

# 고주파용 신연자성 합금

New Soft Magnetic Materials for High  
Frequency Applications

연구기관  
한국과학기술연구원

寄贈	
一九九二年九月二日	과학기술처 寄贈本

과 학 기 술 처

# 제 출 문

과학기술처장관 귀하

본 보고서를 “첨단요소기술사업”의 세부과제인 “고주파용 신연  
자성합금” 사업의 최종보고서로 제출합니다.

1992. 5. 9.

주관연구기관 : 한국과학기술연구원

협동연구기관 : 고려대학교, 전북대학교

총괄연구책임자 : 강일구 (한국과학기술연구원 연구위원)

연구 원 : 김희중 (한국과학기술연구원 책임연구원)

노태환 (한국과학기술연구원 선임연구원)

임상호 (한국과학기술연구원 선임연구원)

피우갑 (한국과학기술연구원 연구원)

위탁연구책임자 : 이 용 호 (전북대학교 교수)

신 용 돌 (전북대학교 대학원생)

김 인 수 (전북대학교 대학원생)

이 연 숙 (전북대학교 대학원생)

위탁연구책임자 : 이 덕 열 (고려대학교 교수)

박 기 선 (고려대학교 대학원생)

김 윤 일 (고려대학교 대학원생)

김 정 한 (고려대학교 대학원생)

여 백

# 요 약 문

## I 제 목

고주파용 신연자성 합금

## II 연구 개발의 목적 및 중요성

본 연구개발의 목적 및 중요성은 다음과 같다.

1. 고 포화자속밀도와 고 주파수 대역에서의 고 투자율 특성을 동시에 보유하는 초미세 결정립합금을 개발하는 것이 본 연구의 목적이다.
2. 이러한 재료의 개발은 기술적인 측면에서는 기초적인 연자성 기구를 이해하는데 도움을 주며, 경제·산업적 측면에서는 전자부품의 소형화 및 고성능화에 기여하게 될 것이다.
3. 초미세 결정립합금의 전단계인 비정질합금 리본의 단범위 규칙도와 결정화 후의 미세조직이 용탕온도에 따라 변화하는 것을 X-선 분석법으로 조사함으로써, 용탕온도가 초미세 결정립합금의 자기적 성질에 미치는 영향을 규명하고자 하였다.

4. 고주파 영역(1kHz~100kHz)에서 사용가능한 자심손실 측정용 장치를 개발하고자 하였으며, 이러한 장치의 개발은 초미세 결정립 연자성합금의 특성을 이해하고 평가하는데 기여할 것이다.

### Ⅲ 연구개발의 내용 및 범위

#### 1. 고주파용 Fe계 초미세결정립 연자성합금 연구

- (1) 리본의 제조조건 중 가장 중요한 인자중의 하나인 용탕온도가 초미세 결정립의 형성에 미치는 영향에 대한 이론적인 고찰을 수행하였다.
- (2) 두 용탕온도에서 제조한  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3(Si_xB_{1-x})_{22.5}$  합금계의 자기적 성질을 조사함으로써 반금속비와 용탕온도의 영향을 동시에 조사하였다.
- (3) Fe-Cu-Nb-Si-B계 합금에서 C와 Al의 영향을 체계적으로 조사함으로써 새로운 합금설계의 가능성을 조사하였으며, C의 존재시 Nb량이 자기적 성질에 미치는 영향을 조사하였다.

2. 비정질 Fe-Si-B계 합금의 단거리 규칙도 측정 및 결정상 미세조직의 X-선 분석

(1) As-quenched Fe Cu Nb Si B계 합금리본의 단범위 규칙도가 용탕온도에 따라 변화하는 거동을 조사하였다.

(2) 최적의 열처리 조건에서 얻어진 초미세 결정립  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3(Si_xB_{1-x})_{22.5}$  합금계의 결정립 크기와 결정상의 분율을 측정하였다.

3. 고주파용 자심의 기초특성 평가연구

(1) 고주파 전원의 설계 및 제작, BH측정용 코일의 설계 및 제작 및 검출신호의 분석을 통하여 자심손실 측정용 장치를 개발하였다.

(2) 장치의 성능을 테스트하기 위하여 여러가지 시료들에 대하여 주파수를 변화시켜 가면서 자심손실을 측정하였다.

IV. 연구 개발 결과

1. 고주파용 Fe계 초미세결정립 연자성합금 연구

- (1) 용탕온도에 따른 초미세 결정립합금의 연자성 성질 변화의 한 요인으로 결정상 핵생성을 위한 구동력의 차이를 들수 있을 것으로 제안하였다. 용탕온도가 높아질수록 국부적인 원자배열의 무질서도의 증가와 함께 결정화의 구동력이 증대하여 초미세 결정립합금의 연자성 성질의 향상에 기여하는 것으로 추정하였다.
- (2) 두 가지의 다른 용탕온도 1240°C와 1380°C에서 제조된 리본의 자기적 성질을  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3(Si_xB_{1-x})_{22.5}$  합금계에 대하여 조사한 결과  $x=0.8$ 인 조성을 제외한 모든 조성에서 용탕온도가 높은 경우에 자기적 성질이 훨씬 좋게 나타났다.
- (3) 가장 좋은 자기적 성질은  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3(Si_xB_{1-x})_{22.5}$  합금계에서  $x=0.5$  조성에서 관찰되었으며, 1 kHz에서의 실효투자율 값은 약 67,000이었다.
- (4)  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3(Si_xB_{1-x})_{22.5}$  합금에서 B대신 C을 치환하였을때 투자율과 보자력은 감소하나, 포화자속밀도 값은 증가하였다. 또한 이 합금에서 Fe대신 Al을 소량 치환 하였을때 투자율 값이 증가하고, 열적 안정성이 향상되나 포화자속 밀도값은 약간 감소한다.

2. 비정질 Fe-Si-B계 합금의 단거리 규칙도 측정 및 결정상 미세조직의 X-선 분석

(1) As-queached  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3(Si_xB_{1-x})_{22.5}$  합금의 단거리 규칙도를 통상의 X-선 실험을 사용하여 측정한 결과, 규칙도는 비정질합금 리본의 제조시 용탕온도를  $1240^{\circ}C$ 와  $1380^{\circ}C$ 로 달리 했을때 실질적으로 거의 차이를 나타내지 않았다.

(2) 높은 용탕온도에서 제조한  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3(Si_xB_{1-x})_{22.5}$  합금계의 평균 결정립 크기와 결정상의 분율을 조사하였다. 평균 결정립의 크기와 결정상의 분율 모두 x에 따라 증가하였다.

3. 고주파용 자심의 기초특성 평가연구

(1) 고주파 전원 : 최대출력  $20V \times 3A$ , 전력주파수대역  $5Hz \sim 300kHz$

(2) 시료의 형상 및 검출용 코일 : 박대시료를 사용하여 길이는  $43mm$  폭은 최대  $2.5mm$ , 두께는  $0.2mm$ , 시료홀더에 간편하게 장착됨.

(3) 광대역 OP 증폭기에 의하여 적분 및 증폭기를 구성, 대



역폭은 4MHz.

- (4) 자심손실은  $f_{HBdt}$ 로 구하였으며 그 계산은 analog 곱셈기와 적분기에 의하여 실시되어 디지털 미터에 즉각 표시된다.
- (5) 자심손실이 기지인 Metglas 2605SC, S2, 2826MB 등에 대하여 1kHz~50kHz의 범위에서 측정한 결과는 공표치와 타당도가 큰 일치를 보였다.

## SUMMARY

I. Title : New Soft Magnetic Materials for High Frequency Applications.

### II. Objectives and Significance

The objectives and significance of the research project are as follows.

1. The objective of this research is to develop alloys with nanoscale crystalline structure which exhibit high saturation magnetization and permeability at the high frequency range.
2. The development of the alloys helps us to better understand the magnetism of the nanocrystalline soft magnetic materials. From the industrial point of view this will promote to produce electronic and/or magnetic devices with smaller size but better performance.
3. The chemical short range order of precursor amorphous alloy ribbons is investigated as a function of melt temperature on the magnetic properties of nanocrystalline alloy ribbons.

4. A hysteresis loss measurement device is developed for the high frequency range (1 kHz~100 kHz). The development of the device will help us to characterize and hence understand nanocrystalline soft magnetic alloy ribbons.

### III. Contents and Scope.

1. A Study on the Fe–Based Soft Magnetic Alloys with Nanoscale Crystallites for High Frequency Applications.

- (1) We theoretically investigate how the formation of nanoscale grains is affected by the melt temperature, which is considered to be one of the most important manufacturing variables.

- (2) The magnetic properties of  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3 (\text{Si}_x\text{B}_{1-x})_{22.5}$  alloy system are investigated as a function of melt temperature.

- (3) In an effort to search for new nanocrystalline alloys, the effects of C and Al elements on the magnetic properties of FeCuNbSiB alloy system are investigated. Also investigated is the role of Nb element in the presence of C in the same alloy system.

2. A Study on the Measurement of the Short Range Order of Amorphous Fe–Si–B Based Alloys and the X–ray Analysis of their Crystallized Microstructures.

(1) The short range order of as–quenched FeCuNbSiB alloy ribbons is investigated as a function of melt temperature.

(2) The average grain size and the fraction of crystalline phase are determined for the samples of  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3(\text{Si}_x\text{B}_{1-x})_{22.5}$  which are heat–treated at optimum annealing conditions.

3. A Study on the Evaluation of Basic Magnetic Properties of the Core in the High Frequency Range.

(1) Basic principle of core loss measurement

(2) Construction of the measurement system

(a) Building a high frequency power supply

(b) Design of sample geometry and coil system for the measurement of BH loop.

(c) The circuit design of amplification and integration for detected signal

(d) Core loss measurement method

(3) Performance test of the measurement system

#### IV. Results

1. A Study on the Fe–Based Soft Magnetic Alloys with Nanoscale Crystallites for High Frequency Applications.

(1) The change in the magnetic properties of nanocrystalline alloy ribbons as function of melt temperature is explained in terms of the change in the driving force for the crystallization reaction. As with the melt temperature, the local atomic arrangement of the precursor amorphous alloy ribbons becomes more disordered and hence the driving force increases. This may lead to the improvement in the soft magnetic properties.

(2) For the ribbons of  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3(\text{Si}_x\text{B}_{1-x})_{22.5}$  alloys obtained from two different melt temperatures of  $1240^\circ\text{C}$  and  $1380^\circ\text{C}$ , the magnetic properties of the ribbons obtained from the high melt temperature are significantly better than those obtained from the low melt temperature, except for the composition of  $x=0.8$ .

(3) The best magnetic properties are achieved at the composition of  $x=0.5$  for the  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3(\text{Si}_x\text{B}_{1-x})_{22.5}$  alloy system. The value of the effective initial permeability of the alloy at 1 kHz is obtained to be about 67,000.

(4) The permeability and the coercivity deteriorate but the saturation magnetization improves, as C is substituted for B in the  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3(\text{Si}_{0.6}\text{B}_{0.4})_{22.5}$  alloy. On the other hand, as Al is substituted for Fe by a very small amount in the  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3(\text{Si}_{0.6}\text{B}_{0.4})_{22.5}$  alloy, the permeability and the thermal stability improve rather significantly but the saturation magnetization deteriorates.

## 2. A Study on the Measurement of the Short Range Order of Amorphous Fe–Si–B Based Alloys and the X–ray Analysis of their Crystallized Microstructures.

(1) The short range order of as–quenched  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3(\text{Si}_{0.6}\text{B}_{0.4})_{22.5}$  alloy ribbons is measured by X–ray experiments. It was found that no substantial difference is detected between the ribbons obtained from the two different melt temperatures of 1240°C and 1380°C.

(2) The average grain size and the fraction of crystalline phase are measured for  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3(\text{Si}_x\text{B}_{1-x})_{22.5}$  alloy ribbons which are obtained from the high melt temperature and subsequently heat-treated at optimum annealing conditions. It was found that the average grain size and the fraction of the crystalline phase increase with  $x$ .

### 3. A Study on the Evaluation of Basic Magnetic Properties of the Core in the High Frequency Range.

(1) High frequency power generator

Maximum output :  $20\text{V} \times 3\text{A}$

Power band width :  $5\text{Hz} \sim 300\text{kHz}$

(2) Geometry of sample and pick up coil

sample geometry : single ribbon,  $43\text{mm} \times 2.5\text{mm}(\text{max}) \times 0.2\text{mm}$

(max). Sample can be easily attached to the sample holder

(3) The frequency band width of the integrator and amplifier and the result is displayed on digital voltmeter

(4) Core loss is measured with  $\oint \text{HBdt}$  by analog multiplier and

integrator and the result is displayed on digital voltmeter

- (5) Measured core loss values in the frequency range of 1~50kHz for Metglas 2826MB 2605SC, 2605S-2 and 2605S-3 reasonably agreed with published data of Metglas technical manual



여 백

# CONTENTS

Chapter 1. Introduction .....	21
References .....	25
Chapter 2. A Study on the Fe–Based Soft Magnetic Alloys with Nanoscale Crystallites for High Frequency Applications ...	27
References .....	91
Chapter 3. A Study on the Measurement of the Short Range Order of Amorphous Fe–Si–B Based Alloys and the X–ray Analysis of their Crystallized Microstructures .....	93
References .....	122
Chapter 4. A Study On the Evaluation of Basic Magnetic Properties of the Core in the High Frequency Range ...	124
References .....	138

여 백

# 목 차

제1장 서론 .....	21
참고문헌 .....	25
제2장 고주파용 Fe계 초미세결정 연자성합금 연구 .....	27
제1절 서언 .....	27
제2절 초미세결정합금의 연자성 기구 .....	31
1. 종래 재료의 연자성 기구 .....	31
2. 초미세결정립 합금의 연자성 기구 .....	32
제3절 실험방법 .....	37
1. 비정질 리본의 제조 .....	37
2. 비정질 합금의 열처리 .....	41
3. 특성 측정 방법 .....	42
제4절 실험결과 및 고찰 .....	45
1. 용탕온도가 $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3(Si_xB_{1-x})_{22.5}$ ( $X=0.4\sim0.8$ ) 합금의 자 기적 성질에 미치는 영향 .....	45
2. 탄소첨가의 영향 .....	66
3. Al 첨가의 효과 .....	81
제5절 결론 .....	89
참고문헌 .....	91

제3장 비정질 Fe-Si-B계 합금의 단거리 규칙도 측정 및 결정 상미세조직의 X-선 분석 .....	93
제1절 서 언 .....	93
제2절 실험방법 .....	96
제3절 실험결과 및 고찰 .....	99
1. 비정질 $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$ 합금의 단거리 규칙도 .....	99
2. 비정질 $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3(Si_xB_{1-x})_{22.5}$ 합금의 결정화 .....	108
제4절 결 론 .....	120
참고문헌 .....	122
제4장 고주파용 자심의 기초특성 평가연구 .....	124
제1절 서 언 .....	124
제2절 자심손실 측정기의 내용 .....	125
1. 전체의 구성과 측정원리 .....	125
2. 고주파 전원 .....	127
제3절 측정결과 및 고찰 .....	131
제4절 결 론 .....	138
참고문헌 .....	138

## 제 1 장 서 론

外部磁界에 대해 용이하게 磁化되는 성질을 지닌 재료를 연자성재료라 하며, 일반적으로 높은 透磁率과 낮은 保磁力 특성을 가진다. 이와같은 기본특성을 이용하여 각종 연자성재료는 에너지 변환재료, 자기기록관련재료, 센서재료 등으로 널리 사용되고 있으며, 또 향후 고도정보화사회의 전개 및 각종 전기·전자기기의 소형경량화, 에너지절약형재료의 요구경향 등이 심화되어 감에 따라 보다 우수한 연자성재료의 개발은 그 중요성을 더해 갈 것으로 믿어진다.

현재까지 사용되어오고 있는 실용연자성 재료로는 규소강(Fe-Si) 퍼멀로이(Ni-Fe) 및 각종 페라이트(Fe oxide)가 대표적이다<sup>(1)</sup>. 이중 규소강은 가장 많은 사용량을 나타내며, 전력용변압기 철심재료, 회전기(모타)자심 등으로 주로 이용되는데 철에 수% 이내의 소량의 Si를 첨가하여 결정자기이방성과 자왜를 감소시킨것을 기본 조성으로 하고 있다. 이때 이 재료의 교류자계하의 자심손실을 극소화하기 위해 미세결정립조직의 조절, 극박화, 미세응력조절, 자구형상제어 등의 제반 방법이 강구되며<sup>(2)</sup> 현재 거의 한계치에 가까운 특성을 얻고 있는 것으로 평가되고 있다. 기본적으로 이 재료는 전력용 자성재료로서 상용주파수 대역에서의 사용이 그 본 영역이라 할 수 있다.

다음으로, Ni-Fe계의 퍼멀로이 합금은 주로 비전력용 자심재

료로서 다량 상용되며 고 투자율 재료로서 매우 중요하다. 1916년 Elmen에 의해 연구가 시작된 이래 여러종류의 고 투자율 퍼멀로이 합금이 얻어지고 있는데, 이중 45-50% Ni-Fe 합금은 상당히 높은 투자율을 지니며 포화자속밀도도 비교적 높아 계기용변압기, 통신용변압기 등에 오래전부터 사용되어 왔다. 특히 50% Ni-Fe로는 강냉연과 재결정 열처리 후 각형성이 높은 자기 이력곡선을 가진 합금을 제조하여 자기증폭기 등에 사용하여 왔다. 그리고 약 78% Ni-Fe 부근에서는 결정자기 이방성과 자왜상수가 함께 0에 가까워지는 조성이 존재하여 극히 높은 투자율이 얻어진다. 실제 사용되는 퍼멀로이 합금은 이러한 기본조성에 Mo, Cu, Nb등 다양한 합금원소를 첨가하여 용도에 맞게 조정하여 사용하고 있다. 주 용도로는 각종 변성기용 철심, 자기헤드재, 자기차폐재 등이 있다. 그런데 이러한 퍼멀로이 합금은 결정금속자성 재료이기 때문에 전기저항이 낮아 고주파영역에서의 자심손실이 크게 증가하는 문제점이 있으며, 실제 자기증폭기의 리액타 등으로 사용할 경우 사용상 한계 주파수는 50 kHz 정도인 것으로 알려져 있다.

또 연자성 재료로서 현재 보편적으로 사용되는 것에 페라이트가 있다. 이는  $Fe_2O_3$ 를 주성분으로 하는 페리계 자성산화물으로써 전자기기 제조에 있어 거의 불가결의 기본재료 중 하나이다. 전기저항이 커서 와전류손실이 무시되므로 MHz 대역까지 높은 투자율 특성을 나타내며, TV, 라디오 등 가정용기기는 물론 계산기, 통신기등 다방면에 걸쳐 사용된다. 조성에 따라 500 kHz 정도의 상대적으로 낮은 주파수 영역에서 사용되는 MnZn 페라이트와 10MHz

이상의 주파수까지 사용가능한 NiZn 페라이트가 산화물 연자성체로는 대표적이다.

한편 근래에는 (1970년대 이후) 새로운 연자성재료로서 비정질합금이<sup>(3)-(4)</sup> 등장하여 그 사용영역을 넓혀가고 있다. 액상 또는 기상상태의 금속을 초급냉하여 얻어지는 비정질합금은 원자배열 구조상 장주기 규칙성이 무너지면서 결정자기 이방성이 소실되고 전기저항이 높아 Fe계는 고평화자속밀도 저철심손실재료로서 그리고 Co계는 고투자율재료로서 실용화되고 있다. 특히 이중 Co계 비정질합금은 미세조성조절에 의해 영자왜조성의 합금제조가 가능하여 수백 kHz 대역에 이르기까지 고투자율 특성이 유지되면서 자심손실이 적어 수백 kHz 대의 고주파용 가포화리액터와 자기헤드재료, 커몬모드 초크코일 등에 널리 사용되고 있다.

최근 각종 전기전자기기에서 가속적으로 이루어지고 있는 소형·경량화 추세에 따라 거기에 사용되는 연자성재료의 사용주파수 대역의 고주파화가 절실히 요구되고 있다. 이와 같은 흐름에 비추어 비정질합금은 규소강, 퍼멀로이 등의 금속계 연자성재료와 비교해 볼때 고주파특성이 월등히 우수하고 페라이트 보다는 훨씬 큰 포화자속 밀도 특성을 보유하여 자기부품의 소형화에 아주 적당한 성질을 보유하고 있다고 할 수 있다.

그러나 이와 같은 특성을 보유하는 비정질합금도 열역학적으로 비평형상태에 있기 때문에 열적으로 불안정하여 구조적·자기적 경시 안정성이 낮다는 것 이외에 Fe계의 경우는 자왜가 크고 고주파특성이 그리 좋지 못하다는 점 그리고 Co계의 경우는 포화



자속밀도가 낮다는 점 등의 재료적 결함이 존재한다.

최근 Yoshizawa 등<sup>(5)-(6)</sup>은 비정질 연자성합금의 이와 같은 결점을 극복한 재료로서, 일단 액체급냉에 의해 제조한 Fe계 비정질합금(Fe-Si-B-Cu-Nb계)을 결정화 온도 이상에서 열처리하여 결정화시킨 결과 고평화자속밀도, 영자왜 및 고주파에서의 고투자율과 저자심손실 특성이 동시에 구현된 초미세결정 연자성합금을 발표하였다. 이 합금은 약 10nm 되는  $\alpha$ -Fe 상의 미세결정립과 입계에 비정질상이 소량 존재하는 복합상으로 이루어진 것으로서 실효 투자율이 약 100,000, 보자력이 10mOe 이하, 포화자속밀도가 1.2T 정도 되는 대단히 우수한 자성특성을 보유하고 있다. 그의 장기간의 시간경과에 의해서도 자성특성이 거의 변화하지 않는 충분한 경시안정성이 있음을 밝혀 비정질 연자성합금의 결함을 원천적으로 극복하면서 고주파특성이 우수한 전혀 새로운 고주파용 연자성체임을 제시하였다. 이와 함께 이 Fe계 초미세결정 연자성합금은 노이즈필터<sup>(7)</sup>, 인버터용 변압기<sup>(8)</sup>, 고주파트랜스<sup>(9)</sup>, 스위칭전원용 자기부품<sup>(9)</sup>, 자기스윗치<sup>(10)-(11)</sup>, 자기센서<sup>(9)</sup> 재료 등으로 적당한 특성을 지니고 있음을 밝히고 있다.

그 이후 철계 초미세결정합금의 연자성기구를 밝히기 위한 이론적 분석과<sup>(12)-(13)</sup> 결정화를 통한 초미세 결정상의 형성과정에서의 각종 원소의 미소이동현상<sup>(14)-(15)</sup> 등이 활발히 연구되었으며, Sawa 등<sup>(16)</sup>은 최적열처리된 초미세결정립의 Fe-Cu-V-Si-B 합금에 DO<sub>3</sub> 규칙상의 회절특성이 나타남을 관찰하여 FeSiAl 규칙 합금의 연자성 발현기구와 이 합금의 기구가 유사함을 지적하면서 결정립

의 크기와 함께 결정자기이방성 또한 나노스케일의 결정립합금의 연자성에 큰 영향을 미침을 강조하였다. 나아가 Choh 등<sup>(17)</sup>은 이 합금의 내식성 향상을 위한 Cr 첨가 효과 등을 조사하고 있다.

이상과 같이 철계 초미세결정 연자성합금은 그의 제조, 형성 기구, 물성분석 및 개선, 응용분야에 이르기까지 광범위한 연구가 진행되어 오고 있으며 장래의 고주파용 연자성합금으로 실용화 가능성이 충분히 있음이 밝혀지고 있다. 이에 따라 본 연구에서는 철계 초미세결정 연자성합금의 제조 및 특성에 관한 연구를 수행하고 또 보다 상세한 X-선 분석 연구를 통하여 그 특성 발현과 관련된 제현상을 규명하여 이 재료의 제조기술을 습득하고 특성에 관한 이해를 높이고자 하였다. 나아가 본 연구에서는 본 재료의 가장 중요한 성질인 고주파 자심손실 특성을 측정하기 위한 장치의 설계 및 제작을 수행하여, 철계 초미세결정 연자성합금의 제조 및 특성에 관한 종합적 지식을 확립하고자 하였다.

## 참 고 문 헌

- (1) C.W. Chen : Magnetism and Metallurgy of Soft Magnetic Materials, Dover Pub., Mineola (1986)
- (2) 野澤忠生 : 磁性材料入門, 日本金屬學會, 仙台 (1989) 25
- (3) F.E. Luborsky : Ferromagnetic Materials I (ed. by Wohlfarth), North-Holland Pub. Co., (1980) 451
- (4) 佐藤駿等 : 應用開發進むアモルファス金屬材料, CMC, 東京(1982) 1

- (5) Y. Yoshizawa, S. Oguma and K. Yamauchi : J. Appl. Phys., 64 (1988) 6044
- (6) 吉澤克仁, 山内清隆 : 日本金屬學會誌, 53 (1989) 241
- (7) Y. Yoshizawa, K. Yamauchi, T. Yamane and H. Sugihara : J. Appl. Phys., 64 (1988) 6047
- (8) 萩原修哉, 齊藤達, 加茂洋一, 豊田昌司, 山内清隆, 吉澤克仁 : 電氣學會マグネチクス研究會資料 MAG-90-194 (1990) 39
- (9) 吉澤克仁, 平尾則好, 備田嘉雄, 山内清隆, 杉田はさぎ : 日立金屬技報, 6 (1990) 19
- (10) 中島晋, 平尾則好, 香川理人, 渡部俊太郎 日立金屬技報, 8 (1992) 31
- (11) 中島晋, 香川理人, 平尾則好, 渡部俊太郎 : 電氣學會プラズマ研究會資料, EP-91-13 (1991) 1
- (12) G. Herzer : IEEE Trans. Magn., MAG-25 (1989) 3327
- (13) G. Herzer : IEEE Trans. Magn., MAG-26 (1990) 1397
- (14) K. Hono, A. Inoue and T. Sakurai : Submitted to Appl. Phys. Lett., (1991)
- (15) K. Hono, K. Hiraga, Q. Wang, A. Inoue and T. Sakurai : "The Microstructure Evolution of a  $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{13.5}\text{B}_9\text{Nb}_3\text{Cu}_1$  Nanocrystalline Soft Magnetic Material", -Private Communication.
- (16) T. Sawa, and Y. Takahashi : J. Appl. Phys., 67 (1990) 5565
- (17) 長勤, 千原宏, 五十嵐雅昭, 河本修, 成官義和 : 日本應用磁氣學會誌, 15 (1991) 285

## 제 2 장 고주파용 Fe계 초미세 결정립 연자성 합금 연구

### 제 1 절 서 언

1980년대 말 Co계 영자왜 비정질합금에 비견되는 높은 투자율을 갖는 Fe계 초미세 결정합금이 발표되었다<sup>(1)</sup>. 이 재료는 종래까지 사용되어 오던 대표적인 Fe계 연자성합금인 Fe-Si-B계에 소량의 Cu와 초기천이금속을 동시에 첨가한 것으로 액체급냉법을 이용하여 비정질상태로 제조한 후 열처리를 통하여 결정화시킨 것이다. 이때 Cu와 초기천이금속의 복합첨가에 의해 수십 nm의 입경을 갖는  $\alpha$  Fe의 석출이 이루어지며, 이에 따른 연자성 특성의 향상과 큰 포화자속밀도가 얻어지며 열적 안정성 또한 향상된다. 따라서 이들 합금은 종래에 사용되어 오던 비정질합금의 대체재료로서의 가능성이 크며 고주파 자심재료, 자기차폐재료, 자기센서 등의 다방면에 걸쳐 응용성이 크게 기대되어 이에 따른 물성 및 구조에 대한 연구가 활발히 진행중이다<sup>(2)~(5)</sup>.

본 연구실에서는 Fe계 초미세 결정립합금 제조에 관한 연구를 체계적으로 수행해 왔다. 구체적으로 말하면 먼저 Fe-Si-B-Cu-M(M: 초기천이원소)계 합금에서 Cu의 역할 및 초기천이원소의 영향에 대해 조사하였다. 그림 2.1은 초기천이원소의 영향을 나타낸 것으로 Nb 및 Mo가 실효투자율 증가에 가장 효과적임을 알 수

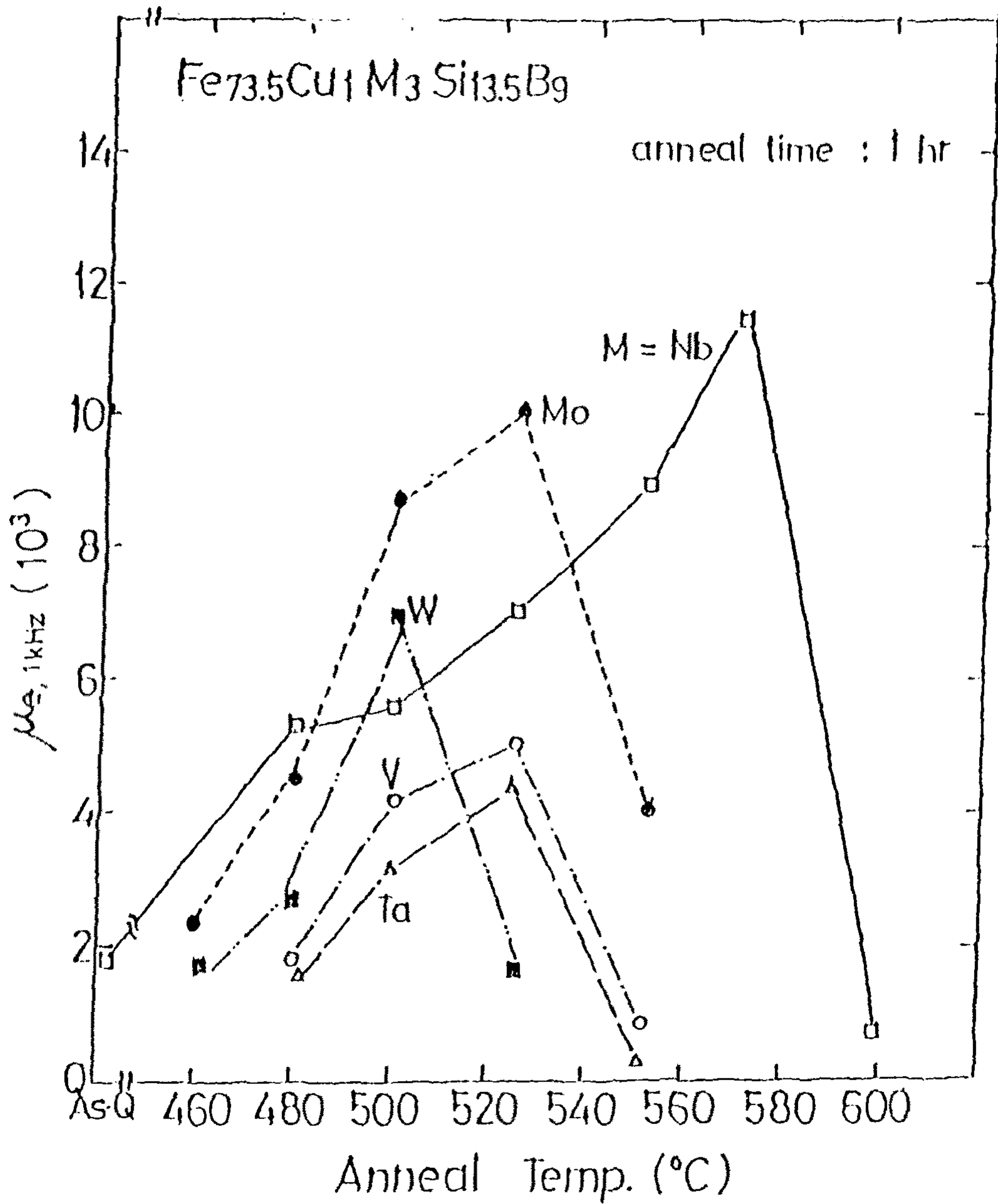


Fig. 2.1 The results for magnetic permeability as a function of annealing temperature for  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{M}_3\text{Si}_{13.5}\text{B}_9$  ( $M = \text{V}, \text{Nb}, \text{Mo}, \text{Ta}, \text{W}$ ) alloys.

