

## Strip-cast 조건이 Nd-Fe-B 합금의 미세조직 형성에 미치는 영향 (Effect of strip-cast conditions on the formation of microstructures in Nd-Fe-B alloys)

선문대학교 재료공학부 이 대 훈\*, 장 태 석  
자화전자, 연구소 김 동 환, 김 승 호

Division of Materials and Chemical Eng., Sun Moon Univ., D.H. Lee\*, T.S. Jang  
Research Institute of Ja Hwa Electronics Co., D.H. Kim, Andrew S. Kim

### 1. 서 론

최근 Nd-Fe-B계 소결자석에 대한 연구는 주로 자석의 에너지( $(BH)_{max}$ )를 극대화하는데 초점을 맞추어 진행되고 있다. Nd-Fe-B 소결자석의 고에너지화를 이룩하기 위해서는 잔류자화의 향상이 필수적인데, 이를 위해서는 합금의 성분 조절과 제조기술의 개선을 통하여 포화자화값의 저하를 유발할 수 있는 원소의 첨가를 가능한 억제하고, 보자력의 유지에 필요한 Nd-rich상의 양을 최소한으로 유지하는 한편, 성형기술의 개선을 통하여 결정배향도 및 성형 밀도를 높여야 한다. 이와 같은 점을 충족시키기 위하여 최근에 제시된 방법이 ingot 대신 strip-cast법으로 제조된 Nd-Fe-B 합금을 원재료로 사용함과 동시에 결정배향도를 높이기 위하여 RIP에 의한 성형을 실시하는 것이다[1,2]. 실제로 일본에서 개발된 55.8 MGOe의 자석과 양산에 들어간 50 MGOe급 소결자석은 이와 같은 방법으로 제조된 것이다[1].

한편 strip-cast법으로 합금을 제조할 경우, 초정 Fe의 정출을 억제할 수 있을 뿐만 아니라, 액상소결과 보자력의 유지에 필요한 Nd-rich상이 결정립 내부에 존재하거나 결정립계 pocket에 다량 존재하지 않고 주로 수지상정의 결정립계를 따라 균일하게 분포하며, 그 양도 최소화할 수 있는 장점이 있는 것으로 알려지고 있다[2,3]. 뿐만 아니라, ingot 합금에서 종종 나타나는 편석에 의한 조성과 조직의 불균일성[4,5]도 개선할 수 있는 것으로 밝혀졌다. 이는 strip-cast 합금 제조조건의 확립이 고에너지 소결자석을 얻기 위한 선결조건임을 말한다. 따라서 본 연구에서는 고에너지 Nd-Fe-B 소결자석 제조용 strip-cast 합금을 개발하기 위한 연구의 기초단계로서, Nd-Fe-B 합금을 다양한 조건하에서 strip casting법으로 제조한 후, 제조 조건이 상 형성, 상 분포 및 조직 형성에 미치는 영향을 조사하고, 합금 분쇄시 입도 및 입도 분포를 조사하였다.

### 2. 실험방법

Strip casting을 위한 모합금의 조성은  $Nd_{15}Fe_{77}B_8$ 로 하였으며, 순도 99.5% 이상의 원료를 사용, Ar 분위기하에서 arc 용해하여 모합금을 제조하였다. 제조된 모합금을 적당한 크기로 분쇄하여 석영관에 넣고 재용해한 후, Ar 분위기하에서 직경 200 mm, 두께 20 mm인 Cu wheel에 노즐을 통하여 용탕을 쏘아 strip을 제조하였다. 이때 노즐은 크기가 각각  $3\text{ mm} \times 0.4\text{ mm}$ ,  $5\text{ mm} \times 0.4\text{ mm}$ ,  $7\text{ mm} \times 0.4\text{ mm}$ 인 직사각형 slit 형태로 제작하였고, 냉각속도의 변화, 즉 wheel 회전속도의 변화에 따른 상 및 조직의 변화, 특히 dendrite의 형성 유무와 자기특성의 변화를 조사하기 위하여, 회전속도를 2.5, 5, 7.5, 10 m/s로 각각 변화시키면서 strip을 제조하였다. 제조된 strip에서의 조직 변화 및 dendrite 형성 유무는 광학현미경과 SEM을 이용하여 조사하였으며, X선 회절 ( $Cu K_\alpha$ )과 EDX를 이용하여 상 변화 및 상 분포를 조사하였다. Strip의 자기특성은 최대 인가자장 20 kOe인 VSM을 이용하여 측정하였고, 자장은 strip의 길이 방향으로 strip 표면에 평행하게 인가하였다. 또한 제조된 strip을 수소처리한 후, ball mill하여 각각 60분, 70분, 90분 동안 분쇄한 다음, SEM과 image analyser을 사용하여 입도 분포 및 입도를 조사하였다.

