

자장열처리시킨 Fe기 비정질합금의 자기적성질과 자구구조

Magnetic Properties and Domain structures of Fe-based
Amorphous Alloys with Magnetic Annealing

김태호* · 정광호* · 송진태*

(Tae-Ho Kim · Kwang-Ho Jeong · Jin-Tae Song)

요 약

높은 포화자속밀도와 낮은 철손을 갖는 $Fe_{80}B_{12}Si_8$ 비정질합금을 일반열처리, 자장열처리시켜 그의 자기적특성과 자구구조와의 관계를 조사하였다. 이를 위하여 $Fe_{80}B_{12}Si_8$ 비정질리본을 단롤 방법으로 제작하여 결정화온도를 측정하였으며 측정된 결정화온도 이하의 여러 온도에서 30분간 Ar-gas 분위기하에서 일반열처리, 자장열처리를 행하였다.

이와같이 하여 준비된 시료의 자기적특성을 조사하기 위하여 D.C., A.C. Recording Flux-meter를 이용하였으며, 자구구조는 Bitter method로 관찰하였다. as-cast 상태의 시료를 일반열처리에 따라 내부응력이 완화되면서 maze 자구가 점차 사라지고 wave 형태의 180° 자구가 관찰되었다. 동시에 자화과정에 있어서 자기이력곡선은 Barkhausen jump가 없어 smooth 하였다. 그리고 자장열처리시에는 as-cast 상태나 일반열처리에 비해 자기적특성이 현저하게 향상되었으며 이는 열처리를 행함에 따라 내부응력이 완화되면서 maze 자구가 없어지고 일축자기이방성으로 리본길이방향에 평행하게 형성된 180° 자구에 기인하는 것이라 사려된다. 그리고 자장열처리의 경우, 폭방향으로 열처리한 리본의 자구폭은 길이방향으로 열처리한 리본의 폭보다 미세하였으며, 전자의 이력손실이 후자의 것보다 더 컸다.

ABSTRACT

The relation between magnetic properties and domain structures of $Fe_{80}B_{12}Si_8$ amorphous alloy which has a high saturation magnetization and a low core loss were investigated with conventional and magnetic field annealing. For this experiment, $Fe_{80}B_{12}Si_8$ amorphous alloy ribbon was prepared by the single roller method and conventional and magnetic field annealing were done at various temperature below the crystallization for 30 minutes in Ar

* 한양대학교 재료공학과

gas atmosphere. Magnetic properties were measured by D.C., A.C. Recording Fluxmeter and domain structures were observed by Bitter method. Maze domain due to internal stress produced by ribbon fabrication process prevailed in as-cast condition, but maze domains were gradually disappeared and 180° domains of wave type were observed according to conventional annealing without magnetic field. At the same time, hysteresis curve in magnetization process became smooth without Barkhausen jumps by it.

Magnetic properties of amorphous ribbons by magnetic field annealing were improved much more than by as-cast and conventional annealing. It seemed that these were attributed to the disappearance of maze domain and the formation of 180° domain due to uniaxial magnetic anisotropy produced by magnetic field annealing. And in magnetic field annealing, domain width of transverse-annealed ribbons was relatively finer than the one of longitudinal-annealed ribbons and the former hysteresis-loss was larger than the latter.

1. 서 론

Fe기 비정질합금은 규소전기장판에 준하는 높은 포화자속밀도와 상당히 낮은 철손을 가져 우수한 연자기재료로 기대되고 있으며 전기장판에 대체할 수 있는 재료로 그 개발, 연구가 많은 사람들에 의하여 수행되고 있다.¹⁻⁴⁾

그러나 비정질합금은 초급냉에 의하여 제조되기 때문에 급냉에 의한 내부응력이 합금내에 존재하게 되어 연자기특성을 열화시키고 있다. 이러한 문제점을 해결하고자 일반적인 열처리로 리본내의 응력을 완화시키거나⁵⁻⁷⁾ 자장열처리에 의하여 일축자기이방성(Uniaxial Magnetic Anisotropy)을 유도시키는 것등⁸⁻¹²⁾ 여러가지 방법이 연구, 시도되고 있다.

한편 이러한 열처리 또는 자장열처리에 의한 연자기성질의 개선은 재료가 갖는 자구(magnetic domain)구조와 밀접한 관계가 있음에도 비정질합금의 이들에 관한 연구보고는 지금껏 비교적 적은 편이다.

본 연구에서는 Fe기 비정질합금 중에서도 변압기용 철심재료로 이용가능성이 가장 높은 $Fe_{80}B_{12}Si_8$ (at.%)¹³⁻¹⁴⁾ 비정질합금을 선택하여 일반열처리, 리본길이 및 리본폭 방향으로의 자장열처리를 행하여 자기적특성을 조사

하고 이들의 자구구조를 관찰하여 자구구조와 자기적특성과의 관계를 연구 규명하였다.

2. 실험방법

2-1. 모합금과 비정질 합금리본의 제조

모합금제조에 사용된 원료는 <표 1>과 같으며 모합금은 Fe-B-Si 계로 되는 비정질합금중 $Fe_{80}B_{12}Si_8$ at. %를 선택하여 총중량이

<표 1> 모합금 제조에 사용된 시료

Table 1. Material used for the preparation of alloy

Material	Fe	B	Si
Purity (%)	99.9	$Fe-B$ (15w/o)	99.99

10g이 되도록 마이크로바란스로 정확히 측정하여 내경 9mm, 외경 11mm의 석영관에 넣고 진공상태로 밀봉한 후 고주파유도로(최대출력 100Kw, 최대주파수 450KHz)를 사용하여 용해, 제조하였다. 이때 충분한 확산을 위하여 용해 후 약 10분간 유지하였으며 냉각시에는 편석이 일어나지 않도록 수냉시켰다. 제조된 모합금을 파쇄하여 1회 장입량이 약 3g이 되도록 한 후 내경 13mm, 외경 15mm, 노즐직경 $0.5mm\phi$ 의 석영관에 넣어 Ar-gas 분위기

기하에서 용해하였다. 일단 용해된 합금에 충분한 유동성을 주기 위하여 약 10분간 유지한 후 Song et al¹⁵⁾ 에서와 같은 단롤급냉장치(Single roller method)를 사용하여 폭 1mm, 두께 20 μ m 정도의 비정질리본을 제조하였다.

2-2. X선회절과 시차열분석시험

제조된 리본의 비정질성여부를 확인하기 위하여 180° 굽힘시험을 행한 후 파단되지 않는 시료를 2cm 길이가 되도록 자른후 전체면적이 2 \times 2cm²가 되도록 시료지지대에 부착하여 X선회절시험을 행하였다. X선회절장치는 X-선 회절장치(Rigaku 제)였고 이때 X선은 Ni-필터, Cu-K α 방사, 주사율은 4°/min으로 하여 4°~90°까지 시험하였다. 그리고 비정질리본의 결정화온도(Tx)는 시차열분석시험(Differential Thermal Analyzer)으로 측정하였다. 즉 리본을 2~3mm로 잘라 pt-dish 상에 4mg 정도 넣어 N₂-gas 분위기 하에서 10 C/min 의 승온속도로 30 C 에서 600 C 까지 가열하여 측정하였으며 이때 표준시료로는 Al₂O₃를 사용하였고 기기는 열분석기(Shimadzu 제, Model:DTG-30M)이었다.