있었다. 이러한 연구를 바탕으로 Fe-Cu-Nb-Si-B계 합금에서 반금속의 함량비에 따른 영향을 살펴보았다. 특히 Fe-Cu-Nb-Si-B계 합금의 경우 수십 nm 정도의  $\alpha$ Fe 단일상의 석출에 의해 연자기 성질이 향상되는 것으로 제안되고<sup>(1)</sup> 있으며, 이때  $\alpha$ Fe에 Si이 고용되어 있는 것으로 추정된다. 그런데 철은 고용원소에 따라 자기적 특성이 현저히 변화하므로 반금속의 함량비 즉 Si/(Si+B)의 변화에 의해서도 자기적 성질이 변화하리라 예상되어 이의 영향을 조사하였으며 이 결과는 4절에서 구체적으로 언급하겠다.

또 최근 본 연구에서는 비정질 상태가 결정화 후의 자기적 성질을 크게 좌우하는 것으로 추정되는 실험결과를 얻었다. 즉 액체급냉법으로 비정질을 얻을때 제조 조건에 따라 결정상태의 자기적 성질이 민감하게 변화하며 이때 가장 크게 좌우하는 요인은 용탕온도임을 알 수 있었다. 그림2.2는 이 결과를 나타낸 것으로 용탕온도가 증가함에 따라 실효투자율이 증가하였다.

이상과 같은 연구결과에 따라 초미세결정합금의 자기적 성질은 초급냉 조건 및 합금의 반금속 함량비에 큰 영향을 받음을 알 수 있었다. 이에 따라 본 연구에서는 반금속의 함량비를 변화시킨 Fe-Cu-Nb-Si-B 합금의 용탕온도에 따른 자기적 특성의 변화를 조사하였다. 한편 실용적인 면에서 모합금의 용해시 B은 Fe-B의 형태로 사용하는 것이 적절하다. 그런데 통상 Fe-B 제조과정에서 소량의 C이 불순물로서 혼입되고 이것이 자성특성에 영향을 줄 것으로 생각된다. 본 연구에서는 이와 같은 C의 영향을 보다 체계적으로 살펴보기 위하여 B을 C로 치환하는 경우의 특성

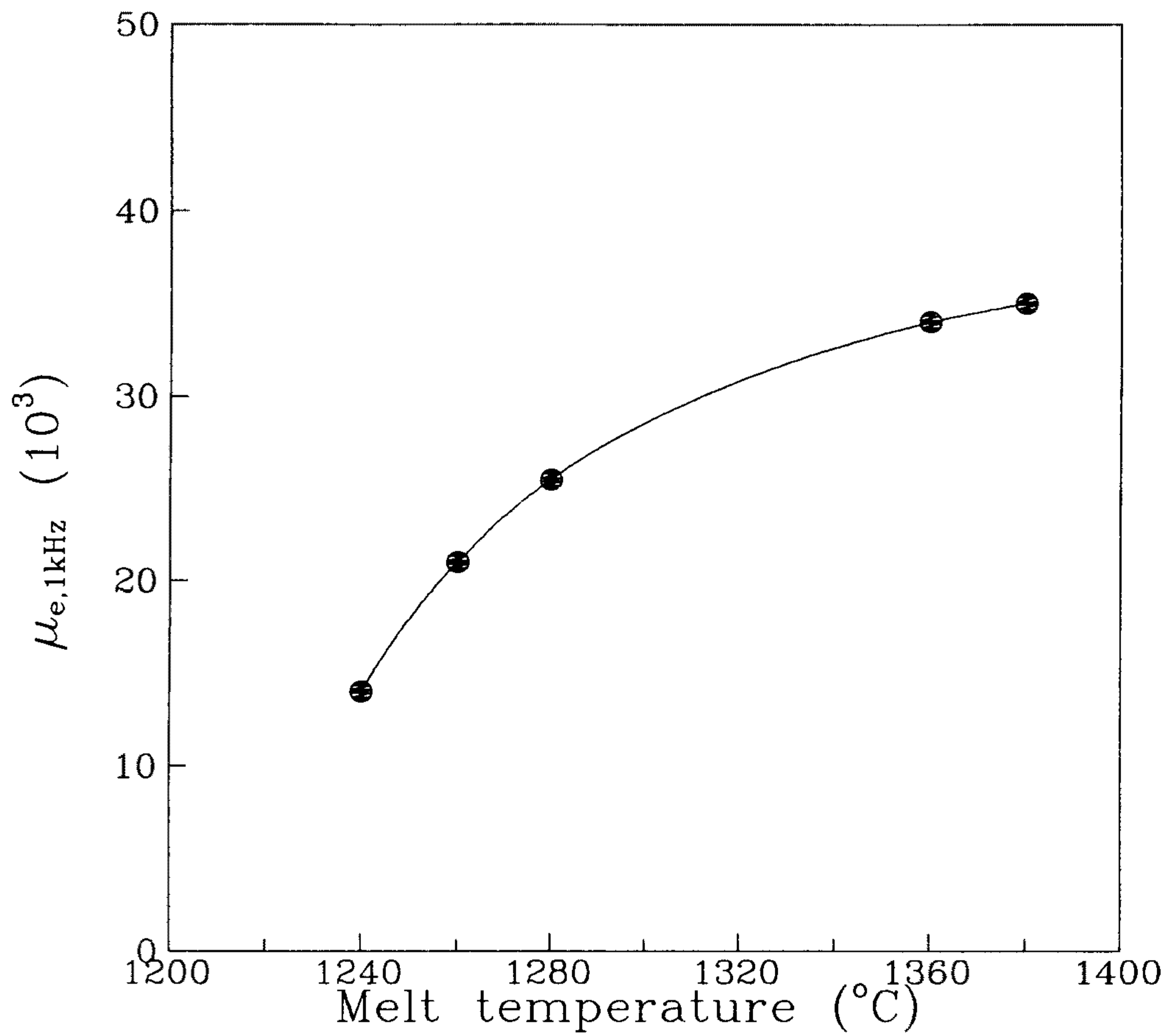


Fig. 2.2 Magnetic permeability as a function of the melt temperature for  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13.5}\text{B}_9$  alloy annealed for 1hr.

변화를 살펴보았다. 이때 C의 치환은 새로운 합금조성 탐색의 기초 실험으로도 행졌는데 이는 박막의 경우 탄화물의 미세한 석출에 의해 초미세 결정구조의 형성이 보고<sup>(6)</sup> 되었기 때문이다. 마지막으로 자기적 특성을 향상시키기 위한 연구로서 Al의 첨가 효과를 조사하였다.

## 제 2 절 초미세 결정합금의 연자성 기구

초미세 결정립 연자성 합금이 개발된 이래 이들 합금의 우수한 연자성 특성을 나타내는 원인에 대하여 많은 연구가 있어 왔다.<sup>(3)~(7)</sup> 종래의 연자성 재료에서는 결정립의 크기가 증가함에 따라 연자성 성질이 향상되나, 초미세 결정립 합금은 이와 정반대의 경향을 보이고 있다. 즉 결정립의 크기가 증가함에 따라 연자성 성질이 열화된다. 이것은 결정립의 크기 변화에 따라 연자성 기구가 변화는 것을 의미하는 것으로써 본 절에서는 이 두가지에 대하여 간단히 고찰해 보고자 한다.

대표적인 연자성 성질에는 투자율과 보자력이 있으나 본 절에서는 보자력에 주로 한정하여 기술하고자 한다. 일반적으로 투자율의 크기는 보자력의 크기에 반비례하므로, 투자율 특성을 보자력 특성으로부터 이해할 수 있을 것이다.

### 1. 종래 재료의 연자성 기구

종래에 사용하던 재료들의 예를 들면 permalloy, Si-steel,



sendust, soft ferrites에 대하여 보자력에 미치는 여러가지 인자에 대한 영향을 검토한 결과 다음과 같은 관계식을 얻었다.<sup>(8)~(9)</sup>

$$H_c \propto \frac{(AK_i)^{1/2}}{M_s \cdot D} \dots\dots\dots (2.1)$$

여기서 A는 교환상수(exchange constant),  $K_i$ 는 결정자기이방성( $K_1$ ), 유도자기이방성( $K_u$ ) 및 자왜이방성( $\lambda_s$ )들을 포함하는 총체적 자기이방성을 나타낸다. 또한  $M_s$ 는 포화자화이고 D는 결정립의 직경이다. 식(2.1)에서 알 수 있는 바와 같이 보자력을 감소시키기 위해서는 A와  $K_i$ 를 줄이고  $M_s$ 와 D를 증가시켜야 한다. 실제로 종래의 연자성 합금에서 연자성 특성을 향상시키기 위하여  $K_1$ 과  $\lambda_s$ 를 동시에 영이 되도록 하는 합금설계와 재료내의 불순물의 양을 감소시키고 결정립 크기 D를 증가시키기 위한 제조공정의 개선을 추구해왔다.

## 2. 초미세 결정립 합금의 연자성 기구

초미세 결정립 합금에서 결정립의 크기가 보자력에 미치는 영향에 대해서는 아직까지 확실히 규명되지 않은 상태이다. 최근 Herzer<sup>(3)</sup>는 1970년대 비정질 자성재료의 자화거동을 연구하기 위하여 사용된 이방성 분산모델(random anisotropy model)을 원용하여 결정립의 크기가 보자력 및 투자율에 미치는 영향을 설명하고자 하였다. 본 항에서는 이방성 분산모델과 Herzer의 이론적 전개에 대하여 살펴보기로 한다.

이방성 분산모델이 R. Harris 등<sup>(10)</sup>에 의해 처음 제시된 것은 1973년으로써 이 모델의 핵심적인 내용은 비정질 재료에서 각 이

온의 스핀방향이 무질서한 방향의 국부적 이방성 자기장(local anisotropy field)의 영향을 받는다는 것이다. 1977년 Chi와 Alben<sup>(11)</sup>은 이 모델을 이용하여 비정질 재료의 자화거동을 몬테 카를로(Monte Carlo) 방법을 사용하여 연구하였다. 이 연구를 통하여 그들은 국부적 일축자기이방성의 크기  $K$ 와 교환상수  $J$ 의 비( $K/J$ )에 따른 보자력의 크기를 구하였는데, ( $K/J$ )의 값이 3보다 작을 때 보자력의 값이 비정상적으로 작다는 것을 관찰하였다. 이에 대한 이유를 그들은 다음과 같이 설명하고 있다. 이방성 분산모델에 의하면 스핀은 무질서한 방향으로 배열되려고 하나 어떠한 영역내에서는 강한 교환작용(exchange coupling) 때문에 스핀의 방향이 거의 같게 된다. 이것은 실질적으로 국부적 일축자기이방성의 값이 작아지는 것을 의미한다. 수학적으로 실질적인 자기이방성  $K_{\text{eff}}=K/\sqrt{N}$ 으로 나타내어 지는데 여기서  $N$ 은 커플링 영역내의 스핀 수이다<sup>(12)</sup>. 요약하면 ( $K/J$ )의 값이 작은 비정질 재료에서 스핀의 방향이 거의 일정한 커플링 영역이 존재하는데 이는 자기이방성의 실질적인 감소를 의미하며 따라서 보자력이 감소하게 된다고 할 수 있다. 그후 Alben 등<sup>(13)</sup>은 재료내의 에너지밀도를 현상학적인 변수를 사용하여 이러한 현상을 수학적으로 정립하였는데 그 결과 자기이방성에 의한 평균 에너지밀도가 커플링 영역의 크기를 나타내는  $\ell$ 의 6승에 의존한다는 것을 보였다. 이것은  $K_{\text{eff}}$ 가  $\ell^6$ 에 의존하는 것을 의미한다. 가장 최근에 Herzer<sup>(3)</sup>는 이것을 원용하여 초미세 결정립 합금의 자기적 거동을 설명하고자 하였다. 기본적인 개념은 그림2.3에

나타나 있는데, 그림 2.3에서  $D$ 는 커플링된 영역의 크기를 나타내는데 초미세 결정립 합금에서 결정립의 크기에 해당하며 앞의 비정질 재료에 적용했던 이방성 분산 모델에서는  $l$  값에 해당한다.  $L_{ex}$ 는 강자성 교환길이(ferromagnetic exchange length)로서 이것은 자석이론의 기본적인 변수이며 다음과 같이 주어진다<sup>(14)</sup>.

$$L_{ex} = \sqrt{\frac{A}{K}} \dots\dots\dots (2.2)$$

여기서  $A$ 는 현상학적인 상수로서 교환작용의 크기를 나타낸다. 그림 2.3에서  $N = (L_{ex}/D)^3$ 이므로

$$K_{eff} = \frac{K}{\sqrt{N}} = K \left( \frac{D}{L_{ex}} \right)^{3/2} \dots\dots\dots (2.3)$$

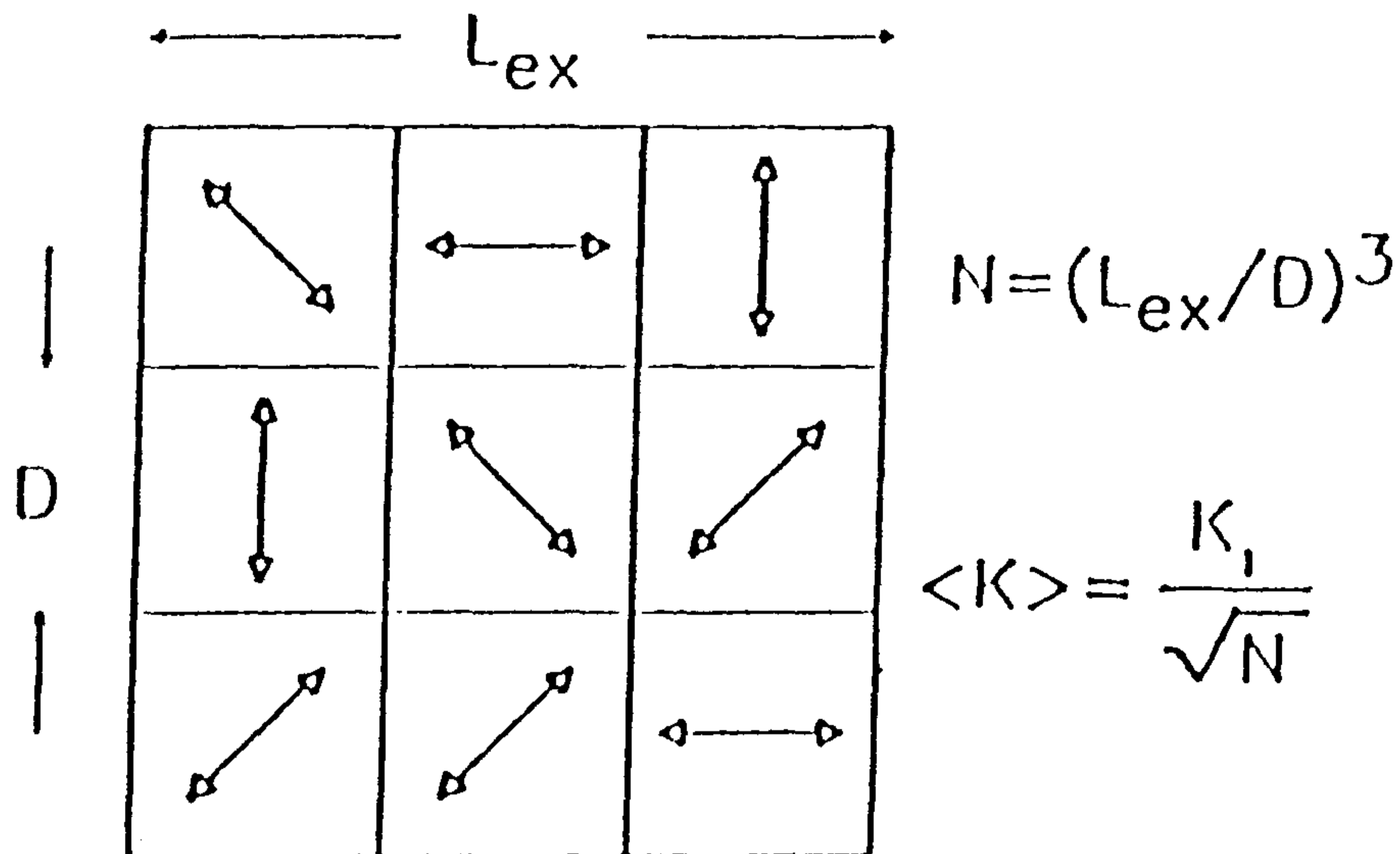


Fig. 2.3 Schematic representation of the random anisotropy model. The arrows indicate the randomly fluctuating magneto-crystalline anisotropies

으로 된다. 식(2.3)에서  $K$ 대신  $K_{eff}$ 를 대입하고,  $K_{eff}$ 의 값으로 식(2.3)을 대입해서  $K_{eff}$ 에 대하여 풀면 다음과 같은 식을 얻는다.

$$K_{eff} = \frac{K^4}{A^3} D^6 \dots\dots\dots (2.4)$$

식(2.4)로부터  $K_{eff}$ 는  $D^6$ 에 의존함을 알 수 있는데 이는 비정질 재료에서  $K_{eff}$ 가  $\ell^6$ 에 의존한다는 것과 대응된다. 여기서 구한  $K_{eff}$ 를 Bozorth<sup>(15)</sup>의 coherent spin rotation 결과를 사용하여 보자력 및 투자율과 연관시키면 다음과 같다.

$$H_c = \frac{P_c K^4 D^6}{M_s A^3} \dots\dots\dots (2.5)$$

$$\mu_i = \frac{P_\mu M_s^2 A^3}{\mu_o K^4 D^6} \dots\dots\dots (2.6)$$

여기에서  $P_c$ 와  $P_\mu$ 는 비례상수로서 1에 가까운 값을 가지는 것으로 알려져 있다<sup>(3)</sup>. 식(2.5)와 (2.6)으로부터 보자력은  $D^6$ 에 비례하고 투자율은  $D^6$ 에 반비례한다. Herzer<sup>(3)</sup>에 의하면 식(2.5)와 (2.6)은  $D$ 가  $L_{ex}$ 보다 작은 경우에 적용되며, Fe-Cu-Nb-Si-B계 합금인 경우  $L_{ex}$ 는 35nm 정도로 계산된다. 다시 말하면 Fe-Cu-Nb-Si-B계 초미세 결정립 합금에서 결정립의 크기가 35nm보다 작으면 보자력은  $D^6$ 에 비례하고 투자율은  $D^6$ 에 반비례하게 된다. Herzer가 제안한 식들은 실험에 의해 증명되었으며 이에 대한 결과를 그림2.4에 나타내었다. 그림2.4로부터 알 수 있듯이 결정립

의 크기가 약 35nm보다 작으면 보자력은  $D^6$ 에 비례하며, 결정립의 크기가 이보다 커지면 본 절의 초기에 설명한 바와 같이  $D$ 에 반비례한다.

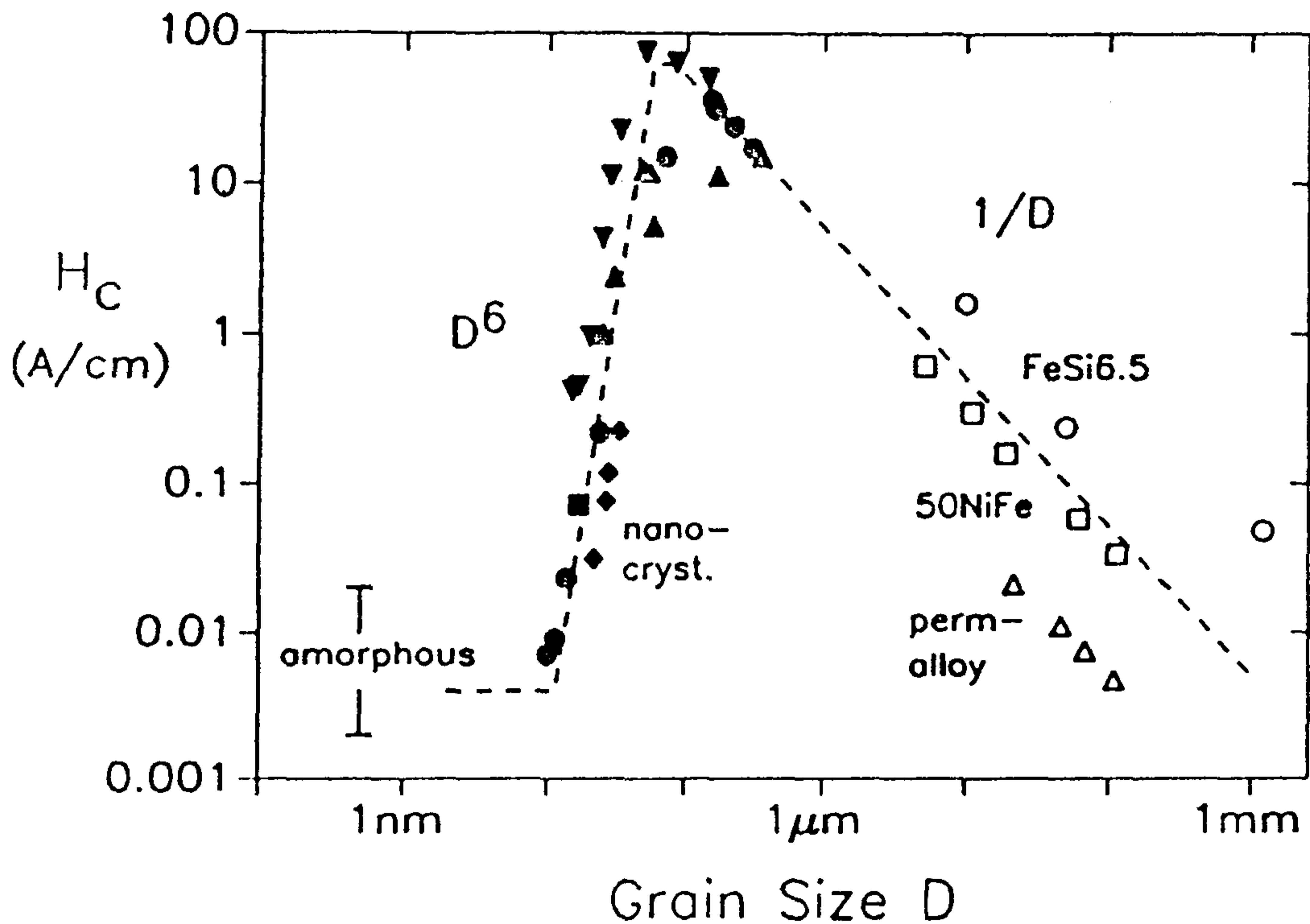


Fig. 2.4 Coercivity ( $H_c$ ) versus grain size( $D$ ) for various soft magnetic alloys. (( $\blacktriangle$ ) FeNbSiB and ( $\bullet$ ) FeCuNbSiB, ( $\blacklozenge$ ) FeCuVSiB, ( $\blacksquare$ ) FeZrB and ( $\blacktriangledown$ ) FeCoZr.

본 절에서 살펴본 바와 같이 초미세 결정립 합금에서 연자성 성질은 결정립의 크기에 상당히 민감하며, 좋은 연자성 성질을 얻기 위해서는 결정립의 미세화가 반드시 필요하다.

## 제 3 절 실험 방법

### 1. 비정질 리본의 제조

#### 1-1. 비정질 리본의 제조 장치

단롤법(single roller method)에 의한 비정질 리본을 제조하기 위해서는 1차 용해한 모합금을 재용해하기 위한 용해장치, 용해시 산화를 방지하고 용탕을 분출시키기 위한 inert gas(본 연구에서는 Ar을 사용)의 제어장치 및 노즐을 통하여 분출되는 용탕을 급속 응고시키기 위한 냉각용롤 및 그롤의 회전속도를 제어하는 장치가 기본적으로 필요하다. 본 연구에서 사용한 장치의 개략도를 그림 2.5에 나타내었다.

모합금을 재용해 하기 위하여 최대출력 6kW, 주파수 약 100kHz의 고주파 유도용해로(홍안개발(주) 제작)를 사용하였다. 도가니로는 내경 13mm, 외경 15mm의 석영관을 사용하였으며, 석영관의 하단부분은 용탕이 분출되도록 직경이 0.4~0.8mm 정도인 노즐을 원형의 형태로 가공하였다. 용탕의 온도는 digital 형태의 pyrometer(일본 Minolta사 Model TR630A)를 사용하여 측정하였다.

냉각용 롤은 열전달계수가 큰 순동으로 제작하였는데 자체적으로 용해, 주조 및 단조한 후 기계가공하였다. 롤의 폭은 약 40mm, 직경은 약 279mm이다. 롤의 직경은 롤의 회전속도로부터 용탕의 냉각속도와 직접적인 연관이 있는 롤의 회전 선속도를 계산하는데 필요하므로 정확하게 측정해야 하는데 여기서는 롤의 원

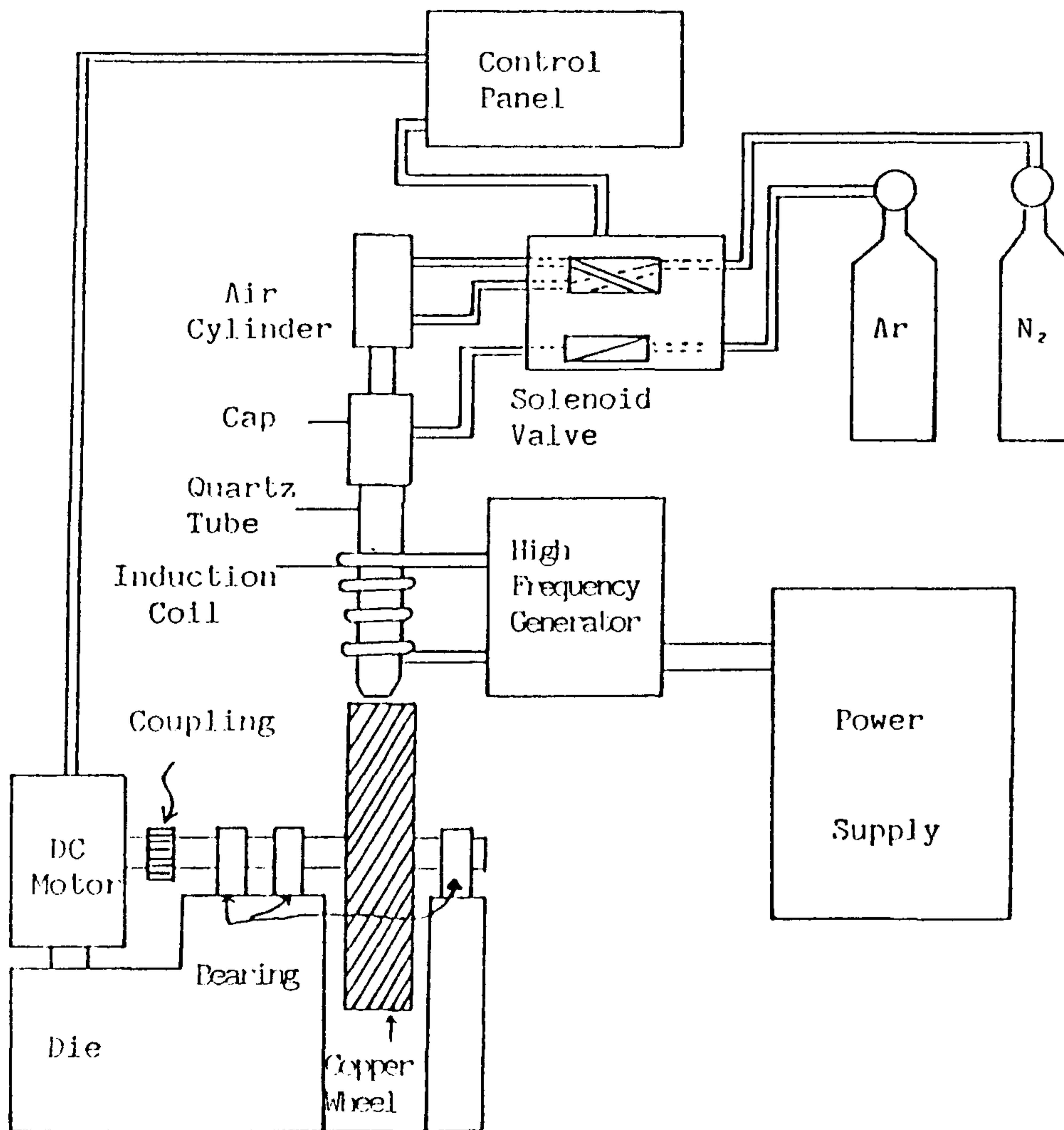


Fig. 2.5 Schematic diagram of apparatus used for manufacturing amorphous ribbons in this work.

