

# 이방성 $(Nd_{0.8}Dy_{0.2})_{12}Fe_{80}B_8$ 급속 응고리본의 미세조직 및 자기특성에 미치는 디스크 표면속도의 영향

신현철, 김동환, 김택기  
충남대학교 공과대학 금속공학과

김윤배  
한국표준연구소

(1991년 9월 13일 받음)

단물법 급속응고기술을 이용하여 제작한  $(Nd_{0.8}Dy_{0.2})_{12}Fe_{80}B_8$  리본의 미세조직 및 자기특성에 미치는 디스크표면속도의 영향을 조사하였다. X-선 회절패턴으로부터  $I_{(410)} / I_{(006)}$ 의 비를 계산한 결과, 리본의 이방화는 디스크표면속도 ( $V_s$ )가 느릴수록 우수하였다. 그러나, 리본을 분쇄하여 자장중에서 정렬시킨 분말의 잔류자속밀도는 디스크표면속도가 빨라짐에 따라 증가하여,  $V_s=14.6$  m/s에서 최대치를 나타낸 후, 그 이상의 속도에서는 감소하였다.  $V_s=14.6$  m/s로 제작한 리본을 분쇄하여 자장중에서 정렬시킨 분말의 잔류자속밀도는 자장중에서 정렬시키지 않은 경우에 비해 약 10% 높았으며, 이는 리본의 일부가 이방화되어 있기 때문인 것으로 사료된다.

## I. 서론

최근, Dadon 등[1]이 단물법을 이용하여 제작한  $Nd_{15}Fe_{77}B_8$  합금의 급속응고리본에서  $Nd_2Fe_{14}B_1$ 의 자화용이축인 c축이 리본면에 수직하게 배향된다고 보고한 이후, 이방성 Nd-Fe-B 영구자석분말을 간단히 제조하기 위한 많은 연구가 진행되어 왔다. 연구 결과 급속응고리본의 이방화에 영향을 주는 인자로는 합금의 조성 및 첨가원소[2,5], 디스크표면속도[2], 용탕의 온도[3] 등이 있는 것으로 밝혀졌으며, 쌍물법이 단물법에 비하여 급속응고리본의 이방화에 더욱 효과적인 것으로 알려지고 있다[6]. 이방화에 미치는 인자중 가장 영향이 큰 것은 디스크표면속도로서, 이방화분율을 높이기 위해서는 디스크표면속도를 느리게 하여야 되나 결정립 조대화에 따른 보자력의 저하로 인하여 고잔류자속밀도 및 고에너지저장을 얻지 못하는 문제점이 있다. 이에 Paik 등[7]은 결정립을 미세화시켜 보자력을 향상시킨 Pr-Fe-B계 이방성 급속응고리본을 제작하여,  $Br=5.6$  kG,  $iH_c=12.8$  kOe의 자기특성치를 얻었다.

본 연구에서는 이방화 체적분율을 높이기 위하여 Coehoom 등[2]이 최적조성으로 제시한  $Nd_{11.8}Fe_{79.4}B_{8.8}$  합금에 가깝고, 보자력을 높이기 위하여 Dy를 첨가한  $(Nd_{0.8}Dy_{0.2})_{12}Fe_{80}B_8$  합금조성을 택하여 단물법으로 급속응고리본을 제작하고, 디스크표면속도에 따른 미세조직 및 자기특성을 조사하였다.

## II. 실험방법

고순도(99.9% 이상)의 Fe, Nd 및 Dy 금속과 순도 99.5%의 피상보론을 이용하여 원자분율이  $(Nd_{0.8}Dy_{0.2})_{12}Fe_{80}B_8$ 이 되도록 평량한 후, 아크용해로(DAIA제, ACM-01 type)를 사용하여 알곤 분위기에서 모합금을 제작하였다. 급속응고리본은 이들 모합금을 3-5g 정도로 절단하여 투명석영관의 노즐에 넣고 알곤가스 분위기중에서 단물법에 의해 제작하였다. 사용한 디스크는 Cu 재질이였으며, 디스크의 표면속도는 2.2 m/s-18.0 m/s로 하였고, 노즐 분사구의 직경 및 분사압력은 각각 0.5mm

및 5 kg/cm<sup>2</sup>로 하였다. 이렇게 하여 제작한 급속응고리본의 형상은 약 50 mm<sup>1</sup> × 1-2.5 mm<sup>2</sup> × 30-200 μm<sup>3</sup>의 크기이었으며, 이들을 약 45 μm 이하로 분쇄하여 파라핀 내에 넣고 무자장 또는 15 kOe의 자장중에서 정렬, 응고시키어 자기특성 측정용 시편으로 준비하였다. 자기특성은 각 시편을 30 kOe 혹은 60 kOe로 착자한 후, 진동시편마그네토미터(LDJ제, model 9500)를 사용하여 10 kOe의 인가자장하에서 측정하였다. 구조해석 및 미세조직관찰에는 각각 X-선 회절장치(Rigaku제, 2028형) 및 주사전자현미경(Akashi제, DS130C type)을 사용하였다.