2-3. 열 처리

시료를 130cm 길이로 잘라 Al₂O₃ 분말로 리본표면에 절연층을 만든 후 직경 21mm의 Al 보빈에 감아 열처리를 행하였다. 먼저 일반열처리(자장을 걸어주지 않고 행하는 일반 소둔열처리)는 앞서 행한 시차열분석시험을 근거로 결정화온도이하의 300, 350, 375, 400, 425 C 의 각 온도에서 각각 30분간씩 Ar-가스 분위기하에서 소둔후 공냉하였다. 이때 층

간절연을 시킨 이유는 열처리 후 자성 측정시 리본의 겹침으로 인한 와전류의 증가를 막기 위함이었다.

그림 1은 자장열처리 방법의 개략도로써 리본길이 방향으로의 자장열처리는 리본시료를

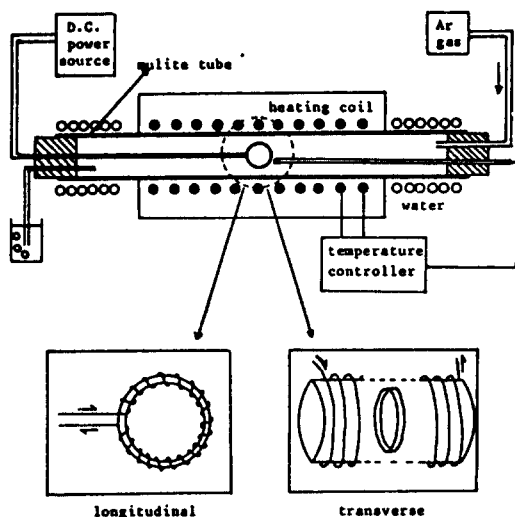


그림 1. 자장열처리의 개략도
Fig.1. Schematic diagram of magnetic field annealing equipment

감은 Al 보빈에 토로이달형태로 0.65mm ϕ 의 고온용 구리선을 감고 DC 전원장치로 일정한 전류를 흘려주어 리본길이 방향과 평행한 환상자장을 발생시켜 행하였고 리본폭 방향으로의 자장열처리는 석영관에 원통형 솔레노이드 형태로 고온용 구리선을 감고 리본시료를 감은 Al 보빈을 원통형 솔레노이드안에 고정시킨 후 전류를 흘려주어 리본폭 방향과 평행한 자장을 발생시켜 행하였다. 자장열처리 온도는 300, 350, 375, 400, 425 C 였으며 이들 온도에서 각각 30분간 Ar-gas 분위기하에서 자장열처리 후 상온까지 로냉시켰다. 리본폭 방

향으로 자장을 가해줄 때 솔레노이드 중심부에서의 자장의 세기는 $H = 4\pi NI / 10(D^2 + L^2)^{1/2}$ (N: 감은 횟수, I: 전류, D: 솔레노이드 지름, L: 솔레노이드 길이) 이고 리본길이 방향으로 자장열처리시에는 $L \gg D$ 이므로 자장의 세기는 $H = 1.257NI / L^{16}$ 이 된다.

위 식으로부터, 리본폭 방향으로 자장을 가해줄 때는 $N = 130$, $I = 2$, $D = 2.6$, $L = 5.7$ 로 하였으며 리본길이 방향으로는 $N = 50$, $I = 2$ 로 하여 각각 50Oe, 20Oe의 자장을 걸어주었다.

2-4. 자기특성시험

as-cast 상태의 비정질리본과 일반열처리 및 자장열처리한 비정질리본의 자기특성시험은 직류자기기록자속계 (먼저 직류자기특성은 DC Recording Fluxmeter, Toei Co. 제, Model: TRF 5AH1)를 사용하여 측정하였고 교류자기특성 측정은 교류자기기록자속계(Yo-Kogawa 제, Model: 3762)를 사용하여 각각 30, 300, 1 K, 3 K, 10 K, 30 KHz의 주파수에서 측정하였다.

2-5. 자구관찰

먼저 as-cast 상태의 비정질리본과 일반열처리 및 자장열처리한 비정질리본을 전해연마가 용이하도록 플라스틱 판에 리본의 자유응고면이 윗쪽으로 오도록 부착한 다음, H_3PO_4 : Cr_3O_4 를 9:1로 혼합한 전해액으로 음극에는 Cu, 양극에는 시료를 연결하여 약 100mA의 전류를 흘려주어 전해연마한 후 Bitter법¹⁷⁾으로 상온에서 관찰하였다.

관찰한 면은 자유응고면이었고 관찰시에 자구구조를 명료하게 하기 위해 약 30Oe 정도의 자장을 리본면에 수직하게 걸어주었다.

3. 실험결과 및 고찰

3-1. 결정화온도

제조된 리본의 비정질성은, X선회절시험결과 그림 2에서와 같이 특정면에서 나타나는 피크가 없는 것으로 보아 확인할 수 있었다.



그림 2. 비정질합금의 X-선 회절패턴

Fig.2. X-ray diffraction pattern for amorphous alloy

그림 3은 $Fe_{80}B_{12}Si_8$ 비정질합금의 결정화온도를 조사하기 위한 시차열분석(DTA)곡선으로, 결정화과정에서 2개의 발열피크를 나타내고 있다.

일반적으로 준금속원소의 양이 25 at. % 이하일 경우 그림과 같은 2단계의 발열피크가 나타나는데, Masumoto¹⁸⁾ 등의 연구결과에 따르면 2단계를 거쳐 결정화가 일어날 때 저온측의 1단계 발열피크에서는 베이스가 되는 금속의 결정구조를 가진 MS-I상이 비정질상 중에 미세하게 분산하고 2단계 발열피크에서는 불균일핵생성으로 결정상이 급속히 성장하여 비정질상 전체가 결정화되는 복잡한 결정구조를 가진 MS-II상이 나타나는 것으로 알려져 있다. 따라서 본 연구에서는 1단계 발열피크가 시작되는 T_{x1} 온도를 결정화온도로 정하였으며 본 비정질합금의 경우 460°C이었다.