주를 측정 한 후 원주율로 나누어줌으로써 구하였다. 이 냉각용 물을 회전시키기 위하여 최대 회전수가 6,000 rpm인 직류전동기(Nikki Denso Co. 제, type N-715, controller NPK 80 type)를 사용하였다.

도가니의 승·하강을 위하여 피스톤의 행정거리가 25mm이고 최대압력이 9.9kgf/cm<sup>2</sup>인 air cylinder를 사용하는데, 이 cylinder는 기계역학에의해서 작동되는 4-way 솔레노이드 밸브를 사용하여 제어하였다. 석영관이 하강한 후 0.2초 후에 분사가 되도록 timer를 사용하여 제어하였다.

#### 1-2. 비정질합금 리본의 제조

비정질합금 리본을 제조하는 첫번째 단계로서 모합금을 용해해야 한다. 본 실험에서 사용한 합금 조성은 크게 반금속의 함량비를 변화시킨  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3(Si_xB_{1-x})_{22.5}$  ( $X=0.4\sim0.8$ )계와 C치환 효과를 살펴보기 위하여 B을 C으로 치환 또는 Si을 C으로 치환한  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_{9-x}C_x$  ( $X=0\sim2$ )계와  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3(Si_xB_{0.9-x}C_{0.1})_{22.5}$  ( $X=0.3\sim0.6$ )계이다. 또한 자성특성 향상을 위한 Al 치환효과를 조사하였는데 이때의 합금계는  $Fe_{73.5-x}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9Al_x$ 이었으며 Al 함량을 각각 0.1, 0.5, 1 at%로 하였다.

모합금을 제조하기 위하여 진공 아크용해방법과 진공유도용해방법의 두가지를 모두 시도하였다. 전자의 경우는 용해가 간편하다는 이점이 있으나 제조된 ingot의 조성이 불균일하기 쉬워 후자의 방법을 주로 사용하였다. 사용된 진공유도용해로는 최대용량이 15kW이며, 1회에 용해한 양은 300g 정도이다.



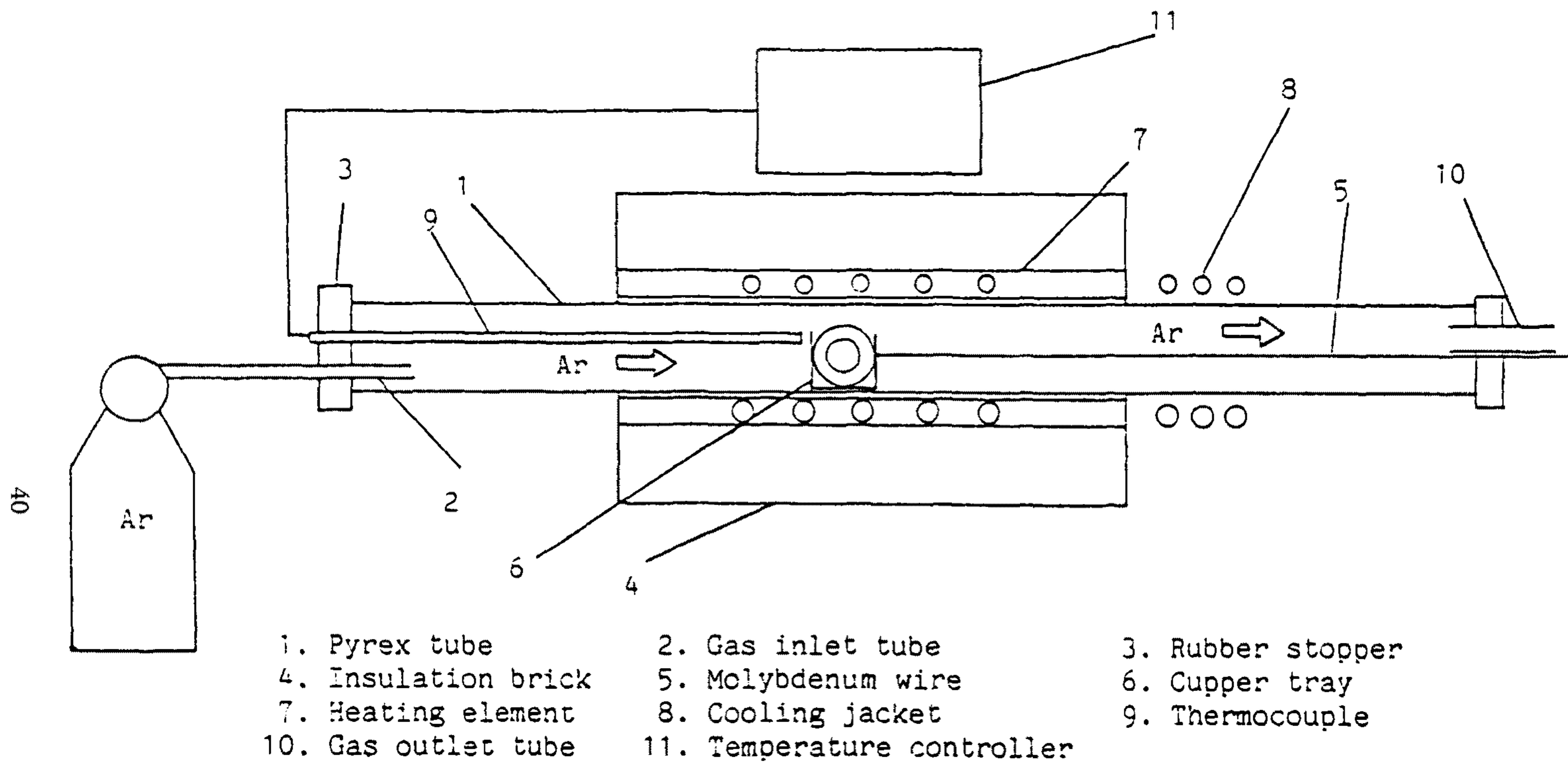


Fig. 2.6 Schematic diagram of the furnace used for heat treatment of amorphous alloys.

용해한 모합금은 분쇄하여 약 6g 정도를 석영관에 넣은 다음 전항에서 언급한 비정질 제조장치를 사용하여 리본을 제조하였다. 리본 제조시 제조 변수는 여러가지가 있으나 본 연구에서는 용탕온도만을 변화시켰다. 이때 용탕온도는 1240°C와 1380°C 두 가지로 하였으며 다른 제조조건은 롤의 회전수 2000 rpm, Ar 분사압력 1.5 kgf/cm<sup>2</sup> 등으로 고정하였다.

## 2. 비정질합금의 열처리

### 2-1. 비정질 합금리본의 열처리 장치

그림 2.6에 비정질 리본의 열처리에 사용한 로의 개략도를 나타내었다. 이 로는 그림 2.7에 나타낸 방식으로 권선한 것을 사용하였다.

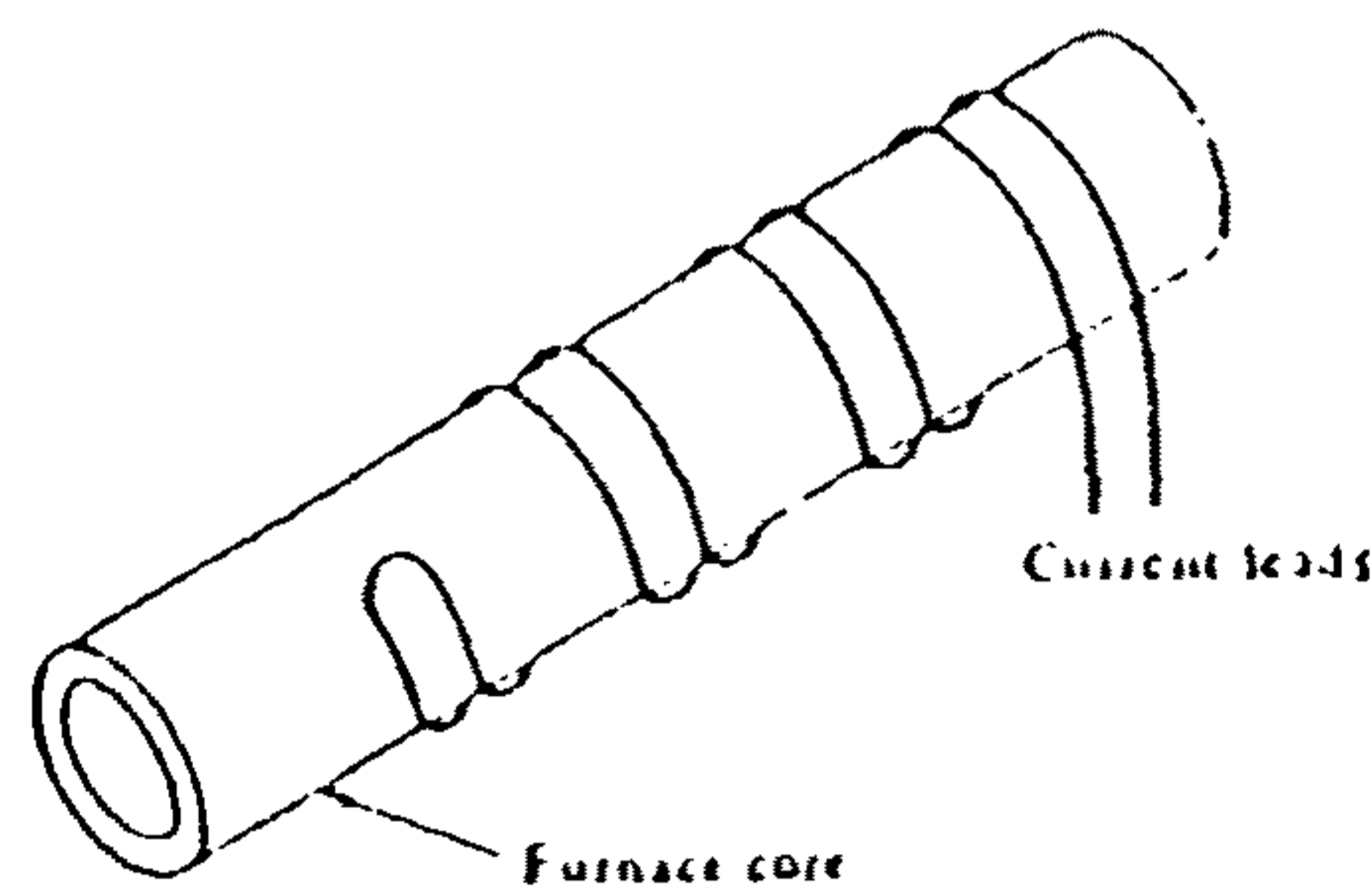


Fig. 2.7 Noninductive winding of a heating coil

제조된 비정질 합금의 열처리는 외경 21mm의 알루미늄 보빈에 링 형태로 리본을 감은 후 Ar 분위기 또는 진공 장치를

이용하여 진공 분위기하에서 일정시간 어닐링 후 꺼내어 공냉시켰다. 이때 비정질 합금리본을 보빈에 감은 후 열처리하는 이유는 열처리 후에 감아서 자심을 만들면 리본이 응력을 받아 자기적 특성이 열화될 우려가 있기 때문이다.

### 3. 특성 측정방법

#### 3-1. 비정질 형성여부의 조사

제조된 리본의 비정질 형성여부는 X선 회절시험으로 조사하였으며 회절곡선상에 peak가 나타나는가 확인하였다.

회절시험은 X-ray diffractometer(Rigaku, RU-200B)를 사용하였고, 실험조건은 Ni-filtered  $\text{CuK}\alpha$  radiation, scanning speed  $4^\circ/\text{min}$ 로서  $2\theta=20\sim120^\circ$  까지 조사하였다.

#### 3-2. 결정화온도( $T_x$ )와 큐리온도( $T_c$ ) 및 포화자화량의 측정

##### (1) 결정화온도의 측정

각 비정질 합금의 결정화 개시온도를 알고 열적안정성을 평가하기 위하여 시차주사열분석(DSC) 실험을 행하였다. 약  $1\text{mm}^2$  크기로 시료를 잘게 자른 후 quartz dish에 넣고 Ar 분위기 중에서 상온에서  $600^\circ\text{C}$   $10^\circ\text{C}/\text{min}$ 의 승온속도로 가열하였다.

### 3-3. 자기특성의 측정

#### (1) 직류 자기특성 시험

제조된 리본의 급냉상태 및 열처리 상태의 자기적 특성을 조사하기 위하여 toroid 형태로 감은 시료에 대하여 직류자기특성 시험을 하였다.

toroid는 리본을 길이 150cm 정도로 잘라서 직경 약 20mm의 알루미늄 보빈에 감은 후 테이프로 고정시키고 그 위에 0.3mm $\phi$ 의 에니멜 동선으로 1차 코일을 40회, 0.23mm $\phi$ 의 동선으로 2차 코일을  $n_2A$  ( $n_2$ : 보빈에 감은 2차 코일의 횟수,  $A$ : 시료의 단면적( $\text{cm}^2$ ))가 0.7이 되도록 감아서 제작하였다.

직류자기특성의 측정시 가해진 자장은 두가지로 하였는데  $B_{10}$ (100e에서의 자속밀도)과  $B_r$ (잔류자속밀도)을 구하기 위해서는 100e,  $H_c$ (보자력)를 구하기 위해서는 0.10e를 가하였다. 매회 측정 때마다 demagnetizing coil내에서 시편을 완전히 탈자시킨 후에 행하였으며 측정에 사용한 기기는 Toei 공업의 model TRF-5AH1 DC recording fluxmeter이다.

#### (2) 교류투자율의 측정

교류투자율은 그림 2.8과 같은 maxwell bridge 회로에 의해 인덕턴스(L)값을 측정함으로써 구할 수 있으며 측정시 탈자자계는 30mOe, 탈자주파수는 1kHz, 탈자시간은 1분으로 하였고 측정자계는 5mOe로 하였다. 본 실험에서 L값은 impedance analyzer(Hewlett

Packard Co., model 4192A)를 사용하여 측정하였다. 이와 같이 측정된 toroid 시료에 대한 교류투자율은 다음 식을 이용하여 얻을 수 있다.

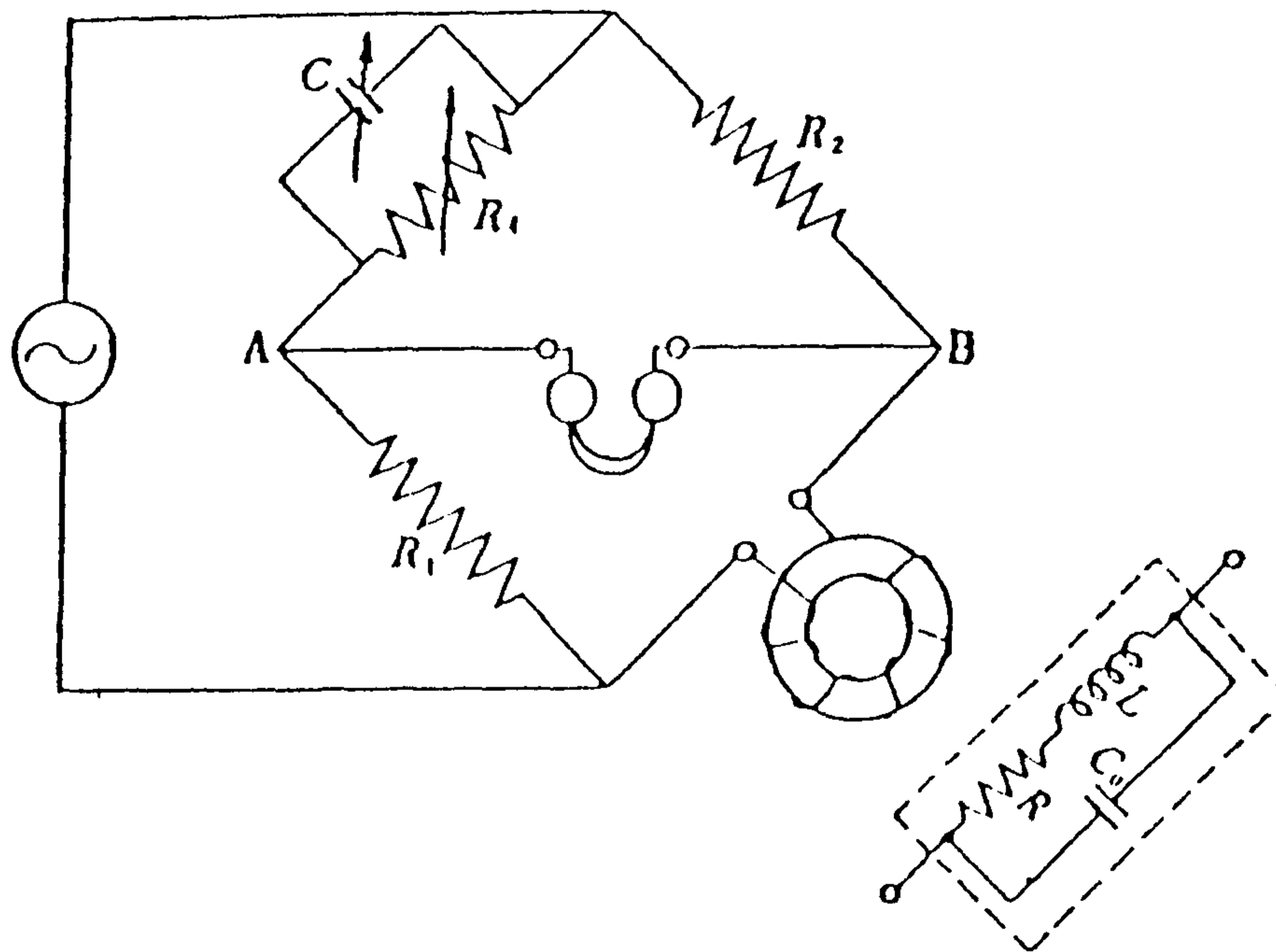


Fig. 2.8 Maxwell bridge and its equivalent circuit.

$$\mu = \frac{Ld}{4SN^2} \times 10^9 \dots\dots\dots (2.7)$$

여기에서  $\mu$  : 투자율, L : 인덕턴스(H), d : 토로이드 유효직경(cm)

S : 자심단면적(cm<sup>2</sup>), N : 코일의 감은 횟수

$$d = \frac{d_2 - d_1}{\ln(d_2/d_1)}$$

$d_1$  : toroid 내경  
 $d_2$  : toroid 외경

### (3) 자왜의 측정

자왜에 의한 길이의 변화는 transducer에 의해 전기용량의 변화로 변환할 수 있으며 이 전기용량의 미소변화를 transducer ratio-arm bridge로 정밀하게 측정하여 자왜로 환산할 수 있다. 리본의 길이 방향으로 가하는 자계의 세기를 8kOe까지 변화시켜 자왜( $\lambda$ )-자계(H) 곡선을 구하고, 이 곡선중의 체적자왜에 기인하는 직선부분을 H=0으로 외삽하여 구한 값을 자왜로 하였다.

## 제 4 절 실험결과 및 고찰

### 1. 용탕온도가 $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3(Si_xB_{1-x})_{22.5}$ ( $x=0.4\sim 0.8$ ) 합금의 자기적성질에 미치는 영향

초미세결정립으로 되어있는 Fe계 합금리본의 연자성 특성을 향상시키기 위하여 본 연구실에서는 최적의 제조조건을 찾고자 노력하여 왔다. 그 결과로서 여러가지의 제조조건중에서 용탕온도가 가장 중요한 제조조건중의 하나임을 알 수 있었으며, 용탕온도가 자기적성질에 미치는 영향을 살펴보기 위하여  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3(Si_{0.6}B_{0.4})_{22.5}$  합금에 대하여 체계적인 연구를 수행하였다. 이 연구를 통하여 자기적성질 특히 실효투자율이 용탕온도에 따라 크게 증가함을 알 수 있었다. 그러나 지금까지 이러한 현상이 일어나는 원인에 대하여 적절한 설명을 할 수 없었다. 또한 지금까지의 본 연구실에서의 연구결과에 의하면 반금속의 함량비에 따라 자기적 특성이 현저하게 변함을 알 수 있었다. 따라서 본 연구에서는 먼저 용탕

온도가 증가함에 따라 자기적성질이 향상되는 이유를 고찰해보고, Si/B의 함량비를 변화시킨  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3(Si_xB_{1-x})_{22.5}(x=0.4\sim 0.8)$  합금계의 용탕온도에 따른 자기적성질을 조사하였다.

### 1-1. 이론적 고찰

용탕온도가 증가함에 따라 초미세결정립으로 되어있는 합금리본의 연자성이 향상되는 이유 중 중요한 것으로 용탕온도가 변함에 따라 비정질리본의 국부적 원자배열이 변화하는 것을 들 수 있을 것으로 생각된다. 만약 급냉시 리본의 냉각속도가 충분히 빠르다면 높은 온도에서 제조된 비정질리본의 국부적 원자배열은 낮은 온도에서 제조된 비정질리본의 원자배열보다 더 무질서할 것이다. 이러한 원자배열에서의 차이는, 액체상태에서 CSRO(chemical short range order)가 크고 이러한 규칙도가 액체합금의 온도에 따라 크게 변화한다면, 더욱 증가할 것이다. 본 항에서 조사하고 있는 Fe-Cu-Nb-Si-B 합금들이 실제로 이러한 경우에 해당된다<sup>(16)</sup>.

용탕온도에 따른 비정질리본의 국부적 원자배열의 변화는 이 리본의 free energy에도 유사한 변화를 주게 될 것이다. 본 연구에서 다루고 있는 조건에서는 free energy에 기여하는 entropy의 효과가 작고, 이종 원자들 사이에 강한 친화력(attractive interaction)이 존재하므로, 비정질합금의 free energy는 용탕온도에 따라 증가할 것이다. 그림 2.9는 두 용탕온도에서 제조한 비정질합금의 free energy를 도시한 것으로 결정상  $\alpha$  Fe와 잔존하는 (비정질)상의 free energy도 나타내었다. 이때 비정질상의 free energy를

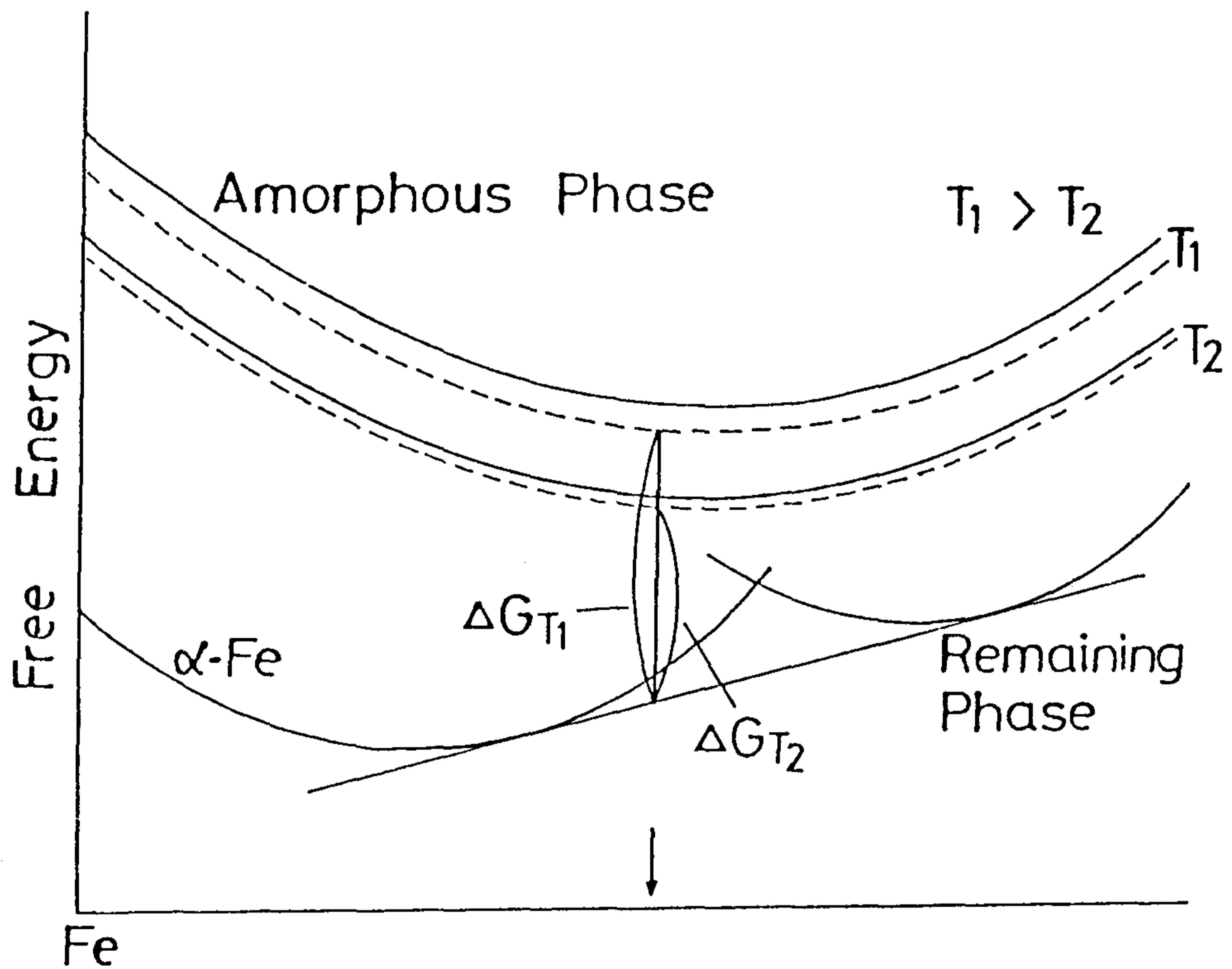


Fig. 2.9 A Schematic illustration of the free energies of the amorphous phases obtained from different melt temperatures together with those of crystalline  $\alpha$ -Fe solution and the remaining (amorphous) phase. (The arrow indicates the composition corresponding to the  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3(\text{Si}_x\text{B}_{1-x})_{22.5}$  alloy.)



도시할때 kinetic적인 면도 고려를 하였다. 즉, 어떤 경우 리본 제조중 냉각속도가 충분히 빠르지 못하면 실제의 free energy는 열역학에 의한 것만으로 예견되는 값보다 다소간 낮아질 것이다. 이러한 free energy의 감소는 냉각이 효율적이지 못할 수록 증가할 것으로 생각되며 이러한 변화를 그림에 점선으로 나타내었다. 그림 2.9에서 보는 바와 같이, kinetic 효과가 지배적이지 않다면 결정화반응에 대한 구동력은 용탕온도가 증가함에 따라 증가할 것이다.

구동력이 핵생성에 미치는 영향에 대해서는 지금까지 많이 연구되어 왔다. 균일 핵생성(homogeneous nucleation)에 관한 고전적인 이론<sup>(17)</sup>—이것은 비정질합금의 핵생성에 상당히 성공적으로 적용되어 왔다<sup>(18)</sup>—에 의하면 단위부피당 핵생성속도 I는 다음과 같이 주어진다.

$$I = a \exp\left(-\frac{br^3/(\Delta G)^2}{kT}\right) \dots\dots\dots(2.8)$$

여기서 a는 원자의 진동수와 관련되고 b는 핵의 모양에 관련된 상수들이다. 그리고 r는 비정질-결정의 계면에너지이고 ΔG는 구동력이다. 본 연구에서 a와 b는 용탕온도에 의존하지 않을 것이므로, 핵생성속도는 r와 ΔG에 주로 의존할 것이다. 또한 r가 용탕온도에 따라서 변하지 않는다고 가정하면 식 (2.8)과 그림 2.9로부터 핵생성속도는 용탕온도가 증가함에 따라 증가할 것이다. 이러한 핵생성속도의 증가는 α Fe 결정립을 보다 미세하게 분포하도록 도와 줄 뿐더러 결과적으로 결정립의 크기 분포를 균일하게 함으

로써, 초미세결정립합금의 연자성성질을 향상시키는데 기여할 것이다.

### 1-2. $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3(Si_xB_{1-x})_{22.5}$ 합금계의 자기적성질

본 항에서는  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3(Si_xB_{1-x})_{22.5}$  ( $x=0.4\sim 0.8$ ) 합금계의 자기적성질이 용탕온도에 따라서 변화하는 것을 조사하였다. 용탕온도는 두 가지로 고정하였는데 하나는 액상선 바로 위의 온도인  $1240^{\circ}C$ 이고 다른 하나는  $1380^{\circ}C$ 이다.

그림 2.10에는 여러가지  $x(Si/(Si+B))$  값에 대하여 1kHz에서의 실효투자율( $\mu_{e,1kHz}$ )이 열처리온도에 따라 변화하는 거동을 보여주고 있다. (a)는 용탕온도가  $1240^{\circ}C$ 인 경우이고 (b)는  $1380^{\circ}C$ 인 경우이다. 그림 2.10에서 보는 바와같이  $\mu_e$ 가 열처리온도에 따라서 변하는 거동까지도 용탕온도에 따라 크게 다름을 알 수 있다. 이러한 차이는  $x$ 값이 작을 때 더욱 커진다.