### III. 결과 및 고찰

그림 1의 (a) 및 (b)는 디스크표면속도(Vs)를 각각 5.4 m/s 및 18.0 m/s로 하여 제작한(Nd<sub>0.8</sub>Dy<sub>0.2</sub>)<sub>12</sub>Fe<sub>80</sub>B<sub>8</sub> 급속응고리본의 자유표면(free-side surface)과 디스크접촉면(disk-side surface)에 대한 X-선 회절패턴을 조사한 결과를 나타낸 것이다. 그림 1의 (a)에서 보는 바와 같이 디스크표면속도가 느린 경우는 자유표면 및 디스크접촉면에서 (00l) 피크가 주피크로 나타나며, 이로부터 Nd<sub>2</sub>Fe<sub>4</sub>B<sub>1</sub>의 자화용이축인 c축이 리본면에 수직하게 배향되어 있음을 알 수 있다. 그러나 디스크표면속도가 빠른 (b)의 경우, 양표면 모두에서 (410) 피크가 강하게 나타나며, 특히 디스크접촉면에서는 (410) 피크가 주피크인 것으로 보아 등방성에 가까운 조직을 하고 있는 것으로 판단된다.

그림 2는 디스크표면속도를 2.2 m/s-18.0 m/s로 하여 제작한 리본의 이방화정도를 조사하기 위하여 각각 X-선 회절패턴으로부터 회절선강도비, 즉  $I_{(410)}/I_{(006)}$ 의 값을 계산한 결과를 나타낸 것이다. 여기에서  $I_{(410)}/I_{(006)}$ 의 값이 0이 되면 c축이 리본면에 수직한 방향으로 완전히 배향되어 있음을 의미하며,  $I_{(410)}/I_{(006)}$ 의 값이 2가 되면 등방성구조를 하고 있는 것을 나타낸다[3]. 그림에서 보는 바와 같이 자유표면의 경우, Vs=2.2 m/s-14.6 m/s의 범위에서는  $I_{(410)}/I_{(006)}$ 의 값이 거의 0에 근접하므로 c축의 배향도가 매우 우수하나, 그 이상의 속도가 되면  $I_{(410)}/I_{(006)}$ 의 값이 급격히 증가하는 것으로 보아 c축의 배향도는 현저히 감소하는 것으로 사료된다. 한편, 디스크접촉면에서는 Vs=2.2 m/s의 경우  $I_{(410)}/I_{(006)}$ 의 값이 거의 0에 가까운 것으로 보아 이방화가 양호하나 디스크표면속도가 빨라짐에 따라  $I_{(410)}/I_{(006)}$ 의 값이 직선적으로 증가하여 이방화가 급격히 감소한다. 이상의 결과로부터 디스크표면속도가 느릴 수록 이방성

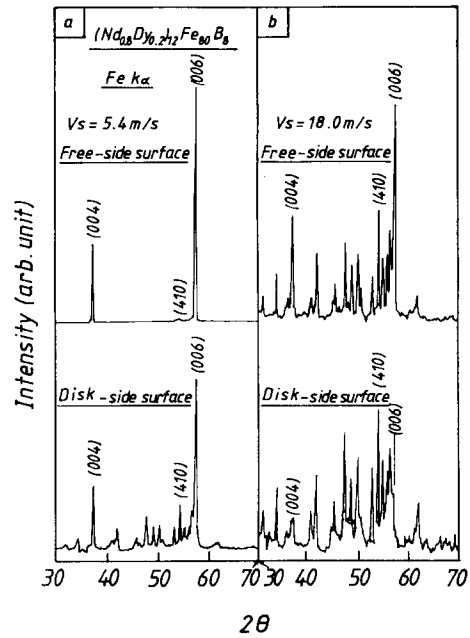


Fig. 1. x-ray diffraction patterns of (a) free-side surface and (b) disk-side surface of (Nd<sub>0.8</sub>Dy<sub>0.2</sub>)<sub>12</sub>Fe<sub>80</sub>B<sub>8</sub> melt-spun ribbons quenched at Vs = 5.4 m/s and 18.0 m/s.

