

열처리 온도와 시간에 따른 비대칭 자기 이력 곡선의 변화

신경호

한국과학기술연구원 금속연구부
서울특별시 성북구 하월곡동, 136-791

민성혜 · 이장로

숙명여자대학교 물리학과
서울특별시 용산구 청파동, 140-742

(1995년 6월 26일 받음, 1995년 7월 18일 최종수정본 받음)

Co계 비정질 강자성 합금을 1 Oe 이하의 작은 자장 중에서 큐리 온도 이하로 열처리하면 재현성 있는 비대칭 자기 이력곡선이 얻을 수 있다는 사실이 보고된 바 있다. 열처리시 자장의 방향을 (+)라고 하면 (+)에서 (-)에로의 자화반전은 단 한 번의 비가역적인 Barkhausen jump에 의해서 이루어지며, (-)에서 (+)로의 자화반전은 완만하고 가역적이다. 이때 이력곡선의 기울기는 시료의 반자장에 의해 결정된다. 이러한 현상을 비대칭 자화반전이라 한다. 이력곡선의 모양과 재현성은 열처리시 가하는 자장의 크기, 열처리 온도와 시간, 열처리 분위기 등 열처리 조건과 합금의 조성에 따라 크게 바뀐다.

본 연구는 영자왜 조성인 $(Fe_{0.06}Co_{0.94})_{75}Si_{10}B_{15}$ 비정질 자성 합금을 100 mOe의 자장하에서 열처리할 때 열처리 온도와 시간이 비대칭 자화반전에 미치는 영향에 대한 것이다. 비대칭 자화 반전 효과는 비교적 높은 온도에서 짧은 시간에 생성되나 열처리 시간이 길어질수록 안정화된다.

I. 서 론

1981년 H. Fujimori 등[1]이 Fe-Co-Si-B 합금에서, 1983년 L. Köszegi 등[2]이 Fe-B, Fe-Ni-B, Co-Ni-Fe-Si-B 합금에서, 큐리온도 이하에서 열처리한 후 perminvar like reentrant 자기 이력 현상을 발견하였다. 초기에 바람직하지 않게 여겨졌던 비정질 리본의 연자성적 성질을 손상시키는 perminvar 효과가 Wiegand type pulse generator나 자기 센서 재료에의 응용성이 보고되면서 이러한 효과를 향상시키기 위한 연구가 이루어졌다. 예를 들면 1984년 J. Yamasaki 등[3]과 1991년 R. Schäfer 등[4]이 Fe-Co-Si-B 비정질 리본에서 Ar, N₂ 분위기에서 자장열처리한 후 이러한 효과를 실현할 수 있었다. 특히 1992년에는 K. H. Shin 등[5]이 Co계 비정질 강자성 합금에서 큐리온도 이하에서 산화 분위기인 대기중에서 자장 열처리한 후 재현성이 높고 안정적이며 뚜렷한 비대칭 자기 이력 현상을 발견하였다.

Fig. 1(a)는 영자왜 조성인 $(Fe_{0.06}Co_{0.94})_{75}Si_{10}B_{15}$ 비정질 합금 리본의 정자기 이력곡선이다. Fig. 1(b)는 열처리시 외부 자장의 크기를 100 mOe로 하여 380°C 에서 8 시간 열처리한 후 상온에서 그린 이력 곡선으로, Fig. 1(a) as-cast 리본의 이력 곡선과는 큰 차이를 보이고 있

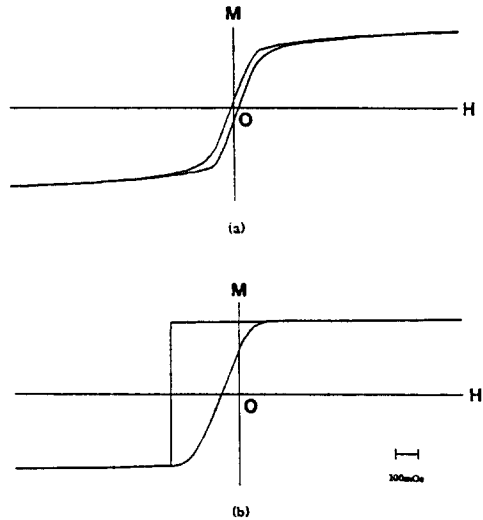


Fig. 1. Hysteresis loops of amorphous ribbon, (a) as-cast, (b) after annealing in a field of 100 mOe for 8 hours at 380°C.

다. 열처리시 인가해 준 외부 자장의 방향을 (+)라고 하면 측정 자장의 방향이 (+)에서 (-)로 변할 때 자화의

변화가 없다가 어느 임계 자장값(H_j)에 이르러서야 단 한 번의 비가역적인 Barkhausen jump를 하면서 자화 반전이 일어난다. 한편, 측정 자장의 방향이 (-)에서 (+)로 변할 때는 자화의 반전이 가역적이며 완만하다. 이처럼 가역적인 자화 반전을 하는 부분과 비가역적인 자화 반전을 하는 부분이 비대칭을 이루는데 이러한 현상을 비대칭 자화 반전(Asymmetric Magnetization Reversal)이라 한다. 비대칭 자기 이력 현상은 열처리 온도와 시간 등 열처리 조건에 민감하게 의존한다.