3-2. 직류자기특성

as-cast 상태의 비정질리본을 자장없이 열

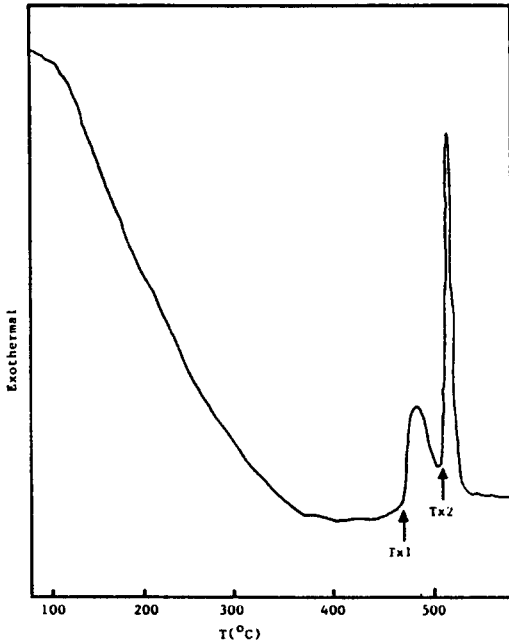


그림 3. Fe₈₀B₁₂Si₈ 비정질합금의 시차열분석 곡선

Fig.3. DTA curve for amorphous Fe₈₀B₁₂Si₈

처리시켰을 때와 리본길이 및 리본폭 방향으로 자장을 가하며 열처리시켰을 때의 열처리 온도에 따른 보자력(Hc)의 변화를 그림4에 나타내었다. as-cast 상태의 보자력은 0.125 Oe였으며, 열처리에 따라 점차로 감소하는 경향을 보여 일반열처리시에는 400°C에서 0.085Oe로 가장 낮은 값을 나타내었고, 425°C에서는 다시 증가하는 경향을 나타내고 있다. 이는 리본제조시 발생하는 에어·포켓(air pocket) 등에 의해 리본내의 국부적인 냉각 속도의 차이를 가져와 생기는 내부응력이, 400°C 열처리에서 제거되어 자벽의 이동을 저해하는 핀닝(pinning) 현상이 없어졌기 때문이며 425°C에서 열처리하였을 때 다시 보자

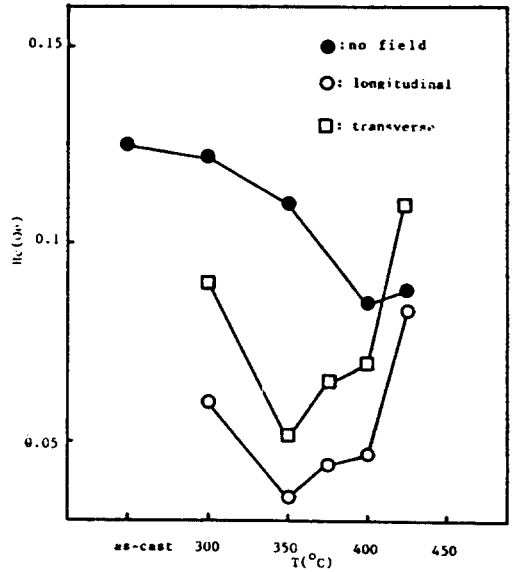


그림 4. Fe₈₀B₁₂Si₈ 비정질합금의 열처리 온도에 따른 보자력의 변화

Fig.4. Variation of Hc with annealing temperatures for amorphous Fe₈₀B₁₂Si₈ alloys under various annealing conditions

력이 증가하는 것은 내부응력의 제거는 될지라도 앞서의 결정화온도가 460°C라는 것을 고려할 때 열처리온도가 결정화온도에 가깝기 때문에 열처리시 어느 정도의 미소결정이 형성되어 자벽이동의 장애가 일어나서 보자력의 증가를 가져오는 것으로 사려된다. 위의 일반열처리에 대하여 리본길이 및 리본폭방향으로 자장열처리한 경우에는 그림에서 볼 수 있는 바와같이 as-cast 상태보다 상당히 낮은 값을 나타내었다. 그리고 350°C에서 가장 작은 값을 나타내었으며 각각 0.035 Oe, 0.052 Oe의 Hc를 보였다. 이는 자장열처리를 행함에 따라 내부응력의 감소와 더불어 국부적인 자기이방

성이 없어지고 자장의 방향에 따라 일축자기 이방성이 유기되어 180°자벽(domain wall)의 이동을 쉽게 하여 연자성이 현저하게 개선

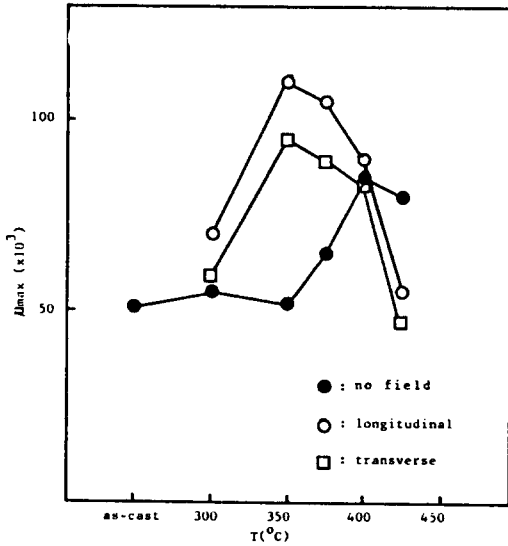


그림 5. Fe₈₀B₁₂Si₈ 비정질합금의 열처리온도에 따른 최대투자율의 변화

Fig.5. Variation of Umax. with annealing temperatures for amorphous Fe₈₀B₁₂Si₈ alloys under various annealing conditions

된 것이라 하겠다. 연자기특성을 크게 향상시키는 원인이 되는 이러한 180°자구는 뒤의 자구구조에서 실제로 관찰될 수 있음을 알 수 있다.

그림 5는 열처리온도에 따른 최대투자율(μ_{max})의 변화를 나타내고 있다. 열처리온도에 따라 μ_{max} 가 as-cast 상태보다 증가하는 경향을 보였으며 일반열처리인 경우 400°C에서 85,000, 리본길이 및 리본폭방향으로 자장열처리에 350°C에서 각각 110,000, 95,000정도로 as-cast 상태보다 최대투자율이 상당히 증

가하였다. 일부 보고 19)에서 보자력과 최대투자율 사이의 관계가 $\mu_m = Br / Hc$ 로 정의된 점을 고려할 때 그림 5는 그림 4의 보자력의 변화와 잘 일치하고 있다.

그림 6은 비정질리본의 열처리온도에 따른 잔류자속밀도(Br)의 변화를 나타낸다. 그림

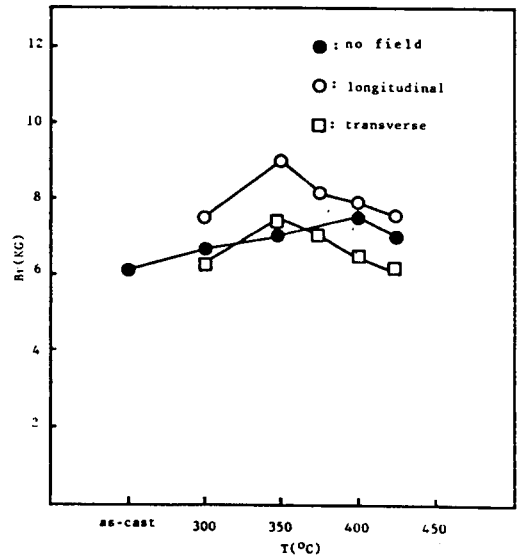


그림 6. Fe₈₀B₁₂Si₈ 비정질합금의 열처리온도에 따른 잔류자속밀도의 변화

Fig.6. Variation of Br with annealing temperatures for amorphous Fe₈₀B₁₂Si₈ alloys under various annealing conditions

에서 볼 수 있는 바와같이 Br 역시 열처리에 따라 향상되었다. 즉 as-cast 상태에서의 Br가 6.2KG인데 대하여 일반열처리의 400°C에서는 7.5KG로 증가하였고, 리본길이 및 리본폭방향으로 자장열처리시에는 350°C에서 각각 9KG, 7.7KG가 되었다. 열처리에 따른 이와같은 Br 증가는 열처리를 행하는 동안 리본내의 내부응력이 제거되고 동시에 내부불균일성이 없어져 구조완화가 일어나기 때문인 것

이다. 그림 7은 열처리온도에 따라 20Oe에서의 자속밀도(B_{20})의 변화를 나타내고 있다.