### 3. 결과 및 고찰

길이가 각각 3, 5, 7 mm이고 폭이 0.4 mm인 노즐을 사용하여 2.5, 5, 7.5, 10 m/s의 회전속도에서 제조한 strip의 단면을 관찰한 결과, wheel의 회전속도가 2.5 m/s와 5 m/s일 때에는 quenched surface에서 free surface 방향으로, 즉 strip 표면에 수직한 방향으로 수지상정이 잘 발달하고 있음을 알 수 있었다. 이것은 용고시에 열전달이 quenched surface로부터 free surface 방향으로 일어나면서, 이 흐름을 따라 수지상정이 발달한 것임을 보여 주는 것이다. 그러나 7.5 m/s 이상에서는 냉각속도의 증가로 인하여 수지상정이 형성될 시간이 불충분함에 따라, strip의 일부분에서만 수지상정이 발견되거나, strip 전체가 미세한 결정질로 구성되어 있었다. 따라서 잘 발달된 수지상정을 얻기 위해서는 노즐 크기에 관계없이 wheel의 회전 속도를 5 m/s 이하로 유지해야 됨을 알 수 있었다.

한편 SEM backscattered electron mode로 관찰한 결과, 5 m/s 이하로 제조된 strip 합금들은 Nd-rich 상이 입계에 균일하게 분포된  $Nd_2Fe_{14}B$  수지상정으로 이루어져 있는 것을 확인할 수 있었으며, 이들 합금에서의 Nd-rich 상 사이의 간격은 대략 4 ~ 7  $\mu m$  범위로서, 고에너지 자석 제조용 strip 합금의 기준에 잘 부합되었다. 또한 X선 회절 결과, 5 m/s 이하에서는 quenched surface에서 free surface 방향으로, 즉  $Nd_2Fe_{14}B$  수지상정이 발달한 방향으로 뚜렷한  $\langle 001 \rangle$  preferred orientation이 일어난 것을 발견할 수 있었다. 이것은  $Nd_2Fe_{14}B$  수지상정의 형성과 함께, 수지상정이 성장하는 방향으로 tetragonal  $Nd_2Fe_{14}B$  결정도 자화용이축인 c-axis 방향으로 배열하고 있음을 말해 주는 것이다. 자기특성의 경우, 냉각속도가 증가할수록  $Nd_2Fe_{14}B$  결정립의 미세화로 인하여 보자력이 증가하는 것을 알 수 있었으나, 모든 자기이력 곡선의 이상한에서 loop이 약간 함몰되는 것으로 보아, EDX, XRD 분석에서는 검출되지 않았지만, 소량의 연자성상이 존재하고 있는 것으로 보인다.

또한, strip을 수소처리후 ball mill 분쇄한 결과, 분쇄 시간 70분 이상에서 약 3 ~ 5  $\mu m$  범위의 분말로 분쇄가 되었으며, 비교적 고른 입도 분포를 보였다. 그러나 수소처리를 하지 않은 경우나 주조합금을 수소처리한 경우에는 입도가 조대하고 불규칙하였다.

### 4. 결론

노즐 크기에 관계없이 5 m/s 이하의 속도에서 조정 Fe의 정출이 억제되면서 동시에  $Nd_2Fe_{14}B$ 의 수지상정이 잘 성장하는 것을 알 수 있었으며, 특히 2.5 m/s에서는 전 범위에 걸쳐 strip 표면에 수직한 방향으로 수지상정이 발달하는 것을 알 수 있었다. 이와 같이 수지상정이 잘 발달된 조직에서는  $Nd_2Fe_{14}B$ 와 Nd-rich상 외에 다른 상은 거의 발견되지 않았다. 이때 Nd-rich상은 결정립계를 따라 균일하게 분포하고 있었으며, 그 간격(4 ~ 7  $\mu m$ )도 고특성 소결 자석을 제조하는데 있어서 이상적인 조건으로 알려진 범위내에 속하고 있었다. Strip 분쇄시에는 수소처리를 하는 것이 결과가 좋았으며, 70분 이상 분쇄시 약 3 ~ 5  $\mu m$ 의 입도를 얻을 수 있었다.

### 4. 참고문헌

- 1] Y. Kaneko, Y. Sasakawa, S. Kohara, K. Tokuhara, and S. Kidowaki; *Materia Japan*, 38, 1999, p 248.
- 2] J. Bernardi, J. Fidler, M. Sagawa, and Y. Hirose; *J. Appl. Phys.* 83, 1998, p 6396.
- 3] M. Sagawa, Y. Hirose, H. Hasegawa, S. Sasaki, and K. Nakajima; to be published.
- 4] D.W. Scott, B.M. Ma, Y.L. Liang, and C.O. Bounds; *J. Appl. Phys.*, 1996, p 4830.
- 5] B.M. Ma and C.O. Bounds; *J. Appl. Phys.* 70, 1991, p 6471.