본 연구에서는 영자왜 조성인 $(Fe_{0.06}Co_{0.94})_{75}Si_{10}B_{15}$ 비정질 자성 합금에서 열처리 온도와 시간 등 열처리 조건이 비대칭 자화 반전에 미치는 영향에 대해 알아보았다.

II. 실험 방법

영자왜 조성인 $(Fe_{0.06}Co_{0.94})_{75}Si_{10}B_{15}$ 비정질 합금 리본은 진공중 급냉응고장치를 이용하여 제조하였다. chamber 내의 압력이 Ar 60 mmHg 분위기, 선속도는 50 m/sec의 조건으로 제조하였으며, 제조된 비정질 합금 리본의 폭은 0.9 mm, 두께는 $20 \pm 1 \mu m$ 였다.

실험의 재현성을 위해서는 열처리할 때나 자기특성을 측정할 때 무자장 분위기를 유지하는 것이 중요하다. 그래서 X, Y, Z축으로 각각 직교시킨 세 쌍의 Helmholtz coil을 이용하여 0 ± 3 mOe의 무자장 조건을 구현하였다. Helmholtz coil의 자장은 2 Oe 이하의 미세 자장을 측정할 수 있는 fluxgate magnetometer를 이용하여 측정하였다.

비정질 합금 리본의 열처리로는 직경 25 mm 석영관에 비자성의 열선을 자장이 발생하지 않도록 무유도 권선 방식으로 감은 것을 사용하였다. 영자왜 조성인 $(Fe_{0.06}Co_{0.94})_{75}Si_{10}B_{15}$ 비정질 합금 리본의 자장 열처리기는 75 mm로 미리 자른 리본을 길이 방향으로 100 mOe의 자장을 인가하면서 행하였다. 열처리 온도는 200 °C에서 460 °C로 변화하였고 열처리 시간은 1분에서 16시간까지 변화시켰으며 공기중에서 행하였다. 열처리후 시편을 고정된 채 열처리로를 움직여 차가운 공기에 시편을 노출시킴으로써 주어진 자기장에서 가능한 빨리 냉각시켰다.

자장 열처리한 리본의 자기 특성은 bucking coil로 보정시킨 pick-up coil과 fluxmeter를 이용하여 상온에서 자기 이력곡선을 그린 후, 이력 곡선으로부터 자기 특성을 구하였다. as-cast 리본의 포화자화값은 VSM (Sample Vibrating Magnetometer)을 이용하여 측정하였다. 급냉 리본과 자장 열처리한 리본의 depth profile을 Auger Electron Spectroscopy로 관찰하였다. 스

파터율은 약 478 Å/min이었다. 급냉 리본과 열처리한 리본의 결정 형성 여부 등 구조 분석은 X-선 회절 실험으로 조사하였다. 측정은 Ni-filtered Cu K_{α} 를 사용하여, 스텝 0.05°, 주사속도 2°/min로 하여 행하였다. 비정질 리본의 결정화 온도를 조사하기 위해 시열차분석(DTA) 실험을 하였다. DTA 실험은 리본을 2~3 mm 크기로 자른 후 백금 도가니에 넣고 Ar 분위기 중에서 상온에서 600 °C까지 5 °C/min의 승온 속도로 가열하였다.

III. 실험 결과 및 고찰

1. 비대칭 자기 이력 곡선에서의 자기 특성값의 정의

$(Fe_{0.06}Co_{0.94})_{75}Si_{10}B_{15}$ 비정질 합금 리본을 리본의 길이 방향으로 100 mOe의 자장을 인가하여 적당한 온도에서 충분한 시간동안 열처리를 하면 한번의 비대칭 자화 반전을 보인다. 비정질 합금 리본은 자장 열처리를 한 후, 열처리시에 가해진 자장의 방향으로 자화가 안정됨에 따라 열처리 직후의 자화상태는 열처리시 외부자장의 방향으로 거의 포화가 되어 있어서 측정자장의 방향을 열처리시 자장의 방향과 반대 방향으로 인가할 때 임계 자장값에

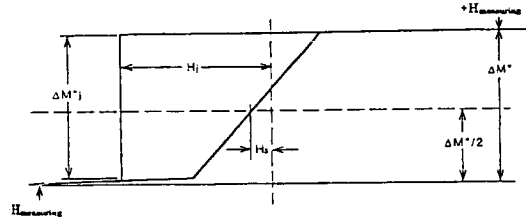


Fig. 2. Schematic AMR loop identifying characteristic quantities.

H_j : the jump field,

the negative field at which a magnetization jump occurs after annealing in a positive field.

H_s : the shift field,

the field by which the reversible part of the loop is shifted from $H = 0$.

ΔM_j^* : the magnetization jump,

the change in magnetization at H_j , normalized to the change in magnetization for a field change from +1000 (or +1500) to -1000 (or -1500) mOe of an as-cast amorphous ribbon.

ΔM^* : the reversible magnetization,

the total change in magnetization for a field change of +1000 (or +1500) to -1000 (or -1500) mOe normalized to the same change in as-cast ribbon.

이러려서야 단 한번의 비가역적인 Barkhausen jump를 하면서 자화반전이 일어난다. 이 때 임계 자장값을 jump field H_j 라고 한다. 측정자장의 방향이 열처리시 자장의 방향일 때는 자화의 과정이 가역적이며 완만하다.