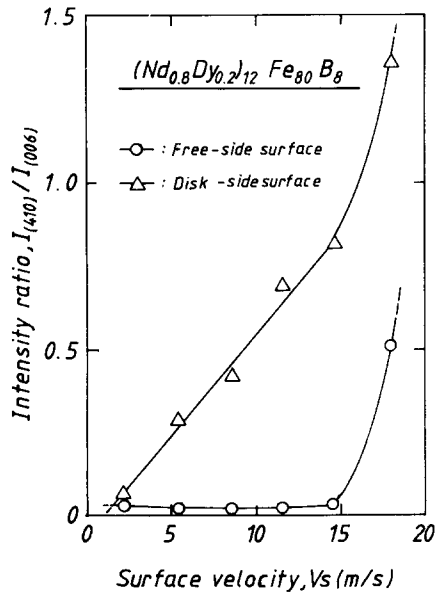


Fig. 2. Intensity ratio of (410) to (006) reflections as a function of disk surface velocity for (Nd<sub>0.8</sub>Dy<sub>0.2</sub>)<sub>12</sub>Fe<sub>80</sub>B<sub>8</sub> melt-spun ribbons.

조직이 용이하게 얻어지며, 또한 자유표면의 경우가 디스크접촉면보다 이방화가 잘 됨을 알 수 있다.

그림 3은 디스크표면속도를 2.2 m/s-18.0 m/s로 하여 제작한 리본 분말을 자장중에서 정렬시킨 다음, 30 kOe로 착자하여 자기특성을 조사한 결과를 나타낸 것이다. 그림에서 보는 바와 같이 보자력은 디스크표면속도가 빨라짐에 따라 점차 증가하고 있으며, 이는 디스크표면속도의 증가에 따른 결정립의 미세화에 기인하는 것으로 사료된다. 그러나 이방화가 우수하여 고잔류자속밀도를 나타낼 것으로 예상된 디스크표면속도가 느린 경우 잔류자속밀도가 낮은 값을 나타내고 있다. 이러한 현상은 디스크표면속도가 감소함에 따라 결정립이 조대화되어 보자력이 감소됨으로써 높은 잔류자속밀도를 유지할 수 없기 때문인 것으로 사료된다. 한편, 잔류자속밀도 및 최대자기에너지적은 디스크표면속도가 증가할 수록 증가하여  $V_s=14.6$  m/s에서 최대치를 나타낸 후, 그 이상의 속도에서는 감소한다. 이는 그림 2로 부터 추정할 수 있는 바와 같이  $V_s=14.6$  m/s 이상에서 리본의 이방화가 급격히 감소하기 때문인 것으로 사료된다.

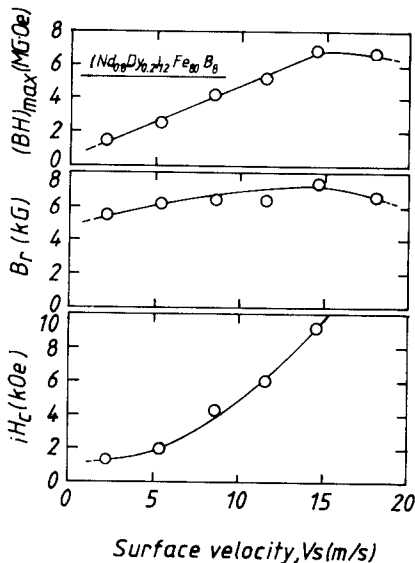


Fig. 3. Magnetic properties of the ground powders of  $(Nd_{0.8}Dy_{0.2})_{12}Fe_{80}B_8$  ribbons as a function of disk surface velocity.