최적의 열처리온도에서 얻어진  $\mu_e$ (peak  $\mu_e$ )가  $x$ 에 따라 변화하는 거동을 보다 명확히 보기 위하여, 그림 2.11과 2.12에 각각  $\mu_e$ 와  $T_a$ 가  $x$ 에 따라 변화하는 거동을 나타내었다. 그림 2.13은 최적열처리 온도에서 열처리한 시편의 보자력( $H_c$ )이  $x$ 에 따라 변화하는 거동을 보여주고 있다. 그림 2.11~2.13에서 보는 바와 같이 용탕온도에 따라서 자기적성질들이 큰 차이를 보이고 있다. 그림 2.11로부터  $x=0.8$ 인 조성을 제외한 모든 조성에서 높은 용탕온도에서 제조한 리본의 투자율이 낮은 용탕온도에서 제조한 것보다 높은 값을 보이고 있다. 용탕온도가 높은 경우 실효투자율은  $x=0.4$ 를 제외하고  $x$ 에 따라 감소하나, 낮은 용탕온도의 경우는  $x$ 에 따라 거

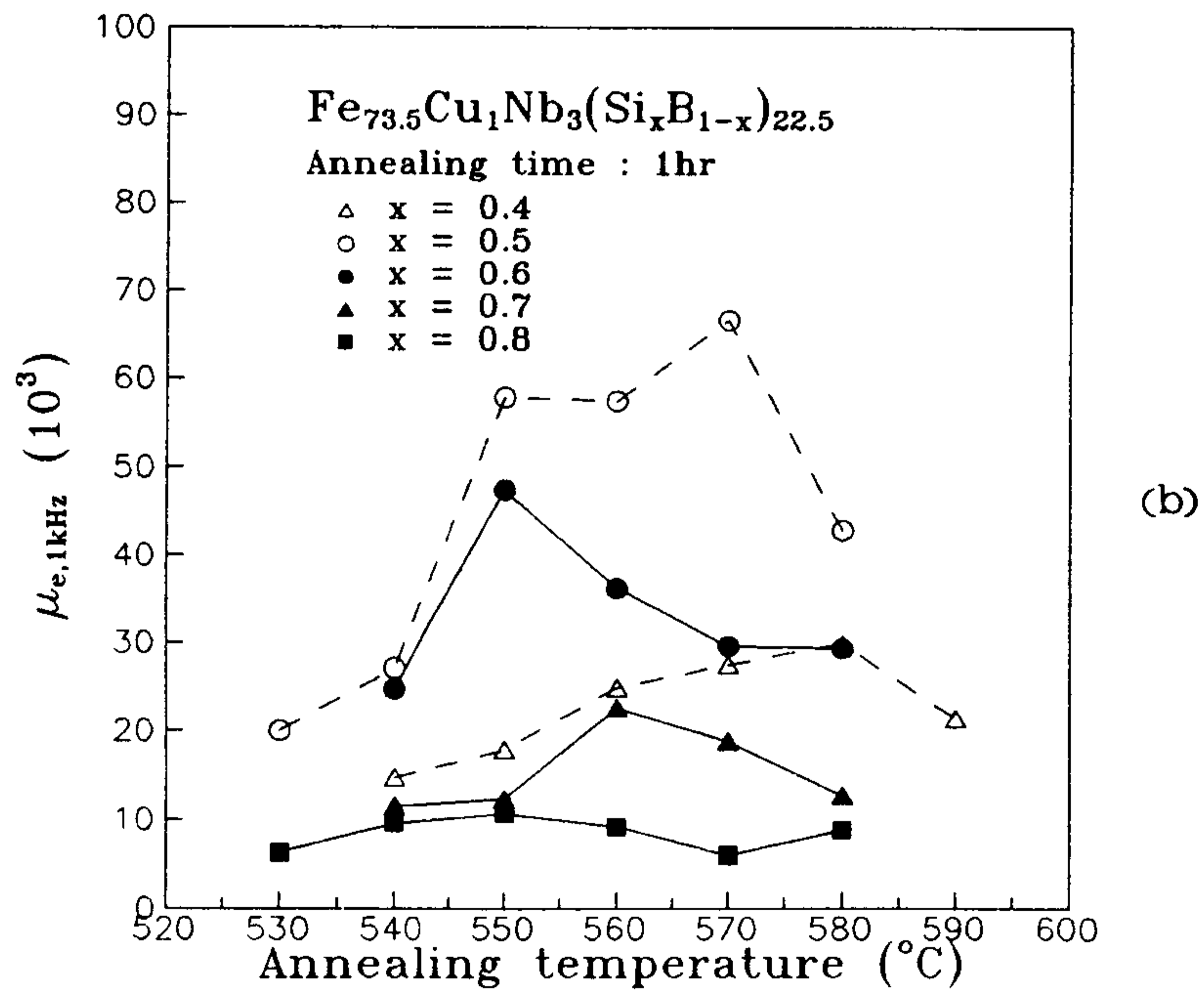
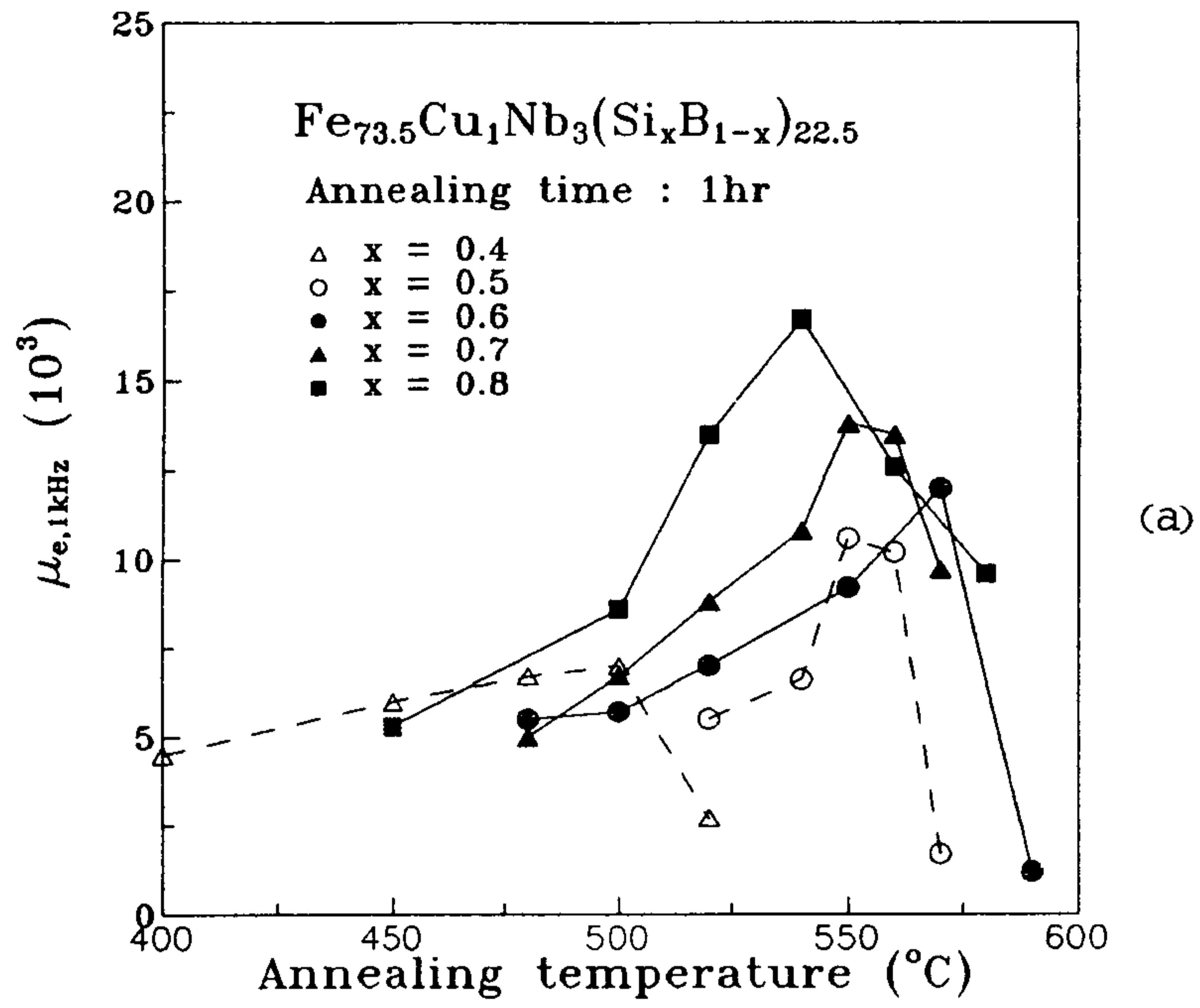


Fig. 2.10 The results for the magnetic permeability as a function of annealing temperature for  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3(\text{Si}_x\text{B}_{1-x})_{22.5}$  ( $x=0.4\sim 0.8$ ) alloys. (a) low melt temperature ( $1240^{\circ}\text{C}$ ) (b) high melt temperature ( $1380^{\circ}\text{C}$ )

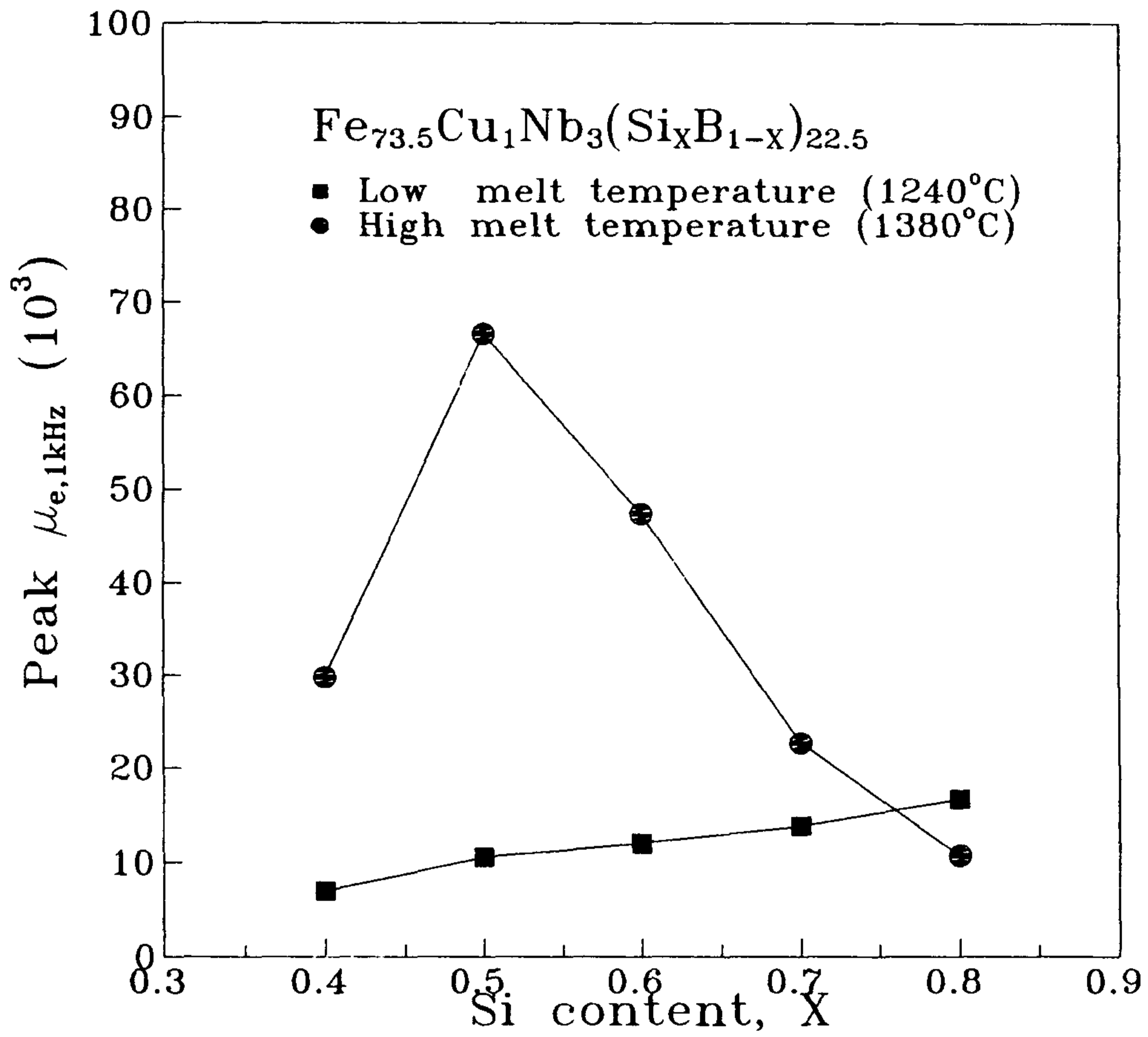


Fig. 2.11 Peak magnetic permeability with Si content (x) of  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3(Si_xB_{1-x})_{22.5}$  alloys.

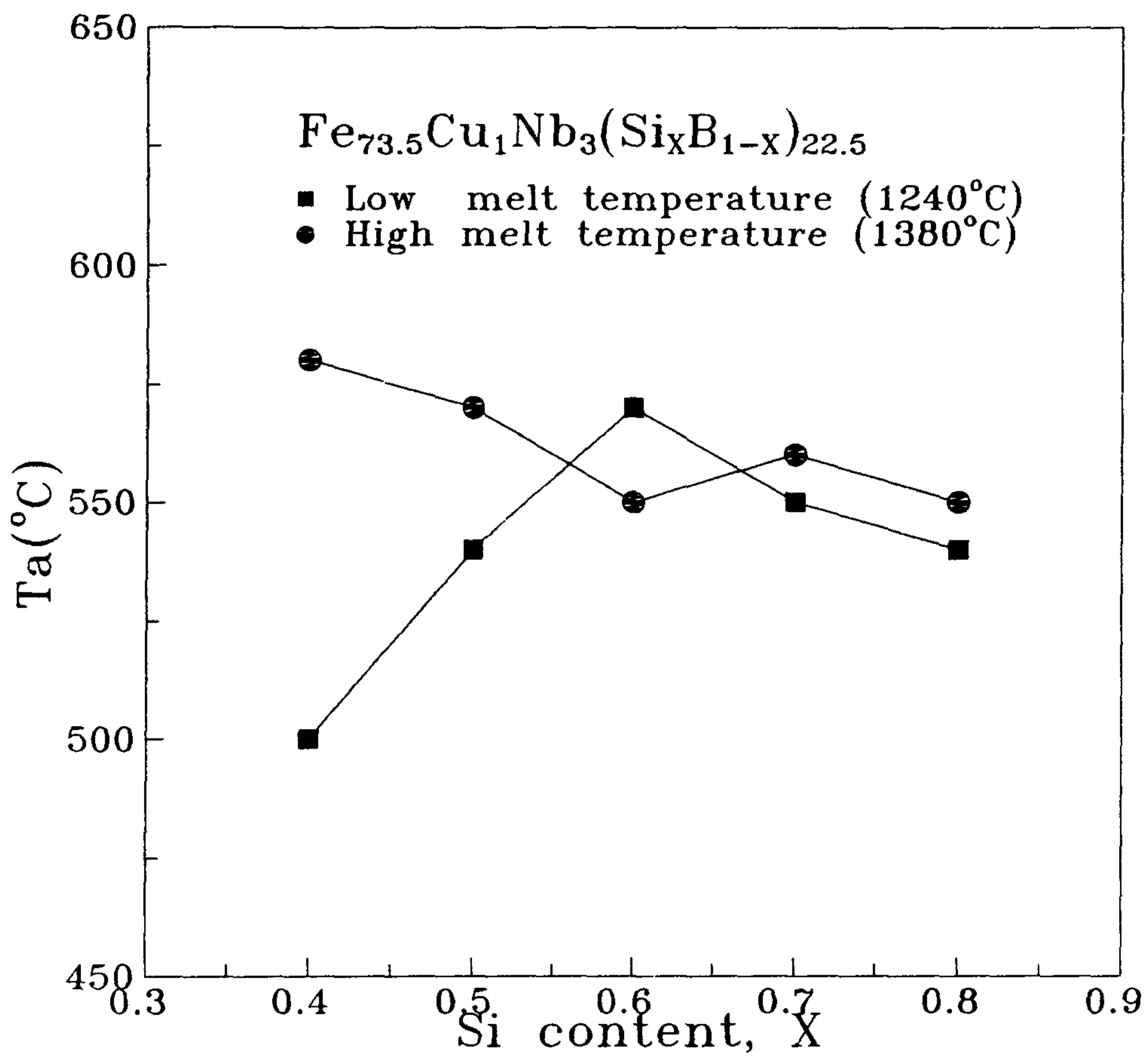


Fig. 2.12 Optimum annealing temperature with Si content (x) of  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3(Si_xB_{1-x})_{22.5}$  (x=0.4~0.8) alloys.

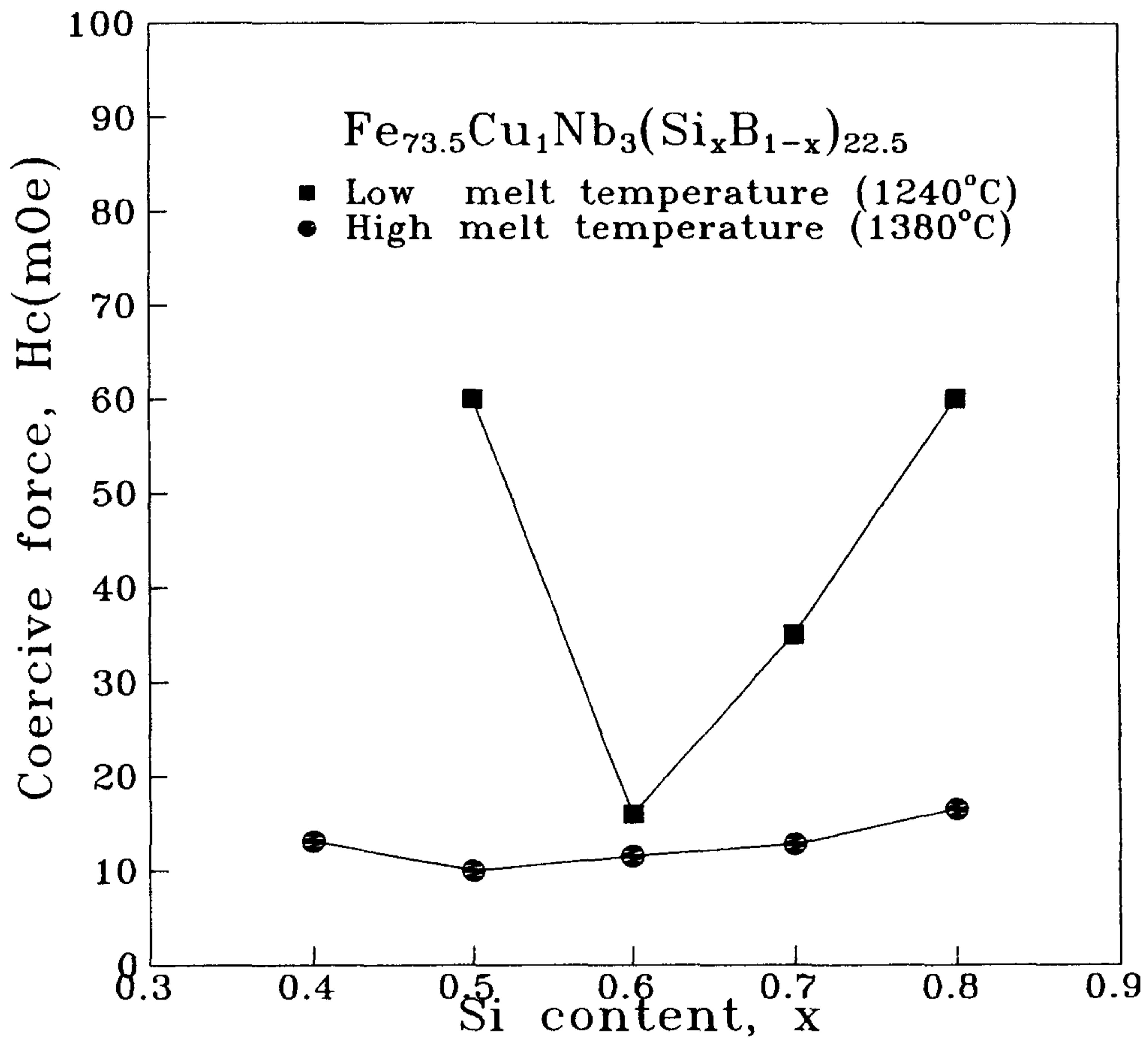


Fig. 2.13 Coercive force with Si content ( $x$ ) of  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3(Si_xB_{1-x})_{22.5}$  alloys.

의 선형적으로 증가한다.

최적열처리 온도는 높은 용탕온도에서 제조한 리본의 경우  $x$ 가 증가함에 따라 감소하는 경향이 있으며, 용탕온도가 낮은 경우는  $x$ 에 따라 약  $500^{\circ}\text{C}$  ( $x=0.4$ )부터  $560^{\circ}\text{C}$  ( $x=0.7$ )까지 증가하다가 다시  $x=0.8$ 에서  $540^{\circ}\text{C}$ 로 감소한다.(그림 2.12)

그림 2.13으로부터 관찰되듯이 보자력의 크기는 높은 용탕온도에서 제조한 리본의 경우  $10\sim 15\text{mOe}$ 로 상당히 작고,  $x$ 에 따라 변화하는 거동도 투자율의 결과로부터 애견되는 바와 같이  $x$ 가 증가함에 따라 보자력이 감소하다가  $x=0.5$  이상에서는 커진다. 낮은 용탕온도에서 제조한 리본의 경우 대체적으로 보자력의 값은 매우 크나  $x=0.6$  조성에서 날카로운 최소현상을 나타낸다. 즉,  $x=0.5$ 에서는  $60\text{mOe}$  정도로 아주 높은 값을 보이다가  $x=0.6$ 에서는  $16\text{mOe}$ 로 급격히 감소한 뒤  $x=0.7$  이상에서는 다시 크게 증가한다.

본 보고서에 결과를 보여주지는 않았지만  $B_{10}$ 은 용탕온도에 거의 무관하였다. 이러한 사실은  $B_{10}$ 이 제조조건보다는 합금조성에 주로 의존하는 것을 의미한다<sup>(19)</sup>.

이상에서 보여준 바와 같이 용탕온도에 따라서 자기적성질이 큰 차이를 나타내고 있는데 이러한 현상을 설명하기 위하여 몇가지 실험이 수행되었다. 그림 2.14는 두가지 용탕온도에 대하여 포화자왜( $\lambda_s$ )가 조성에 따라 변화하는 거동을 보여주고 있다. 그림에서 보는 바와 같이  $\lambda_s$ 값은 용탕온도에 따라 크게 변하지 않음을 알 수 있으며, 이 역시  $B_{10}$ 과 같이  $\lambda_s$ 는 주로 합금의 조성에 의존함을 알 수 있다.  $\lambda_s$ 는 전 조성범위에서  $x$ 에 따라

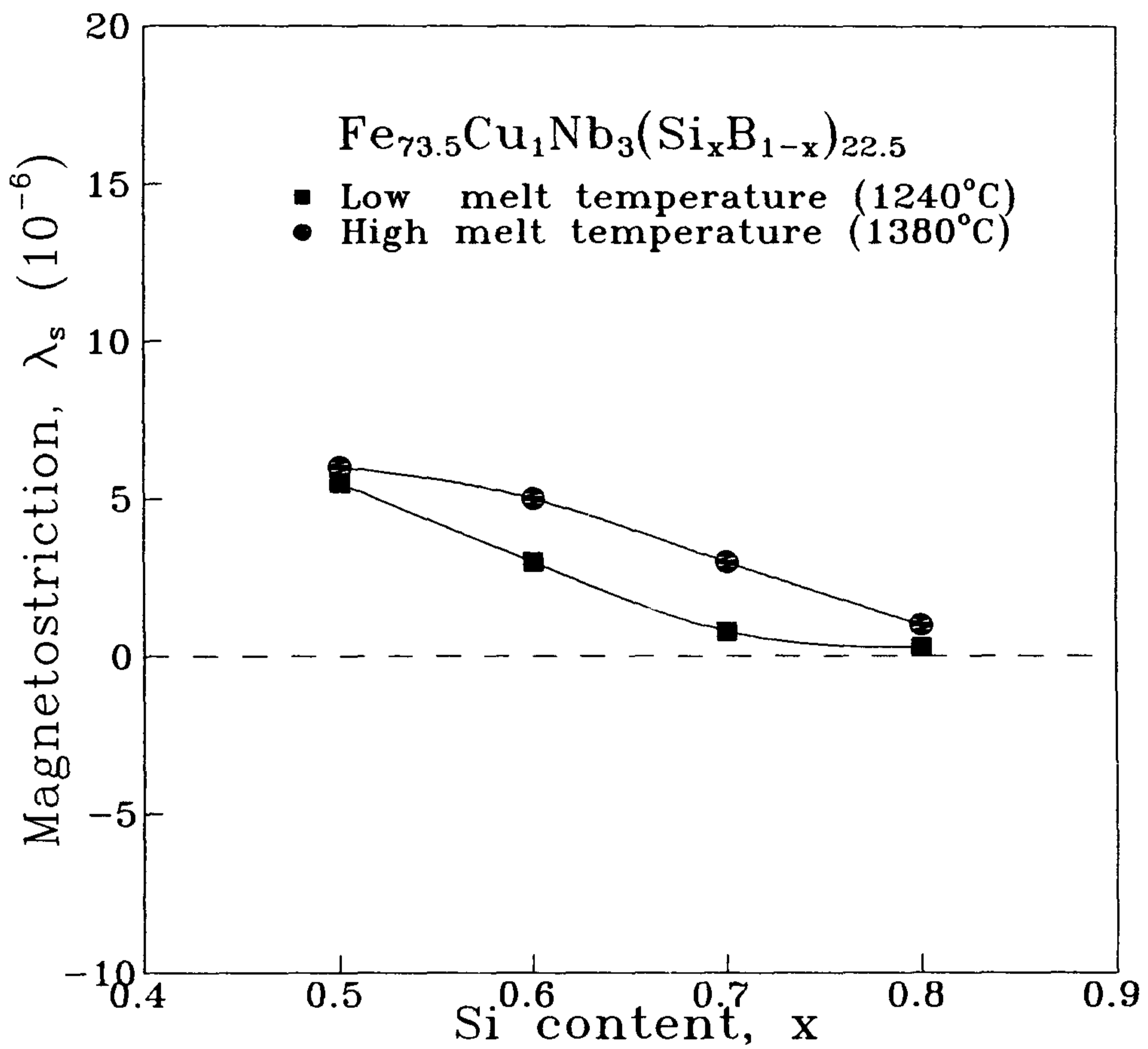


Fig. 2.14 Saturation magnetostriction ( $\lambda_s$ ) with Si content of  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3(\text{Si}_x\text{B}_{1-x})_{22.5}$  alloys.



단조적으로 감소하여  $x=0.7\sim 0.8$ 에서 거의 영에 접근한다. 일반적으로 투자율은  $\lambda_s$ 에 반비례하는 것으로 알려져 있기 때문에<sup>(19)</sup>, 이  $\lambda_s$  측정결과는 높은 용탕온도에서 제조한 리본의 투자율의 조성의존성을 설명하는 것은 가능하지 않으나, 반면에 낮은 용탕온도에서 제조된 리본의 투자율의 조성 의존성을 설명하는 것은 가능하다. 이것은 낮은 용탕온도에서 제조된 리본의 경우  $\lambda_s$ 가 투자율을 결정하는 주요 인자가 되나, 반면 높은 용탕온도의 경우 그렇지 않다는 사실을 의미하는 것으로 생각된다.

비정질 합금리본의 결정화거동을 조사하기 위하여 DSC (differential scanning calorimetry) 실험을 하였으며 이에 대한 결과를 표 2.1에 나타내었다. 표에서 보는 바와 같이 서로 다른 두 용탕온도에서 제조한 리본의 거시적인 결정화거동은 큰 차이가 없음을 알 수 있다. 즉 결정화 개시온도( $T_x$ )와 피크(peak) 온도( $T_p$ )가 용탕온도에 상관없이 조성이 같을 경우 거의 같은 값을 보이고 있다. 이는 용탕온도에 따라 결정화 거동이 큰 차이가 없음을 시사하는 것이며 이 결과로는 용탕온도에 따른 큰 자기적 성질의 차이를 설명하는 것은 어려운 것으로 생각된다. 따라서 초미세 결정합금의 자기적성질을 좌우하는 다른 요인인 결정립크기를 x-선 회절법을 이용하여 조사하여 보았다.

그림 2.15와 2.16에는 x-선 회절시험 결과를 보여주고 있는데 그림 2.15는  $\alpha$  Fe 결정립의 크기에 대한 결과를, 그림 2.16은  $\alpha$  Fe 결정상의 분율에 대한 결과를 보여주고 있다. 이 결과들은 최적 열처리조건에서 얻어진 시료로부터 구해졌다(x-선 회절시험에 의한 결정립의 크기와 결정화분율을 얻는 방법은 3장에

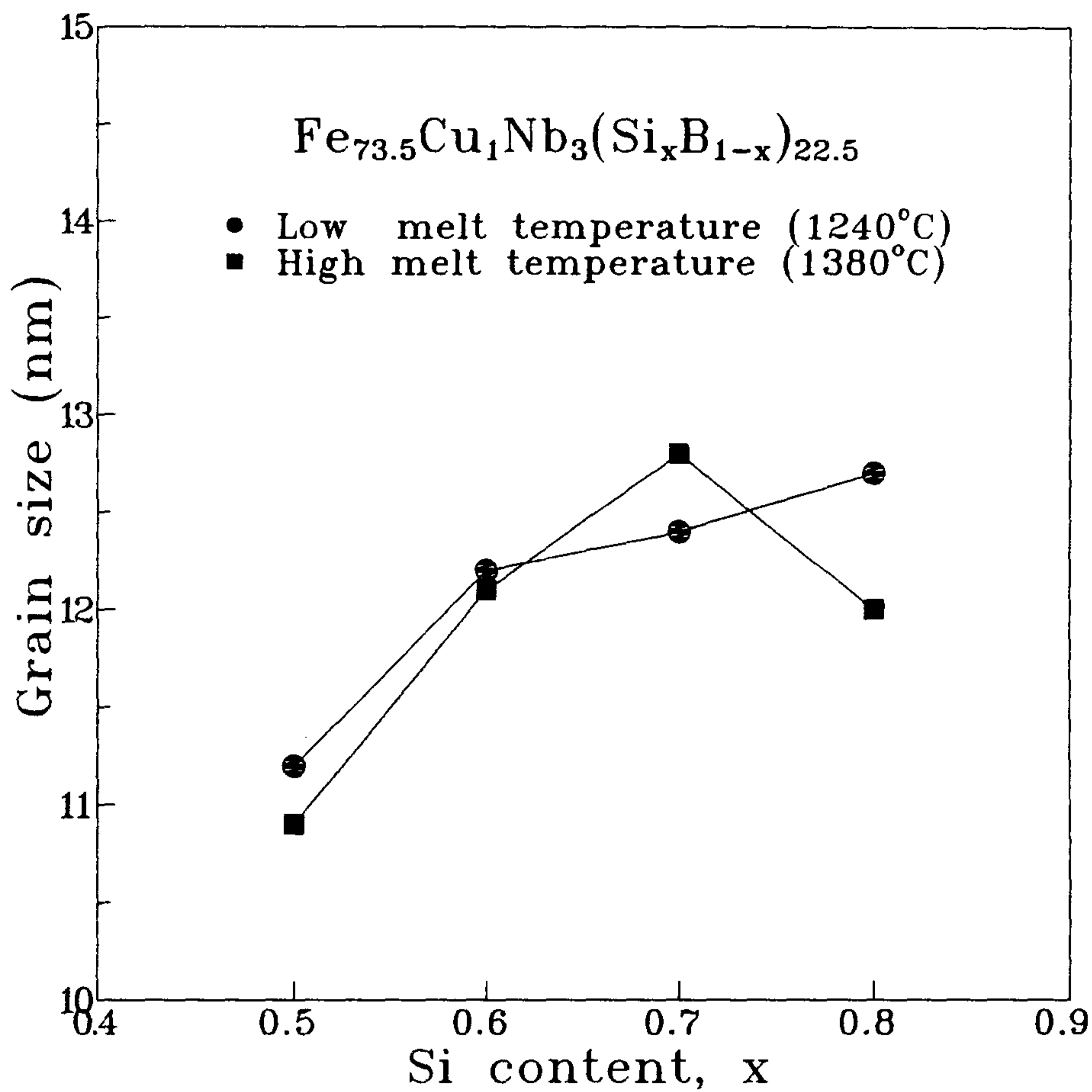


Fig. 2.15 Grain size with Si content (x) of  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3(\text{Si}_x\text{B}_{1-x})_{22.5}$  alloys.

