

Vicker's Indentation법에 의한 페라이트와 접합유리에서의 응력해석

안정환 · 제해준* · 홍국선* · 안재환 · 고경현

아주대학교 재료공학과

*한국과학기술연구원 세라믹스부

(1993년 2월 19일 접수)

Interpretation of Stresses in the Glass Bonded Ferrites by Vicker's Indentation Method

Jeong-Hwan Ahn, Hae-June Je*, Kug-Sun Hong*, Jae-Hwan Ahn and Kyung-Hyun Ko

Dept. of Material Science and Engineering, AJOU University

*Division of Ceramics, Korea Institute of Science and Technology

(Received February 19, 1993)

요 약

일반 VCR 자기헤드에 있어서 초기투자율을 저하시키는 주된 원인으로 작용하는 잔류응력을 조사하기 위하여 Mn-Zn 페라이트 단결정과 유리를 접합하여 Vicker's indentation 방법으로 페라이트와 유리의 파괴인성을 측정하고, 이로부터 각각의 잔류응력을 계산한 후, 각 경우를 비교하여 잔류응력 분석에 적합한 측정식을 결정하였다. 이를 바탕으로 접합과정 중 냉각속도 변화에 따른 유리 및 페라이트의 잔류응력 분포 및 크기를 측정하였다. 접합 후 페라이트와 유리에 각각 인장잔류응력, 압축잔류응력이 잔류하였으며, 그 크기는 계면에서 가장 크고 멀어질수록 감소하였다. 냉각시 냉각속도가 느릴수록 잔류응력이 감소하였으며, 냉각속도가 10°C/min, 5°C/min, 1°C/min으로 느려짐에 따라 페라이트에서의 평균 잔류응력은 각각 10 MN/m², 8 MN/m², 5 MN/m²으로 나타났다. 5°C/min의 속도로 냉각시 유리의 전이온도보다 약간 높은 온도인 450°C에서 1시간 유지시킨 경우의 평균 잔류응력은 6 MN/m²으로 감소되어 annealing 효과가 나타났으며, 이러한 경향은 유리부위에서 더 민감하게 나타났다.

ABSTRACT

Residual stresses is one of the major factors to degrade the magnetic properties of VCR magnetic heads. Vicker's indentation technique was adapted to estimate the residual stresses. Residual stresses and distribution in the glass and ferrite were obtained after bonding ferrite with glass, varying the cooling rate. The compressive and tensile stresses were developed in the interface and gradually decreased with increasing distance from the interface. The stresses were decreased with a cooling rate. The mean values of residual stress in ferrite were 10 MN/m², 8 MN/m², 5 MN/m² with cooling rate 10°C/min, 5°C/min, 1°C/min respectively. When the bonded sample was annealed above the glass transition temperature followed by cooling at 5°C/min cooling rate, the residual stress was reduced to 6 MN/m².

1. 서 론

일반 VCR용 자기헤드의 재료로서 널리 사용되는 Mn-Zn 페라이트 단결정은 응력에 따라 자기적 특성이 매우 민감하게 변하며, 일반적으로 응력이 증가함에 따라 초기투자율이 감소하게 된다¹⁻³⁾ 따라서 유리를 이용하여

페라이트 단결정을 접합시킨 VCR용 자기헤드의 경우에 접합 후 두 재료의 열팽창계수 차이에 의해 발생하는 잔류응력이 페라이트의 초기투자율을 저하시키는 주된 원인이 된다⁴⁾. 실제 VCR용 자기헤드 chip core의 제조에 있어서 유리의 주된 역할은 두 부분의 페라이트를 기계적으로 접합시키는 것이며, 이때 접합력이 떨어지면

코일을 감는 동안 chip core의 파손이 발생하게 된다. 일반적으로 접합 후 유리에 압축응력이 잔류하여 접합 강도를 다소 증가시킬 수 있도록 유리의 열팽창계수가 페라이트 보다 다소 작은 것을 사용하며, 이때 상대적으로 페라이트 부위에 잔류되는 인장응력에 의한 초기 투자를 저하를 억제하기 위하여 냉각시 유리의 전이온도 보다 약간 높은 온도에서 annealing하여 잔류응력을 최소화하는 것이 바람직하다⁵⁾.

유리와 페라이트 접합시 발생하는 잔류응력을 페라이트의 자기적 성질과 관련하여 해석하는 많은 연구가 수행되었으나, 두께가 매우 얇고 긴 시편을 사용하는 폭발법에 의한 응력 해석은 초기투자를 측정용 시편상에서 행할 수 없는 단점을 가지고 있다^{6,7)}. 본 실험에서의 응력해석은 초기투자를 측정용 시편을 사용할 수 있는 micro Vicker's indentation법을 채택하였다. Vicker's indentation의 응용을 이용한 잔류응력의 분석은 hardness impression 주위의 crack 길이를 측정하여 계산하는 것으로, 이러한 Vicker's indentation을 이용할 경우 시편의 준비가 용이하며 두께는 시편도 사용할 수 있다.