그림 4의 (a), (b) 및 (c)는 주사전자현미경을 사용하여 리본의 미세조직을 관찰한 결과를 나타낸 것으로 각각  $V_s=2.2$  m/s, 5.4 m/s, 18.0 m/s의 경우이다. 그림에서의 윗부분은 디스크에 접촉한 면(disk-side surface)이며,

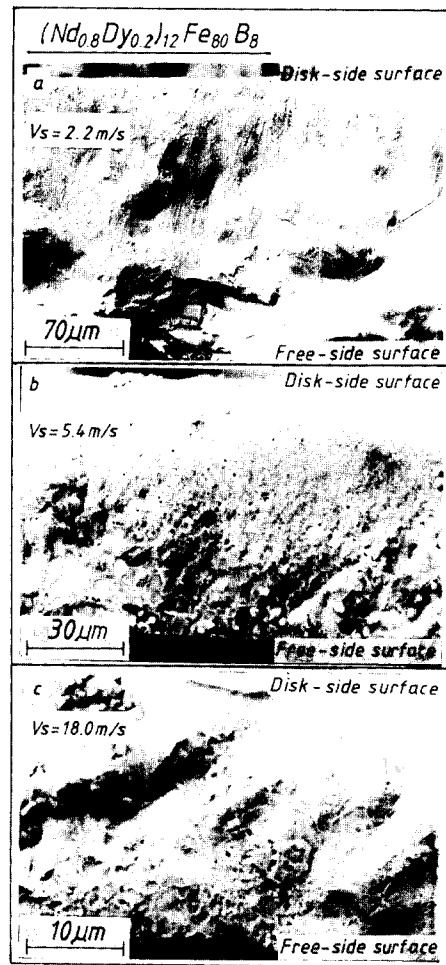


Fig. 4. SEM micrographs taken from the fracture cross section of  $(Nd_{0.8}Dy_{0.2})_{12}Fe_{80}B_8$  melt-spun ribbon quenched at (a)  $V_s=2.2$  m/s, (b)  $V_s=5.4$  m/s and (c)  $V_s=18.0$  m/s.

아랫부분은 디스크에 접촉되지 않은 자유표면(free-side surface)이다. 디스크표면속도가 느린 (a)의 경우 디스크에 접촉된 면은 냉각속도가 빠르기 때문에 결정립이 미세하지만 시료의 내부로 갈 수록 결정립은 조대하게 되어 자유표면에서  $10 \mu m$  이상의 크기를 갖는 조대한 결정립이 존재하는 것을 볼 수 있다. 반면, 디스크의 표면속도가 빨라짐에 따라 결정립은 (b)와 (c)에서 보는 바와 같이 점차 미세화되어  $V_s=18.0$  m/s 인 경우, 자유표면에서 약  $1-2 \mu m$ 의 결정립이 존재함을 볼 수 있다. 한편, (a)의 경우 D. Dadon[1] 등의 보고와 유사한 주상정조직을 보이고 있으나, 역시 이방화가 양호한 것으로 나타난

(b)에서 주상정조직을 확인할 수 없는 것으로 보아 주상정조직과 이방화는 무관한 것으로 판단된다.

그림 5는 그림 3에서 가장 우수한 자기특성치를 나타낸 시료( $V_s=14.6$  m/s)의 감자곡선(demagnetization cruves)으로서 (a) 및 (b)는 자장중에서 정렬한 분말을 각각 60 kOe 및 30 kOe로 착자한 경우이며, (c)는 정렬시키지 않은 분말을 30 kOe로 착자하여 측정된 결과이다. 그림에서 보는 바와 같이 자장중에서 정렬시킨 시편의 경우가 정렬시키지 않은 경우 보다 잔류자속밀도가 약 10% 높게 나타나고 있으며, 이는 그림 2에서 보는 바와 같이  $V_s=14.6$  m/s로 급속응고한 리본이 이방화되어 있기때문으로 사료된다. 60 kOe로 착자한 후의 감자곡선은 그림의 (c)와 같으며,  $B_r=7.7$  kG,  $(BH)_{max}=8.0$  MG.Oe 및  $iH_c=9.8$  kOe의 자기특성치를 나타냈다.

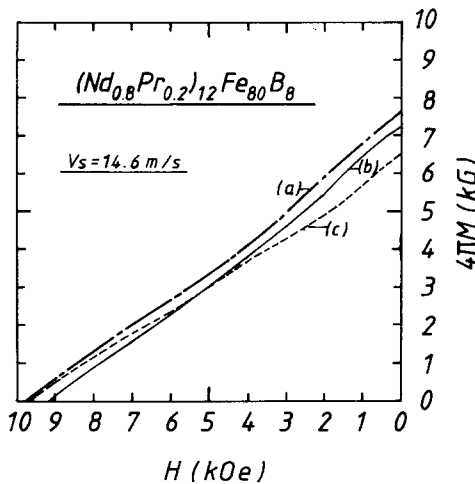


Fig. 5. Demagnetization curves of the powders of  $(Nd_{0.8}Dy_{0.2})_{12}Fe_{80}B_8$  ribbons quenched at  $V_s=14.6$  m/s,  
 (a) powders solidified in magnetic field and premagnetized at 60 kOe,  
 (b) powders solidified in magnetic field premagnetized at 30 kOe and,  
 (c) powders solidified in non-magnetic field and premagnetized at 30 kOe.