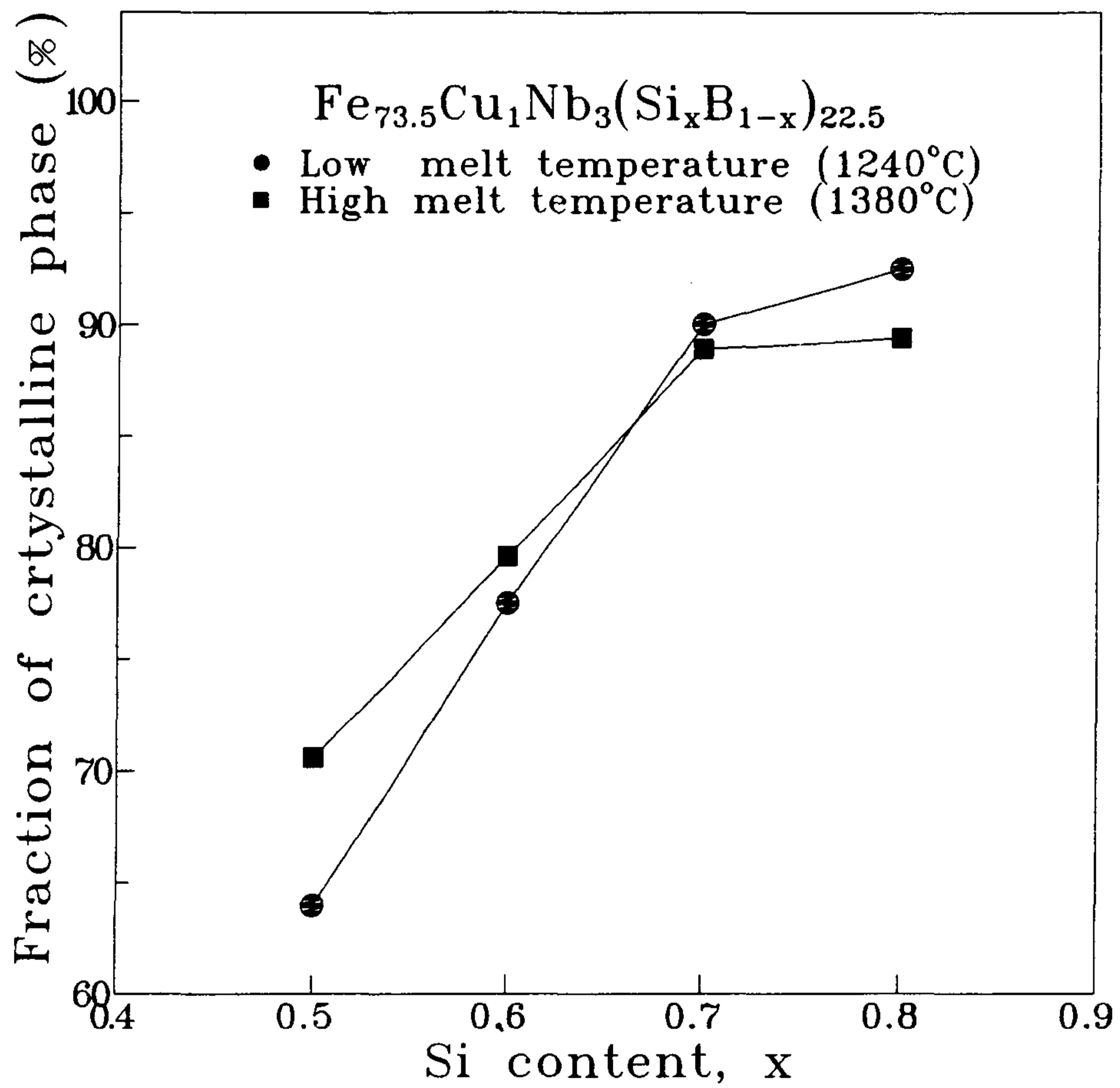


Fig. 2.16 Fraction of crystalline phase with content (x) of  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3(\text{Si}_x\text{B}_{1-x})_{22.5}$  alloys.

자세히 언급되었다). 그림 2.15와 2.16에는 조성이  $x=0.4$ 인 리본에 대한 결과는 나타내지 않았는데 이는 이 시료의 경우 결정화 분율이 낮아 본 연구에서 행한 방법으로  $\alpha$  Fe 결정립의 크기와 결정상의 분율을 정확히 계산할 수 없었기 때문이다.

그림 2.15로부터 관찰되듯이 결정립의 크기는  $x$ 에 따라 다소 크게 변하고 있으나, 용탕온도에 따라서는 큰 변화를 보이지 않고 있다. 즉  $x=0.6$ 인 조성에서 0.1nm로써 가장 작은 차이를 보이고 있으며, 가장 큰 차이는 0.7nm로써  $x=0.8$ 인 조성에서 관찰되고 있다. 초미세 결정립합금의 자기적성질이 결정립의 크기에 아주 민감하게 변한다고 하나 (Herzer에 의하면  $\mu \propto D^6$ 라고 보고하고 있음<sup>(3)</sup>) 그림 2.15에 나타낸 결과로부터 용탕온도에 따른 큰 자기적성질의 차이를 설명하기는 어려운 것 같이 보인다. 다만 그림 2.15에 나타낸 결정립크기에 대한 결과와 앞에서 언급한 자기적성질, 예를 들면, 그림 2.11 및 2.13에 나타낸 투자율과 보자력의 결과와 비교하여 볼 때, 높은 용탕온도에서 제조한 시료의 경우  $x=0.5$  이상의 영역에서  $x$ 증가에 따른 투자율의 감소 및 보자력의 증가가 결정립크기의 증가와 대응하고 있다. 초미세결정립합금에서 일반적으로  $D$ 가 감소하면,  $\mu_e$ 가 따라서 증가하고 보자력이 감소하는 것으로 알려지고 있는바<sup>(3)</sup>, 위의 대응성은 이러한 상관관계의 반영인 것으로 보여진다. 그러나 용탕온도가 낮은 경우는 이와 정반대의 경향을 보이고 있다.

Table 2.1 DSC results for  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3(Si_xB_{1-x})_{22.5}(x=0.4\sim 0.8)$  alloys

x	Low melt temperature (1240°C)		High melt temperature (1380°C)	
	T <sub>x</sub> (°C)	T <sub>p</sub> (°C)	T <sub>x</sub> (°C)	T <sub>p</sub> (°C)
0.4	500.5	543.1	502.4	545.9
0.5	503.7	533.2	503.4	535.0
0.6	503.2	522.9	504.2	524.5
0.7	500.1	519.1	500.3	519.3
0.8	491.2	510.6	489.4	508.1

그림 2.16에 나타낸 결정상의 분율은  $x=0.5$ 인 조성에서 용탕온도에 따라 다소 큰 차이를 보이고 있으나 그 이외의 조성에서는 큰 차이를 보이지 않고 있다. 즉  $x=0.5$ 인 조성에서 낮은 용탕온도에서 제조한 리본의 경우 결정상의 분율은 64%이나 높은 용탕온도의 경우는 약 71%이다. 그림 2.16으로부터 한가지 주목할 것은 결정상의 분율이  $x$ 에 따라 크게 변한다는 사실이다. 낮은 용탕온도에서 제조한 리본의 경우는  $x=0.5$ 에서 약 64%이며,  $x=0.8$ 인 경우는 크게 증가하여 약 93%에 이른다.

지금까지 서로 다른 두 용탕온도에서 제조한 리본에서 자기적성질이 큰 차이가 나는 것을 설명하기 위하여  $\lambda_s$ , DSC thermogram, 결정립의 평균크기 및 결정상의 분율에 대한 결과들을 구하였다. 이러한 결과들 중 일부는 용탕온도에 따라 다소간의 차이를 보이고 있으나, 큰 자기적성질의 차이를 설명하기에는 만족

스립지 못한 것으로 생각된다. 이러한 사실은 초미세 결정립 합금의 자기적성질이 어떤 ‘평균적인’ 값들에 의해서도 영향을 받지만 이와 병행하여 ‘비평균적인’ 값과 ‘국부적인’ 문제들에 의해서도 영향을 받는 것으로 해석 할 수도 있다. 후자의 문제들에 해당하는 것들로는 결정립의 크기 분포, 결정립성장의 이방성 그리고 아주 미세한 석출물의 존재를 들 수 있겠다. 결정립 크기 분포에 대해서는 앞의 이론적 고찰에서도 언급하였던 바와 같이, 용탕온도가 높은 경우 결정화에 따른 구동력이 커지고 따라서 핵생성속도가 증가하면서 결정립의 크기 분포가 좁아져서 즉 결정립의 크기가 균일해져서 자기적성질의 향상을 기대 할 수 있을 것이다.

결정립의 이방성은 결정화시 결정립이 벌크(bulk)보다는 표면에서 먼저 핵생성이 일어나 벌크쪽으로 핵성장이 일어남으로써 생성된 결정리본에 이방성을 주는 것으로 생각된다. 결정립성장 유도 이방성은 여러가지 요인에 의해서 영향을 받겠지만 이것 역시 구동력의 크기에도 영향을 받게 될 것으로 보여진다. 왜냐하면 구동력이 커짐에 따라 표면 핵생성등의 불균일 핵생성(heterogeneous nucleation)보다는 벌크핵생성(homogeneous)이 일어날 가능성이 커지기 때문이다. 용탕온도에 따라 생성된 결정리본의 이방성이 변하는 문제에 대한 간접적인 증거로는 용탕온도에 따른 각형비의 변화를 생각할 수 있겠다. 왜냐하면 각형비는 이방성에 의해서 가장 큰 영향을 받기 때문이다<sup>(20)</sup>. 전년도 연구에서 각형비는 용탕온도

에 따라 증가하는 경향을 보여 주었는데 이러한 사실은 이러한 추론을 뒷받침하는 것으로 생각된다.

세번째의 미세한 석출물의 형성과 관련된 문제에 대해서 생각해보기로 하자. 이러한 석출물의 존재는 자유극을 형성시키게 되고 따라서 반자장(demagnetizing field)을 유발하므로 자기적성질을 크게 열화시키게 될 것이다. 즉 이러한 미세결합들의 크기가 대부분의 보편적인 실험방법에 의해 검출하는 것은 불가능할 정도로 작더라도 자기적성질에는 큰 영향을 줄 수 있으리라 생각된다. 이러한 국부적 미세결합을 본 연구와 연관지어서 생각할 수 있는 것으로는 아주 미세한 boride 입자의 석출을 들 수 있다. 낮은 용탕온도에서 제조한 리본의 경우 Fe 원자주위에 존재하는 B원자의 수가 높은 용탕온도의 경우보다 많으므로<sup>(16)</sup> 열처리시 boride의 형성이 쉬우리라고 예상할 수 있다. 이것은 B의 함량이 많은 조성의 경우 최적 열처리온도가 용탕온도가 높은 경우가 낮은 경우 보다 높다는 사실로 부터도 간접적으로 시사된다. 그러나 이러한 추측을 뒷받침하기 위해서는 이 재료에 대한 체계적인 미세구조 및 조직연구가 향후 필요하리라 생각된다.

### 1-3. 투자율과 보자력 및 투자율과 각형비( $B_r/B_{10}$ )의 상관관계

연자성재료의 자기적특성을 나타내는 것에는 여러가지가 있으나 가장 중요한 것은 투자율이다. 따라서 본 항에서는 초미세결정립합금의 연자성성질을 보다 깊이 이해하기 위하여 투자율과 보자

력 및 투자율과 각형비의 상관관계에 대하여 고찰해 보기로 한다. 본 상관관계의 고찰에는 지금까지 많은 연구자들에 의해 조사된  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3(\text{Si}_{0.6}\text{B}_{0.4})_{22.5}$  합금을 택하였다.

그림 2.17은 앞서 언급한 합금조성에 대한 1kHz에서의 실효투자율( $\mu_{e,1\text{kHz}}$ )과 보자력의 상관관계를 나타낸 것이다. 용탕온도에 따른 모든 결과를 그림에 나타내었으며, 또한 비교하기 위하여 다른 연구자들에 의해 보고된 동일한 합금계에 대한 결과들도 함께 나타내었다. 모든 data는 상당히 분산된 형태를 보이며 두 특성사이의 특별한 관계는 보여주지 않는것 같이 보인다. 그러나 좀더 세밀하게 관찰하면 즉, 원점에서 가장 멀리 떨어져 있는 data만을 고려하면 두 자기적 성질사이에 어떤 관계가 존재함을 알 수 있다. 그림에 나타낸 실선은 이들 data를 고려하여 line-fitting한 것으로, 이 실선의 의미는 주어진 보자력에 대해 얻어질 수 있는 최대 투자율의 경계를 나타낸다. 예를 들면 보자력이 15mOe를 갖는 리본의 경우 투자율은 최대 60,000 정도를 나타낼 수 있다는 것을 의미한다. 다른 연구자들의 결과는 대부분이 이 실선상에 있는 것을 알 수 있다. 이는 보고된 결과들이 주어진 제조조건에서 최고의 자기적특성을 보여주는 것으로 인식할 수 있다. 그런데 Kohmoto의 결과는<sup>(21)</sup> 이 실선에 의해 얻어질 수 있는 값보다 높은 결과를 보여주는데 이것은 합금의 포화자왜가 다른 연구자들이 얻은것(약  $2 \times 10^{-6}$ ) 보다 작은 값( $1 \times 10^{-6}$ )을 얻었기 때문으로 생각된다.



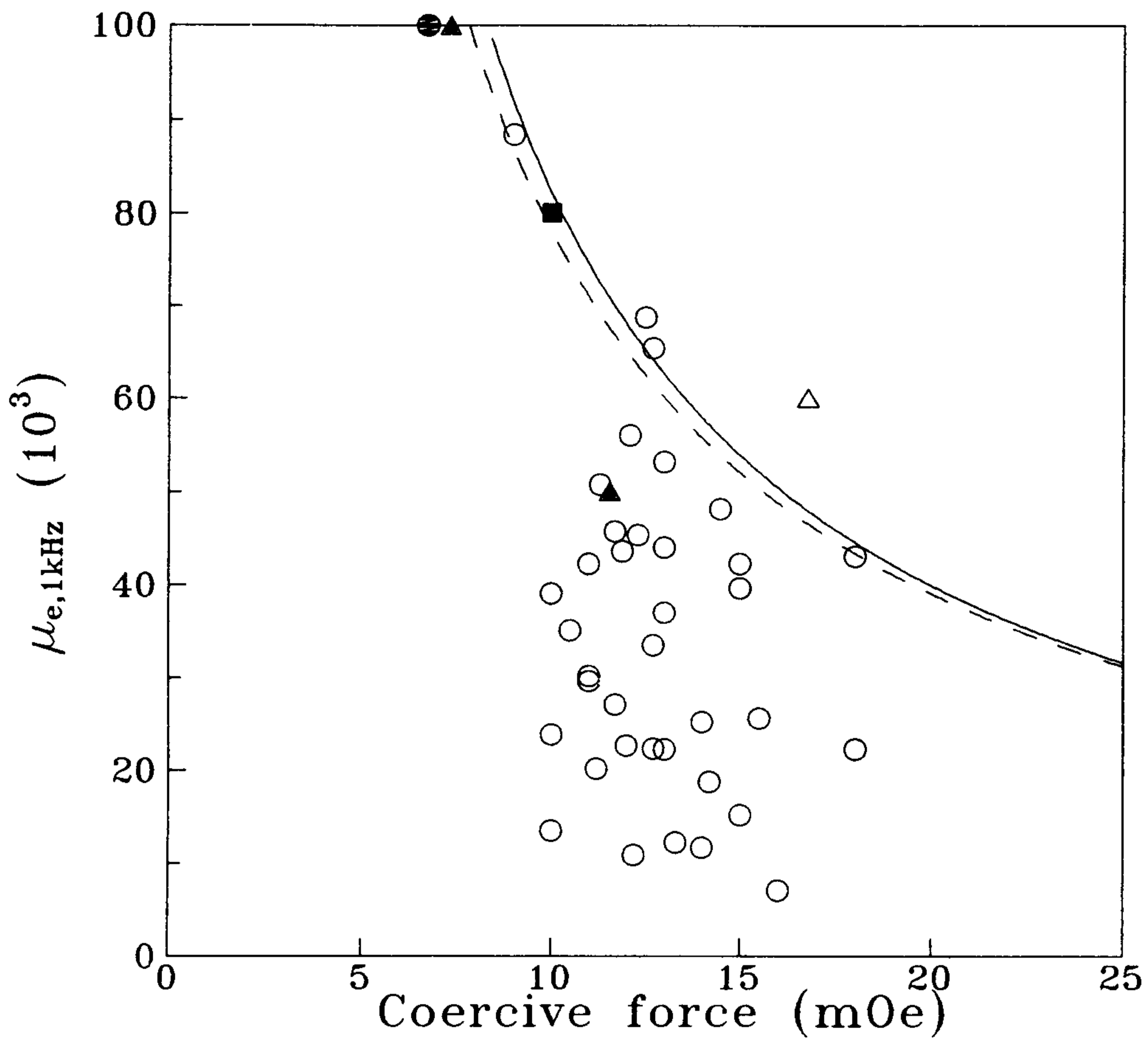


Fig. 2.17 The relationship between the magnetic permeability and the coercive force. Our results are indicated by the unfilled circles. Also shown in the figure are results of Yoshizawa et al (the filled circle), Kohmoto et al (the unfilled triangle), Gawior et al (the filled triangles) and Herzer (the filled square)

최근 Herzer는<sup>(22)</sup> coherent spin rotation에 의한 결과와 random anisotropy model을 사용하여 투자율과 보자력은 다음 식으로 표현되는 바와 같이, magneto-crystalline anisotropy( $K_1$ ), exchange stiffness( $A$ ), 포화자화 ( $M_s$ )와  $\alpha$  Fe결정의 결정립크기( $D$ )의 함수로 나타낼수 있음을 제시하였다.

$$\mu_{e, \text{kHz}} = P_\mu \frac{M_s^2 A^3}{\mu_0 K_1^4 D^6} \dots\dots\dots (2.9)$$

$$H_c = P_c \frac{K_1^4 D^6}{M_s A^3} \dots\dots\dots (2.10)$$

여기서  $P_\mu$ 와  $P_c$ 는 무차원 pre-factor이고  $\mu_0$ 는 free space의 투자율( $\mu_0 = 4\pi \times 10^{-7}$  H/m)이다. (2.9)식과 (2.10)식에 의해 다음과 같은 결과를 얻을 수 있다.

$$(\mu_{e, \text{kHz}})(H_c) = P_c P_\mu \frac{M_s}{\mu_0} \dots\dots\dots (2.11)$$

Herzer<sup>(22)</sup>에 의하면 변수  $P_\mu$ 과  $P_c$ 는 각각 0.5와 0.13으로 결정되며 본 합금계에 대해서 포화자화는 1.2T이므로 (2.11)식은 다음과 같이 표시된다.

$$(\mu_{e, \text{kHz}})(H_c) = 7.80 \times 10^5 (\text{mOe}) \dots\dots\dots (2.12)$$

식 (2.12)에 의해 주어진 보자력과 투자율의 관계를 그림 (2.17)에 점선으로 나타내었다. 그림에서 보는 바와 같이 점선과 실

선은 비교적 잘 일치함을 알 수 있다.

다음으로 투자율과 각형비( $B_r/B_{10}$ )의 상관관계를 조사하기 위하여 그림 2.18에 나타내었다. 비교하기 위하여 Yoshizawa<sup>(1),(2)</sup>의 결과를 함께 표시하였다. 이 경우 투자율과 각형비의 상관관계는 확실히 드러나며 투자율은 각형비가 증가함에 따라 증가하는 경향을 보여주고 있다. 이러한 결과는 전년도 연구결과에서 투자율과 각형비가 용탕온도에 따라 변화하는 거동, 즉 투자율이 용탕온도에 따라 증가하는 양상이 각형비가 용탕온도에 따라 증가하는 양상과 비슷하다는 사실로 부터 이미 예상되는 바이다.

본항의 결과(그림 2.17과 2.18)로부터 알 수 있듯이 초미세  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3(Si_{0.6}B_{0.4})_{22.5}$  합금의 투자율과 보자력 및 각형비는 상호 상관성을 지니고 있음을 알 수 있다.

## 2. 탄소첨가의 영향

Fe-B 비정질합금에서 B대신에 C을 치환하면 포화자속밀도( $M_s$ ), 큐리온도( $T_c$ ), 결정화온도( $T_x$ )는 감소하고 보자력( $H_c$ )은 증가한다고 알려져 있다.<sup>(23)</sup> 즉 B대신 C를 치환함으로써 비정질 Fe-B합금의 연자기 성질은 열화된다. 그러나 B대신 C를 치환한 Fe계 비정질합금은 열처리함으로써 자기적성질을 향상시킬수 있다는 연구결과가 보고되었다<sup>(24)</sup>. 특히  $B_s$ 값이 열처리에 의하여 증가한다고 보고되고 있는데, 비정질  $Fe_{86}B_7C_7$ 합금의 경우 적절한 열처리를 행해줌으로서  $B_s$ 가 17.7kG 이상까지 증가한다. 이는 C을 첨가하지 않은 비정질 Fe-B계 합금의 최대치 15.9~16.2kG에 비해 상당히

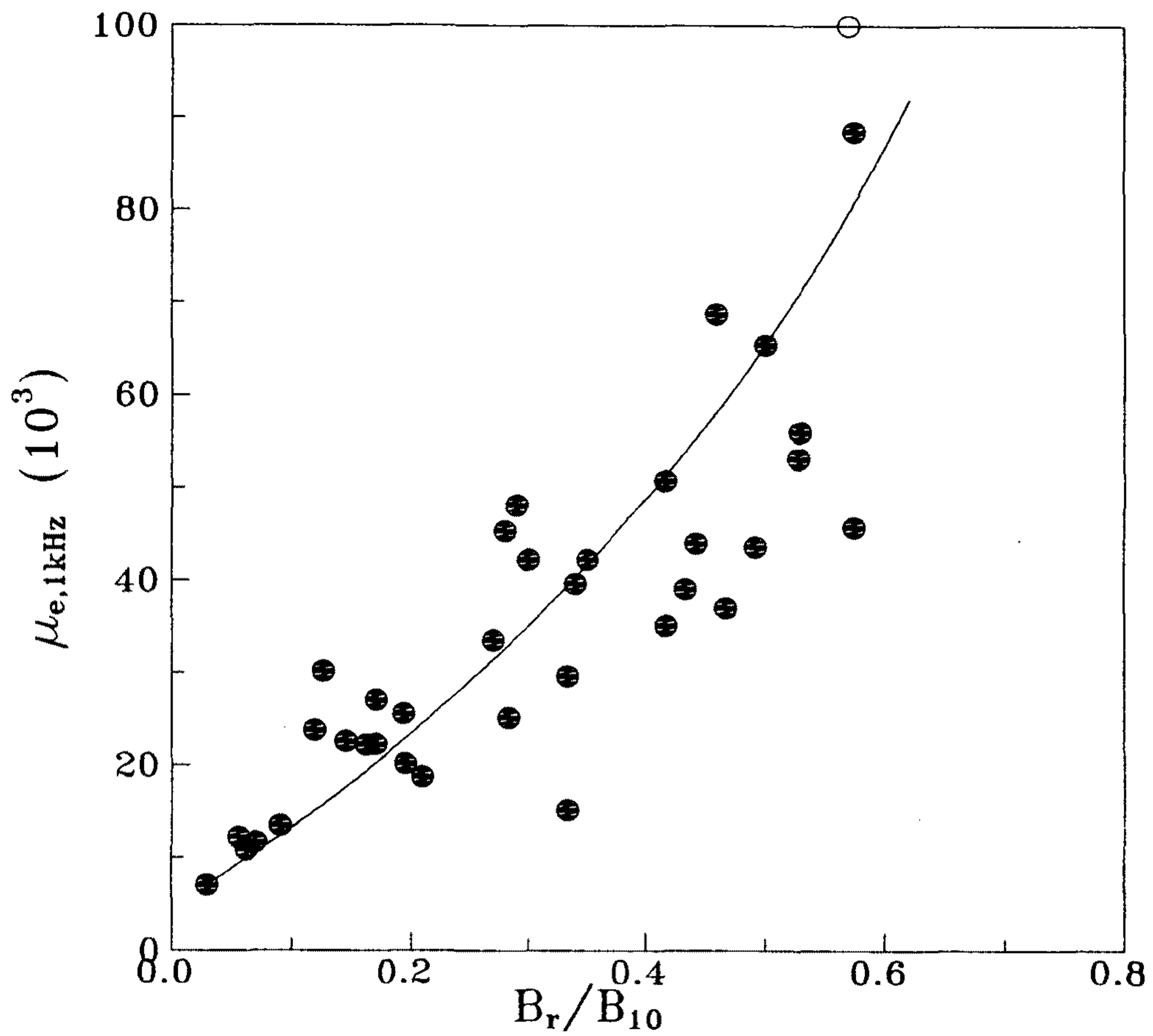


Fig. 2.18 The relationship between the magnetic permeability and the retentivity ratio ( $B_r/B_{10}$ ). The result of Yoshizawa et al is also shown (the unfilled circle).

높은 값이다. 이러한 B<sub>s</sub>값의 증가는 주로 열처리중 미세구조의 변화에 기인하는 것으로 설명되고 있다. 또 한가지는 밀도의 영향인데 비정질 Fe-B합금에 B을 C로 치환하게 되면 이합금의 밀도가 증가하며 따라서 B<sub>s</sub>값(단위부피당)도 증가하게 될 것이다.

박막의 경우 C를 함유한 Fe계 합금에서 비정질상을 적절한 열처리조건에서 열처리함으로써 수십 nm의 입경을 갖는 열적안정성이 우수한 초미세결정립 구조를 얻는 것이 가능한 것으로 보고되고 있다.<sup>(6)</sup> 초미세결정구조가 가능한 이유는 아주 미세한 탄화물의 석출 때문이라고 추정되고 있다. 즉 아주 미세하게 석출된 탄화물이  $\alpha$  Fe상의 결정성장을 억제시킨다는 것이다. Fe-Cu-Nb-Si-B계 합금의 경우 이와 유사한 역할을 담당하는 것이 Nb이라고 알려져 있는데<sup>(4)</sup> 이때 Nb의 첨가는 Fe-Cu-Nb-Si-B합금의 Ms를 낮출뿐만 아니라(희석효과 때문에) 이재료의 취성을 증가시키기 때문에 Nb의 양을 최소화시키는 것이 필요하다. 만약에 리본형태의 합금에서도 박막의 그것처럼 첨가된 C가 입자성장을 억제시키는 역할을 한다면 Nb의 양을 줄일수 있는 가능성이 있으므로 이러한 관점에서 C첨가의 영향을 조사하는 것이 중요하다고 생각된다. 또한 이 합금에서 C의 치환효과를 연구하는 것은 실용적인 면에 있어서도 중요하다. 왜냐하면 Fe-Cu-Nb-Si-B의 모합금을 용해할때 B을 Fe-B의 형태로 첨가하는 것이 경제성이 좋는데 Fe-B의 제조시 불순물로 상당량의 C이 존재하기 때문이다.

본 절에서는 이러한 배경하에 초미세결정합금인 Fe<sub>73.5</sub>Cu<sub>1</sub>Nb<sub>3</sub>Si<sub>13.5</sub>B<sub>9</sub>에서 B을 C으로 치환 또는 Si을 C으로 치환함에 따라

자기적성질이 어떻게 변화하는가를 조사하였다.

## 2-1. $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_{9-x}C_x$ 의 자기적 성질

그림 2.19는  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_{9-x}C_x$  합금의 실효투자율이 열처리 온도에 따라서 변화하는 거동을 보여주고 있다. B대신에 C을 치환한 정도는 0.5에서 2.0at%이며 그림에 나타낸 실효투자율값은 몇개의 실험결과들을 평균한 값이다. 그림에서 가장 확연히 드러나는 것은 C의 치환량이 증가함에 따라 적정 열처리 온도범위가 좁아지며 최적 열처리온도도 낮아진다는 것이다. 예로서  $x=0.5$ 에서는  $590^{\circ}C$ 에서 열처리하는 경우에 실효투자율이 급격하게 감소하는데 반해  $x=2.0$ 인 경우는  $570^{\circ}C$ 에서 열처리하더라도 실효투자율이 급격히 감소한다.