Marshall⁸⁾은 Vicker's indentation을 이용하여 열처리한 강화유리 표면의 압축응력을 측정할 수 있으며, 이 경우 잔류응력의 측정은 응력이 존재하는 시편과 응력이 존재하지 않는 시편의 파괴인성(K_{IC}) 사이의 관계식으로부터 계산하였다. 그러므로 이러한 방법을 이용하여 잔류응력을 측정하기 위해서는 먼저 응력이 존재하지 않는 시편에 대한 파괴 인성 측정이 선행되어야 한다. Vicker's indentation에 의한 파괴인성 측정은 1975년 Lawn 등에 의해 응용되기 시작하여 최근까지 많은 연구가 진행되어 왔다⁹⁻¹³⁾. 파괴인성이 비교적 작은 대부분의 세라믹스에서 indentation의 하중이 임계치 이상이 되면 반원형의 median crack이 형성되는데 이 median crack은 median 평면을 따라 재료 내부로 성장하는 것이고 이와 구분하여 재료의 표면에 나타난 crack을 radial crack이라 한다. 탄성변형에 의해 생기는 median crack 길이 c 는 가해준 하중 P 의 2/3제곱에 비례하면서 성장 하나⁹⁾, 소성변형에 의한 잔류응력에도 어느정도 영향을 받는데 Vicker's indentation하였을 때 실제로 관찰되는 표면의 radial crack은 잔류응력의 영향을 주로 받는다. 이러한 경우에도 그 crack의 길이 c 는 median crack의 경우와 같이 가해준 하중 P 의 2/3제곱에 비례하면 성장한다¹¹⁾. 따라서 파괴인성 K_{IC} 는 $(P/c^{3/2})$ 에 비례하는 식, $K_{IC} = \chi(P/c^{3/2})$ 로 나타낼 수 있으며 비례상수 χ 는 indenter의 종류와 시편의 종류에 따라 달라지게 된다.

본 연구에서는 Bridgman법으로 성장시킨 Mn-Zn

페라이트 단결정과 실제 VCR용 자기헤드의 제조에 사용되는 유리를 접합하여 Vicker's indentation방법으로 페라이트의 유리의 파괴인성을 측정하고 그로부터 각각의 잔류응력을 계산한 후 각 경우를 비교하여 보고된 4가지 모델^{9,11-13)} 중 잔류응력의 분석에 적합한 모델을 결정하였다. 이를 바탕으로 집합과정에서의 냉각속도 변화에 따른 유리 및 페라이트의 잔류응력의 분포 및 크기를 분석하였다.

2. 실험방법

2.1. 시편제작

본 실험에서는 Bridgman법에 의하여 <110>방향으로 성장된 53 mol% Fe_2O_3 -28 mol% MnO -19 mol% ZnO 의 고투자율 조성을 갖는 Mn-Zn 페라이트 단결정을 사용하였고, 유리는 실제 VCR 헤드조립용으로 사용가능한 페라이트보다 열팽창계수가 약간 작은 22.7 mol% PbO -61.1 mol% SiO_2 -6.1 mol% ZnO -8.0 mol% Na_2O -2.1 mol% K_2O 의 조성을 갖는 유리를 사용하였다. 사용한 페라이트 단결정과 유리의 특성을 Table 1에 나타내었으며, 이중 영물(E)은 문헌에 보고된 비슷한 조성의 재료가 가지는 값을 사용하였다. 페라이트 단결정은 레이저를 이용한 광상법(light figure method)¹⁶⁾으로 결정 방위를 선택하였으며, 이 페라이트와 유리는 초음파가공기(Ultrasonic Eng. Co., model : USM-100F)를 사용하여 내경 5 mm, 외경 7.9 mm, 두께는 페라이트 유리 각각 0.5 mm, 0.3 mm의 토로이드(toroid)형태로 가공하여 사용하였다. 페라이트의 경우 기계가공에 의한 발생 응력의 제거를 위해 상온의 진한 염산에서 3~4분간 etching한 후 사용하였다.

유리와 페라이트의 트로이드 시편 접합을 위한 열처리는 관상 전기로를 이용하여 고순도(99.9999%)의 질소 가스를 500 SCCM으로 흘려주며 백금판 위에서 행하였다. 열처리 조건은 Fig. 1와 같이 700°C에서 1시간 유지한 후 냉각속도를 10°C/mm, 5°C/min, 1°C/min 및 5°C/min의 냉각도중 450°C에서 1시간 유지하는 네가지 조건을 사용하였다. 이때 정확한 응력 해석을 위하여 페라이트의 한면만을 유리로 접합한 시편과 양면 모두를 유리로 접합한 두가지 시편을 준비하였다.

접합한 시편의 (001)면을 따라 절단하여 얻은 4개의 (001)면을 0.05 μ m의 알루미나 분말을 이용하여 미세연마한 후 micro Vicker's indentation을 행하였으며, indentation 직후 광학현미경을 이용하여 indenter 자국의 대각선 길이 및 crack 길이를 측정하여 경도와 파괴인

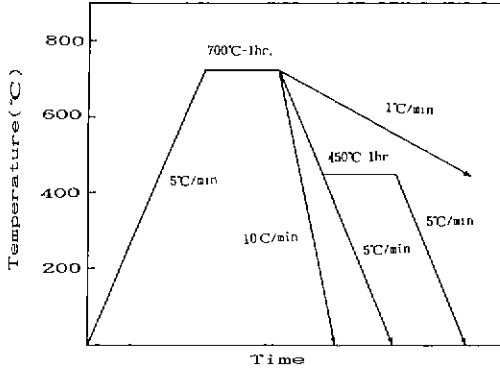


Fig. 1. Heat-treatments schedules for ferrite and glass bonding.

성을 계산하였다. 이때 indenter자국 상호간의 영향을 피하기 위하여 하나의 (001)면에서 페라이트 중심을 기준으로 대각선으로 4곳의 위치를 선정하여 indentation을 행하였으며, 동일조건에서 3개의 시편을 준비하여 각각의 시편에 대한 평균값을 취하여 잔류응력 계산에 이용하였다. indentation시의 하중은 300 g(2.94N)이었으며 시간은 10 sec였다.

Fig. 2에 본 실험의 공정도 및 접합시편 도식도를 나타내었다.