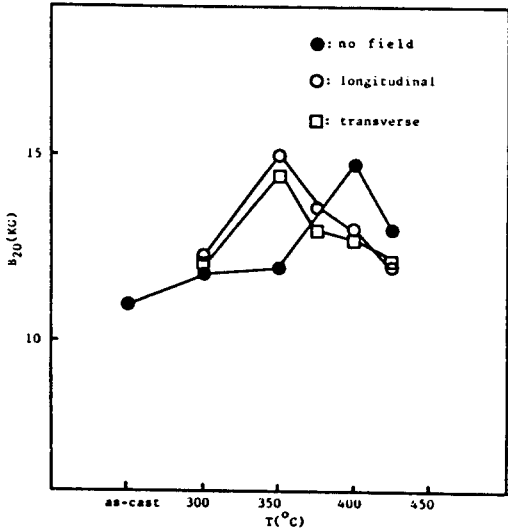


그림 7. $Fe_{80}B_{12}Si_8$ 비정질합금의 열처리온도에 따른 20Oe에서의 자속밀도의 변화
Fig.7. Variation of B_{20} with annealing temperatures for amorphous $Fe_{80}B_{12}Si_8$ alloys under various annealing conditions

B_{20} 역시 열처리를 행함에 따라 증가하고 있으며 잔류자속밀도(Br)의 변화와 같은 경향을 나타내었다.

3-3. 교류자기특성

그림 8은 as-cast 상태, 400°C에서 열처리시킨상태 및 300°C, 350°C에서 각각 자장열처리시킨 리본시료의 주파수에 따른 최대투자율의 변화를 보이고 있다. 주파수가 증가함에 따라 최대투자율은 감소하여 갔다. 그리고 as-cast 상태에서의 최대투자율보다 일반열처리 및 자장열처리하였을 때의 최대투자율이 현저히 높은 값을 보이고 있으며 이는 열처리에

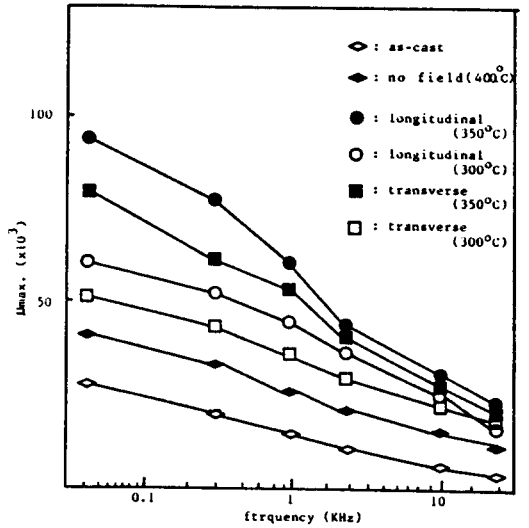


그림 8. $Fe_{80}B_{12}Si_8$ 비정질합금의 여러 열처리 조건하에서 주파수에 따른 최대투자율의 변화

Fig.8. Variation of $U_{max.}$ with frequencies for amorphous $Fe_{80}B_{12}Si_8$ alloys under various annealing conditions

따르는 보자력의 변화와 관계할 것이라 믿는다. 자장열처리한 비정질리본의 경우 1kHz에서의 투자율은 거의 5×10^4 이상이 되어 자기헤드용 재료로 많은 연구가 되고 있는 Co-Fe-B-Si계 비정질합금¹⁹⁾과 비교하여 볼 때 고투자율철심재료로서의 가능성이 있다고 하겠다.

3-4. 자기특성과 자구형상 (domain pattern)

지금까지 많은 연구자²⁰⁻²⁷⁾들에 의하여 비정질합금의 자기특성과 자구구조에 대한 연구가 행하여졌으나 관찰된 자구형상은 제조조건²⁶⁾ 첨가원소²⁷⁾ 및 열처리²¹⁾ 등에 따라 다양하게 관찰되었으며, 이들의 자구구조는 복잡한 양상

을 띠우고 있다. 예를들어 Obi²²⁾, Kronmüller²⁰⁾ 등 많은 연구자에 의하면 as-cast 상태의 비정질리본의 자구구조는 리본 제조시에 생기는 내부응력에 의한 국부적인 자기이방성 때문에 *maze domain*이 우세하고 열처리를 행함에 따라 내부응력이 완화되면서 *maze domain*은 점차 사라지고 180° 자구가 나타난다고 보고하고 있다.

그림 9는 본 실험의 Fe₈₀B₁₂Si₈ 비정질합금의 as-cast 상태에서의 자구구조를 나타내고 있다. 그림(B)는 (A)를 확대한 것으로서 리본 엷지부근에 미세한 줄무늬(striation)와 수직하게 리본길이 방향으로 늘어선 180° 자구와 리본 중앙부분에 산재해 있는 미로자구(maze domain)가 관찰되었으며 미로자구와 미로자구사이에는 리본 엷지부근에 늘어서 있는 것과는 다른 180° 자구가 관찰되었다.

그림(D)와 (E)는 (A), (B)자구들의 다크 필드상(dark field image)이며 미로자구와 180° 자구를 명료하게 볼 수 있다. 그림(B)와 같은 미로자구들은 자성체의 자화과정과 밀접한 관계가 있을 것이라 생각되어 as-cast 상태에서의 자기이력곡선을 측정하여 보았다. 그 결과 그림(c)와 같은 곡선을 얻었으며 자기이력곡선에 많은 스텝들(steps)을 볼 수 있었다. 이러한 스텝들은 내부응력으로 인하여 미로자구에 자벽이 고착된 것들이다. 그림(F)는 복잡한 자구모양을 보이는 비정질합금의 자구구조의 이해를 쉽게 하기 위하여 Fe-3% Si 강의 자구구조를 나타낸 것으로서 180° 자구에 수직한 많은 줄무늬를 볼 수 있으며 이와같은 줄무늬를 그림(E)에서도 명확히 볼 수 있다. 그림 10은 위의 as-cast 상태의 리본시료를 300°C, 400°C에서 일반열처리했을 때의 자구구조와 자기이력