Fig. 2에 단 한번의 비가역적인 Barkhausen jump를 갖는 비대칭 자기 이력 곡선에서 나타나는 자기 특성값들을 정의하였다.

2. 열처리 온도와 시간에 따른 비대칭 자기 이력 곡선의 변화

자기 이력 곡선의 모양은 열처리시 온도에 민감하게 의존한다. Fig. 3은 대기중에서 100 mOe를 리본의 축 방향으로 인가하여 200 °C ~ 460 °C의 온도 구간에서 8시간 열처리한 후, 상온에서 그린 이력 곡선이다.

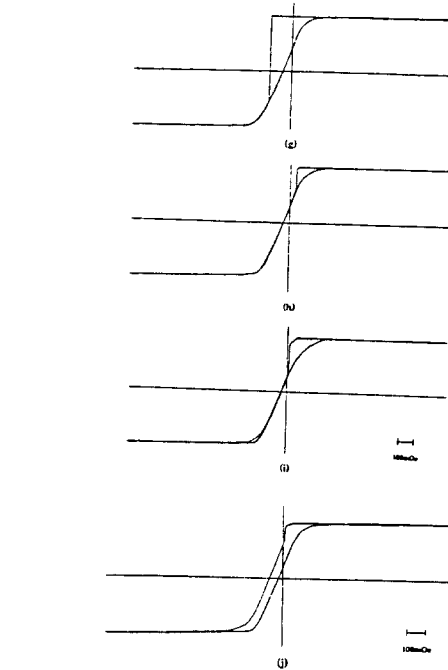
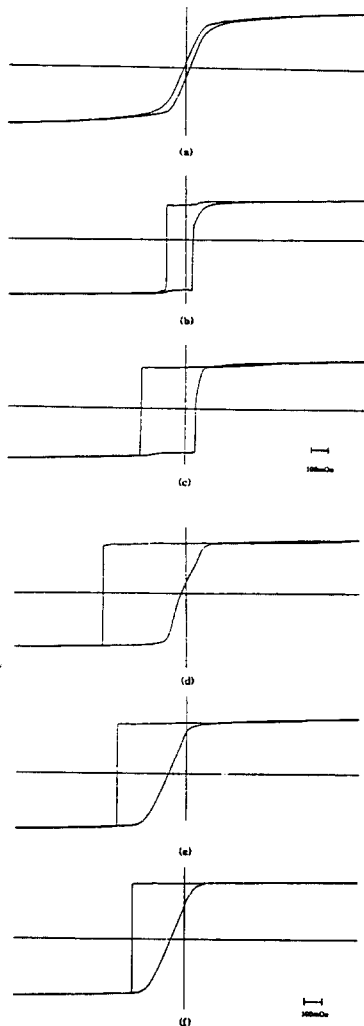


Fig. 3. Hysteresis loops of amorphous ribbon annealed in 100 mOe for 8 hours : maximum measuring field 1000 mOe. (a) as-cast, (b) 200°C, (c) 300°C, (d) 340°C, (e) 360°C, (f) 380°C, (g) 400°C, (h) 420°C, (i) 440°C, (j) 460°C.

비교적 온도가 낮은 200 °C, 300 °C에서는 자기적 포화 상태가 양방향으로 안정하여 측정자장의 방향이 원점에서 (+)방향 혹은 (-)방향으로 바뀔 때 두개의 H_j 에서 각각의 Barkhausen jump에 의해 자화반전을 하였다. 한편, 340 °C 이상의 온도에서 한번의 Barkhausen jump에 의해 자화반전을 한다. 360 °C 이하의 온도에서도 비대칭 자화반전 효과가 현저하게 나타나지만 (+)자장 부분에서 부곡선(minor loop)을 가지고 있음을 볼 수 있다. 360 °C 이하에서 열처리된 시편이 부곡선을 갖는 것은 주어진 열처리 온도에서 시편을 자기적으로 포화시키기에는 100 mOe가 충분하지 않았음을 의미한다. 380 °C에서 비대칭 자화반전 효과가 가장 뚜렷하였으며 그 이상의 온도에서는 비대칭 자화반전 효과가 점점 약화되어 460 °C에서는 매우 빈약한 Barkhausen jump를 보인다. 한편, 460 °C에서 보자력이 상당히 커져 있는 것은 부분적인 결정화가 진행되었음을 나타낸다.

온도에 따른 jump field H_j 값의 변화를 Fig. 4에 나타내었다. H_j 의 평균 값은 340 °C, 360 °C에서 400 mOe 이상으로 비교적 큰 값을 갖는다. 380 °C이상의 온도에서

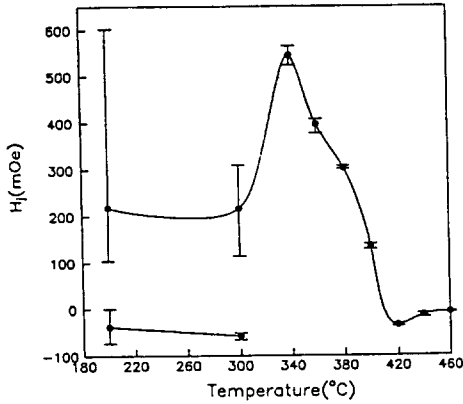


Fig. 4. Variation of H_j with annealing temperature annealed in 100 mOe for 8 hours.