2.2. 잔류응력의 계산

잔류응력의 분석은 잔류응력이 존재하는 시편과 잔류응력이 존재하지 않는 시편의 파괴인성 사이의 관계식으로 계산할 수 있다. 즉, 재료의 표면부근에서 일정하게 작용하는 잔류응력 σ_R 이 존재할 때 유효파괴인성 K_{IC} 은 아래 식과 같이 표현할 수 있으며,

$$K_{IC} = K_{IC}^0 + 2\sigma_R(c/\pi)^{1/2} \tag{1}$$

여기서 K_{IC}^0 는 잔류응력이 없을 때의 값이며 c는 crack의 길이이다. 이때 indentation하중을 변화시키면 crack의 크기 c가 변화하는데 그때의 c와 K_{IC} 를 그래프로 나타내어 그 기울기로부터 σ_R 을 측정할 수 있다. 구해진 σ_R 이 양수이면 압축응력, 음수이면 인장응력이 잔류함을 의미한다. 그러나 본 실험의 경우에는 300 g(약 2.94 N) 이하의 하중에서는 파괴인성 측정에 필요한 반원형 crack을 형성하는 위계 하중에 도달하지 못하고, 그 이상에서는 발생 crack의 길이가 너무 커 계면근처의 응력 측정이 어렵다. 따라서 본 실험에서는 indentation의 하중을 300 g(2.94 N)으로 고정시켰으며, 이에 따라 식 (1)로부터 직접 잔류응력의 값을 계산하였다.

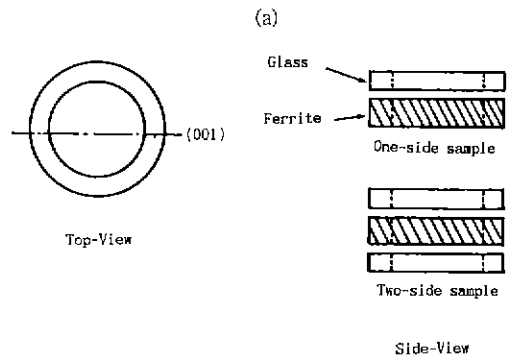
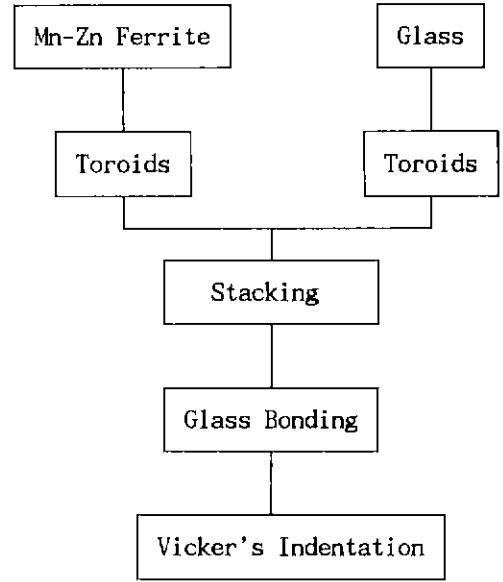


Fig. 2. Flow chart of experimental procedure(a) and schematic drawings of one side and two side glass bonded ferrites(b).

3. 결과 및 고찰

본 실험에서 사용한 유리의 열팽창계수는 $105 \times 10^{-7} / ^\circ\text{C}$ 로서 페라이트의 열팽창계수 $116 \times 10^{-7} / ^\circ\text{C}$ 보다 작아 접합 후 유리에 압축응력이 발생할 것으로 예상된다.

페라이트의 경우 파괴인성을 측정하여 잔류응력을 계산하기 위해서는 페라이트 단결정의 결정면을 선택하여야 하는데, Nishikawa¹⁷⁾는 Mn-Zn 페라이트의 각결정면에서 indentation을 행한 후 그 crack의 발생 방향과 각 방향에 따른 파괴인성을 측정하여 파괴인성 값은 각 결정면과 방향에 대해서 상당히 큰 편차가 나타남을 보고하였다. Tanaka¹⁴⁾에 따르면 Mn-Zn페라이트에서 우

Table 1. Compositions and Properties of Ferrite and Glass

	Composition	Thermal expansion coefficient(α) (25~400°C)	Young's modulus(E)	Vicker's hardness(H)	Permeability (μ i)	
					0.5 MHz	5 MHz
Ferrite	Fe ₂ O ₃ -MnO-ZnO	116×10 ⁻⁷ /°C	185~187 GPa ¹⁴⁾	650 Kg/mm ²	2000~ ~2200	680~ ~700
Glass	PbO-SiO ₂ -ZnO -Na ₂ O-K ₂ O	105×10 ⁻⁷ /°C	50~53 GPa ¹⁵⁾	443 Kg/mm ²	T _g 423°C	

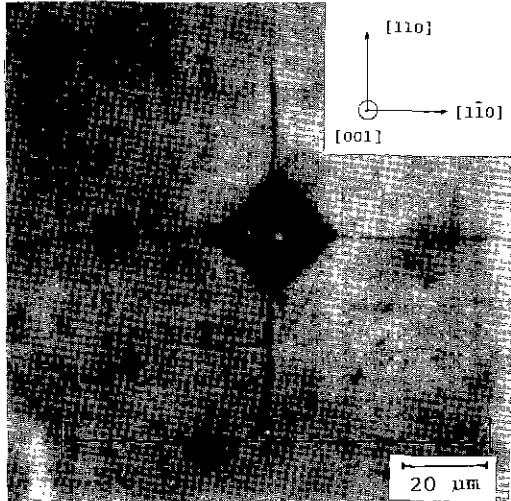


Fig. 3. Optical micrographs and schematic illustration of cracks in Mn-Zn ferrite single crystal: indentation load(P)=2.94 N, indentation plane (001).