곡선을 나타낸다. 그림(A)와 (B)는 300°C에서 열처리시의 자구구조를 나타낸 것으로서 as-cast 상태에 비해 미로자구가 많이 사라지고 리본길이 방향으로 파도형태의 180°자구와 미로자구와 미로자구사이에 180° 자구가 상당히 많이 관찰되었다. (B)는 (A)그림의 미로자구부근을 확대한 것이다. 열처리온도를 400°C로 올림에 따라 그림(C), (D)에서 볼 수 있는 것처럼 as-cast 상태에서의 미로자구나 300°C에서 일부 남아있던 미로자구는 거의 관찰되지 않고 리본길이방향으로 파도형태를 한 180° 자구만이 관찰되었다. 그림(E)는 300°C와 400°C에서 일반열처리시킨 리본시료의 자기이력곡선으로써 as-cast 상태에서 관찰되었던 Barkhausen 점프 현상에 해당하는 스텝들은 나타나지 않고 스프스한 곡선을 보였다. 400°C에서의 위와같은 자구구조와 자기이력곡선, 그리고 앞서의 그림 4, 5, 6, 7에서 볼 수 있었던 바와 같이 as-cast 상태의 자기특성이 일반열처리에 400°C에서 가장 좋았다는 것을 생각할 때 자기특성은 분명히 자구구조에 관계함을 알 수 있다. 이를 Mohri et al²⁸⁾ 이 보고한 $H_c \propto \sigma_i$ (내부응력)의 관계에서도 고찰할 수 있다. 즉 열처리하였을 때의 자기적 특성의 향상은 전술한 바와같이 내부응력으로 인한 국부적인 자기이방성 때문에 생긴 미로자구가 열처리를 함에 따라 내부응력이 완화되면서 점차 사라지고 그림(C), (D)와 같은 180° 자구가 생성하여 나온 것에 연유되는 것이라 사려된다. 이에 따라 자기이력곡선도 그림(E)와 같이 스텝이 없는 스프스한 곡선을 나타낸다고 본다.

그림 11은 리본길이 방향으로 자장열처리 하였을 때에 관찰된 자구구조와 자기이력곡선을

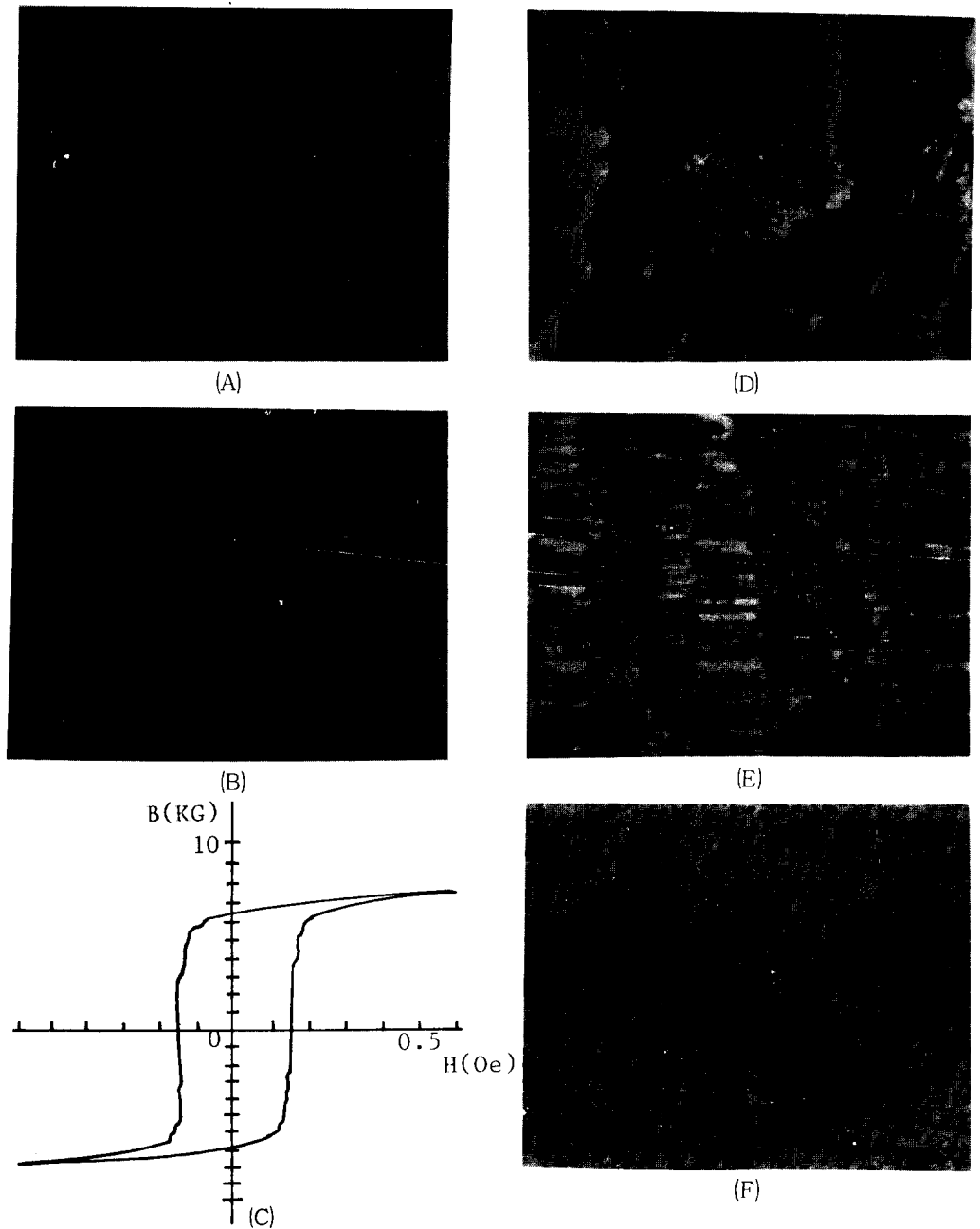


그림 9. as-cast 상태의 $Fe_{80}B_{12}Si_8$ 비정질합금의 자구구조와 이력곡선 및 Fe-3%Si 강의 자구구조

Fig.9. The domain structures ((A), (B), (D), (E)) and hysteresis loop ((C)) of as-cast amorphous $Fe_{80}B_{12}Si_8$ alloy and the domain structure ((F)) of Fe-3%Si steel
 ((A):x125, (B), (D), (E), (F):x250)