H_j 의 평균값으로부터 최소값과 최대값의 변화가 적어 안정되어 있음을 볼 수 있다.

안정된 비대칭 자화반전 곡선을 얻기 위해서는 일정 시

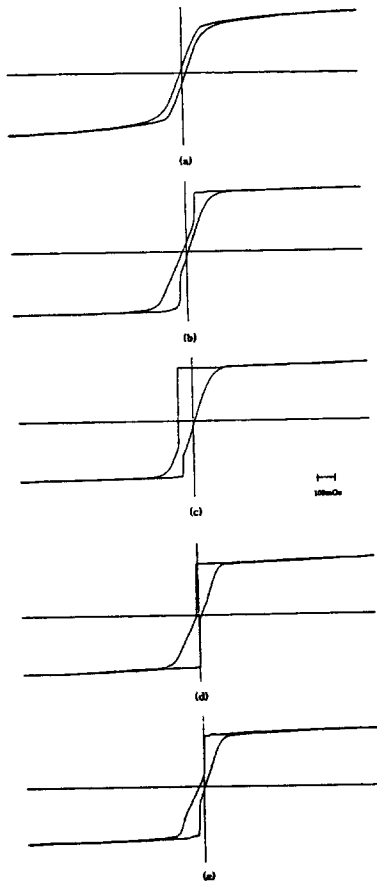


Fig. 5. Hysteresis loops of amorphous ribbon annealed in 100 mOe at 380 °C. (a) as-cast, (b) 1 min, (c) 10 min, (d) 30 min, (e) 1 hours, (f) 2 hours, (g) 4 hours, (h) 8 hours, (i) 16 hours.

간 이상의 열처리 시간을 필요로 한다. Fig. 5는 100 mOe를 리본의 길이 방향으로 인가하여 380 °C에서 1, 10, 30분, 1, 2, 4, 8, 16시간 동안 열처리한 후 그린 이력 곡선이다.

1시간 이하의 열처리 시간에서는 열처리 온도가 낮을 때와 같이 두 번의 Barkhausen jump에 의해 자화반전을 하였다. 2시간 이상의 열처리 시간에서 비대칭 자화반전 효과가 현저하나 (+)자장 부분에서 부곡선을 가진다. 8시간, 16시간에서 비대칭 자화곡선이 뚜렷하고 충분히 안정됨을 볼 수 있다.

시간에 따른 jump field H_j 값의 변화를 Fig. 6에 나타내었다.

1시간 이하의 열처리 시간에서 H_j 는 두개의 값을 가지며 불안정하여 최소값과 최대값의 변화값이 크며, 열처리 시간이 2시간 이상이 되었을 때 안정됨을 알 수 있다.

이상과 같은 실험결과로부터 100 mOe를 리본의 축방향으로 인가하여 열처리할 경우 380 °C에서 2시간 이상

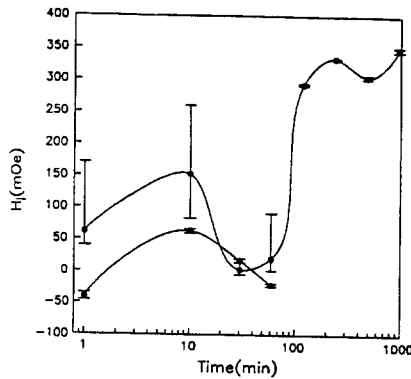


Fig. 6. Variation of H_j with annealing time annealed in 100 mOe at 380 °C.

열처리할 때 안정되고 뚜렷한 비대칭 자화반전 곡선을 얻을 수 있음을 알 수 있다.

Fig. 7은 열처리 온도와 시간에 따른 H_j 의 변화를 측정장 1000 mOe를 인가하여 10회 정도 측정 후 그 평균값

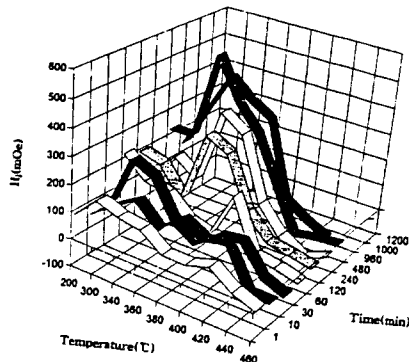


Fig. 7. Variation of H_j with annealing temperature and time.

으로 나타내었다. 비교적 안정된 값을 가지는 340 °C 이상, 2시간 이상의 열처리 온도와 시간에서 보면 비교적 낮은 온도인 340 °C, 360 °C에서는 열처리 시간이 증가함에 따라 H_j 가 증가하여 포화값에 도달하였으며, 420 °C 이상 높은 온도에서는 열처리 시간에 관계없이 포화되었다. 340 °C와 420 °C 사이 온도에서 각 온도에 필요한 만큼 충분한 시간동안 열처리한 경우 H_j 는 열처리 온도가 증가할수록 감소하였다. H_j 가 열처리 온도가 증가함에 따라 감소하는 것은 유도 자기 이방성이 온도가 증가함에 따라 감소하였기 때문이다[6].

jump field H_j 가 열처리 온도가 증가함에 따라 감소하는 것을 이론적으로 살펴보자.