Table 2. Fracture Toughnesses of Ferrite and Glass
Ferrite Single Crystal: Indentation Plane (001), Crack Direction [110]

	Ferrite K _{IC} (MN/m ^{3/2})		Glass K _{IC} (MN/m ^{3/2})
	measured	reported	measured
F	0.47	0.49±0.07 ¹⁴⁾	0.389
N	1.20		0.694
E	0.72	0.77±0.06 ¹⁷⁾	0.374
A	0.82	0.86±0.13 ¹⁴⁾	0.427

F : Fuller, Lawn⁹⁾ $K_{IC} = 0.051 \frac{P}{C^{3/2}}$ $\chi = 0.051$
 N : Niihara¹⁰⁾ $K_{IC} = 0.033(E/H)^{2/5} \frac{P}{C^{3/2}}$ $\chi = 0.130$
 E : Evans, Lawn¹¹⁾ $K_{IC} = 0.014(E/H)^{1/2} \frac{P}{C^{3/2}}$ $\chi = 0.078$
 A : Anstus¹²⁾ $K_{IC} = 0.016(E/H)^{1/2} \frac{P}{C^{3/2}}$ $\chi = 0.089$

선 파괴면은 (110)면이므로 (001)면에서 indentation을 행하면 crack의 방향은 <110>을 따라 나타나게 된다. 따라서 잔류응력을 측정하기 위해서는 crack의 길이에 대한 정확한 관찰이 유리한 (001)면의 <110>방향의 crack길이를 측정하는 것이 다른 면보다 상대적으로 정확하다고 볼 수 있다.

Fig. 3은 접합하지 않은 페라이트 단결정의 (001)면에서 indentation 후 Hardness impression 주위의 crack을 보여주는 광학현미경 사진으로 crack은 마름모 꼴의 모서리로부터 <110>방향으로 성장함을 보여준다. 이를 바탕으로 Table 2에는 보고된 4가지 모델에 따라 계산된 접합하지 않은 페라이트와 유리의 파괴인성값을 나타내었다. 여기서 계산식에 사용된 E, H값은 Table 1의 값을 사용하였다. 측정된 페라이트의 파괴인성값은 Nishikawa¹⁷⁾와 Tanaka¹⁴⁾가 본 실험과 같은 결정면과 방향에서 각 모델에 따라 계산한 파괴인성값과 거의 일

치하였다. 따라서 잔류응력의 계산시 응력이 존재하지 않는 페라이트 파괴인성의 기준값으로 Table 2의 값을 채택하였다. 유리쪽의 파괴인성값은 측정시 indentation의 impression 주위가 깨어지기 쉬워 페라이트에 비해 상대적으로 어느 정도 오차가 발생하였을 가능성이 있다.

Table 2에서 보면 페라이트의 파괴인성 값은 재료의 종류에 따른 χ 값의 의존성을 무시한 Fuller, Lawn 등⁹⁾의 모델의 경우 유리보다 다소 높게 나오나 재료의 종류에 따라 χ 값을 고려한 다른 모델의 경우에는 약 2배 정도의 큰 값을 보인다. 일반적으로 유리가 단결정 보다 취성이 큼을 고려할때 유리와 페라이트의 파괴인성값 계산시 재료의 종류에 따른 χ 의 의존성을 감안한 3가지 모델의 경우가 타당할 것으로 생각된다.

페라이트와 유리의 접합 후 잔류응력을 계산하기 위한 적합한 파괴인성의 모델을 결정하기 위하여 페라이트 양면에 유리를 접합한 시편중 잔류응력이 가장 클 것으로

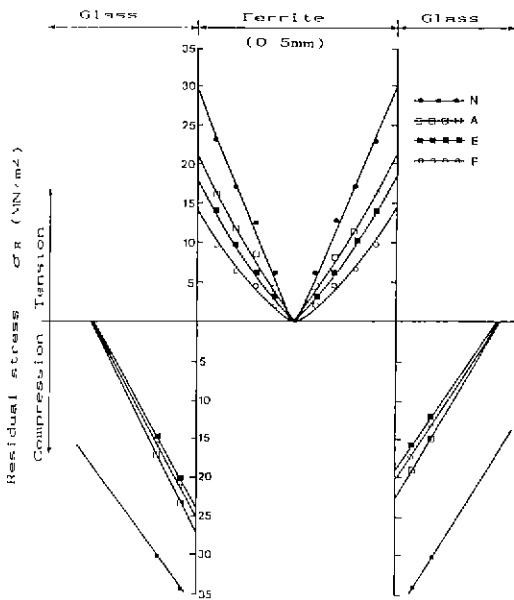


Fig. 4. Residual stress distributions in two side glass bonded ferrite specimen heat-treated at 700°C for 1 hr. and cooled with 10°C/min. rate (F: Fuller model, N: Niihara model, E: Evans model, A: Anstis model).

예상되는 10°C/min의 냉각속도를 가지는 접합 시편을 선택하였다. 각 4가지 모델을 사용하여 측정된 파괴인성 값으로부터 계산한 잔류응력의 분포를 Fig.4에 나타내었으며, 이때 crack의 길이 c는 4방향의 평균값을 사용하였다. 각각의 모델에 따라 계산한 파괴인성 값들이 차이를 보이고 이에 따라 잔류응력의 크기도 차이를 나타내나 잔류응력의 분포는 모델에 따른 차이 없이 계면으로부터 중앙으로 거의 직선적으로 감소하는 경향을 보인다. 이와 같이 잔류응력의 크기가 동일한 위치에서 모델에 따라 다른 것은 파괴인성의 계산시 적용하게 되는 계수가 다르기 때문이다.