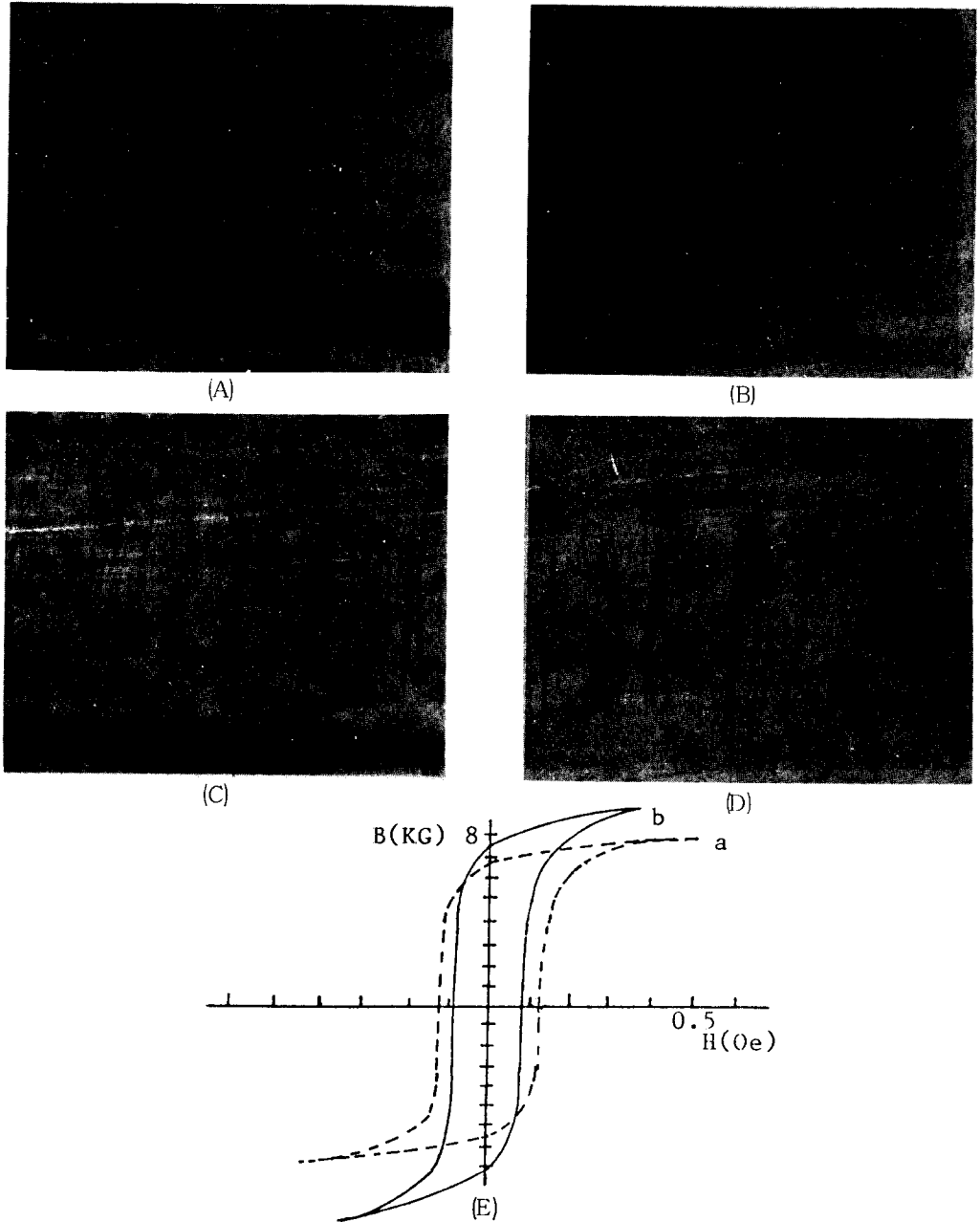


그림 10. 열처리온도에 따른 $\text{Fe}_{80}\text{B}_{12}\text{Si}_8$ 비정질합금의 자구형상과 이력곡선

Fig.10. The domain patterns and hysteresis loop of amorphous

$\text{Fe}_{80}\text{B}_{12}\text{Si}_8$ alloy with annealing temperatures(15 min.)

(A) annealed at 300°C (x125) (B) annealed at 300°C (x250)

(C) annealed at 400°C (x125) (D) annealed at 400°C (x250)