H_j 는 다음과 같은 값에 의해 결정된다[7].

$$H_j(K_u, \alpha) = H_k + \Delta H_d(a) - H_D + H_s \quad (1)$$

이때 각 값들은 다음과 같다.

H_k : Induced anisotropy field

$\Delta H_d(a)$: Demagnetizing field in reverse domain

H_D : Demagnetizing field

H_s : Shift field

K_u : Induced uniaxial magnetic anisotropy

a : Reverse domain size

먼저 induced anisotropy field H_k 를 계산해 보자.

$$\begin{aligned} H_k &= \alpha \frac{K_u}{I_s} \quad (\alpha = 1^{[1]}, 1.4^{[3]}, 2^{[8]}, \frac{\pi}{3}^{[9]}) \\ &= AK_u \quad (A = \frac{\alpha}{I_s}) \end{aligned} \quad (2)$$

K_u 는 다음과 같은 값을 갖는다[10]. 아래 (3)식의 M_s 는 (2)식의 I_s 와 같이 포화자화값을 나타내며, x 는 두 종류의 금속으로 이루어진 합금내에 한 종류의 금속의 원자 함유량을 나타낸다.

$$\begin{aligned} K_u &= -\frac{A}{kT_a} [M_s(T_a) / M_s(0)]^2 \\ & [M_s(T) / M_s(0)]^2 x^2(1-x)^2 \\ & \propto \frac{M_s(T_a)^2}{T_a} \end{aligned} \quad (3)$$

즉 K_u 는 온도에 반비례하고 자화의 제곱에 비례하는 값을 가진다.

VSM으로 측정된 각 온도에서의 비정질 자성 합금의 자화값을 이용하여 유도 자기 이방성을 계산하였으며, 열처리 온도에 따른 K_u 의 변화를 Fig. 8에 나타내었다. 8시간 정도로 충분한 시간 동안 열처리한 경우, 주어진 온도 구간에서는 열처리 온도가 증가함에 따라 유도 이방성은 거의 선형적으로 감소하였다.

다음, 리본의 반자장을 구해보자.

$$H_D = L \times I_s \quad (4)$$

여기서 L 은 리본축의 반자장 상수로 리본의 모양을 general ellipsoid라고 가정할 때 다음과 같은 값을 가진

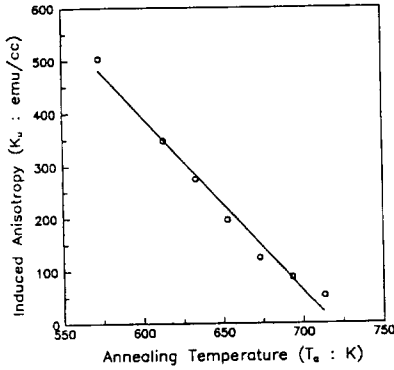


Fig. 8. K_u as a function of annealing temperature T_a .

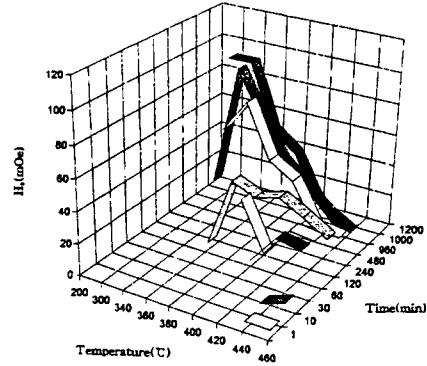


Fig. 9. Variation of H_s with annealing temperature and time.

다[11].

$$\frac{L}{4\pi} = \frac{bc}{a^2} \left(\ln \left(\frac{4a}{b+c} \right) - 1 \right) \quad (5)$$

리본의 길이 $a = 7.5$ cm, 폭 $b = 0.09$ cm, 두께 $c = 0.002$ cm 일때, 반자장 상수 $L = 1.93 \times 10^{-4}$ 의 값을 가진다. VSM으로 측정된 상온에서의 포화자화 I_s 는 718 emu/cc 였다. 따라서 H_D 는 다음과 같은 값을 갖는다.

$$\begin{aligned} H_D &= L \times I_s \\ &\cong 138 \text{ mOe} \end{aligned} \quad (6)$$

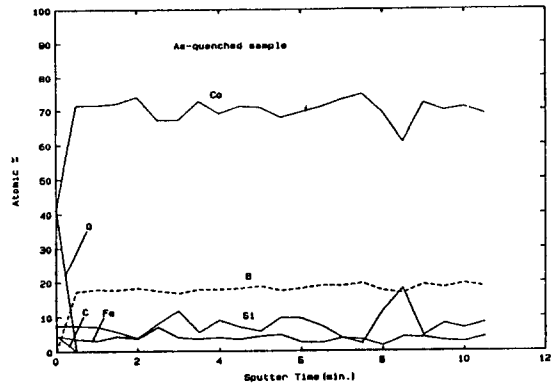
측정한 자기 이력 곡선으로부터 구한 shift field, H_s 는 77 mOe였다.

따라서 jump field H_j (mOe)는 다음과 같이 표현될 수 있다.

