

Melt-spun Nd₁₄Fe₈₀B₆ 합금의 결정화 과정과 자기적 특성 변화에 관한 연구

성균관 대학교 이경섭* 서수정 박현순

A STUDY ON THE MAGNETIC PROPERTIES AND CRYSTALLIZATION OF MELT-SPUN Nd-Fe-B ALLOYS

Sung Kyun Kwan University K. S. LEE*, H. S. PARK, S. J. SUH

1. 서론

Nd-Fe-B의 높은 자기적 특성은 강한 일축자기이방성을 나타내는 Nd₂Fe₁₄B상(φ)과 제2상인 Nd-rich(n)상의 적절한 구성에 근거하는데 Nd-Fe-B 합금의 보자력은 Nd₂Fe₁₄B상의 grain size와 이 상을 둘러싸고 있는 비자성상인 Nd-rich상의 양에 의해 크게 영향을 받는다. [1, 2] 단롤법에 의해 급속응고된 NdFeB 리본의 최적의 자기적특성은 연구자들 마다 조금씩 다르게 말하나 대부분 15 m/s - 20 m/s의 wheel speed에서 얻을 수 있었다고 보고되었다. [3, 4]. 이와같이 적절한 냉각속도에서 얻어진 리본은 수지형 자석(bond magnet)의 제조에 이용된다. 그러나 hot press 나 die-upset 등의 제조공정[4-5]은 700 °C 정도의 열처리 단계에 해당하기 때문에 최적의 자기적 특성을 갖는 리본을 이용하면 자기적 성질은 저하하게 된다. [6] 따라서 비정질이나 극도로 미세한 grain size를 갖는 과냉된 리본을 사용하여 hot deformation 공정을 거치는 것이 바람직하다. 그런데 가열에 의한 리본의 결정화온도나 결정화 과정 및 결정화 후에 존재하는 상들의 종류나 상들의 구성분을 등은 Nd-Fe-B 계 모합금의 조성과 리본의 과냉된 정도에 따라 민감하게 달라지게 된다. 따라서 어떠한 합금계이든지 최적의 자기적특성을 얻기 위해서는 먼저 리본의 가열시에 일어나는 결정화 과정과 결정화 후에 재료를 구성하고 있는 상들에 관한 연구가 선행되어야 할 것이다. 본 연구에서는 과냉된 Nd₁₄Fe₈₀B₆ 리본이 결정화되는 과정과 자기적특성의 상관관계를 연구하여 bulk 자석제조의 기초자료로 이용하고자 한다.

2. 실험방법

고주파유도 용해로를 이용하여 Nd₁₄Fe₈₀B₆ 조성의 모합금을 제조한뒤 단롤법을 이용한 급속응고장치를 통해 Cu Wheel의 표면속도(V_s)를 10-38 m/sec로 변화 시키며 리본을 제조하였다. 이때 분출구의 지름은 0.6mm로 하였다. 급속응고된 리본을 DTA(Differential Thermal Analysis)로서 열분석한후 X-선 회절기를 이용하여 V_s에 따른 리본의 상들을 분석하였으며 또한 VSM(Vibrating Sample Magnetometer)으로 자기적 성질을 측정하였다. 이후 520°C, 600°C, 650°C, 700°C 에서 30분간 진공 열처리를 하여 자기적 특성을 측정하였으며 X-선 회절시험과 TEM을 이용하여 상의 분석 및 미세구조를 관찰하였다.

3. 결과 및 고찰

급속응고된 상태의 리본을 X-선회절시험을 한 결과 Nd₂Fe₁₄B, metastable phase, Nd-rich상 과 NdFeB 비정질상들로 구성되어 있으며 이러한 상들의 체적분율은 리본의 냉각속도에 따라 달라지게 됨을 알 수 있었다. 그림 1은 급속응고된 Nd-Fe-B 리본들을 TG-DTA를 이용하여 열분석한 결과인데 wheel의 표면속도와 관계없이 모두 P₁ 과 P₂ 두개의 발열 peak 이 나타나고있다. 이때의 상변화를 알아 보기위해 각 온도에서 열처리하여 X-선 회절시험한 결과를 그림2에 나타내었다. 회절된 상들을 분석한 결과 급속응고된 상태에서 존재하던 일부 준안정상들은 520°C에서 Nd₂Fe₁₄B 상으로 변태되며, NdFeB 비정질상들은 595°C에서 Fe₃B 와 α-Fe 중간상을 거쳐 Nd₂Fe₁₄B 상으로 결정화된다. 이때 Nd₂Fe₁₄B 상의 형성에 사용되지 않은 Nd와 Fe는 Nd₂Fe₁₄B 입자들 사이에 모여 Nd₂Fe 와 α-Nd 의 공정상을 형성하는 것으로 사료된다. 또한 이 과정에서 생긴 연자성상인 α-Fe로 인해 보자력의 손실이 일어나게 된