페라이트와 유리의 접합 시편에서 파괴인성의 측정을 통해 잔류응력을 계산할 경우 각 4가지 모델을 비교해 보면 Fuller¹⁰가 제안한 식에서는 χ 값이 0.051로서 재료의 종류에 관계없이 indenter의 종류에 의존하는 상수이다. Table 1에서 보듯이 페라이트의 영률(E)은 유리보다 약 3배 가량 크고 경도(H)는 50%가량 크나, 실제의 파괴인성 계산시 이러한 E와 H값이 고려되지 않았기 때문에 Fig.4에 F로 표시된 페라이트와 유리의 잔류응력량이 크게 나르게 나타났다. χ 값의 절정에 있어서 E와 H를 고려한 다른 모델 통의 경우에는 먼저 χ 의 값이 (E/H)의

비례승수에 의해 크게 의존하게 된다. Niihara¹⁰가 제안한 식은 Evans와 Charles¹⁰가 제안한 식을 실험적으로 보정한 것으로 χ 의 값이 (E/H)^{2/5}에 비례한다. 이 경우에 있어서는 재료의 탄성 변형만을 고려 하였으므로 시편의 소성변형과 잔류응력이 crack의 성장에 미치는 영향은 무시하였다. 따라서 본 실험에서와 같은 잔류응력 존재 시에는 적합하지 않은 것으로 생각된다. Fig.4에서 N으로 표시된 페라이트와 유리의 잔류응력 차이는 Fuller 모델의 경우처럼 크게 나타났다. Evans¹¹는 잔류응력의 영향을 고려하여 통상적으로 관찰이 용이한 radial crack에서 적용할 수 있는 식을 유도하였는데, 이 경우 χ 값이 (E/H)^{2/5}에 비례함을 유도하였고 실험적으로도 잘 적용이 됨을 보고하였다. 본 실험의 경우에는 χ 값이 (E/H)^{2/5}에 비례하는 두가지 식 즉, Evans의 식과 이를 실험적으로 보정하여 보정상수를 변화시킨 Anstis¹²의 식이 유리쪽과 페라이트의 잔류응력의 크기가 비교적 유사하게 측정되는 것으로 보아 적합한 것으로 생각된다. 특히, Anstis의 식은 WC, glass 등 여러 종류의 재료에 대해 통상적으로 파괴 인성에 사용되는 DT(double torsion), DCB(double cantilever beam) 등의 방법과의 비교를 통해 χ 의 보정값을 결정하였으므로 본 실험의 경우에 가장 적합한 식으로 생각된다.

Fig.5는 페라이트와 유리의 접합시 유리와 페라이트 계면 중심 부위에서의 계면 근처 및 내부에 발생한 crack의 형태를 나타내는 광학현미경 사진이다. 사진에서 볼 수 있듯이 유리와 접합으로 인해 계면으로부터 인장응력이 발생한 페라이트의 경우 계면에 수직인 방향에 있어서는 계면쪽의 crack 길이가 중앙쪽 보다 약간 크게 나타나는 것을 볼 수 있으며, 계면에 평행한 쪽은 두 방향이 거의 유사한 길이를 갖는다. 따라서 계면 중심 부위에서 계면 근처의 indentation결과 발생한 crack들은 수직방향으로는 그 잔류응력의 크기가 계속적으로 변화하여 이방성을 나타내나, 수평방향으로는 방향에 따른 변화를 무시할 수 있다. 유리와 접합된 양쪽 계면으로부터의 영향에 의해 페라이트의 중앙에서 행한 indentation의 경우 네 방향으로 crack 길이의 차이가 거의 없는 것으로 생각된다. 유리의 경우에도 페라이트와 동일한 경향을 나타내고 있다 따라서 indentation을 통한 잔류응력의 해석에 있어서 단일 그 잔류응력의 분포가 계면으로부터 멀어질수록 변화하는 값을 가질 경우에는 crack의 길이는 이방성을 갖게 된다.

Fig.6은 접합시 페라이트 내부에 예상되는 인장 잔류응력 분포 곡선상에서 indentation을 행했을 경우 나타나는 crack의 형태를 개략적으로 나타내 본 것이다. 즉

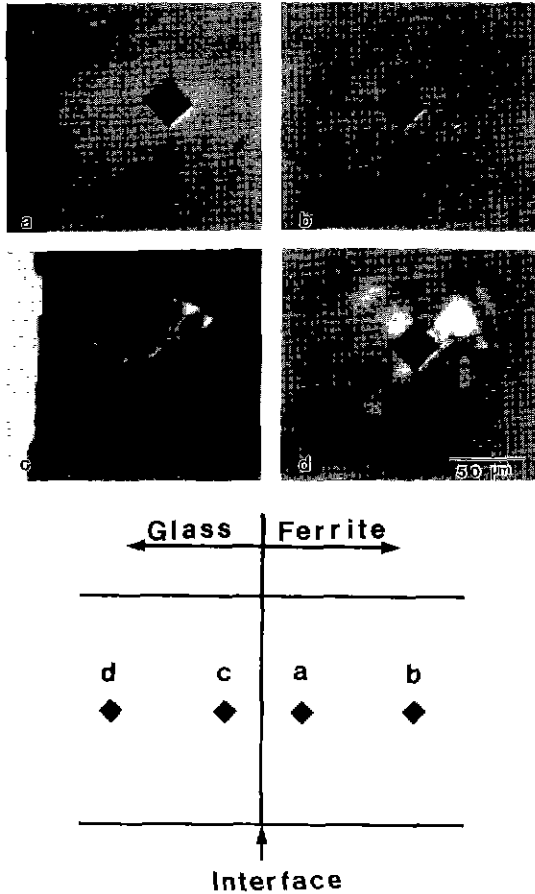


Fig. 5. Optical micrographs of cracks at near and far from the glass-ferrite interface.

잔류응력의 분포가 A선과 같이 표면으로부터 변화하는 값을 갖는다면 그 crack의 형태는 (a), (b), (c)와 같은 형태로 변화하게 될 것이다.