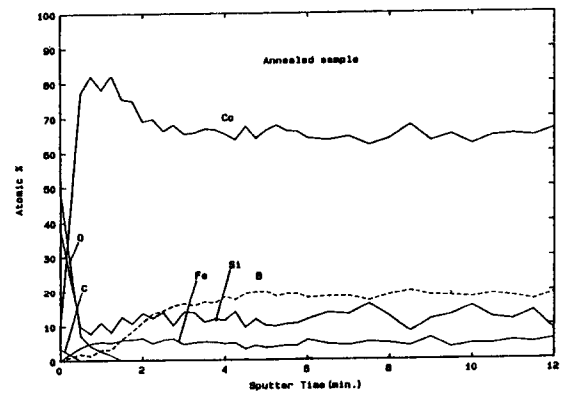
$$H_j = AK_u + \Delta H_d(a) - 61 \quad (7)$$

역자구의 반자장은 열처리 온도와 시간에 직접적으로 변화하는 값이 아니기 때문에 H_j 는 유도 이방성 K_u 에 비례하게 된다. 따라서 유도 자기 이방성이 열처리 온도가 증가함에 따라 감소하게 되므로 jump field H_j 가 온도가 증가함에 따라 감소하게 된다. 이것은 Fig. 7에서 열처리 온도와 시간에 따른 H_j 의 변화를 잘 설명하여 준다.

Fig. 9는 한번의 Barkhausen jump에 의해 자화반전을 하는 비대칭 자화반전 곡선에서 가역적인 자화반전을 하는 부분이 $H = 0$ 에서 얼마만큼 이동 하였는가를 나타내는 shift field, H_s 값의 변화를 열처리 온도와 시간에



(a)



(b)

Fig. 10. Auger depth profiles of ribbon. (a) as-cast, (b) air-annealed, at 380 °C for 8 hours, including oxygen.

따라 나타내었다.

200 °C, 300 °C와 같이 낮은 온도와 1시간 이하의 짧은 열처리 시간에서는 H_s 가 나타나지 않았으며 340 °C에서는 8시간 이상, 360 °C, 380 °C에서는 2시간 이상 열처리를 하였을 때 H_s 를 측정할 수 있었다. 440 °C이상의 높은 온도에서는 열처리 시간에 무관하게 H_s 를 측정할 수 있었다. 또한 H_s 값은 열처리 온도가 증가할수록 감소하였다.

자기 이력곡선이 이동하는 주요한 원인은 자장 열처리시 유발되는 교환 자기 이방성 때문이다. 교환 자기 이방성은 큰 자기 이방성을 가지는 층과 bulk층간의 교환결합에 의해 유발된다. 급냉 리본과 380 °C에서 8시간 열처리한 리본의 depth profile을 Auger Electron Spectroscopy를 이용하여 조사해 보았다(Fig. 10). 급냉 리본의 경우 산화층이 약 239 Å임에 비해 열처리한 리본의 경우 산화층이 약 717 Å으로 3배 이상 증가하였다. 표면에서 산화층의 형성은 B를 감소시키는데, 표면층에서 B의 감소는 비정질 리본의 결정화 온도를 낮추어 380 °C 열처리 온도에서 부분적으로 결정이 생성되게 한다. B이 감소한 전이층에서 결정 생성은 비정질의 bulk 리본보다 더 큰 자기 이방성을 가지게 되며[12] 연자성의 비정질 bulk 리본과 exchange coupling을 하게된다[13, 14]. 이러한 구조가 비대칭 자화반전의 물리적 기원의 하나로 생각된다.

H_s 를 계산해 보면 다음과 같다[15].

$$H_s = \frac{\Delta\sigma}{2I_s t} \quad (8)$$

이때 $\Delta\sigma$ 는 측정 자장의 방향이 열처리시 인가해준 자장의 방향과 평행할 때와 반평행할 때에 전이층과 연자성 bulk 리본의 계면에서 단위 면적당 에너지 차이이다. I_s 와 t 는 bulk 리본의 자화와 두께이다. 측정자장의 방향이 열처리시 인가해준 자장의 방향과 평행할 때 자벽은 존재하지 않는다. 반면 jump field H_j 보다 더 큰 자장을 반평행한 방향으로 인가하면 자벽이 bulk 리본의 계면에서 생성된다. 자벽이 bulk 리본의 양면에 형성이 되므로 $\Delta\sigma = 2 \times 4 (AK_u)^{1/2}$ 가 된다. 따라서 H_s 는 다음과 같은 값을 갖게 된다.

$$H_s = \frac{8(K_u)^{1/2}}{2I_s t} \quad (9)$$

이방성 상수 K_u 는 온도가 증가함에 따라 감소하는 값

을 가지므로 H_s 는 온도가 증가하면서 감소하게 된다. 이것은 Fig. 9에서의 결과와 잘 일치한다.

이상과 같은 실험결과로 부터 비대칭 자화반전 효과는 340 °C 이상의 온도에서 비교적 오랜 시간 열처리를 하였을 때 얻을 수 있음을 알았다. 또한 온도가 높아질수록 비대칭 자화반전 효과를 얻는데 필요한 열처리 시간은 짧아지며, 같은 온도에서 열처리하는 경우에는 열처리 시간이 길어질수록 안정된다. 따라서 비대칭 자화반전 효과는 열적 활성화 과정에 의해 생성됨을 알 수 있다.