(E) a: 300°C , b: 400°C

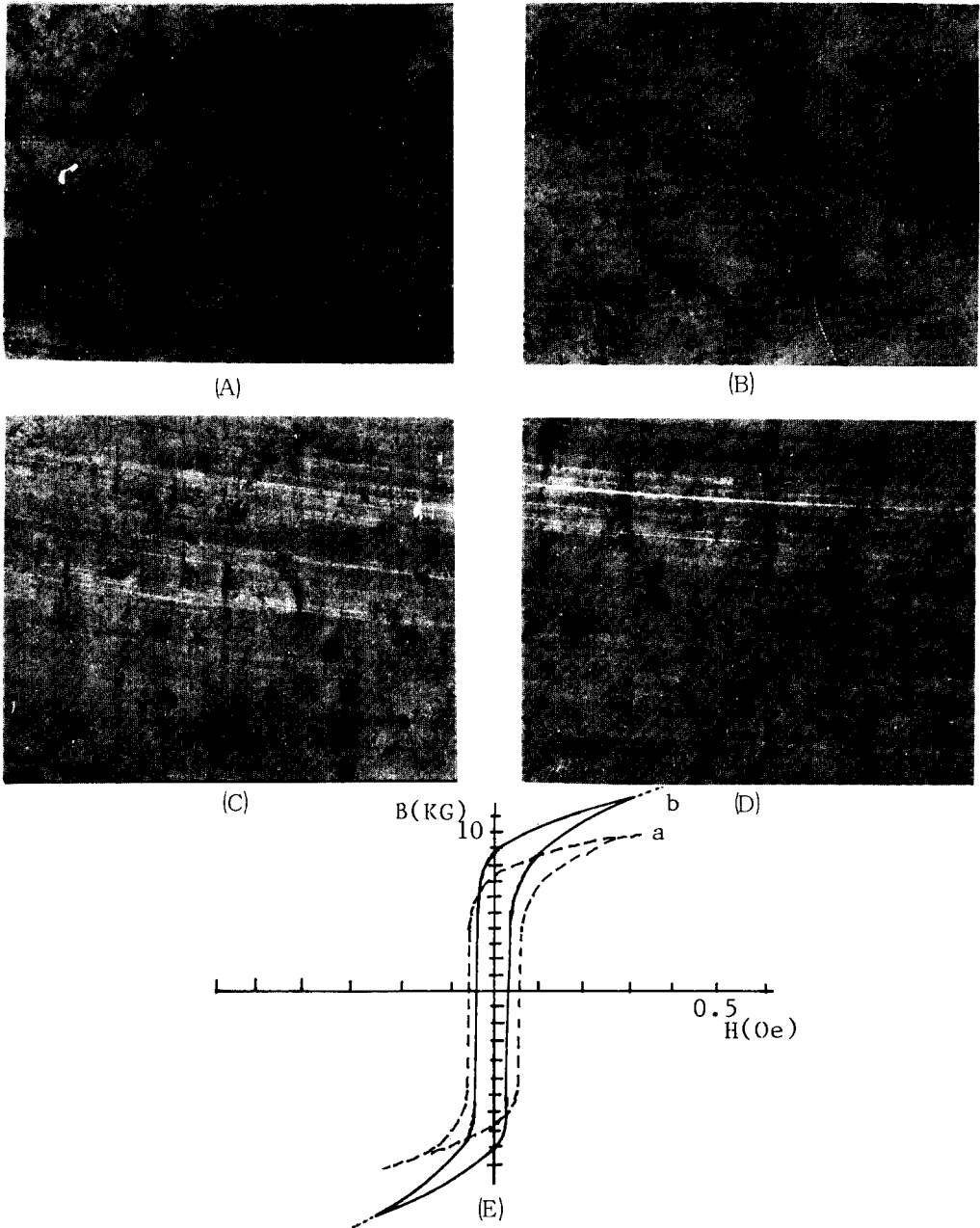


그림 11. 리본길이방향으로 50 Oe의 자장을 걸었을 때 열처리온도에 따른 $Fe_{80}B_{12}Si_8$ 비정질합금의 자구형상과 이력곡선

Fig.11. The domain patterns and hysteresis loop of amorphous $Fe_{80}B_{12}Si_8$ alloy with annealing temperatures under 50 Oe longitudinal field annealing(15min.)

- (A) annealed at 300°C (x125) (B) annealed at 300°C (x250)
 (C) annealed at 350°C (x125) (D) annealed at 350°C (x250)
 (E) a:300°C, b:350°C

나타내고 있다. 그림(A)와 (B)는 300℃에서 자장열처리시의 자구구조로써 180° 자구와 약간의 미로자구가 혼재되어 관찰되었다. (B)는 (A)의 미로자구부근을 확대한 것이다. 자기특성이 가장 좋았던 350℃에서 자장열처리하였을 때의 자구구조는 그림(C), (D)와 같이 300℃에서 볼 수 있었던 미로자구는 관찰되지 않았고 일반열처리시의 180° 자구와는 다른 형태 즉, 리본길이를 따라 평행하게 늘어선 180° 자구들이 관찰되었다. 그림(E)는 리본길이 방향으로 자장열처리하였을 때의 자기이력곡선으로써 350℃에서의 자기적특성의 향상은 (C), (D)에서 볼 수 있는 바와 같이 미로자구의 소멸과 일축자기이방성이 유도되어 리본길이 방향과 평행하게 늘어선 180° 자구가 형성되었기 때문이라 사려된다. 그림 12는 리본폭방향으로 자장열처리시의 자구구조와 자기이력곡선을 보이고 있다. 그림(A)와 (B)는 300℃에서 자장열처리하였을 때의 자구구조로써 부분적으로 존재하는 미로자구가 자장방향, 즉 리본폭방향으로 배열하는 경향을 보였으나 350℃에서 자장열처리한 경우에는 이러한 경향을 보이는 미로자구는 관찰되지 않았고 그림(C), (D)와 같이 리본폭방향으로 늘어선 180° 자구가 나타났다. 이를 리본길이 방향으로 자장열처리하였을 때의 자구구조와 비교해 볼 때 자구 폭이 더 미세해졌다는 것을 알 수 있었다. 그림(E)는 리본폭방향으로 자장열처리하였을 때의 자기이력곡선으로써 앞서의 길이 방향으로 자장열처리시켰을 때의 이력곡선에 비하여 히스테리시스·손실(hysteresis loss)이 크게 나타남을 볼 수 있다. 이러한 결과는 금후 보다 자세히 정량적으로 고찰되어야 할 과제라 생각되나 리본폭방향에 대하여 리본길이방향으로 자장열

처리하였을 때의 히스테리시스·손실이 작은 것은 보자력이 작고 자구구조에 있어서의 자구 폭이 크게 나타났다는 것으로 부터 예상할 수 있는 것이다.

4. 결 론

Fe₈₀B₁₂Si₈ 비정질합금을 일반열처리 및 자장열처리시켜 자기적성질과 자구구조를 조사, 연구한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1) as-cast 상태의 Fe₈₀B₁₂Si₈ 비정질리본은 리본면에 수직한 자화용이축을 갖는 미로자구와 리본면에 평행한 자화용이축을 갖는 180° 자구의 자구구조를 가졌다. 그리고 보자력, 잔류자속밀도 값은 각각 0.125Oe, 6.2KG 였다.

2) 일반열처리를 함에 따라 as-cast 상태의 미로자구는 거의 없어지고 약간의 파도형태를 갖는 180° 자구가 관찰되었으며 이때의 H_c, B_r 값은 0.085Oe, 7.5KG 로써 as-cast 상태보다 자기적특성이 비교적 크게 개선되었다. 한편 자기이력곡선에 있어서는 Barkhausen 점프에 해당하는 곡선상의 step들도 없어져 스프스한 자화곡선을 보였다. 이는 열처리를 행함에 따라 비정질리본 제조시에 생긴 내부응력으로 인한 미로자구가 점차 사라지면서 고착된 자벽이 풀려나고 파도형태의 180° 자구가 생성되었기 때문인 것으로 판단된다.

3) 리본길이 방향으로 자장열처리시에는 리본길이 방향에 평행한 180° 자구가 관찰되었으며 이때의 H_c, B_r 값은 0.035Oe, 9KG 로써 가장 좋은 값을 나타내었다. 이는 열처리를 행함에 따라 내부응력이 완화됨은 물론 자