실제 유리와 페라이트를 접합시킨 경우에 Anstis가 제안한 식을 사용하여 계면에서 수직인 두 방향과 평행인 두 방향의 crack 길이로부터 구한 잔류응력과 4방향의 crack 길이의 평균값으로부터 구한 잔류응력을 Fig. 7에 나타내었다. Fig. 7의 a와 같이 페라이트 쪽을 보면 유리의 계면으로부터 수직인 두 방향의 crack 길이로부터 구한 잔류응력이 평행한 방향(b)보다 크게 나타나는데, 이는 인장응력 방향이 계면과 평행하게 걸리므로 계면과 평행한 crack보다 수직인 crack의 발달이 잘 일어나기 때문에 crack의 길이가 길어지는 것으로 해석된다. 네 방향의 crack 길이의 평균값으로부터 계산한 잔류응력 분포는 Fig. 7의 c에서 보듯이 수직과 수평방향으로부터 계산된 응력 분포의 평균값과 거의 유사하므로 잔류응력

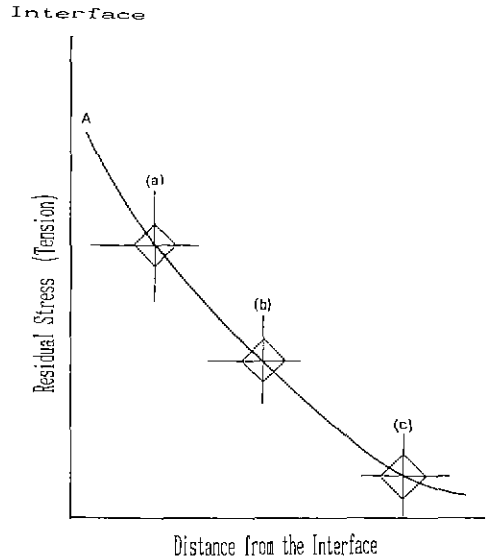


Fig. 6. Schematic illustration of position dependent crack shapes due to the different residual stress in the bonded ferrite.

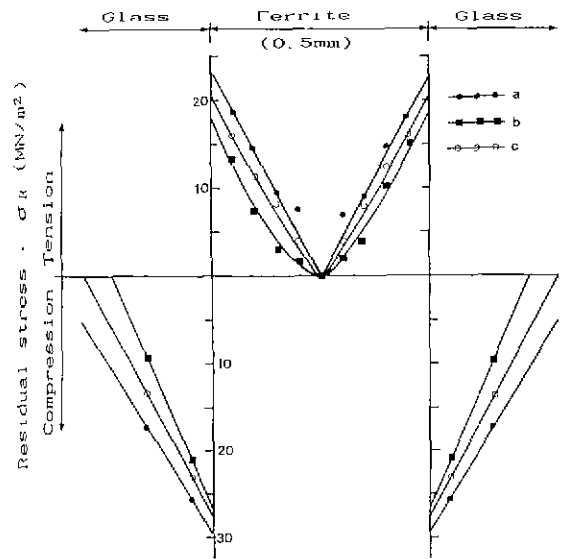


Fig. 7. Residual stress distributions of two side glass bonded ferrite specimen heat-treated at 700°C for 1 hr. and cooled with 10°C/min. rate.
 a. calculating from the average crack length perpendicular to the interface.
 b. calculating from the average crack length parallel to the interface.
 c. calculating from the mean value of crack lengths in both the directions to the interface.

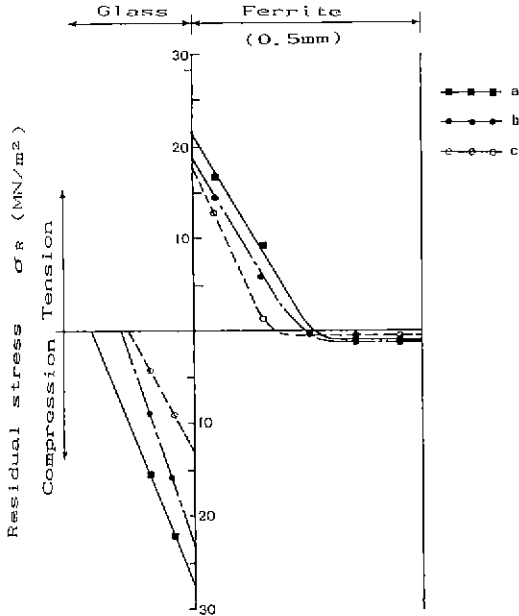


Fig. 8. Residual stress distributions of one side glass bonded ferrite specimens continuously cooled with (a) 10°C/min. and (b) 5°C/min. rate, and cooled (c) 5°C/min. interrupted by 450°C, 1 hr. holding.

계산식 네 방향 crack 길이의 평균값을 이용하여도 무리가 없을 것으로 생각된다. 유리쪽에서도 잔류응력의 분포는 페라이트와 비슷한 경향을 나타내었다. 파괴인성으로부터 잔류응력을 계산하는 식 (1)은 균일한 잔류응력의 분포를 가정한 것이나 본 실험의 경우와 같이 잔류응력의 분포가 변하는 경우도 crack 길이의 평균값을 사용하여 잔류응력을 구하면 평균적인 잔류응력의 값을 얻을 수 있는 것으로 생각된다.