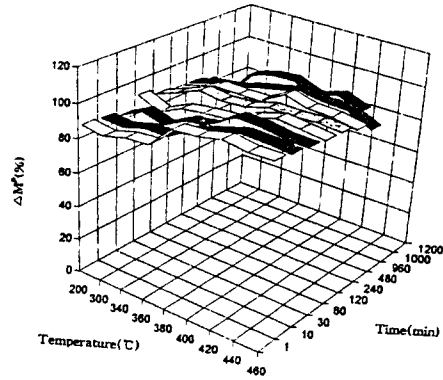


Fig. 11. Variation of ΔM^* with annealing temperature and time.

Fig. 11은 열처리 온도와 시간에 따른 reversible magnetization ΔM^* 의 변화를 나타낸 것이다.

ΔM^* 는 360 °C 이하의 온도에서 약 83 ~ 98 %의 값을 가진다. ΔM^* 의 변화는 열처리한 시편의 포화 정도를 설명할 수 있는데 이렇게 자화량이 줄어든 것은 표면에서의 산화층 형성과 자벽 고착에 의해 부동의 자화의 생성에 기인한다. 380 °C 이상 온도에서 ΔM^* 가 100 % 이상 증가한 것은 100 mOe의 외부 자장에 의해서도 리본이 대부분 자기적으로 포화되어 리본 방향으로 일축 자기 이방성이 유도되어 작은 외부 자장으로 측정할 때 자화량 증가 효과가 산화층 형성과 부동층 생성에 의한 자화량 감소 효과를 능가하기 때문으로 보여진다. 이러한 해석을 통하여 Fig. 11에 나타난 바와 같이 ΔM^* 이 (Fe_{0.06}Co_{0.94})₇₅Si₁₀B₁₅ 합금의 Curie temperature로 알려진 400 °C에서 최대값을 가진다는 사실을 잘 설명할 수 있다.

Fig. 12는 Magnetization jump ΔM_j^* 의 변화를 나타내었다. ΔM_j^* 는 380 °C에서 8시간 이상 열처리 하였을 때 포화가 되어 94 % 이상의 최대 자화 반전값을 보였다.

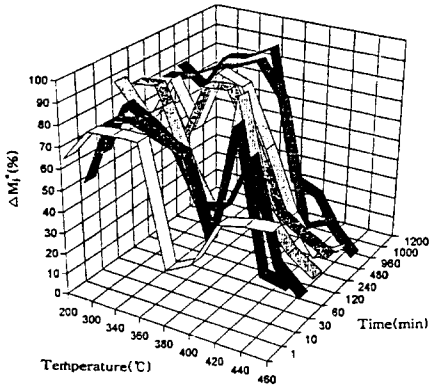
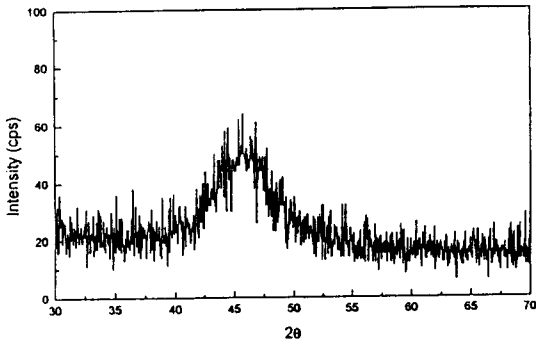
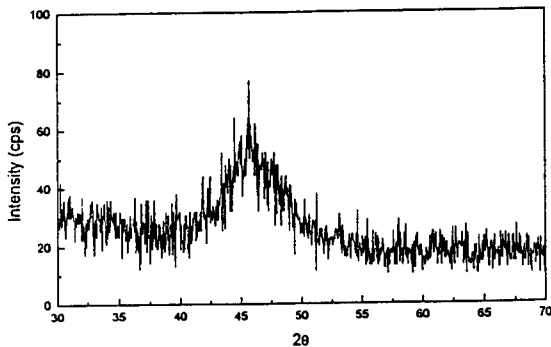


Fig. 12. Variation of ΔM_s^* with annealing temperature and time.

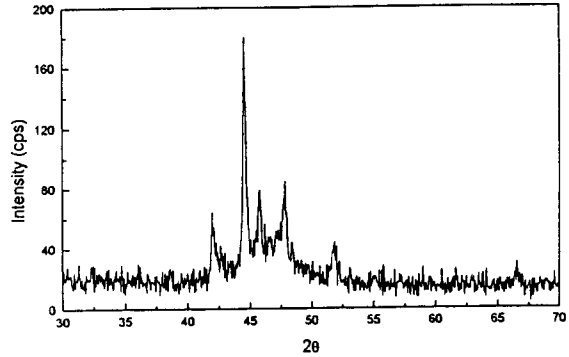
460 °C에서 16시간 열처리를 하였을 경우 측정자장의 크기를 1000 mOe를 인가하였을 때 자기 특성값을 측정할 수 없었다. 그 원인을 알아보기 위해 VSM을 이용하



(a)



(b)



(c)

Fig. 13. Variation of X-ray diffraction patterns with annealing temperature. (a) as-cast, (b) annealed at 380°C, (c) annealed at 460°C.

