

DyH₂ 용액을 코팅한 저산소 Nd-Fe-B 소결자석의 미세구조와 자기적 특성과의 상관관계 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 Dy함량을 저감하기 위해서는, core-shell 미세구조를 구현해야 한다 [1]. Nd-Fe-B 소결자석에 입계 확산 공정 처리 하면, 가장 효율적으로 core-shell 미세구조를 구현 할 수 있다 [2, 3]. 입계 확산 공정을 통해서 보자력을 향상시키기 위해서는 Dy의 확산 깊이를 향상 시켜야 하는데, 산소 함량이 높은 소결자석의 경우, Dy가 불필요하게 응집된 Nd 산화물 (RE-rich, Nd-Dy-O)의 형성이 증가하여 자석 표면으로부터 내부로의 Dy의 입계 확산이 억제 된다. 따라서, Nd-Fe-B 소결 자석의 입계 확산 공정 효과를 극대화하기 위해서는 자석 내의 산소 함량을 감소하여 불필요한 산화물의 형성을 억제하고 Dy의 확산 깊이를 향상 시켜야 한다. 본 연구에서는, 소결자석의 산소 함량 변화에 따른 입계 확산 공정 효과의 변화를 분석 하였다.

2. 실험방법

분말 크기가 3과 5 μ m로 각기 다른 Nd_{30.0}Dy_{2.0}Fe_{bal.}B_{1.0}M_{2.4}(wt.%, M=Cu, Al, Co, and Nb) 분말을 일반 공정과 저산소 공정을 통하여 소결하였다. 일반 공정은 1070°C에서 4시간 동안 소결하였고, 저산소 공정은 1050°C에서 4시간 동안 소결 하였다. 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 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 ~1000 ppm으로 매우 감소하였다. Fig.1은 분말 크기와 공정에 따른 입계확산 처리된 Nd-Fe-B 소결자석의 보자력 변화를 보여 주고 있다. 3 μ m 분말 크기의 저산소 공정을 이용한 DyH₂-표면확산공정 자석의 보자력은 23.7 kOe으로 가장 높은 보자력을 나타내었다. 일반 공정과 비교하여 보자력 증가율은 13.1에서 23.7%로 10%이상 증가 하였다. 잔류자화는 13.4에서 13.2로 크게 변화 하지 않았다. 5 μ m 분말 크기 자석 또한 저산소 공정을 이용한 DyH₂-표면확산공정 자석이 14.5에서 22.1%로 증가 하였다. 공정 차이에 따른, 미세구조 비교하여 보면, 저산소 공정 자석이 일반 공정 자석 보다, 자석 표면에서부터 결정립계를 따라 내부로 Dy 확산 깊이가 증가되었다. 산소 함량에 따른, Dy 확산영역에서의 RE-rich상 부피 분율 분석결과, 저산소 공정으로 제조된 자석이 일반 공정 자석보다 효과적으로 감소되었다. 사전 연구 결과, RE-rich 상은 표면 에너지가 매우 크다. 따라서 입계 확산 공정 동안에 자석 내부로 확산 되는 Dy이 RE-rich 상을 만나면 RE-rich 상과 손쉽게 반응하여 흡수 되어 버린다. 또한, RE-rich 상은 산소 친화도가 매우 높아 안정한 h-Nd₂O₃ 상으로 변태

되기 때문에 [4], 흡수된 Dy가 다시 입계 확산을 통하여 자석 내부로 확산되기 힘들다. 결국, 저산소 공정을 통해, 낮은 산소 함량을 가지고 있는 자석은 RE-rich 상의 형성을 억제 시키면서, Dy의 확산을 향상을 도와 준 것이다. 입자 크기에 따른, 표면처리 된 자석의 미세구조 비교결과, 3 μm 분말로 제조한 DyH₂-표면확산공정 자석이 5 μm 분말로 제조한 DyH₂-표면확산공정 보다 Dy의 확산이 향상 되었다. 입자 크기 분석결과, 분말 크기가 작은 3 μm 자석이 5 μm 자석보다 입자 크기가 감소되었다. 입자 크기의 감소는 core-shell 구조로 입계를 따라, 표면에서부터 내부로 확산되는 Dy의 확산을 향상 시켰다. 따라서, 3 μm 분말 크기로 저산소 공정을 이용한 Nd-Fe-B 소결자석은 표면처리공정 시 RE-rich 상 형성 억제와 함께, 작은 입자 성장으로 Dy 확산을 향상 시킬 수 있는 최적의 조건이다.

4. 결론

3 μm 분말크기로 저산소 공정을 이용한 Nd-Fe-B 소결자석은, DyH₂ 용액을 이용한 표면처리 공정 시, 잔류 자화 감소 없이 23.7 kOe로 최대 보자력을 나타 내었다. 3 μm 분말크기로 저산소 공정으로 DyH₂-표면확산공정 이용에 따른 미세구조 개선은 다음과 같이 요약 할 수 있다. 첫째, 최적화된 Dy 내부 확산 깊이, 둘째, 낮은 산소 함량으로 인해, 효과적인 RE-rich 상 억제 그리고 셋째, 입자크기의 감소로 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 Guo, R J Chen, Y Ding, G H Yan, D Lee and A R Yan. Journal of Physics : Conference Series 266 (2011) 012030.
- [4] Tae-Hoon Kim, Seong-Rae Lee, Seok Namkung, and Tae-Suk Jang, J. Alloy. Comp. 537, 261(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.

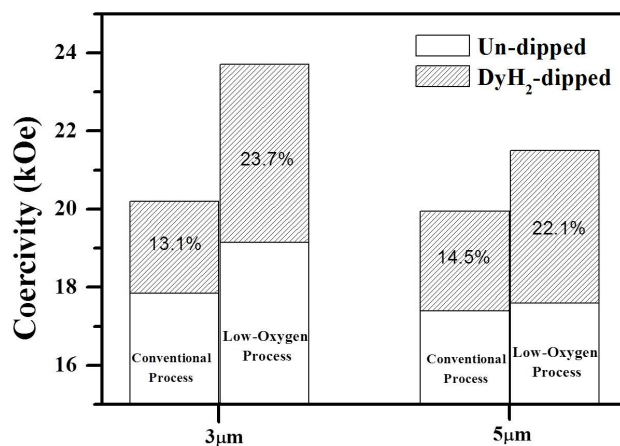


Fig. 1 분말 크기와 공정 차이에 따른 DyH₂-표면코팅확산 공정을 이용한 Nd-Fe-B 소결자석의 보자력 변화.