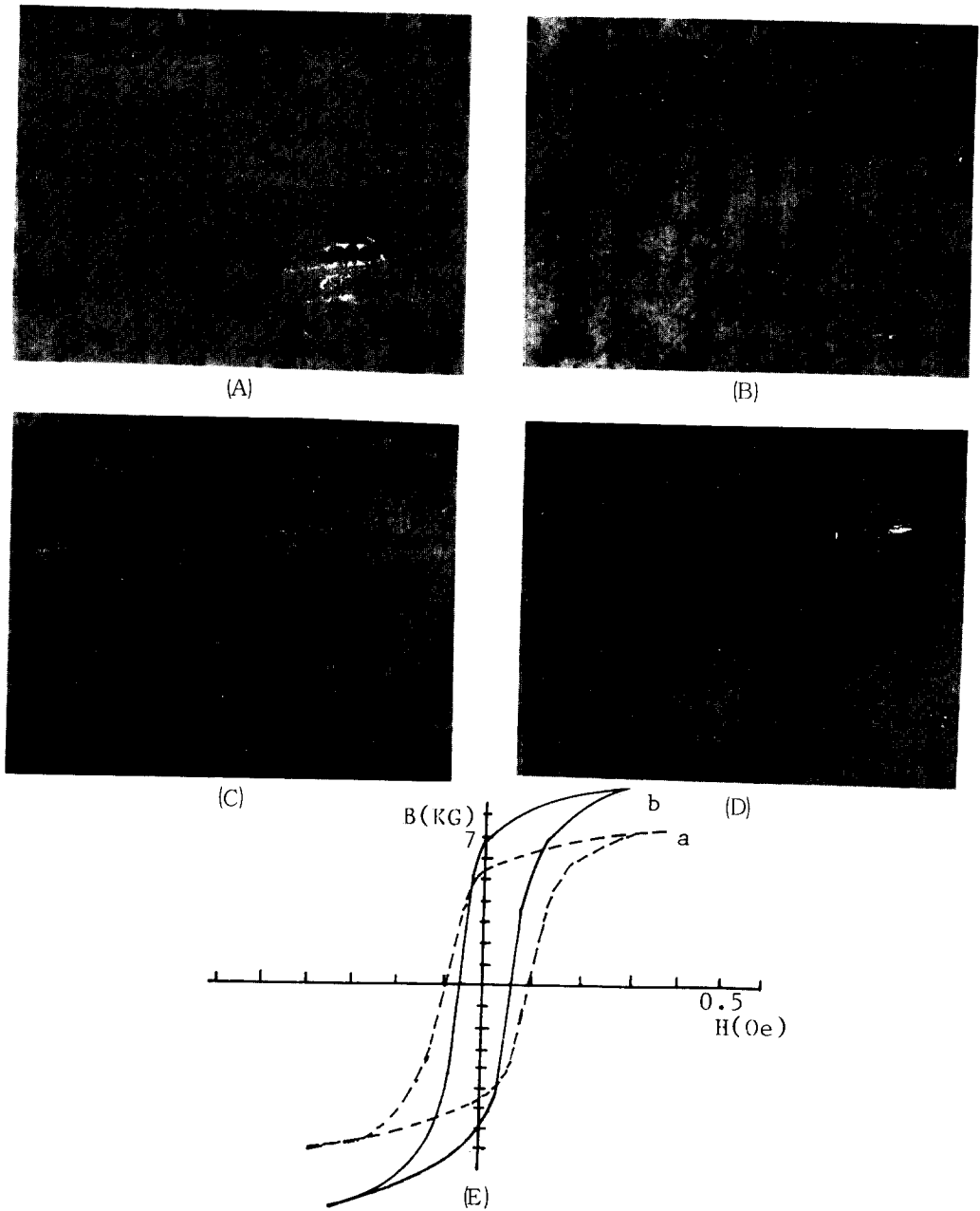


그림 12. 리본폭방향으로 50 Oe의 자장을 걸었을 때 열처리온도에 따른 $Fe_{80}B_{12}Si_8$ 비정질합금의 자구형상과 이력곡선
 Fig.12. The domain patterns and hysteresis loop of amorphous $Fe_{80}B_{12}Si_8$ alloy with annealing temperatures under 50 Oe transverse field(15min.)
 (A) annealed at 300°C (x125) (B) annealed at 300°C (x250)
 (C) annealed at 350°C (x125) (D) annealed at 350°C (x250)
 (E) a: 300°C, b: 350°C

장방향에 평행한 일축자기이방성이 유도되어 180° 자벽의 이동이 용이해졌음에 기인한다고 사려된다. 그리고 교류자기특성은 1KHz에서 5×10^4 의 최대투자율을 얻었으며 고투자율철 삼재료로서의 이용가능성을 보였다. 리본폭방향으로 자장열처리하였을 때의 자구는 리본폭방향과 평행한 180° 자구의 구조를 가졌으며 자구폭은 보다 미세하고 리본길이 방향의 자장열처리에 비하여 히스테리시스 손실도 컸다.

후 기

본 연구는 1987년도 문교부자유공모과제 학술연구조성비에 의하여 수행되었으며 이에 감사드립니다.

Reference

- 1) F.E.Luborsky, J.J.Becker, P.G.Frischmann and L.A.Johnson; *J.Appl. phys.*, **49**, 1769 (1978).
- 2) I.S.Jacobs, *J. Appl. phys.*, **50**, 7294 (1979).
- 3) R.C.O.Handley, C.P.Chou, and N. De-Cristofaro; *J.Appl. Phys.*, **50**, 3603 (1979).
- 4) T.Sawa, M.Hasegawa and K.Inomata; *IEEE Trans. on Magn.*, **MAG-21**, 2026 (1985).
- 5) P.Salzmann and A.Hubert; *J.Magn. and Magn. Mater.*, **24**, 168-174 (1981).
- 6) T.Egami; *IEEE Trans. on Magn.*, **MAG-17**, 2600 (1981).
- 7) G.A.Jones, S.F.H.Parker, P.J. Grundy, K.J. Overshott and M.H.Price; *IEEE Trans. on Magn.*, **MAG-19**, 1922 (1983).
- 8) F.E.Luborsky and J.L.Walter; *IEEE Trans. on Magn.*, **MAG-13**, 953 (1977).
- 9) H.Fujimori, H.Yoshimoto and H.Morita; *IEEE Trans. on Magn.*, **MAG-16**, 1227 (1980).
- 10) H.Fujimori, H.Yoshimoto and T.Masumoto; *J. Appl. phys.*, **52**, 1893 (1981).
- 11) F.E.Luborsky and J.D.Livingston; *IEEE Trans. on Magn.*, **MAG-18**, 908 (1982).
- 12) Y.S.Yang and Z.H.Li; *IEEE Trans. on Magn.*, **MAG-18**, 1397 (1982).
- 13) R.Hasegawa and R.C.O'Handley; *J.Appl. phys.*, **50**, 1551 (1979).
- 14) 鄭俊鎬 · 宋振泰; 대한금속학회지, **24**, 1260(1986)
- 15) 申燦秀 · 宋振泰; 대한금속학회지, **24**, 1221(1986)
- 16) Cullity; *Introduction To magnetic Materials.* (p. 25)
- 17) Chikazumi; *Physics of Magnetism.* (219-225)
- 18) 井上明久, 増本健, 地紀雄; 日本金屬學會誌, **42**, 294(1978)
- 19) O.Kohmoto, H.Fujishima and T.Ojima; *IEEE Trans. on Magn.*, **MAG-16**, 440 (1980).
- 20) H.Kronmuller, R.Schafer and G.Schroeder; *J.Magn and Magn.Mater.*, **6**, 61-64 (1977).
- 21) 高橋寛, 小野文久; 日本金屬學會誌, **40**, 1192(1976)
- 22) Y.Ohi, H. Fujimori and H.Saito; *Jpn. J. appl. phys.*, **15**, 611 (1976).
- 23) M.Takahashi, T.Suzuki and T.Miyazaki; *Jpn. J. Appl. phys.*, **16**, 521 (1977).
- 24) J.D.Livingston and W.G.Moris; *IEEE Trans. on Magn.*, **MAG-20**, 1379 (1984).
- 25) H.Shishido, T.Kan and Y.Ito; *IEEE Trans. on Magn.*, **MAG-21**, 49 (1985).
- 26) S.Tomita and H.Suzuki; *J. Jpn. Inst. Iet.*, **49**, 1019 (1985).
- 27) G.S.Canright and D.M. Kroeger; *IEEE Trans. on Magn.*, **MAG-22**, 182 (1986).
- 28) K.Mohri and S.Takeuchi; *IEEE Trans. on Magn.*, **MAG-17**, 3379 (1981).

(1988년 10월 26일 접수)