#### IV. 결론

단물법 급속응고기술을 이용하여  $(Nd_{0.8}Dy_{0.2})_{12}Fe_{80}B_8$

합금의 리본을 제작하고, 리본의 미세조직 및 자기특성에 미치는 디스크표면속도의 영향을 조사한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1.  $V_s=2.2$  m/s-18.0 m/s의 범위에서 제작한 리본은  $Nd_2Fe_{11}B$ 의 구조를 가지며,  $Nd_2Fe_{11}B$ 의 자화용이 축인 c축이 리본면에 수직한 방향으로 배향된다. c축의 배향도는 디스크표면속도가 느릴 수록 우수하고, 자유표면의 경우가 디스크접촉면보다 더 우수하다.
2. 디스크표면속도가 느린 경우는 이방화가 우수하나, 냉각속도가 느린 관계로 결정립이 조대하여 보자력이 작아 잔류자속밀도가 낮게 나타난다.
3. 디스크표면속도가 빨라짐에 따라 보자력은 계속 증가하나, 잔류자속밀도 및 최대자기에너지적은  $V_s=14.6$  m/s에서 최대치를 나타낸 후, 그 이상의 속도에서는 감소한다.  $V_s=14.6$  m/s로 급속 응고한 리본의 자기특성은  $B_r=7.7$  kG,  $(BH)_{max}=8.0$  MG.Oe 및  $iH_c=9.8$  kOe이었다.
4.  $V_s=14.6$  m/s의 리본분말을 자장중에서 정렬시킨 경우의 잔류자속밀도는 정렬시키지 않은 경우에 비해 약 10% 높았으며, 이런 결과는  $V_s=14.6$  m/s으로 급속 응고한 리본이 이방화되어 있기 때문으로 사료된다.

#### 참고문헌

- [1] D. Dadon, Y. Gefen and M. P. Dariel, IEEE Trans. Magn., **Mag-23**, 3605(1987).
- [2] R. Coehoorn and J. Duchateau, Mat. Sci. and Eng., **99**, 131(1988).
- [3] J. Yamasaki, A. Furuta and Y. Hirokado, IEEE Trans. Magn., **25**, 4120(1989).
- [4] C. R. Paik, H. Miho, M. Okada and M. Homma, IEEE Trans. Magn., **Mag-23**, 2512(1987).
- [5] Y. B. Kim, K. S. Ryu, K. W. Lee, C. S. Kim, H. C. Shin and T. K. Kim, Kor. Appl. Phys., **4**, 387(1991).
- [6] T. Kuji, R.O.C'Handley and N. J. Grant, Appl. Phys. Lett., 2487(1989).
- [7] C. R. Paik, M. Okada and M. Homma, IEEE Trans. Magn., **Mag-23**, 2512(1987).

## Effects of Disk Surface Velocity on the Microstructures and Magnetic Properties of Anisotropic $(\text{Nd}_{0.8}\text{Dy}_{0.2})_{12}\text{Fe}_{80}\text{B}_8$ Melt-spun Ribbons

H. C. Shin, D. H. Kim, and T. K. Kim

*Department of Metallurgical Engineering, Chungnam National University, Taejon 305-764*

Y. B. Kim

*Korea Standards Research Institute, P.O.Box 3, Taedok Science Town, Taejon 305-606*

(Received 13 September 1991)

The effects of disk surface velocity on the microstructures and magnetic properties of  $(\text{Nd}_{0.8}\text{Dy}_{0.2})_{12}\text{Fe}_{80}\text{B}_8$  melt-spun ribbons were investigated. From the X-ray diffraction results, it is confirmed that the lower the surface velocity ( $V_s$ ), the better the orientation of c-axis normal to the ribbon plane. The results of magnetic property measurements for the powder solidified in magnetic field showed that the highest remanence was obtained from the alloy quenched at medium velocity of  $V_s=14.6$  m/s. The remanence of the powder solidified in magnetic field was about 10% higher than that of the powder solidified in non-magnetic field.