

## Lorentz TEM을 이용한 Fe<sub>75</sub>Si<sub>15</sub>Al<sub>10</sub> 합금 분말의 자구 및 자기적 특성

윤상원<sup>1</sup>, 김한성<sup>1,2</sup>, 김규현<sup>1,2</sup>, 안재평<sup>1\*</sup>, 김상우<sup>3</sup>

<sup>1</sup>한국과학기술연구원 특성분석센터 <sup>2</sup>고려대학교 소재화학과

<sup>3</sup>한국과학기술연구원 에너지재료연구단

### 1. 서론

Fe<sub>75</sub>Si<sub>15</sub>Al<sub>10</sub> 자성 분말은 자성테이프의 형태로 널리 사용되고 있으며 불밀링의 정도와 후열처리 조건에 따라서 자기적 특성이 현저히 변화되는 특성을 갖고 있다. 그러나 이에 관한 연구는 자기적 특성 변화를 측정하는 것에 초점이 맞추어져 있다. 이것은 Fe<sub>75</sub>Si<sub>15</sub>Al<sub>10</sub> 자성 분말의 자기적 특성의 변화를 미세조직의 관찰 또는 회절에 의한 변형량의 변화만으로 설명하는데 한계가 있기 때문이다.

본 발표에서는 Lorentz TEM을 이용하여 Fe<sub>75</sub>Si<sub>15</sub>Al<sub>10</sub> 분말의 자구관찰 및 결정립의 크기를 비교하여 Fe<sub>75</sub>Si<sub>15</sub>Al<sub>10</sub> 분말의 자기적 특성 변화에 대해 추적하였다.

### 2. 실험 방법

테이프 형태의 분말을 제조하기 위해 구형의 Fe<sub>75</sub>Si<sub>15</sub>Al<sub>10</sub> 분말을 불밀링하여 판형의 Fe<sub>75</sub>Si<sub>15</sub>Al<sub>10</sub> 분말을 제조한 후 800°C까지 진공(10<sup>-5</sup> torr)에서 열처리하였다. 공정별로 채취된 분말로부터 자기적 특성을 측정(VSM)하였고 XRD를 이용하여 구조분석하였다. 특히 정밀한 구조분석을 위해서 FIB를 이용하여 시료의 단면을 절단하여 TEM 관찰용 시료를 제작한 후 Lorentz TEM을 이용하여 자구 및 결정립을 관찰하였다.

### 3. 결과 및 고찰

Fe<sub>75</sub>Si<sub>15</sub>Al<sub>10</sub> 분말의 자기적 특성은 불밀링에 의해 매우 저하되며 열처리에 의해 높은 포화자화 값(불밀링에 비해 약 10배)을 갖게 된다. 이러한 현상은 일반적으로 불밀링에 의해 결함이 제거되면서 나타나는 현상으로 볼 수 있다. Fig. 1(a)는 불밀링에 의해 많은 결함을 포함하며 연신된 결정립의 미세조직과 700°C에서 열처리되어 회복된 Fe<sub>75</sub>Si<sub>15</sub>Al<sub>10</sub> 분말의 결정립을 보여주는 일반 TEM 모드의 이미지이다.

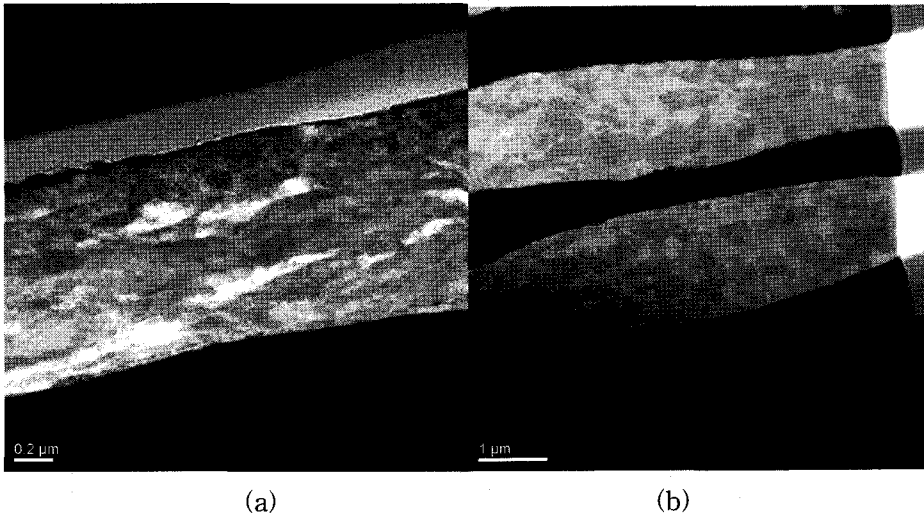


Fig. 1. (a) 불밀링된  $\text{Fe}_{75}\text{Si}_{15}\text{Al}_{10}$  분말은 내부에 많은 결함을 포함하며 연신된 결정립의 미세조직과 (b) 이것을  $700^{\circ}\text{C}$  열처리하여 정상적으로 회복된 결정립.