유리는 냉각속도에 따라서 냉각 후 부피가 달라지게 된다. 이에 따라 페라이트와 유리의 접합시 냉각속도에 따른 잔류응력 발생정도를 알기 위하여 냉각속도를 Fig. 1의 네가지 조건으로 변화 시키며, 유리를 한쪽에만 접합시킨 시편과 양면에 모두 접합시킨 시편을 제조하여 Anstis가 제안한 식을 사용하여 잔류응력 분포를 조사하였다. Fig. 8에는 냉각속도를 변화시키면서 한쪽에만 유리를 용착시킨 시편의 잔류응력분포를 보였다 유리 및 페라이트에 걸린 잔류응력은 계면으로부터 시편의 내부로 갈수록 감소하며 냉각속도가 느릴수록 감소하는 것을 알 수 있다. 시편의 중앙으로부터 유리가 없는 쪽으로는 약간의 압축응력이 관측되는데 이는 유리의 계

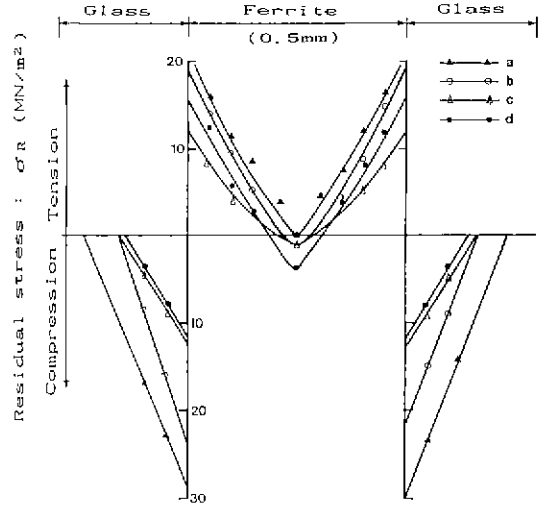


Fig. 9. Residual stress distributions of two side glass bonded ferrite specimens continuously cooled with (a) 10°C/min., (b) 5°C/min. and (c) 1°C/min. rate, and cooled (d) 5°C/min. interrupted by 450°C, 1 hr. holding.

면으로부터 페라이트에 인가되는 인장잔류응력에 의한 반작용으로서 발생되는 것으로 생각된다. 동일 냉각속도에서 450°C, 1시간 유지시킨 경우에는 연속 냉각시킨 시편보다 잔류응력이 감소됨을 알 수 있으며 이에 따라 페라이트에서 잔류응력이 0이 되는 부위가 계면에 가까이 형성되어 있음을 알 수 있다. 이는 유리에 형성되는 압축응력이 annealing 과정중 완화되기 때문에 이에 대한 응력의 평형을 이루기 위한 보상 현상으로부터 기인된 것으로 해석된다. 이로써 유리의 전이온도보다 약간 높은 온도에서 annealing시켜 주는 것이 효과적임을 알 수 있다.

페라이트의 양쪽 모두에 유리를 접합 시킬 경우에는 한쪽에만 유리를 접합시킨 경우인 Fig. 8의 결과가 합해지는 응력분포를 나타내리라고 예상할 수 있다. Fig. 9는 각 냉각 조건에 따라 양쪽면에 유리를 접합시킨 시편의 잔류응력 분포이다. Fig. 9에서와 같이 페라이트에 걸리는 인장 잔류응력은 계면으로부터 내부로 갈수록 감소하며 시편의 중앙에서는 450°C에서 1시간 유지한 시편을 제외하고는 거의 잔류응력이 발생되지 않은 것으로 관찰된다. 냉각속도가 느릴수록 냉각속도에 따른 잔류응력의 크기가 줄어들음을 알 수 있으며, 유리의 경우는 냉각속도가 느려짐에 따라 잔류응력분포의 기울기가 급격히 완만해지지만 페라이트의 경우는 거의 유사한 기울기에

Table 3. Mean Values of Residual Stress of Two Side Glass Bonded Ferrite Specimens with Cooling Rate

Cooling Rate	Residual Stress
10°C/min	10 MN/m ²
5°C/min	8 MN/m ²
5°C/min & 450°C, 1 hr Holding	6 MN/m ²
1°C/min	5 MN/m ²

서 그 크기만 조금씩 감소하는 것으로 나타났다. 유리의 경우는 페라이트와 같은 결정이 아니라 viscous flow를 갖는 과냉각된 액체(supercooled liquid)로서 전이온도 이상에서는 구조재배열(structural rearrangement)을 할 수 있는데 이는 온도와 시간에 비례하는 동역학적 물성이다. 전이점 부근에서 구조 재배열을 통한 평형 상태에 도달할 수 있는 시간이 충분할 수록 냉각 후 부피 차이에 의한 응력 발생이 적어진다. 그러므로 5°C/min의 속도로 냉각시 450°C에서 1시간 유지시킨 경우 잔류응력이 감소함을 알 수 있으며, 특히 유리부위에서의 효과가 큼을 알 수 있다. 또한 계면 근처의 응력은 유리의 압축응력과 페라이트의 인장응력의 크기 차이가 냉각속도가 느릴수록 감소하여 1°C/min의 경우 계면에서 거의 유사한 값을 갖게 된다. 결론적으로 유리쪽에 발생하는 잔류응력이 냉각속도에 더 민감한 것을 알 수 있다.