결정화 과정에서 생기는 α -Fe의 양은 급속응고된 리본내에 비정질 상이 많을 수록 많아지는 것으로 관찰되었다. 이같은 α -Fe는 650 °C에서 열처리한 리본의 X-ray 회절 pattern에서는 그 양이 줄어들고 있다. 그림3은 각각의 리본을 520 °C부터 700 °C까지 30분간 진공 열처리한후 보자력의 변화이다. 520 °C에서 열처리 하였을 때에는 급속응고된 상태의 리본들보다 약간의 보자력 증가가 있었으나 아직 형성된 $\text{Nd}_{14}\text{Fe}_{80}\text{B}_6$ 상의 부피분율이 작을 뿐 만 아니라 입자크기도 매우 미세하여 1 kOe 미만의 낮은 보자력을 가진다. 600 °C부터 고유보자력의 값이 크게 상승하였으며 650 °C에서 16kOe이상의 가장 높은 보자력들을 나타내었다.

4. 참고 문헌

- [1] F.E. Pinkerton and C.D. Furest, J. Appl. Phys. **67**(9), 4753(1990)
- [2] J. Wecker and L. Schultz, J. Appl. Phys. **62**(3), 990(1987)
- [3] A. Manaf, M. Leonowicz, H.A. Davies and R.A. Backley, Mater. Letters B **194**(1992)
- [4] B.W. Lee, Appl. Phys. **46**, 790(1985)
- [5] R.W. Lee, E.G. Brewer and H.A. Schaffel, IEEE Trans. on Magn. **MAG-21**, 1958(1985)
- [6] J. Wecker and L. Schultz, J. Appl. Phys. **62**(3), 990(1987)

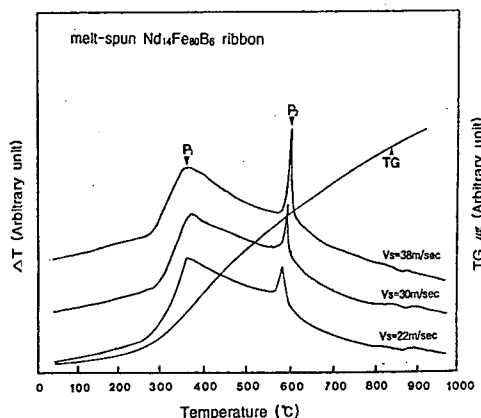


Fig. 1. TG-DTA curve of as melt-spun $\text{Nd}_{14}\text{Fe}_{80}\text{B}_6$ alloy.

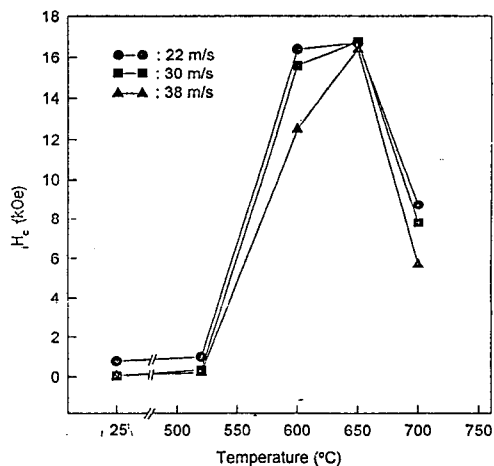


Fig. 2. Variation of H_c of melt-spun $\text{Nd}_{14}\text{Fe}_{80}\text{B}_6$ ribbon with heat treatment temperature.

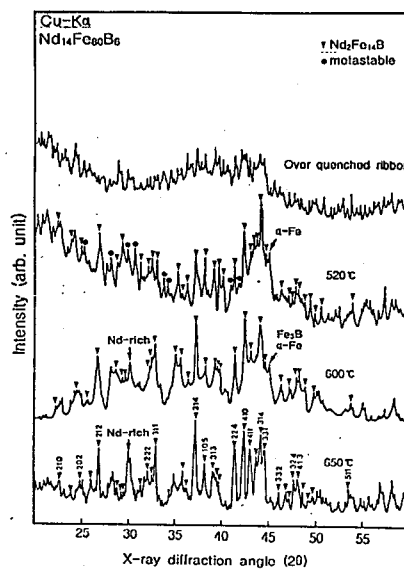


Fig. 3. X-ray diffraction patterns of heat treated $\text{Nd}_{14}\text{Fe}_{80}\text{B}_6$ ribbons.