Fig. 2는 Lorentz TEM을 이용하여 Fig. 1(b)의 자구를 관찰한 것으로 탈초점값에 따른 자구의 미세조직을 보여준다. 일반 TEM 모드에서 볼 수 없었던 검고 하얀 선 (domain boundary)들이 Lorentz TEM 모드에서 관찰되었으며 탈초점값이 클수록 자구 경계면은 더욱 선명하게 관찰되었다. 또한 탈초점값이 “-”와 “+”일 때 자구는 각각 다른 명암을 갖게 됨을 알 수 있다. 이러한 방법으로 관찰된 열처리된  $\text{Fe}_{75}\text{Si}_{15}\text{Al}_{10}$  분말의 자구 크기는 약  $5\ \mu\text{m}$ 의 크기였다.

이에 비해서 Fig. 3에서 보여주는 것처럼 불밀링된  $\text{Fe}_{75}\text{Si}_{15}\text{Al}_{10}$  분말은  $1\ \mu\text{m}$  정도의 작은 자구를 갖고 있었다. 이것은 그림 1(a)에서 관찰된 것처럼 많은 결함으로 인해 자구의 형성이 조대화되지 못했기 때문이다. 종종 자구의 크기는 포화자화값과 비례하는 것으로 알려져 있다. 따라서 열처리된 분말에서 자기적 특성이 현저히 높은 것은 자구의 크기가 조대했기 때문이라 판단된다. 본 발표에서는 Lorentz TEM을 이용하여  $\text{Fe}_{75}\text{Si}_{15}\text{Al}_{10}$  분말의 자구를 관찰함으로써 자구와 자기적 특성 변화에 대해 설명할 수 있었다.

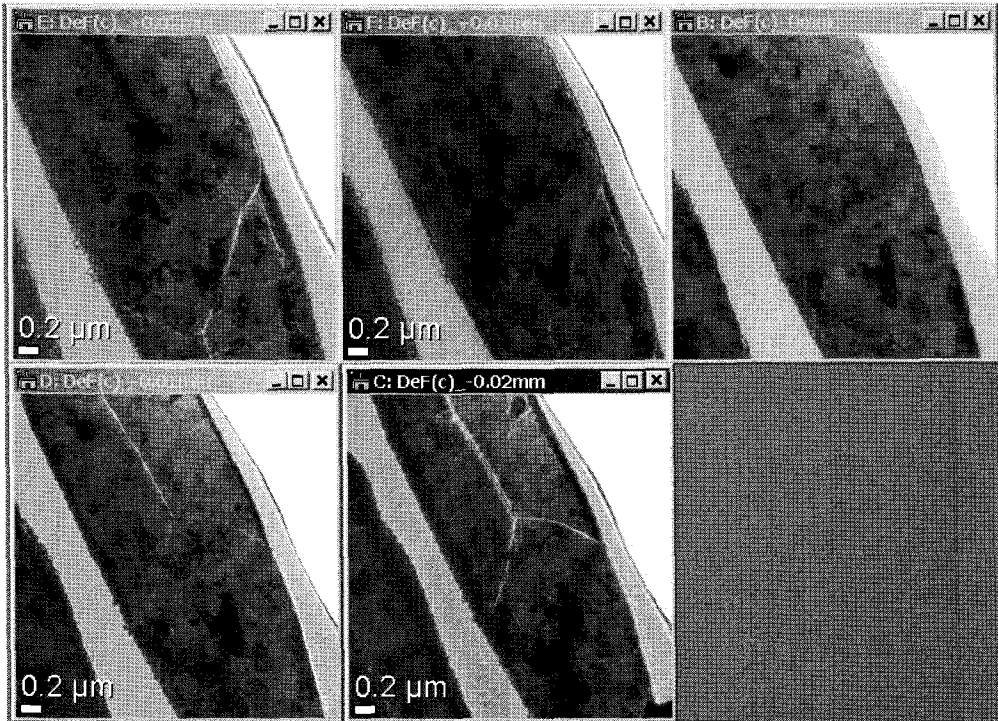


Fig. 2. Lorentz TEM을 이용하여 그림 1(b)로부터 자구를 관찰한 것으로 탈초점값에 따른 자구의 미세조직. 탈초점값은 왼쪽 위부터 -20, -10, 0, +10, +20  $\mu\text{m}$ 였음.

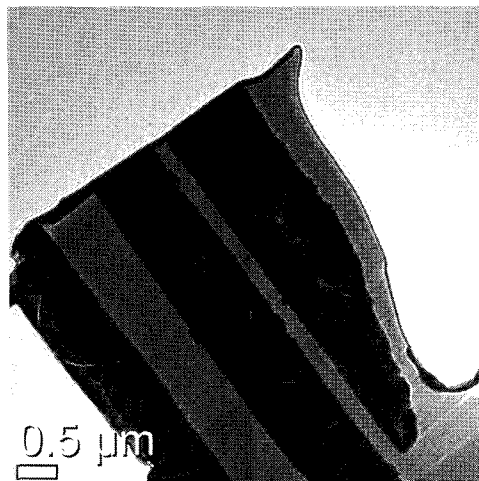


Fig. 3. 불밀링된  $\text{Fe}_{75}\text{Si}_{15}\text{Al}_{10}$  분말의 자구 미세조직을 보여주는 Lorentz TEM 사진.