페라이트에 생성된 냉각속도에 따른 잔류응력을 상대적으로 비교하기 위하여 잔류응력의 분포를 평균하여 계산한 결과를 Table 3에 나타내었다. 냉각속도가 10°C/min, 5°C/min, 1°C/min으로 느려짐에 따라 잔류응력은 각각 10 MN/m², 8 MN/m², 5 MN/m²으로 줄어들었으며, 5°C/min의 속도로 냉각시 450°C에서 1시간 유지시킨 경우의 평균 잔류응력은 6 MN/m²으로 감소되어 annealing 효과가 나타남을 알 수 있다. 페라이트의 자기적특성을 고려할때 잔류응력이 5 MN/m²으로 가장 작게 발생하는 1°C/min의 냉각속도를 가지는 시편의 경우 다른 냉각속도의 시편보다 상대적으로 고온에서의 유지시간이 길기 때문에 고온에서 유리와 페라이트의 반응층 형성으로 인해 초기투자율을 저하가 발생할 수 있다⁷⁾. 그러므로 잔류응력 감소효과를 나타내면서 반응층 형성을 억제시킬 수 있는 유리의 전이온도보다 약간 높은 온도에서 annealing을 하여준 450°C, 1시간 유지 시편의 경우가 자기적 특성저하의 억제면에서 가장 바람직한 것으로 판단되나, 본 실험결과 여러조건에서 계산된 잔류응력이 자기헤드에 미치는 영향은 유리와 접합된 페라이트의

초기투자율을 측정하여 그 상관관계로부터 유추하여야 할 것으로 생각된다.

4. 결 론

페라이트와 유리를 접합 후 Vicker's indentation 방법을 이용하여 crack의 길이로부터 잔류응력을 분석하였다.

한쪽에만 유리를 접합시킨 페라이트의 경우 페라이트와 유리에 각각 인장응력, 압축응력이 잔류하였으며, 그 크기는 페라이트와 유리의 계면에서 가장 크고 멀어질수록 감소하였다. 양쪽 모두에 유리를 접합시킨 경우는 한쪽에만 유리를 접합시킨 결과가 합해지는 응력 분포가 나타났다.

접합 후 냉각시 냉각속도가 느릴수록 페라이트와 유리 모두 잔류응력이 감소하였으며, 페라이트에서의 평균 잔류응력은 냉각속도가 10°C/min, 5°C/min, 1°C/min으로 느려짐에 따라 각각 10 MN/m², 8 MN/m², 5 MN/m²으로 감소하였다. 5°C/min의 속도로 냉각시 450°C에서 1시간 유지시킨 경우의 잔류응력은 6 MN/m²으로 감소되어, 냉각시 유리의 전이온도보다 약간 높은 온도에서 annealing시킬 경우 잔류응력 감소 효과가 나타났으며, 이러한 경향은 유리부위에서 더 민감하게 나타났다.

REFERENCES

1. E. Hirota and K. Kuguniya, "Ferrites for Magnetic Recording Heads," *Nat. Tech Rep.*, **22**(6), 753-773 (1976).
2. E.C. Snelling, "The Effects of Stress on some Properties of Mn-Zn Ferrite," *IEEE. Trans Mag Mag-10*, 616-618 (1974).
3. K. Aso, "Mechanically Induced Anisotropy and its Effects on Magnetic Permeability in Single Crystal Ferrite," *IEEE. Trans. Mag Mag-14*(2), 76-81 (1978).
4. K. Kuguniya, "Ceramic Materials for Magnetic Heads," *Ceram. Bull.*, **69**(4), 696-702 (1990).
5. 홍국선, 제혜준, 장성도, "VCR자기헤드용 접합유리," *요업재료의 과학과 기술*, **6**(4), 290-298 (1991).
6. T. Yonezawa, K. Yokoyama and N. Ito, "Residual Stresses of Mn-Zn Ferrite Polished Surface and Effect on Magnetic Properties," *Nat. Tech Rep.*, **25**(1), 6-17 (1979).
7. S. Kawahara and S. Toyota, "Stress Dependence of Magnetic Properties of Ferrite," *Sumimoto Tokushu Kinzoku Giho*, **9**, 57-62 (1987).
8. D.B. Marshall and B.R. Lawn, "An Indentation Tech-

- nique for Measuring Stresses in Tempered Glass Surfaces," *J. Am. Ceram. Soc.*, **60**(1-2), 86-87 (1977).
9. B.R. Lawn and E.R. Fuller, "Equilibrium Penny-like Cracks in Indentation Fracture," *J. Mat. Sci.*, **10**, 2016-2024 (1975).
 10. A.G. Evans and E.A. Charles, "Fracture Toughness Determination by Indentation," *J. Am. Ceram. Soc.*, **59** (7-8), 371-372 (1976).
 11. B.R. Lawn, A.G. Evans and D.B. Marshall "Elastic/Plastic Indentation Damage in Ceramics: The Median/Radial Crack System," *J. Am. Ceram. Soc.*, **63**(9-10), 574-581 (1980).
 12. G.R. Anstus, P. Chantikul, B.R. Lawn and D.B. Marshall, "A Critical Evaluation of Indentation Techniques for Measuring Fracture Toughness: I. Direct Crack Measurements," *J. Am. Ceram. Soc.*, **64**(9), 533-538 (1981).
 13. K. Niihara, R. Morena and H. Hasselman, "Evaluation of K_{Ic} of Brittle Solids by the Indentation Method with Low Crack-to-Indent Ratio," *J. Mat. Sci. Lett.*, **1**, 13-16 (1982).
 14. K. Tanaka, Y. Kitahara, Y. Ichinose and T. Ilmura, "Fracture Analysis of Single Crystal Manganese Zinc Ferrites Using Indentation Flows," *Acta. metal.*, **32**(10), 1719-1729 (1984).
 15. N.P. Bansal and R.H. Doremus, *Hand Book of Glass Properties*, pp 306-336. Academic Press., 1986.
 16. M. Yamamoto, J. Watanabe and H. Suenaga. "Light Figures and Surface Structures Developed by Chemical Etching of Mn Ferrite, Zn Ferrite and some Mn-Zn Ferrite Crystals," *應用物理*, **36**(8), 626-634 (1967).
 17. T. Nishikawa, Y. Okamoto and S. Inakami. "Fracture Toughness of Mn-Zn Ferrite Single Crystal," *Yogyo-Kyokai-Shi*. **91**(4), 149-156 (1983).