C가 증가함에 따라 자기적성질이 급격히 열화되는 열처리온도가 낮아지는 이유로는 carbide의 석출을 들 수 있겠는데, 이것은 C을 첨가하지 않은 합금에서 적정열처리온도 이상에서 열처리를 하면 boride의 석출에 의해서 자기적성질이 급격히 열화되는 현상과 유사하다.

그림2.19에서 알 수 있는 또다른 결과는 C가 증가함에 따라 실효투자율값이 감소한다는 것이다. 이것을 보다 뚜렷하게 보여주기 위하여 그림2.20에 실효투자율을 C의 함수로 나타내었다. 여기서 각 조성에 나타낸 결과는 최적의 열처리온도에서 구한 것들이다. 그림2.20에서 보는 바와 같이 실효투자율의 값은 C양에 따라 거의 직선적으로 감소한다.  $x=0$ 인 경우 실효투자율의 평균값은 약 35,

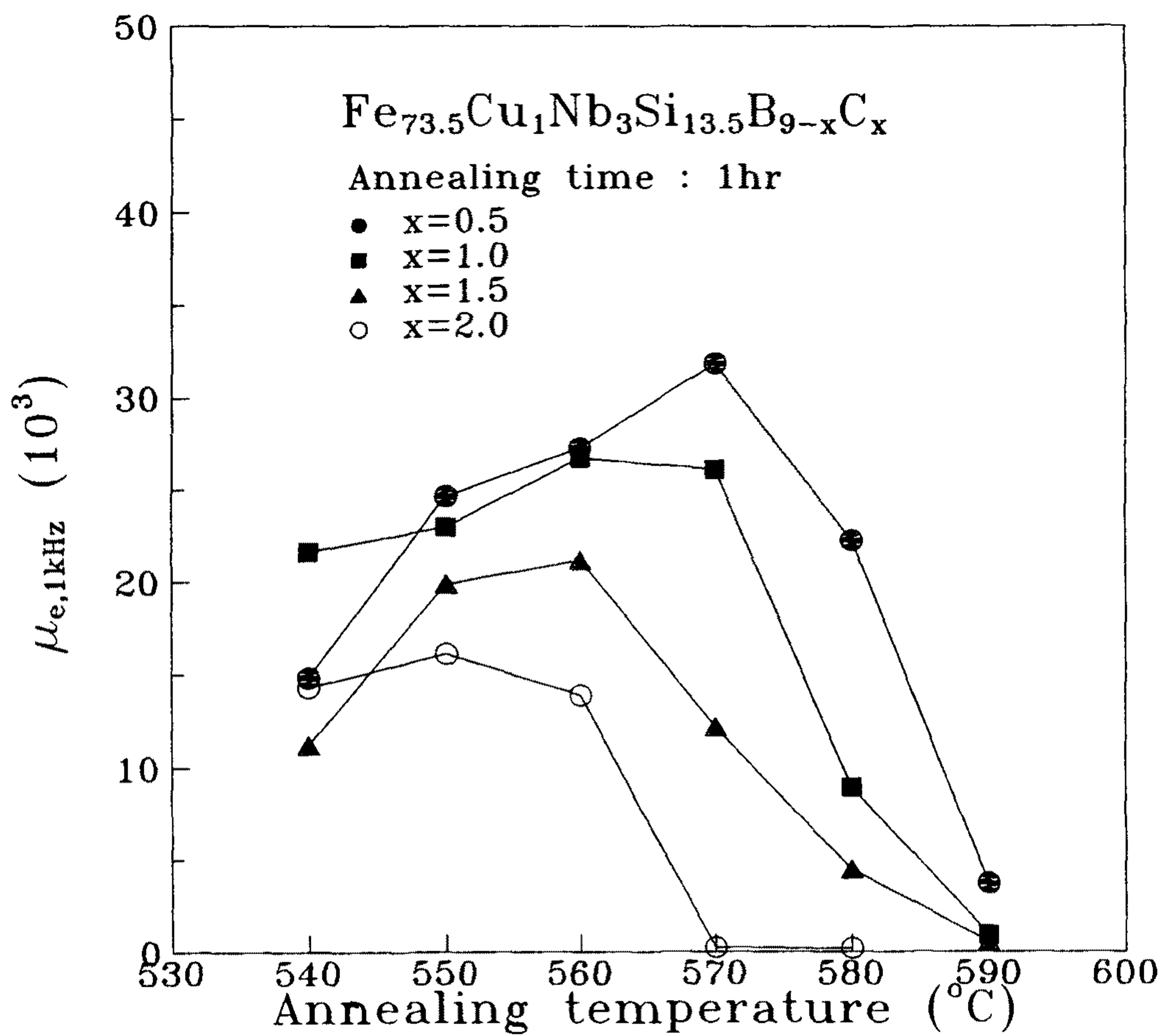


Fig. 2.19 Magnetic permeability as a function of annealing temperature for  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13.5}\text{B}_{9-x}\text{C}_x$  ( $x=0.5\sim 2.0$ ) alloys.

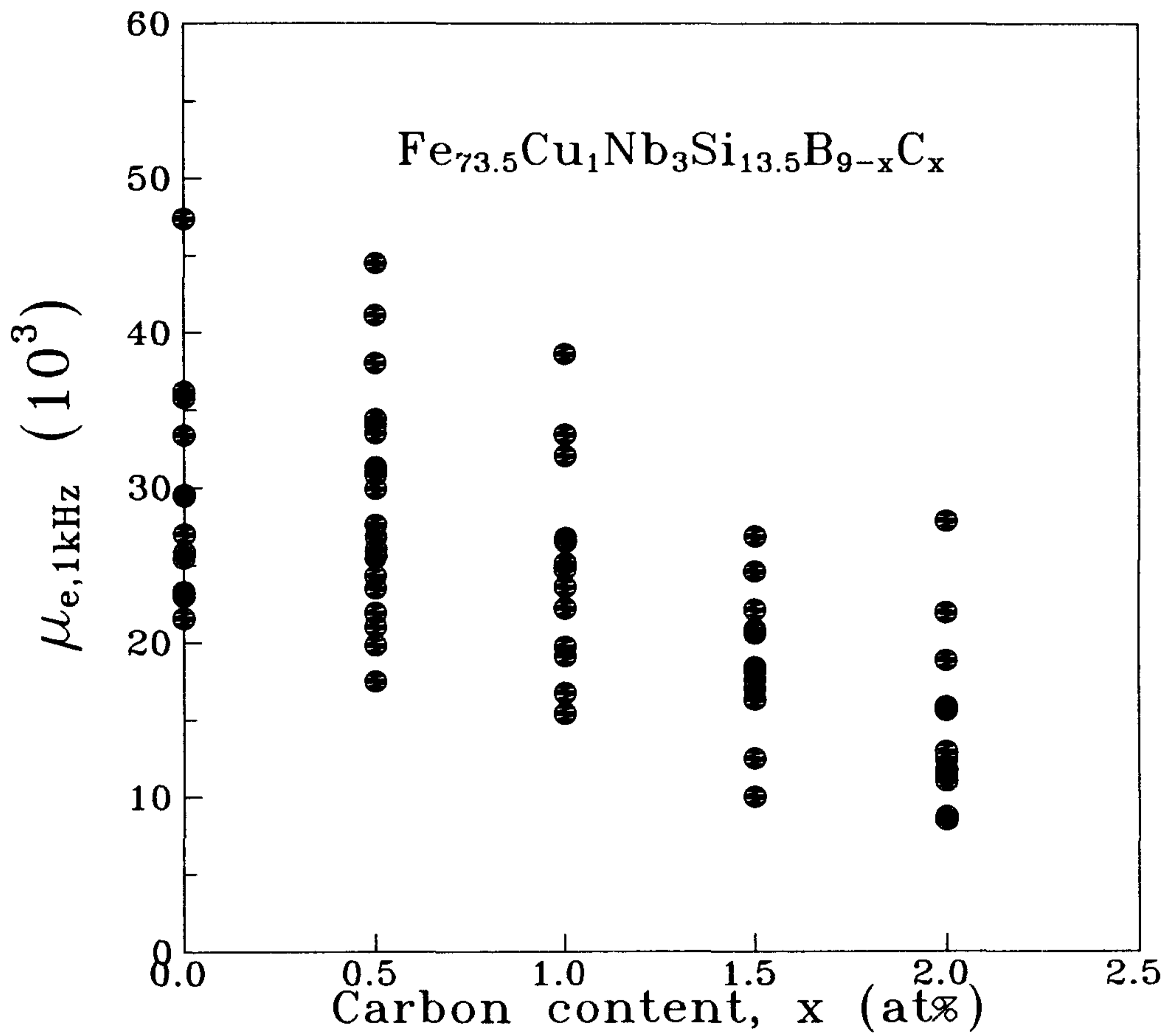


Fig. 2.20 Magnetic permeability with carbon content(x) of  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13.5}\text{B}_{9-x}\text{C}_x$  alloys annealed for 1hr.



000이고  $x=2$ 인 경우는  $x=0$ 의 약 절반에 해당하는 값을 보이고 있다.

C양에 따라 직류자기특성이 변화하는 것을 조사하기 위하여 각 조성에서 전형적인 투자율값을 보이는 시료를 선택하여 직류자기특성을 조사하였다. 보자력( $H_c$ )에 대한 결과는 그림2.21에  $B_{10}$ 에 관한 결과는 그림2.22에 나타내었다. 그림2.21로 부터 알수 있듯이 보자력은 C양에 따라 선형적으로 증가하는 양상을 나타내며,  $x=0$ 의 경우 보자력의 평균값은 약 12mOe이나  $x=2$ 인 경우 보자력의 평균값은 약 17mOe이다. 이러한 결과로 미루어 볼때 연자특성만을 고려한다면 반금속원소중 C의 혼입은 최대한 억제되어야 함을 알 수 있다.

한편 그림2.22의 결과로부터 알 수 있듯이  $B_{10}$ 은 C양이 증가함에 따라서 증가하고 있다.  $x=0$ 에서는  $B_{10}$ 의 평균값이 약 12.2kG이나  $x=2$ 에서는 약 12.9kG로 상승하였다. 그림2.22에 나타낸 결과는 C치환에 따른 이합금의 밀도변화를 고려하지 않고  $x=0$ 의 밀도를 기준으로하여 계산한 것이다. 그러나 일반적으로 B대신에 C을 치환하게 되면 밀도가 증가하게 되므로,<sup>(23)</sup> 밀도를 보정한후의 실제값은 그림2.22에 나타낸 것보다 증가할 것이며, 이러한 보정효과는 C양이 증가함에 따라 커질 것이다. 따라서 C의 치환량이 증가함에 따라 실제로  $B_{10}$ 이 증가하는 경향은 그림2.22에 주어진 것보다 더 클 것이다. 이러한 연구결과는 서언에서 언급한 비정질  $Fe_{86}B_7C_7$ 의 결과와 유사한데, 이합금에서 C을 치환함으로서 포화자속 밀도가 증가하는 것은 열처리시 미세구조의 변화에 기인한다고 추

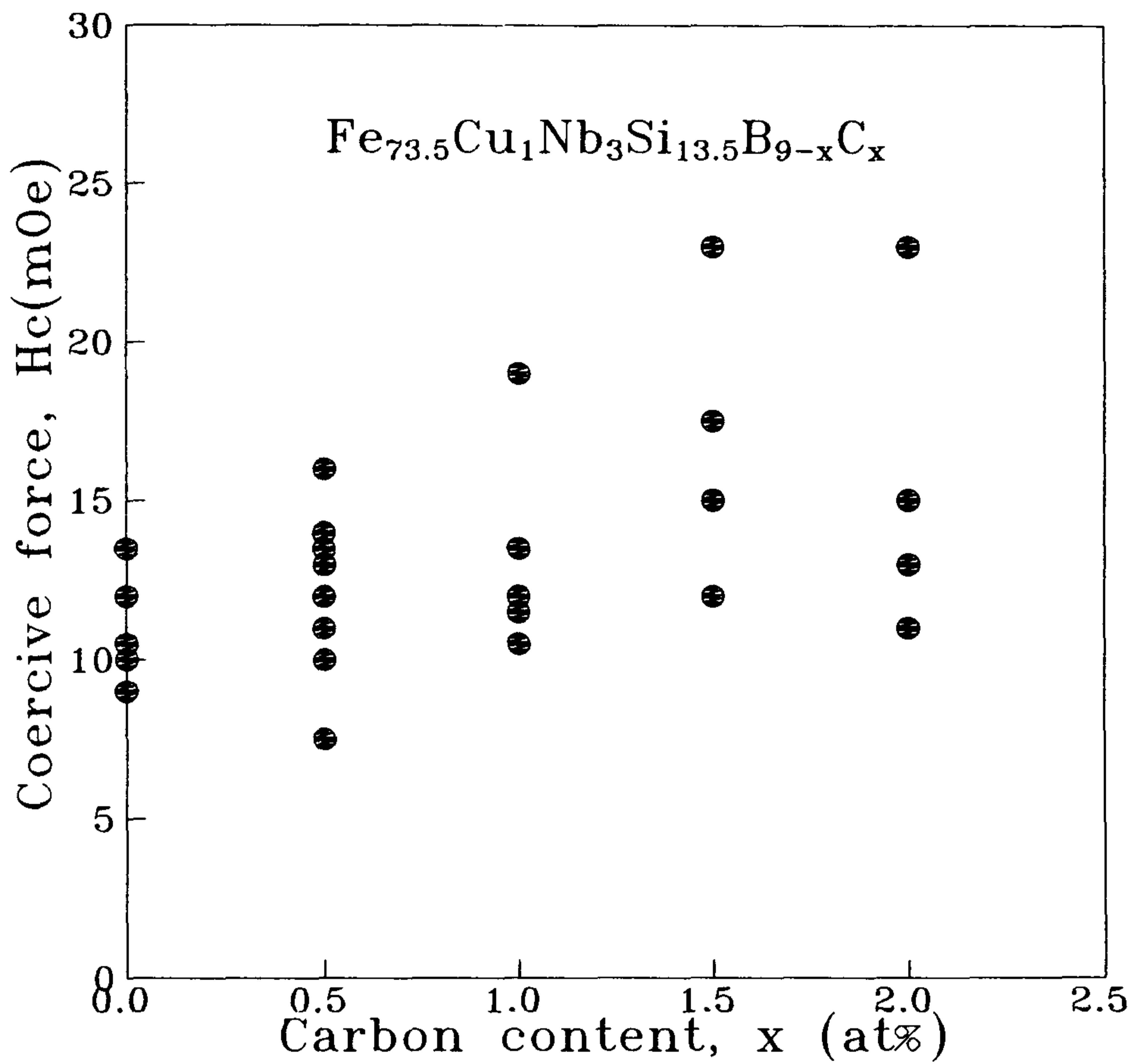


Fig. 2.21 Coercive force with carbon content (x) of  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13.5}\text{B}_{9-x}\text{C}_x$  alloys annealed for 1hr.

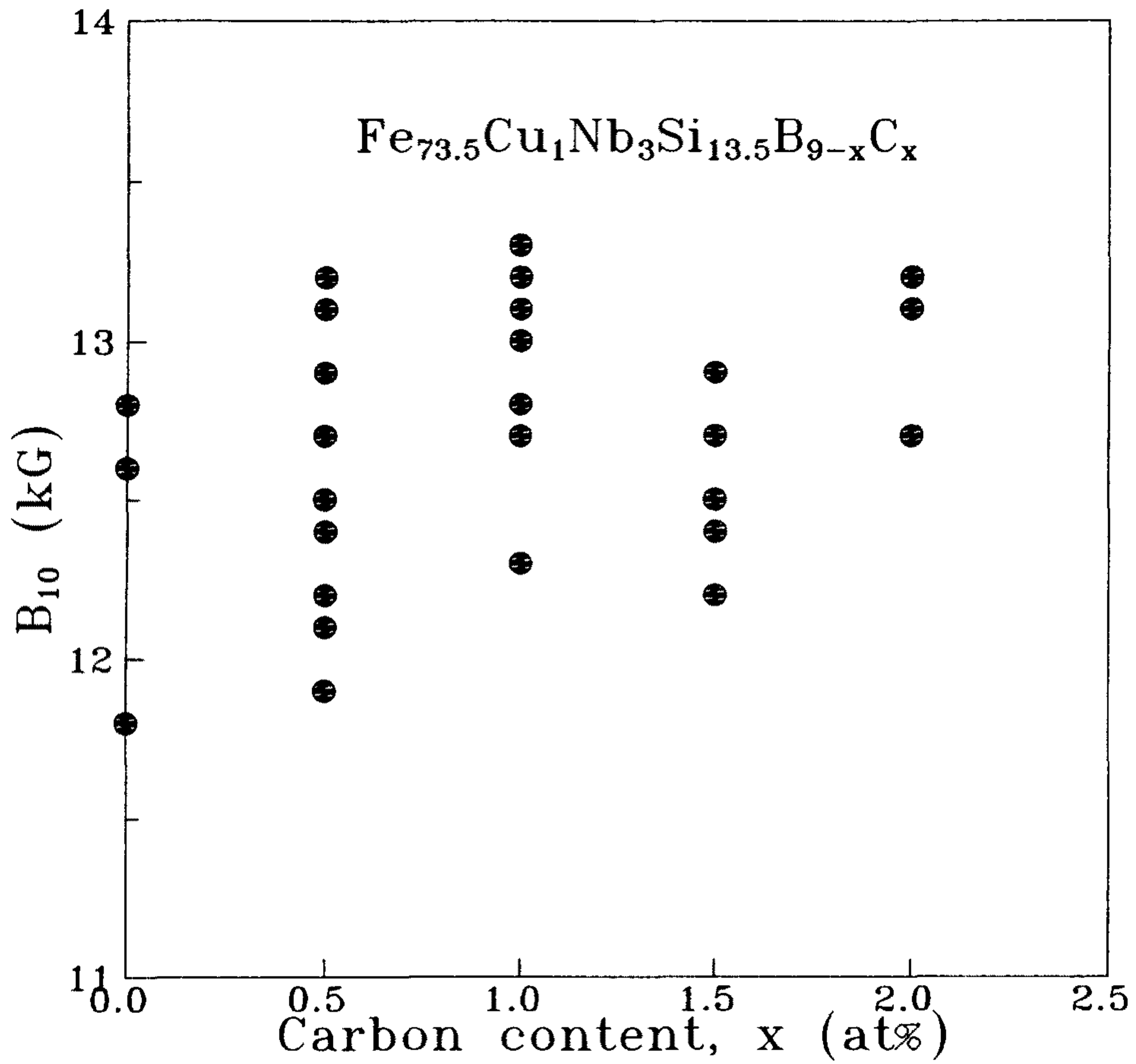


Fig. 2.22 Magnetic flux density ( $B_{10}$ ) with carbon content ( $x$ ) of  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13.5}\text{B}_{9-x}\text{C}_x$  alloys annealed for 1hr.

정하였다.

## 2-2. $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3(Si_xB_{0.9-x}C_{0.1})_{22.5}$ 합금의 자기적 성질

본 항에서는 C을 함유한 Fe-Cu-Nb-Si-B 합금에서 최적의 Si/B비를 찾기 위하여 Si/B의 비를 변화시키면서 자기적 성질의 변화를 조사하였다. 반금속 중 C의 양은 약 2at% (정확히는 2.25 at%)로 고정하였는데 주된 이유는 2at% 이상의 C를 첨가하는 경우 대기하에서 리본을 제조할 때 용탕이 석영관과 반응하여 리본 제조의 어려움이 있기 때문이었다. 또한 전절의 실험 결과에서 예측되는 바와 같이 C양이 증가함에 따라 보자력이 증가하여 2.0at% 이상 B과 치환될 경우 좋은 연자기 특성이 얻어질 가능성이 없기 때문이다.

그림 2.23은  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3(Si_xB_{0.9-x}C_{0.1})_{22.5}$  합금에서  $x=0.3, 0.4, 0.5$  그리고 0.6일 때 1kHz에서의 실효투자율이 열처리 온도에 따라 변화하는 거동을 보여주었다.  $x=0.3$ 인 경우 실효투자율은 7,500 정도로 낮으며 본 실험에서 행한 열처리 온도 범위에서  $x$ 가 증가하면 실효투자율의 값은  $x=0.3$ 의 경우보다 크게 향상되어  $x=0.5$ 에서 최대치를 보여주고 있으며, 이때 적정 열처리 온도는  $540^{\circ}C$  또는  $550^{\circ}C$ 이다.  $x$ 에 따른 실효투자율의 변화를 보다 확실히 보여주기 위하여 그림 2.24는 최대 실효투자율을  $x$ 의 함수로 나타내었다. 실효투자율이  $x$ 에 따라 변화하는 거동은 1-2절에서 언급한 바와 같이 C을 함유하지 않은  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3(Si_xB_{1-x})_{22.5}$  합금에서 실효투자율이  $x$ 에 따라 변화하는 거동과 유사하다(그림 2.10 참조). 탄소를 함유하는 경우  $x=0.5$ 는  $Si/(Si+B)$ 비가 0.56으로써 이는 탄소를 함유하지 않은

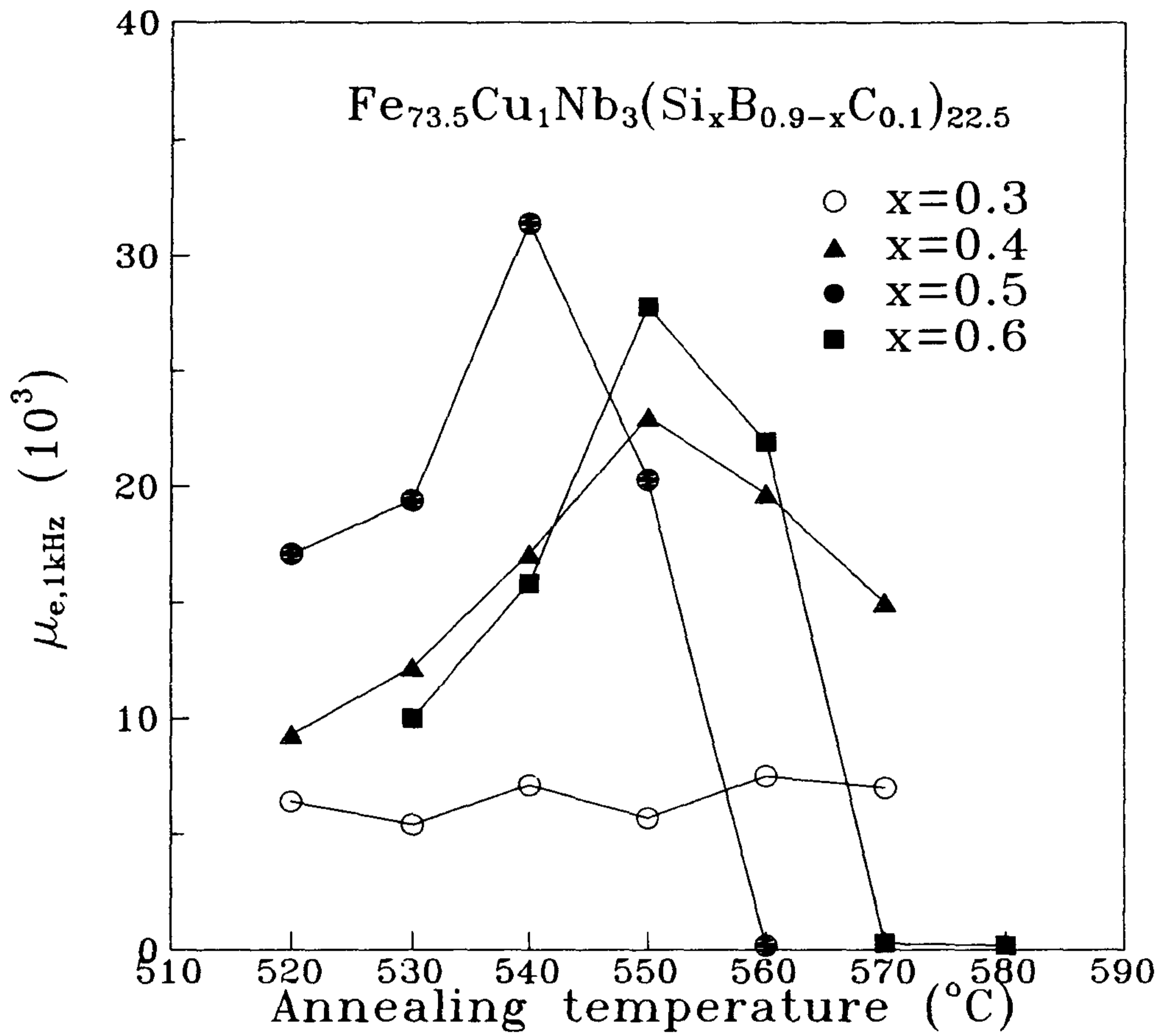


Fig. 2.23 Magnetic permeability as a function of annealing temperature for  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3(\text{Si}_x\text{B}_{0.9-x}\text{C}_{0.1})_{22.5}$  ( $x=0.3\sim 0.6$ ) alloys. (Annealing time : 1hr)

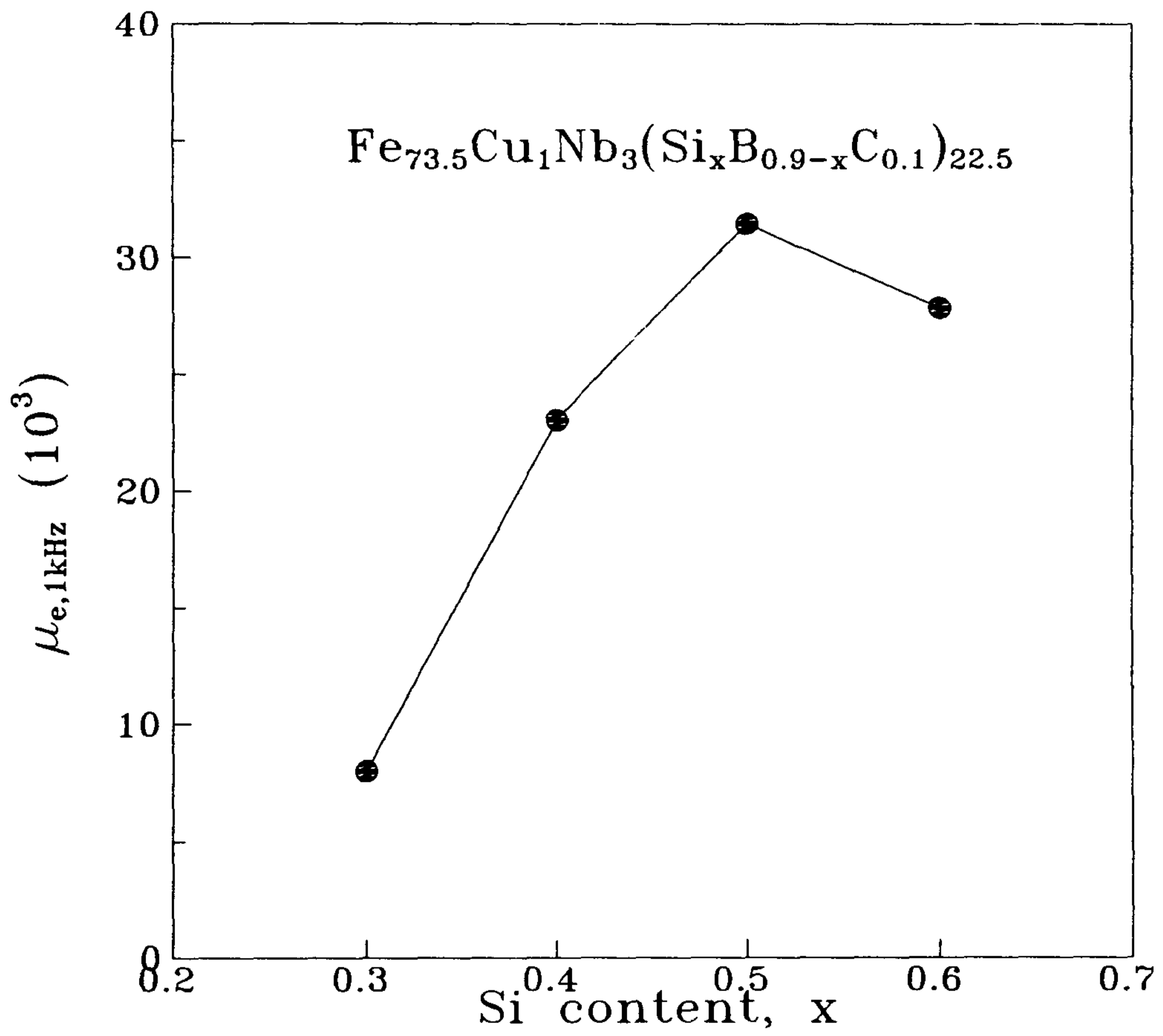


Fig. 2.24 Magnetic permeability with Si content ( $x$ ) of  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3(\text{Si}_x\text{B}_{0.9-x}\text{C}_{0.1})_{22.5}$  alloys.

합금계에서 Si/(Si+B)비가 0.5와 0.6의 중간에 해당하는 값이다.

### 2-3. $\text{Fe}_{76.5-x}\text{Cu}_1\text{Nb}_x(\text{Si}_{0.5}\text{B}_{0.4}\text{C}_{0.1})_{22.5}$ 합금의 자기적성질

전항에서 C이 2.25at%일때 가장 우수한 자기적성질을 보여준 Si/B비는  $x=0.5$ 인 조성임을 알 수 있었다. 본 항에서는 전항에서 가장 우수한 자기적성질을 보이는 합금에서 반금속의 양과 비를 일정하게 하고 Nb의 양을 변화시켜 자기적성질의 변화를 조사하였다. 본절의 서언에서도 언급했던 바와 같이 Nb은 리본을 취약하게 하기 때문에 실용적인 면에서 볼때 Nb의 양을 줄여서 리본의 취성을 감소시키는 것은 중요하다.

