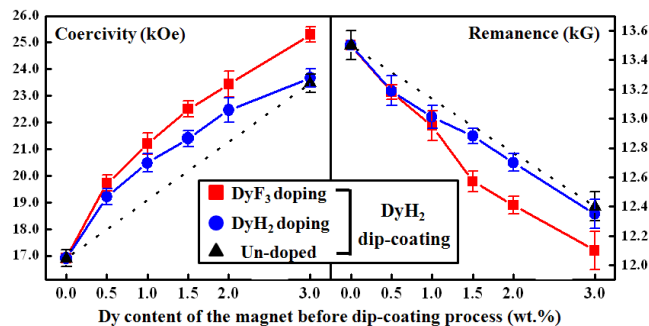


그림 1. DyF₃ 또는 DyH₂ 화합물 분말을 첨가하고 DyH₂ 화합물 용액을 이용하여 입계확산 처리한 Nd-Fe-B 소결자석의 Dy 함량에 따른 보자력의 변화.