여 이 열처리 리본의 자화값을 상온에서 측정해 보았다. 460 °C에서 16시간 열처리한 리본은 900 Oe를 인가하였을 때 포화가 되었으며, 이때 자화값은 약 595 emu/cc였다. 460 °C에서 16시간 열처리를 하였을 때 포화 자화가 커진 것은 리본이 결정화되었기 때문이라 생각된다. 결정 형성 여부를 알아보기 위해 급냉 리본과 380 °C, 460 °C에서 열처리한 리본의 X-선 회절상을 조사했다 (Fig. 13). 단위 격자가 존재하지 않는 비정질의 급냉 리본은 단거리 질서에 의한 산만 산란으로 인해 42° ~ 50°에 걸쳐 넓은 halo의 X-선 회절상이 나타난다. 380 °C 열처리 리본의 경우 비정질상의 X-선 회절상이 급냉 리본과 크게 차이가 없었으나 460 °C 열처리 리본의 경우 약 45° 부근에서 크고 날카로운 결정 peak이 나타난 것을 볼 수 있다.

IV. 결 론

1. 영자왜 조성을 갖는 $\text{Co}_{70.5}\text{Fe}_{4.5}\text{Si}_{10}\text{B}_{15}$ 비정질 자성 합금을 대기중에서 100 mOe의 자기장을 리본의 축 방향으로 인가하여 360 °C ~ 400 °C의 온도에서 8시간 열처리함으로써 안정하고 뚜렷한 비대칭 자화 반전을 구현할 수 있었다. 적정 온도보다 낮은 온도의 열처리에 의해서는 자기적 포화 상태가 양방향으로 안정한 B-H loop를 가졌으며, 420 °C 이상의 온도에서는 온도가 높을수록 비대칭 자화반전 현상이 점점 약화되었다.
2. 영자왜 조성의 비정질 자성 합금을 380 °C에서 여러 가지 시간동안 열처리한 결과 1시간 이하의 열처리 시간

에서는 불안정하면서도 양방향으로 안정한 B-H loop를 가졌으며, 8시간 이상의 열처리에 의해서 안정하고 뚜렷한 비대칭 자화 반전 현상을 얻을 수 있었다.

3. '1' 항과 '2' 항의 실험 결과로부터 비대칭 자화반전현상은 열적 활성화 과정(thermally activated process)에 의해서 구현됨을 알 수 있었다.

참고 문헌

- [1] H. Fujimori, H. Yoshimoto, and T. Masumoto, J. Appl. Phys. **52**, 1893(1981).
- [2] L. Köszegi and H. Kronm ller, Appl. Phys. A **34**, 95(1984).
- [3] J. Yamasaki, K. Mori, K. Watari and K. Narita, IEEE Trans. Magn. **MAG-20**, 1855 (1984).
- [4] R. Schäfer, Wing K. Ho, J. Yamasaki, A. Hubert, and Floyd B. Humphrey, IEEE Trans. Magn., **MAG-27**, 3678(1991).
- [5] US Patent 5029291, July 2, 1991 : K. H. Shin, Y. Peter Zhou, and C. D. Graham, Jr., IEEE Trans. Magn. , **MAG-28**, 2772(1992).
- [6] H. Fujimori, S. Ohta, T. Masumoto, and K. Nakamoto, 'Proc. 3rd Int. Conf. on Rapidly Quenched Metals', Ed. B. Cantor, Vol. II, The Metals Society, London (1978) pp. 232.
- [7] Kyung-Ho Shin : Ph. D. Thesis, Univ. of Pennsylvania (1992).
- [8] X. Z. Dong and H. Kronm ller, Phys. Stat. Sol. (a) **70**, 451(1982).
- [9] H. Fujimori, 'Proc. 5th Int. Conf. on Rapidly Quenched Metals', Ed. S. Steeb, Vol. II, North-Holland (1984) pp. 1101.
- [10] H. Fujimori, Amorphous Metallic Alloys, Ed. F. E. Luborsky, Butterworths, London /Washington(1983) pp. 300.
- [11] J. A. Osborn, Phys. Rev., **67**, 351(1945).
- [12] M. Takahashi, F. Ono and K. Takakura, Japan. J. Appl. phys. **15**, 183(1976).
- [13] W. H. Meiklejohn and C. P. Bean, Phys. Rev. **102**, 1413(1956).
- [14] R. D. Hempstead, S. Krongelb and D. A. Thompson, IEEE Trans. Mag. **MAG-14**, 521 (1978).
- [15] A. P. Malozemoff, Phys. Rev. B **35**, 3699 (1987).

Variation of Asymmetric Hysteresis Loops with Annealing Temperature and Time

K. H. Shin

*Magnetic Thin Film Lab. Korea Institute of Science and Tecnology,
Seoul, 136-791 Korea*

S. H. Min and J. R. Rhee

*Dept. of Physics, Sookmyung Women's University,
Seoul 140-742 Korea*

(Received 26 June 1995, in final form 18 July 1995)

It has been reported that Co-based amorphous ferromagnetic alloys annealed in a small magnetic field develop a reproducible, asymmetric hysteresis loop. If the direction of the field during annealing is regarded as +, the magnetization reversal from - to + is smooth and reversible, with its slope determined by the demagnetizing field of the sample. This phenomenon is called the asymmetric magnetization reversal (AMR). The shape of the hysteresis loop depends sensitively on the condition during the anneal and the alloy composition. Here, we report on the effect of the annealing temperature and time on AMR in a zero magnetostrictive ferromagnetic amorphous alloy. The AMR effect develops in a very short time at a reasonably high temperature, but is stabilized by annealing for a prolonged time.