그림2.25는 Nb의 양을 최대 3at%까지 변화시키면서 실효투자율이 열처리온도에 따라서 변화하는 거동을 보여주고 있다. 그림에서 보는 바와 같이 Nb이 첨가되지 않은 경우 전 열처리온도 구간에서 실효투자율값은 거의 0을 나타내며, Nb이 1at%인 경우는 실효투자율이 5,000이상으로 증가하고 이때 적정열처리 온도는 510~530°C이다. Nb을 2at%로 증가시키면 실효투자율은 30,000이상으로 급격히 증가하는데 이때 적정열처리 온도도 540°C 정도로 증가한다. 이는 Nb이 첨가됨에 따라 결정화온도가 올라가는 사실과 연관이 있으리라 생각된다. Nb을 3at%로 증가시키더라도 실효투자율은 Nb을 2at% 첨가하는 경우에 비하여 큰 변화를 보여주지 않고 있다. 이 합금계에서 Nb 첨가효과를 보다 명확히 보기 위하여 그림 2.26에 최대실효투자율이 Nb량에 따라 변화하는 거동을 나타내었다. C를 첨가하지 않은 경우와 2.25at% 첨가한 경우의 실효투자율

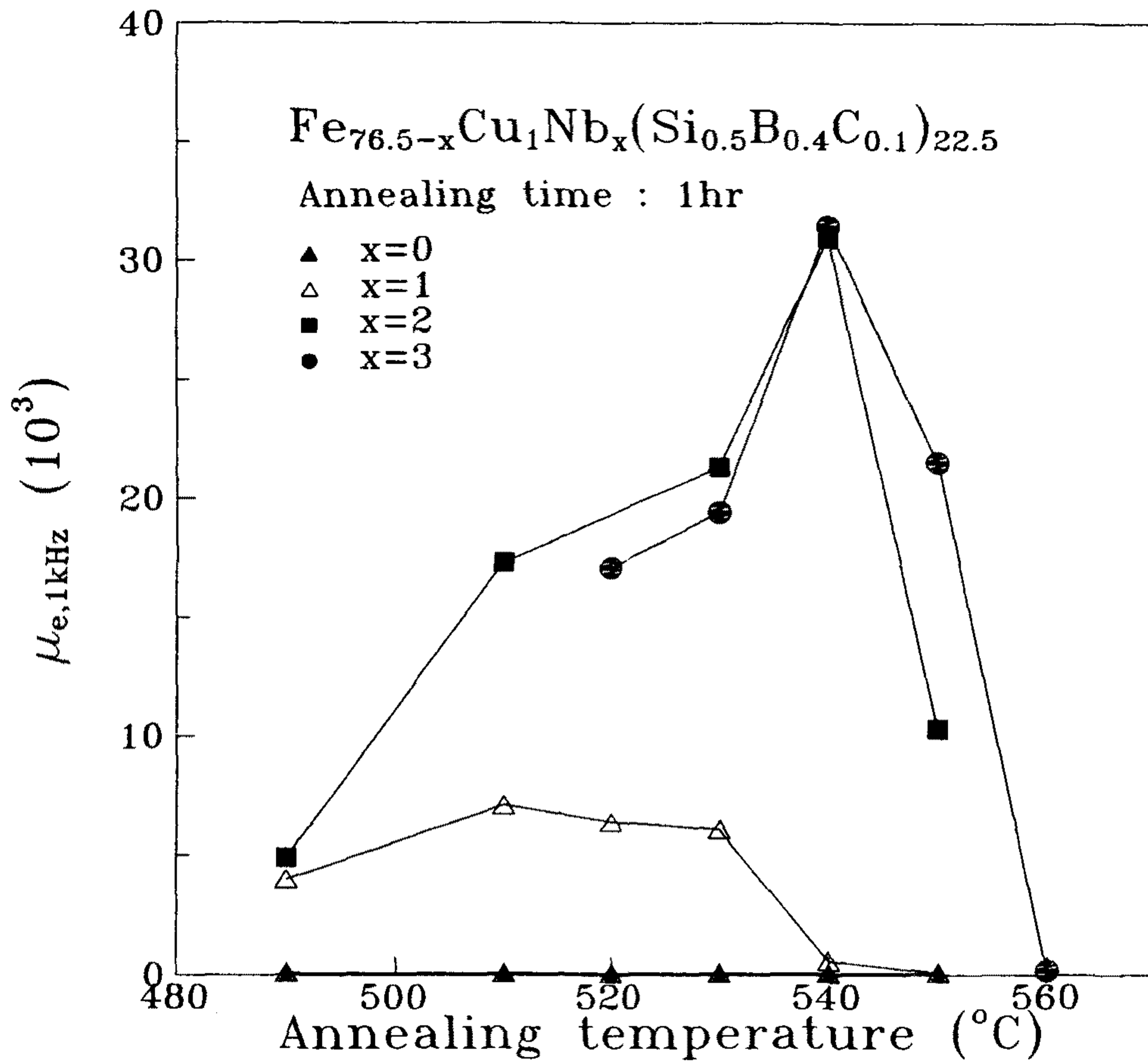


Fig. 2.25 Magnetic permeability as a function of annealing temperature for  $\text{Fe}_{76.5-x}\text{Cu}_1\text{Nb}_x(\text{Si}_{0.5}\text{B}_{0.4}\text{C}_{0.1})_{22.5}$  ( $x=0\sim 3$ ) alloys.



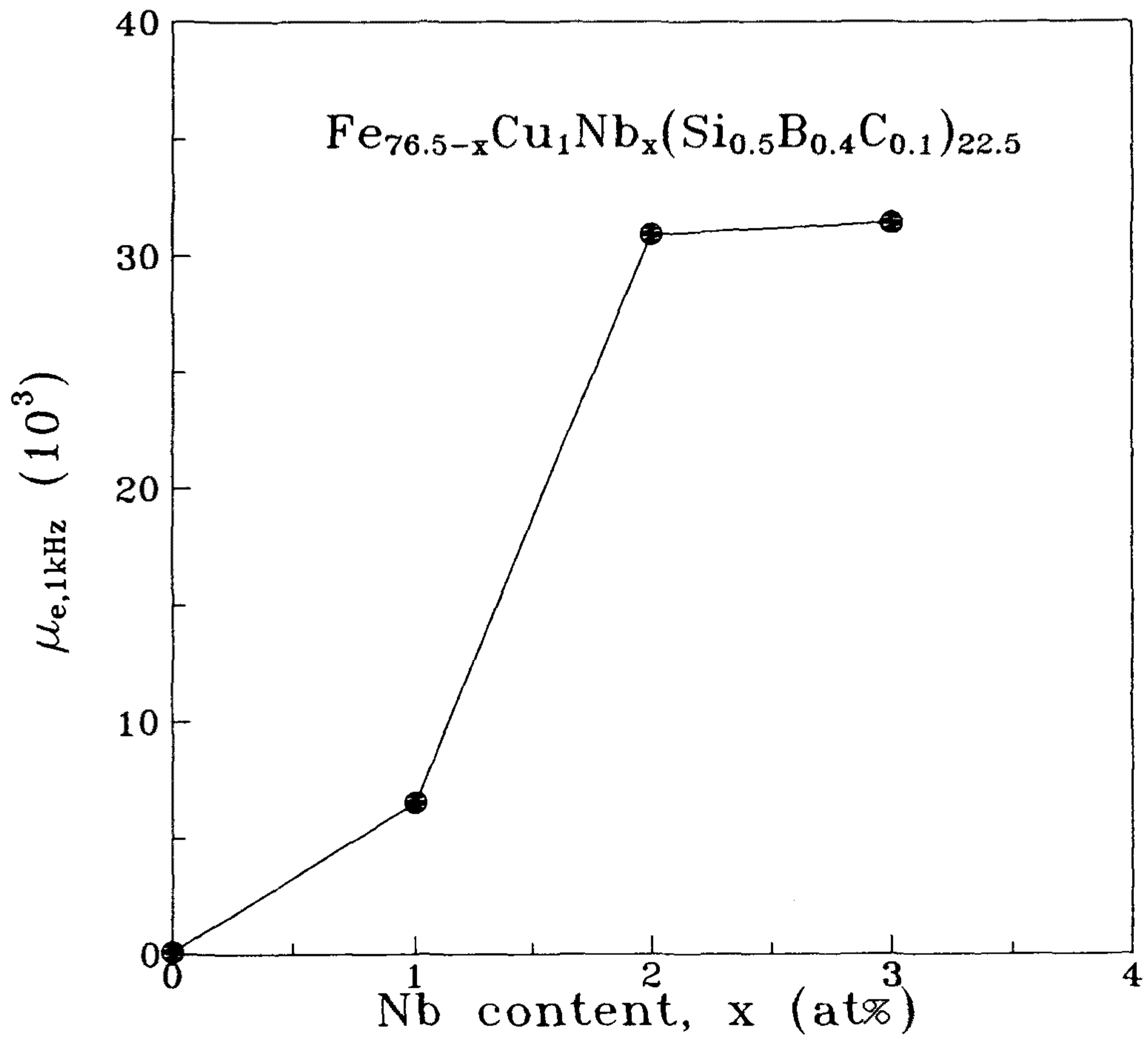


Fig. 2.26 Magnetic permeability with Nb content (x) of  $\text{Fe}_{76.5-x}\text{Cu}_1\text{Nb}_x(\text{Si}_{0.5}\text{B}_{0.4}\text{C}_{0.1})_{22.5}$  alloys.

값이 큰 차이가 없음을 볼수 있으며 이러한 연구결과는 C원자가 존재할때 적은양의  $Nh^{\circ}$ 로도 효과적으로 입자성장을 억제하는 것으로 해석할 수 있으리라 생각된다.

### 5.3. Al첨가의 효과

본 항에서는 Fe대신 Al을 소량 치환하였을 때 자기적성질이 변화하는 거동을 조사하였다. Al을 첨가하게된 배경은 Fe-Al이원계 합금에서 Al의 소량 첨가시  $\lambda_s$ 는 거의 변화하지 않으나  $K_1$ 이 감소하는데 있다<sup>(15)</sup>. 따라서 Fe대신 Al을 치환함으로써 연자성성질이 향상될 가능성이 있으리라 생각된다.

그림2.27, 2.28과 2.29는 Fe대신 Al을 각각 0.1, 0.5, 1at% 치환하였을 때 실효투자율이 열처리온도에 따라 변화하는 거동을 보여주고 있다. 그림2.27~2.29에서 보는 바와 같이 Al을 Fe대신 치환하였을때 가장 두드러진 변화는 실효투자율값의 재현성이 매우 향상된다는 점이다. Al을 치환하지 않은 합금의 경우 최적에 가까운 열처리 온도에서도 실효투자율값이 20,000이하인 것이 상당수 있으나 Al을 소량 치환하게 되면 그림 2.27~2.29에서 보는 바와 같이 실효투자율 값이 대부분 20,000 이상이다. 또한 평균 투자율값도 Al을 소량 치환할 경우 치환하지 않은 경우보다 향상된다. 이에 대한 결과를 그림2.30에 나타내었다. 즉 Al을 첨가하지 않은 경우 평균 투자율값은 35,000정도이다. Al을 0.1at%로 아주 소량 치환하면 40,000정도로 투자율값이 크게 향상된다. Al 0.5at% 치환한 경우 평균 투자율값은 38,000정도이고 Al을 더 첨가해서 1.0at

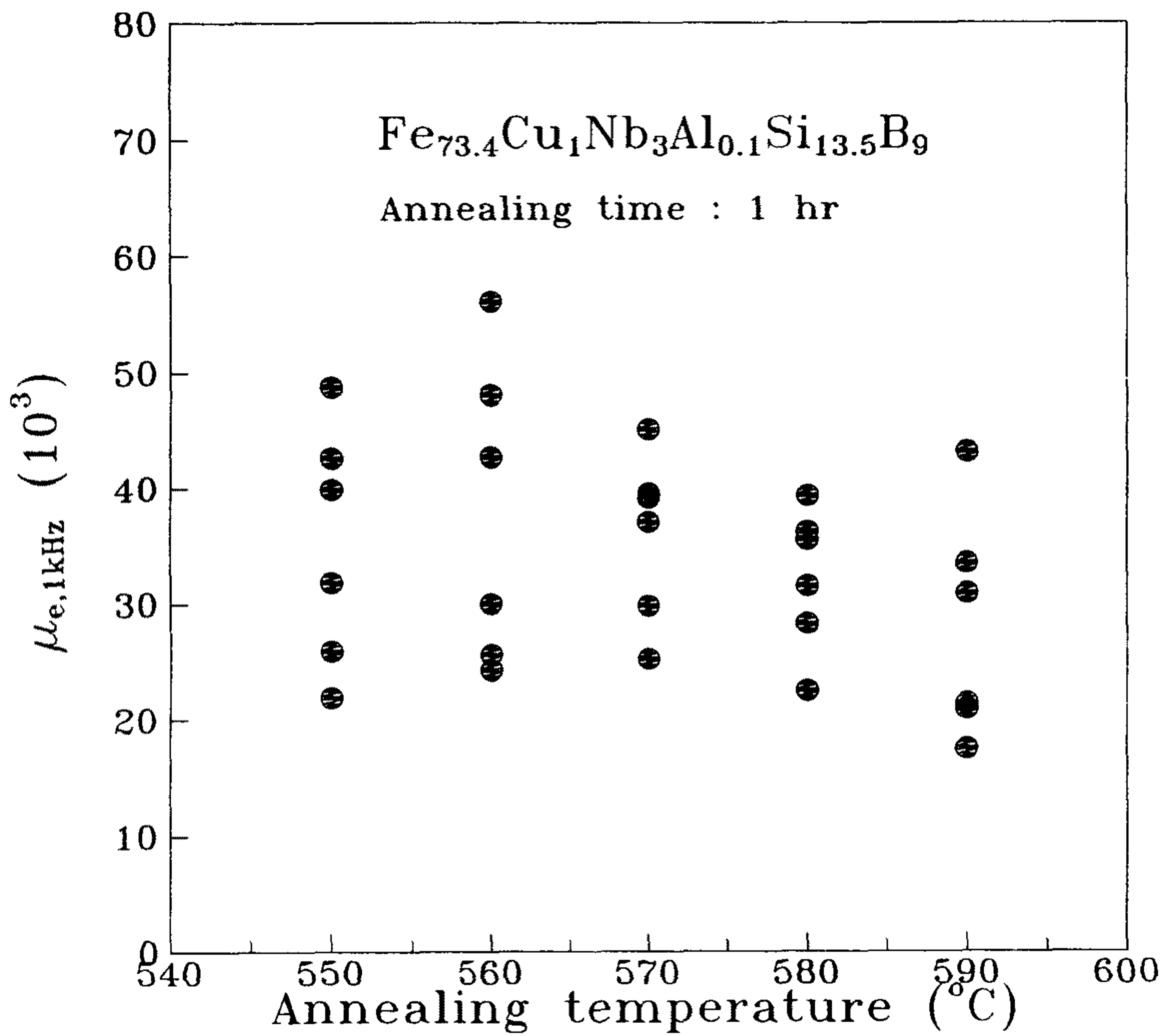


Fig. 2.27 Magnetic permeability as a function of annealing temperature for  $\text{Fe}_{73.4}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Al}_{0.1}\text{Si}_{13.5}\text{B}_9$  alloys.

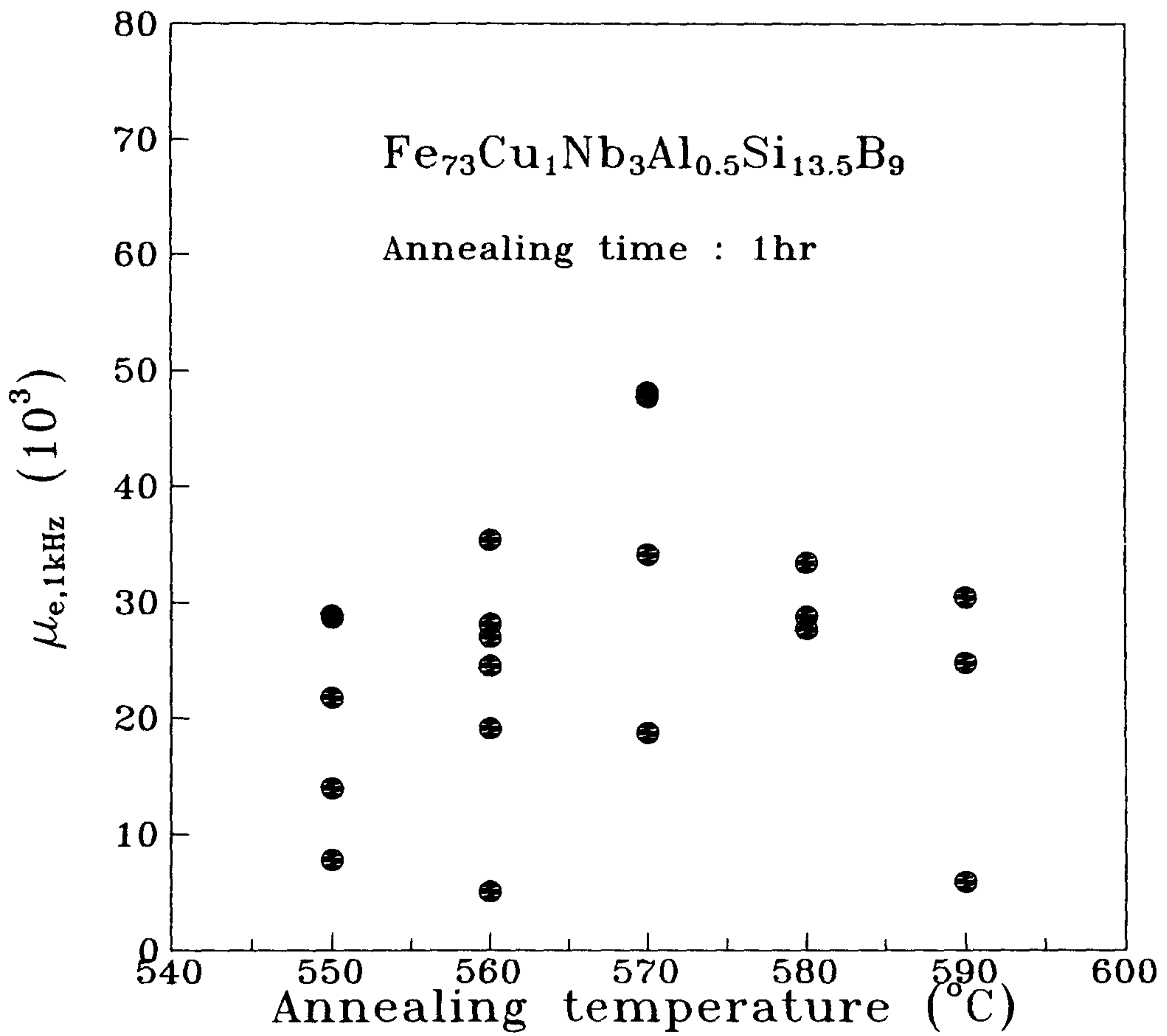


Fig. 2.28 Magnetic permeability as a function of annealing temperature for  $\text{Fe}_{73}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Al}_{0.5}\text{Si}_{13.5}\text{B}_9$  alloys.

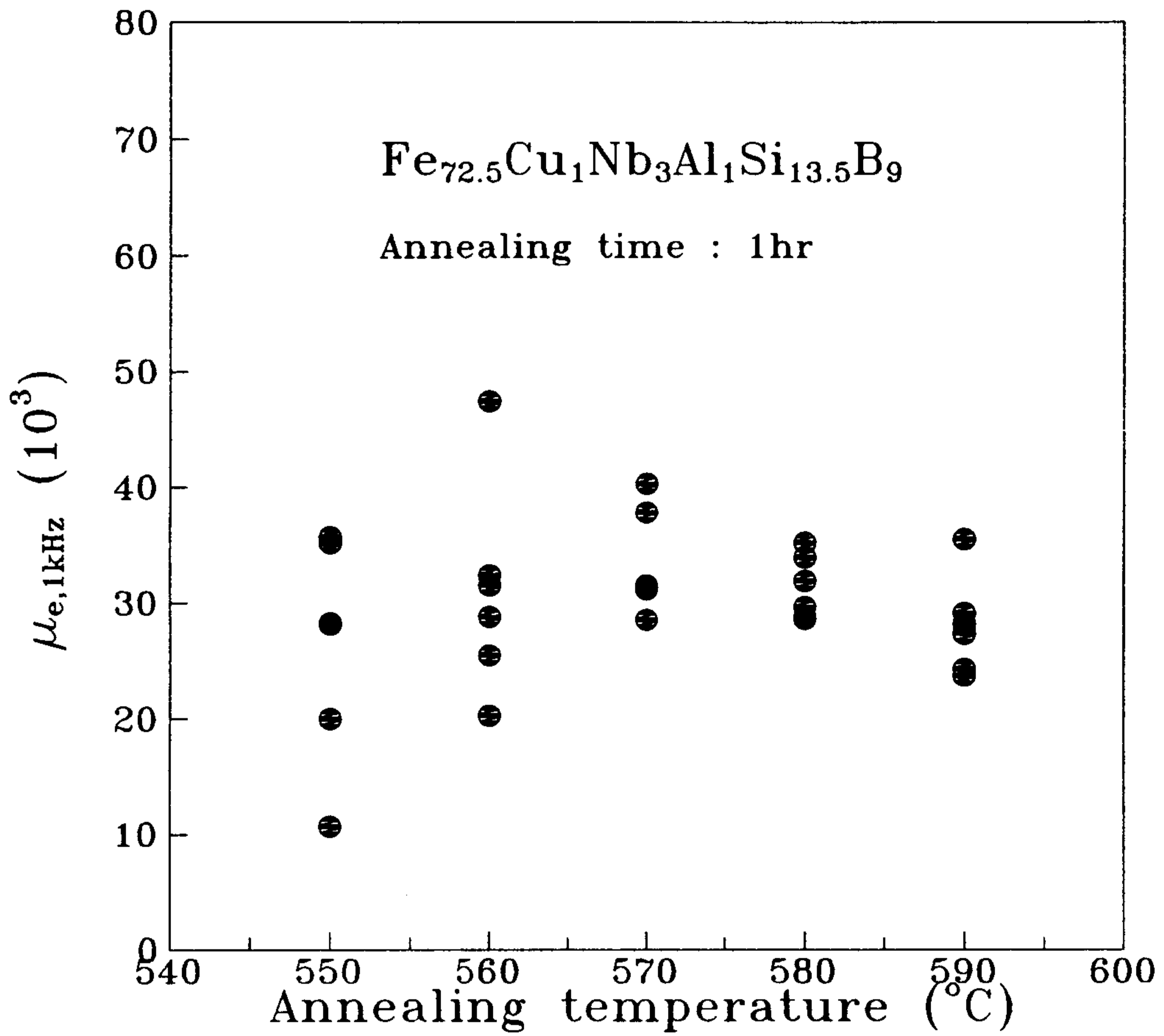


Fig. 2.29 Magnetic permeability as a function of annealing temperature for  $\text{Fe}_{72.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Al}_{1.0}\text{Si}_{13.5}\text{B}_9$  alloys.

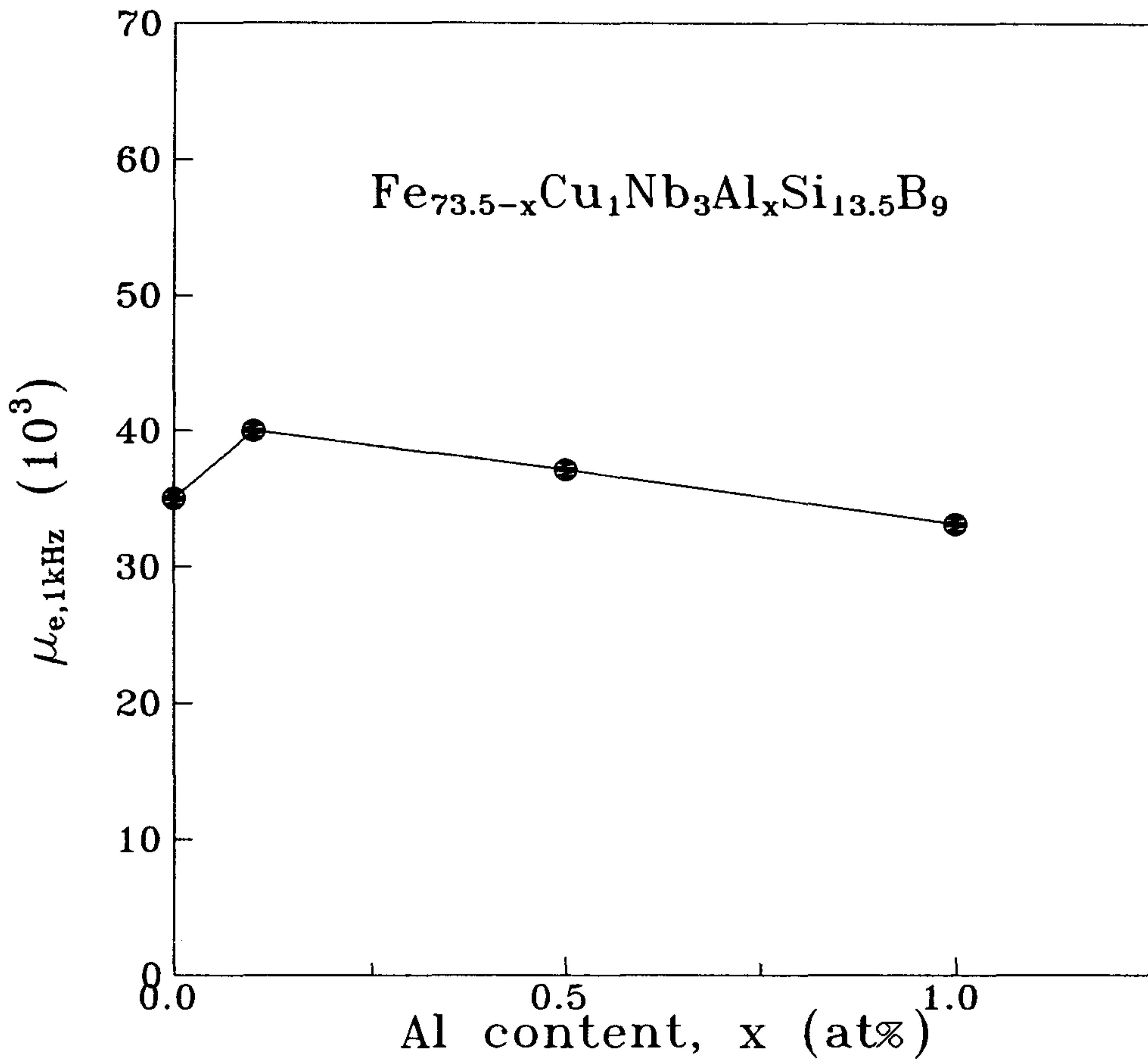


Fig. 2.30 Average Magnetic permeability with Al content (x) of  $\text{Fe}_{73.5-x}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Al}_x\text{Si}_{13.5}\text{B}_9$  alloys.

%가 되면 33,000정도로 감소한다.

또 한가지 Al을 치환했을때 나타나는 특징은 적정열처리온도의 범위가 매우 넓어진다는 점이다. 본 실험에서는 열처리온도를 550°C에서 590°C까지 10°C 간격으로 하였는데, 실효투자율값이 이 온도구간에서 열처리온도에 크게 의존하지 않는것을 알 수 있었다. 이것은 Al을 첨가하지 않은 합금의 경우(그림 2.10) 열처리 온도가 580°C가 되면 실효투자율의 값이 감소하기 시작하여 590°C에서 급격히 감소하는 경향과 대비된다.

Fe 대신 Al을 치환하였을때 열처리온도의 범위가 넓어지는것 즉 590°C 정도의 높은 열처리 온도에서도 실효투자율의 값이 상당히 높은 것은 Al이 Fe-B화합물의 형성을 억제하는 역할을 하기 때문이라 생각된다.

그림 2.31과 2.32는 직류자기특성이 Al치환에 따라 변화하는 거동을 보여주고 있다. 그림2.31은 보자력에 대한 결과를 그리고 그림2.32는  $B_{10}$ 에 대한 결과를 보여주고 있다. 그림에서 나타낸 결과들은 최적의 온도에서 열처리한 시편중 전형적인 실효투자율값을 보이는 것에 대하여 구한 값이다. 그림2.31에서 보는 바와 같이 Al이 증가함에 따라 보자력은 감소한다. 평균 보자력값은 Al이 0인 경우 약12mOe이나 Al이 0.1at%에서는 약 10.5mOe, 0.5at%에서는 약 9.8mOe, 1.0at%에서는 9.2mOe 정도이다.

$B_{10}$ 은 그림2.32에서 보는 바와 같이 Al을 0.1at% 소량 치환하는 경우 약 12.3kG에서 11.2kG정도로 1kG이상 감소하나 그 이

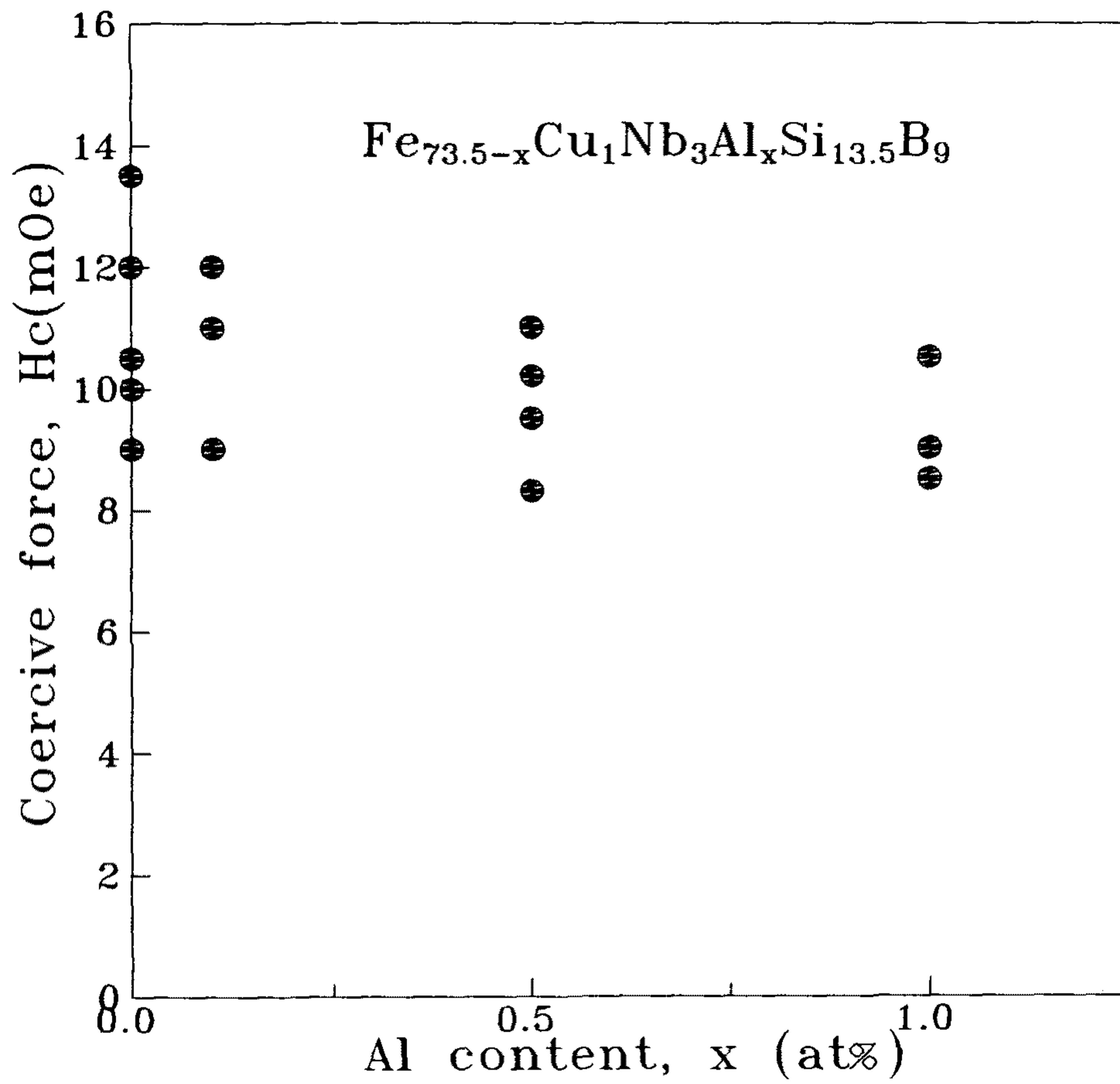


Fig. 2.31 Coercive force with Al content (x) of  $Fe_{73.5-x}Cu_1Nb_3Al_xSi_{13.5}B_9$  alloys annealed for 1hr.



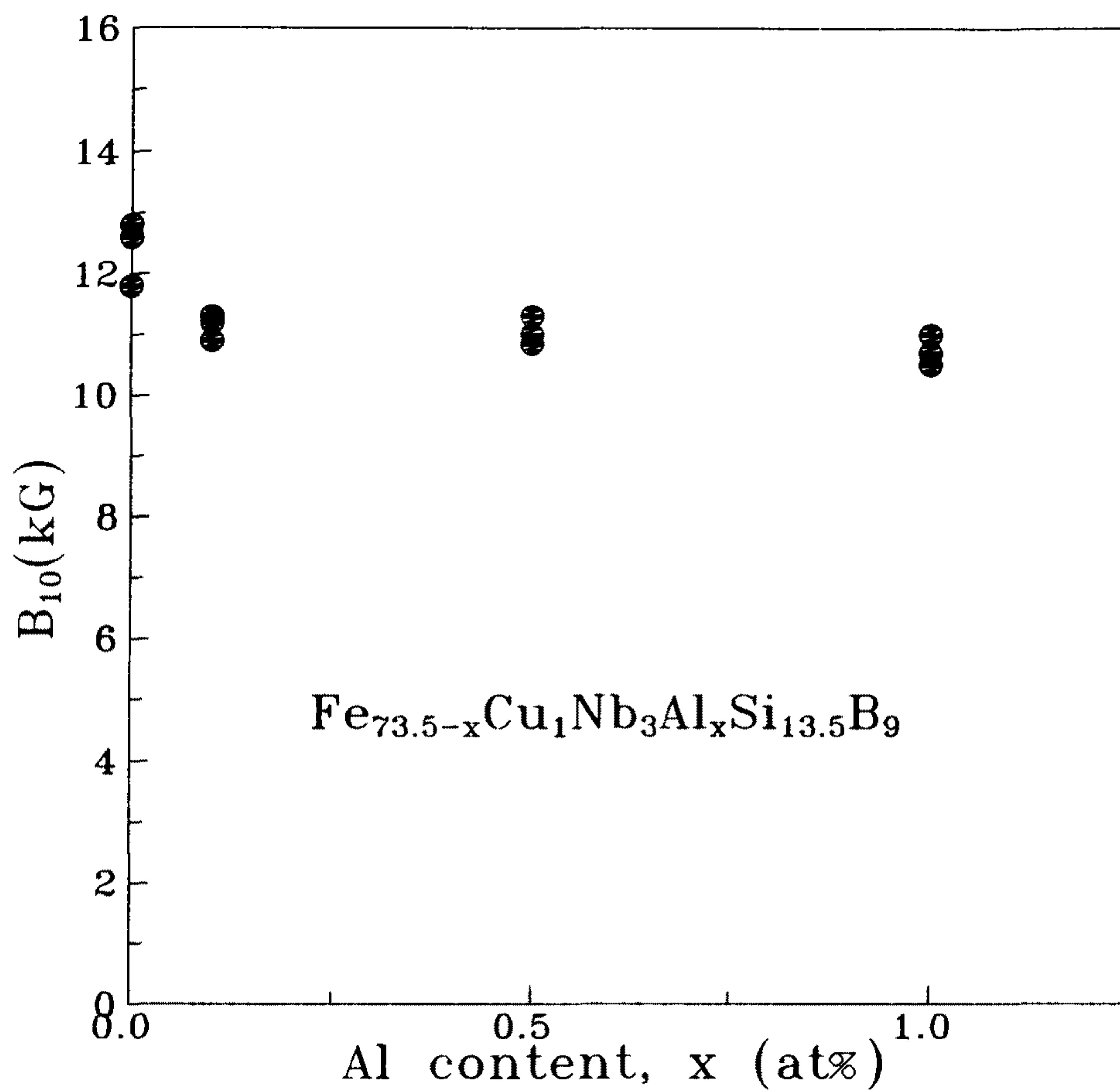


Fig. 2.32 Magnetic flux density ( $B_{10}$ ) with Al content ( $x$ ) of  $\text{Fe}_{73.5-x}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Al}_x\text{Si}_{13.5}\text{B}_9$  alloys annealed for 1hr.

상의 Al첨가시 포화자속밀도의 감소는 매우 작다. 그림2.31과 2.32의 결과에서 알수 있듯이 얻어진 결과의 data scattering 이 Al의 첨가시 크게 감소하는데, 즉 재현성이 향상되는데 이것은 투자율에 대한 결과와도 일치한다.

이상과 같이 Al첨가에 의해 연자성이 개선되는 이유는 전술한 바와 같이  $\alpha$  Fe에 Al이 고용될때 얻어지는 결정자기이방성의 감소에 기인하는 것이 아닌가 추측된다. Al이 0.1at% 이하에서 투자율의 최대치가 얻어지는 이유 및 Al 첨가에 따른 자기특성의 재현성이 개선되는 이유는 아직 불명이며 광범위한 검토가 필요하리라 생각된다.

## 제 5 절 결 론

우수한 연자기 특성을 갖는 고주파용 Fe계 초미세결정립 합금을 개발하기 위하여 제조조건 및 조성을 탐색한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1.  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3(Si_xB_{1-x})_{22.5}$  ( $X=0.4\sim0.8$ ) 합금의 경우 용탕온도에 따라 자기적 특성이 크게 변화하였다. 즉 용탕온도가 낮은 경우 Si의 함량이 증가함에 따라 실효투자율이 증가하는 반면 용탕온도가 높은 경우 Si함량  $x$ 가 0.5일때 최대값을 나타내었다. 또한 전반적으로  $x=0.8$ 인 조성을 제외하고 용탕온도가 높을수록 연자

기 특성이 우수하였다. 이러한 거동의 차이는 조성에 따른 포화자왜의 변화 및 제조된 리본의 이방성에 따른 각형비의 변화로 해석되었다. 가장 우수한 특성은  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3(Si_{0.5}B_{0.5})_{22.5}$  조성의 합금에서 얻어졌으며 이때 1kHz에서의 실효투자율 약 67,000, 보자력 10mOe 이었다.

2. 새로운 합금조성 탐색의 일환으로 Fe-Cu-Nb-Si-B 합금에서 B 또는 Si 대신 C을 치환하였으며, 또한 제조된 리본의 취성을 감소시키고저 Nb대신 C을 첨가하였다.  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_{9-x}C_x$  합금의 경우 C의 치환량이 증가함에 따라 연자성 특성은 나빠졌으나  $B_{10}$ 은 증가하였다. Nb을 C으로 치환한 경우는 Nb의 감소효과를 C으로 대체할 가능성이 일어났다. 즉 결정립 성장을 억제하는 것으로 알려진 Nb의 양이 감소해도 C을 소량 첨가한 경우는 연자성 특성의 큰 저하가 일어나지 않았으며 이는 소량의 C이 결정립 성장을 억제하는 역할을 하는 것으로 믿어진다. 이와 같은 연구결과 C을 치환하여 보다 높은 포화자왜값을 나타내는 새로운 초미세 결정립 합금의 개발 가능성을 확인하였다.
3.  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  합금에 소량의 Al을 Fe대신 치환한 결과, 실효투자율의 증가 및 보자력의 감소를 나타내는 좋은 연자성 특성을 얻었으며, 재현성 또한 향상됨을 알았다.

## 참 고 문 헌

- ( 1 ) Y. Yoshizawa, S. Oguma and K. Yamauchi : J. Appl. Phys., 64 (1988) 6044
- ( 2 ) Y. Yoshizawa and K. Yamauchi : Materials Transactions, JIM, 31 (1990) 307
- ( 3 ) G. Herzer : IEEE Trans. Mag., 25 (1989) 3327
- ( 4 ) T.H.Noh, M.B. Lee, H.J. Kim and I.K. Kang : J. Appl. Phys., 67 (1990) 5568
- ( 5 ) T.H. Noh, W.K. Pi, H.J. Kim and I.K. Kang : J. Appl. Phys., 69 (1991) 5921
- ( 6 ) N. Hasegawa and M. Saito : J. Jap. Magn. Soc., 14 (1990) 313
- ( 7 ) M. Takahashi and T. Shimatsu : IEEE Trans. Mag., 26 (1990) 1485
- ( 8 ) R.E.S. Watters : Acta Metall., 3 (1955) 293
- ( 9 ) Hoekstra et al : J. Appl. Phys., 49 (1978) 4902
- (10) R. Harris, M. Plischke and M.J. Zuckermann : Phys. Rev. Letters, 31 (1973) 160
- (11) M.C. Chi and R. Alben : J. Appl. Phys., 48 (1977) 2987
- (12) H. Hoffmann : J. Appl. Phys., 35 (1964) 1790
- (13) R. Alben, J.J. Becker and M.C. Chi : J. Appl. Phys., 49 (1978) 1653

- (14) R.S. Trebble and D.J. Craik : Magnetic Materials, Wiley—Interscience, London (1969) pp 33—35
- (15) R.M. Bozorth : Ferromagnetism, Princeton N.J., D.Van Nostrand, (1951) pp 811—837
- (16) L. Battezzati : Phil. Mag. B, 61 (1990) 511
- (17) P. Nash and R.B. Schwatz : Acta Met., 36 (1988) 3047
- (18) M.A. Gibson and G.W. Delamore : Canadian Met. Quarterly, 29 (1990) 227
- (19) C.W. Chen : Magnetism and Metallurgy of Soft Magnetic Materials, Dover Publications, New York (1986)
- (20) S. Chikazumi : Physics of Magnetism, Wiley, New York (1964)
- (21) O. Kohmoto, N. Uchida, E. Aoyagi, T. Choh and K. Higara : Mater. Trans. JIM, 31 (1990) 820
- (22) G. Herzer : Mater. Sci. Engr., A133 (1991)
- (23) R.C. O' Handley : Amorphous Metallic Alloys (Edited by F.E. Luborsky), Butterworths, London (1983) pp 257
- (24) S. Hatta, T. Egami and C.D. Graham, Jr : Appl. Phys. Lett., 34 (1979) 113

### 제 3 장 비정질 Fe-Si-B계 합금의 단거리 규칙도 측정 및 결정상 미세조직의 X-선 분석

#### 제 1 절 서언

비정질 합금은 아직도 많은 양이 액체급냉(liquid quenching)법에 의해 수 십  $\mu\text{m}$  두께의 얇은 리본형태로 만들어 지고 있다. 연자성(soft ferromagnetism)을 가지는 비정질 합금 리본은 부가적인 성형과정없이도 제품화할 수 있다는 점 때문에 특히 관심의 대상이 되고 있으며 이에 대한 연구가 활발히 진행되어 왔다.<sup>(1)~(3)</sup> 그 중에서도 Fe기 연자성 합금은 자속밀도가 높아 자기 부품(magnetic component)에 많이 이용되고 있으나 고주파수 영역에서는 Co기 비정질 합금에 비해 자기적 특성이 떨어지기 때문에 저주파수 영역에서만 사용되어 왔다. 이에 따라 Fe기 비정질 합금의 연자성 성질을 향상시키기 위한 여러 가지 방법들이 시도된 바 있다. 예를 들면 대표적인 연자성 비정질 합금인 Fe-Si-B계에 Nb등의 금속원소를 첨가하면 첨가량이 증가함에 따라 자기변형(magnetostriction)이 크게 감소하여 결과적으로 연자성 특성이 향상되었다는 보고가 있었다.<sup>(4)</sup>

최근에 Yoshizawa등<sup>(5)</sup>은 Fe-Nb-Si-B계에 소량의 Cu를 첨가하여 비정질  $\text{Fe}_{74.5-x}\text{Cu}_x\text{Nb}_3\text{Si}_{13.5}\text{B}_9$  합금( $0 \leq x \leq 1.5$ )리본을 만들고 이들을 열처리하여 결정화시킨 후 연자성 성질을 조사한 바 있다.

그 결과 Cu의 함량이 증가함에 따라 투자율(magnetic permeability)은 증가하였으며 보자력(coercive force) 및 자심손실(core loss)은 감소하는 등 연자성 성질이 뚜렷이 향상됨을 관측하였으며 특히 1 at.% Cu 조성에서 우수한 특성이 나타났다. 그들은 X선회절실험을 통해 Cu가 첨가되지 않은 비정질 시편을 결정화 시켰을 때는 Fe-B화합물상이 나타난 반면에 Cu를 1 at.% 첨가한 시편에서는 bcc고용체상이 나타남을 확인하였으며 특히 후자의 경우 고용체상은 ~10nm 크기의 미세한 입자(grain)들로 구성되어 있음을 미세조직 사진에서 볼 수 있었다. 이러한 현상은 후에 Kataoka등<sup>(6)</sup>에 의해서도 재확인되었다. 이와 같이 초미세 결정립이 형성되는 것은 Fe와 Cu가 편석(segregation)을 일으켜 Fe가 많은 영역과 이를 둘러싸는 Cu와 Nb이 많은 영역을 형성하고 전자는 열처리시에 bcc고용체상으로 결정화하는 반면에 결정화 온도가 높은 후자는 결정화를 이루지 못할 뿐만 아니라 전자에 생성된 결정상의 성장도 억제시키기 때문으로 추측되고 있다.

한편 Jiang<sup>(7)</sup>은 비정질  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  합금의 결정화에 대하여 연구하였다. 결정화 온도가 781°K인<sup>(5)</sup> 이 비정질 합금 시편을 여러 온도(753-973°K)에서 1시간 동안 진공 열처리한 후 X선회절분석을 수행한 결과 793-903°K에서 열처리한 시편들에서 비정질상과 함께 DO<sub>3</sub>구조의 결정질 FeSi상이 관측되었으며 열처리 온도가 상승함에 따라 결정질상의 상대적인 양이 증가하였다. 또한 결정질 peak의 반가폭(Full Width at Half Maximum)으로부터 계산된 결정립의 대체적인 크기는 12nm 정도였으며 열처리 온도가 상승함

에 따라 커지는 경향을 나타내었다.

비정질 합금의 구조 즉 국부적 원자배열상태는 원자수밀도함수(atomic number density function)  $\rho(r)$ 을 바탕으로 하여 해석된다.  $\rho(r)$ 은 중심원자로부터  $r$ 의 거리에서 단위부피당 원자의 갯수를 나타내는 함수로서 비정질 합금의 경우 단거리에서는 평균값  $\rho_0$ 를 중심으로 변동(fluctuation)하게 되어 어느 정도 규칙성을 나타내지만 거리가 멀어짐에 따라  $\rho_0$ 에 수렴하게 되면서 규칙성을 완전히 잃게 된다. 비정질 합금의 단거리 규칙도는 X선<sup>(8)</sup>, 전자<sup>(9)</sup>, 또는 중성자<sup>(10)</sup>등에 의한 회절패턴(diffraction pattern)을 분석함으로써 그 정보를 얻을 수 있다.

초미세 결정립 Fe-Cu-Nb-Si-B계 합금의 자기적 성질은 비정질 상태에서의 구조에 의해 민감하게 영향을 받는 것으로 생각되고 있으나 아직까지 체계적으로 연구된 바가 없다. 따라서 본 연구에서는 비정질 Fe-Cu-Nb-Si-B계 합금의 단거리 규칙도와 결정화에 대하여 조사하는 것을 그 목적으로 하였다. 이를 위하여 melt-spinning을 이용한 액체급냉시 용탕온도(melt temperature)를 두 가지로 달리 하여 제작한 비정질  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  합금에 대하여 X선회절실험을 수행하고 그 결과를 분석하여 단거리 규칙도에 대한 정보를 얻었다. 또한 비정질  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3(Si_xB_{1-x})_{22.5}$  합금( $x=0.4, 0.5, 0.6, 0.7, 0.8$ )을 열처리하여 결정화시킨 후 Si의 양에 따른 구조적 차이를 역시 X선회절실험을 통하여 분석·비교하였다.



## 제 2 절 실험 방법

초미세 결정립  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3(Si_xB_{1-x})_{22.5}$  합금 ( $x=0.4, 0.5, 0.6, 0.7, 0.8$ )과 비정질  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  합금 ( $x=0.6$ )은 한국과학기술연구원 기능금속재료연구실에서 제조된 것을 사용하였다. 그 제조과정은 먼저 비정질 합금을 한 개의 롤러를 사용한 melt-spinning에 의해 리본형태로 제작하였으며 이 때 용탕의 온도는  $1380^{\circ}C$ 와  $1240^{\circ}C$  등 두 가지로 하였다. 한편 각 조성의 초미세 결정립 합금은 용탕온도를  $1380^{\circ}C$ 로 하여 제작한 같은 조성의 비정질 합금 리본을 외경과 내경이 각각 24mm와 19mm가 되도록 감은 다음 Table 3.1의 각 온도에서 1시간 동안 진공 열처리하여 준비하였다. 각 시편의 폭과 두께를 측정한 결과는 Table 3.2에 요약하였다.

Table 3.1 Annealing temperatures for amorphous  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3(Si_xB_{1-x})_{22.5}$  alloys.

x	Temp ( $^{\circ}C$ )
0.4	580
0.5	550
0.6	550
0.7	560
0.8	560

Table 3.2 Dimensions of melt-spun  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3(Si_xB_{1-x})_{22.5}$  alloys.

x	Width(mm)	Thickness( $\mu m$ )
0.4	1.6	28
0.5	1.6	33
0.6	1.6	28
0.7	1.6	28
0.8	2.0	29

비정질 합금에서의 국부적 원자배열상태를 규명하기 위한 X선 회절 실험에서는 될 수 있는 대로 많은 정보를 얻기 위해  $MoK\alpha$ (파장  $\lambda=0.7101 \text{ \AA}$ )나  $AgK\alpha$ ( $\lambda=0.5608 \text{ \AA}$ ) 등 짧은 파장의 X선을 사용하는 것이 일반적이다. 또한 X선 회절 분석을 조직적으로 하기 위해 X선을 단일 파장의 것으로 만드는 작업, 즉 monochromatization을 충실히 해야 하기 때문에 단결정 monochromator를 쓰는 경우가 많다. 본 실험에서는 용탕온도에 따른 비정질  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  합금의 단거리 규칙도를 비교하기 위해 Rigaku사의 Geigerflex DMAX-II 수평회절기에서  $AgK\alpha$  X선을 사용한 회절 실험을 반사(reflection)의 형태로 수행하였다. Monochromatization을 위해서는 흑연 단결정을 사용하였는데 단결정을 사용하는 경우 X선 강도가 극히 작아지므로 가속전압과 전류는 각각 45kV와 20mA로 높게 조절하였으며 X선 강도는  $0.2^\circ$ 간격의 스텝주사(step scan)법을 사용하여  $2\theta=6^\circ$ 에서  $95^\circ$ 까지 정밀하게 측정하였다.

비정질 합금에 대한 X선회절실험에서 얻어진 데이터의 분석은 우선  $2\theta$ 의 함수로서 측정된 X선 강도를 편광(polarization) 및 흡수(absorption)에 대한 보정을 거쳐 원자 한개당의 강도로 규격화시키는 것으로부터 시작된다. 여기서 비탄성 산란 및 다중 산란(multiple scattering)에 의한 강도를 빼고 나면 원자당 탄성산란 강도  $I_a(K)$ 만 남게 되는데 이로부터 간섭함수(interference function)  $I(K)$ 는 다음 식에 따라 계산된다.<sup>(8)</sup>

$$I(K) = \{I_a(K) - [\langle f^2 \rangle - \langle f \rangle^2]\} / \langle f \rangle^2 \dots\dots\dots(3.1)$$

이 식에서  $K(\equiv 4\pi\sin\theta/\lambda)$ 는 회절벡터의 크기,  $f$ 는 원자산란진폭(atomic scattering factor), 그리고  $\langle \rangle$ 는 합금에 대한 농도평균을 나타낸다. 회절 이론에 의하면  $K[I(K)-1]$ 로 정의되는 함수  $F(K)$ 와  $4\pi r[\rho(r) - \rho_0]$ 로 정의되는 함수  $G(r)$ 은 다음 식에서와 같이 Fourier 변환쌍을 구성한다.<sup>(8)</sup>

$$G(r) = \frac{2}{\pi} \int_0^\infty F(K) \sin KrdK \dots\dots\dots(3.2)$$

원자분포함수(atomic distribution function)라고 불리우는  $G(r)$ 은 실제의 원자수밀도함수  $\rho(r)$ 이 합금의 평균값  $\rho_0$ 로 부터 벗어난 정도를 나타내기 때문에 그 자체로도 합금내의 원자배열상태를 나타낸다고 할 수 있다.

한편 비정질  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3(Si_xB_{1-x})_{22.5}$  합금을 결정화시킨 후의 Si함량에 따른 구조적 차이를 조사하기 위해서는  $FeK\alpha$  X선( $\lambda=1.936$ Å)

9373 Å)을 사용하여 회절실험을 수행하였는데 이 때는 가속전압과 전류를 각각 35kV와 15mA로 하였다. 처음에는 monochromator를 사용하지 않고  $2\theta=25^\circ$ 에서  $120^\circ$ 까지 연속주사(continuous scan)법으로 X선 강도를 측정하여 전체적인 회절패턴의 차이를 관찰하였다. 그 결과 모든 시편에서 결정질상과 함께 비정질상도 나타났으며 Si의 양이 많아질 수록 결정질상의 상대적인 양이 증가하는 경향을 발견할 수 있었다. 따라서 결정질 peak들 중에서 강도가 가장 큰 것과 폭 넓은 비정질 peak를 포괄하는  $2\theta=43-71^\circ$ 의 구간에서 monochromator를 사용하여 다시 X선 강도를 스텝주사법으로 정밀하게 측정하였으며 curve-fitting에 의하여 결정질 peak와 비정질 peak를 분리하였다. Curve-fitting에는 날카로운 결정질 peak에 대하여는 Lorentzian형곡선을, 폭이 넓은 비정질 peak에 대하여는 Gaussian형 곡선을 사용하였다.<sup>(16)</sup>

### 제 3 절 실험결과 및 고찰

#### 1. 비정질 $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$ 합금의 단거리 규칙도

그림 3.1에 용탕온도를  $1380^\circ C$ 와  $1240^\circ C$ 로 달리 하여 melt-spinning한 비정질  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  합금의 X선회절패턴으로부터 식(3.1)에 따라 계산된 간섭함수  $I(K)$ 를 비교하여 나타내었다. 또한 첫번째, 두번째 및 세번째 peak들의 위치를 그 높이와 함께 Table 3.3에 정리하였다. 그림 3.1과 Table 3.3에 의하면  $140^\circ C$ 의 용탕온도 차이에도 불구하고 예상했던 바와는 달리 두 비정질 합금

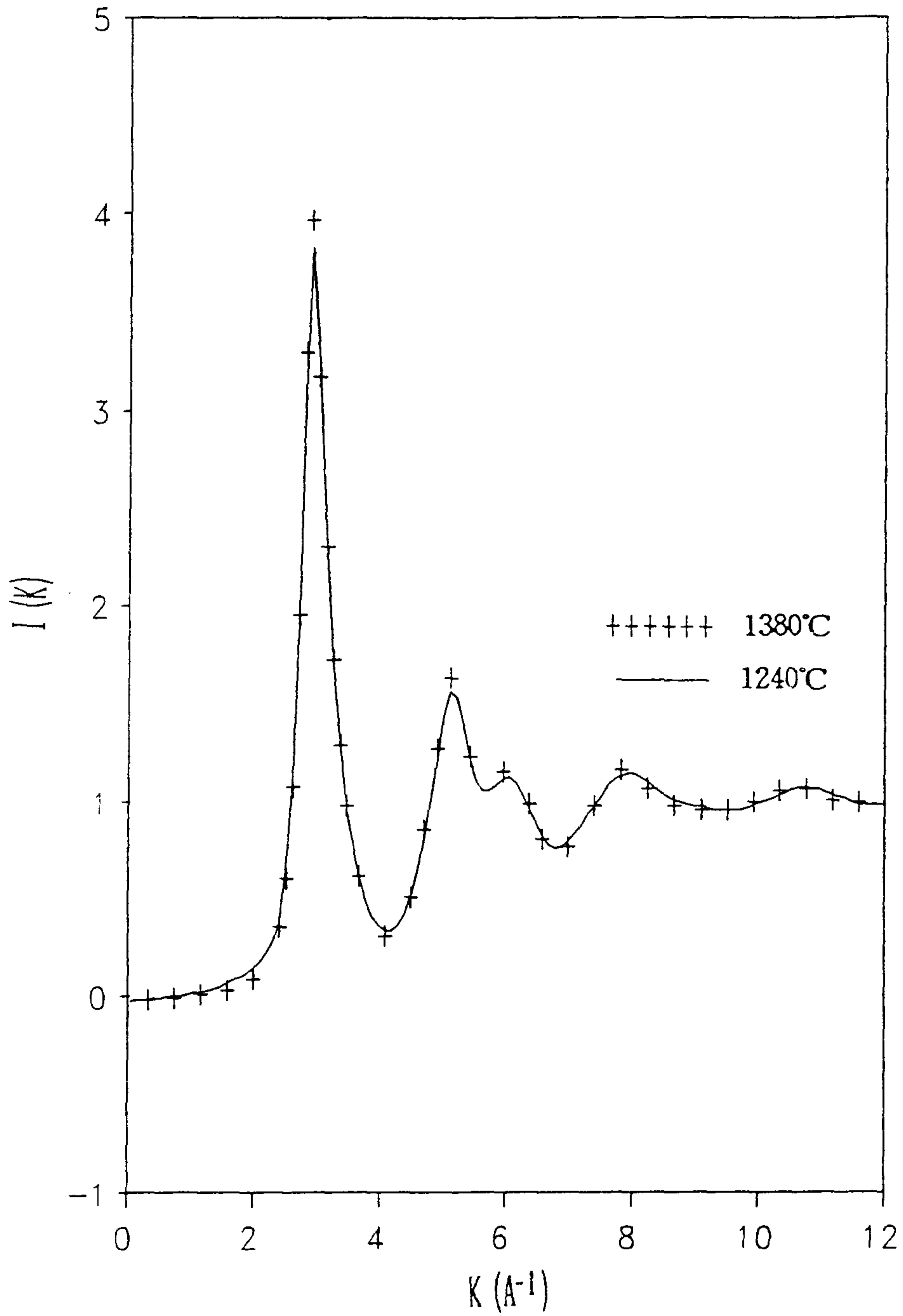


Fig. 3.1 Interference functions of the amorphous  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_9\text{Si}_{13.5}\text{B}_9$  alloys melt-spun from the molten alloy at  $1240^\circ\text{C}$  and  $1380^\circ\text{C}$ .

의 간섭함수는 실질적으로 거의 차이를 나타내지 않았다.

Table 3.3 Interference function data of the amorphous  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  alloys melt-spun from the molten alloy at 1240°C and 1380°C. (The values inside the brackets are the heights of the peaks.)

Melt Temp. (°C)	$K_1[A^{-1}]$ [I(K <sub>1</sub> )]	$K_2[A^{-1}]$ [I(K <sub>2</sub> )]	$K'_2[A^{-1}]$ [I(K' <sub>2</sub> )]	$K_3[A^{-1}]$ [I(K <sub>3</sub> )]	FWHM[A <sup>-1</sup> ]
1240	3.095 [3.830]	5.224 [1.560]	6.105 [1.118]	7.908 [1.135]	0.461
1380	3.080 [3.965]	5.230 [1.625]	6.115 [1.150]	7.829 [1.150]	0.441

비정질  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  합금의 간섭함수는 비교적 강하고 날카로운 첫번째 peak와 큰 K쪽에 어깨 모양의 작은 보조 peak가 있는 두번째 peak를 갖고 있다. 이와 같은 모양의 간섭함수는 대략 80 : 20 조성의 금속-반금속(metal-metalloid) 비정질 합금계에서 전형적으로 볼 수 있는 것으로서 Table 3.4의 비교에서 보면 Fe기 금속-반금속 비정질 합금들은 반금속의 종류에 관계없이 거의 같은 모양의 간섭함수를 갖는 것을 알 수 있다. 이러한 현상은 본 실험에서 사용한 합금계와 가장 유사한 구성 원소 및 조성을 갖는 비정질  $Fe_{78}B_{13}Si_9$  합금과 비교한 그림 3.2에서 더욱 뚜렷하게 볼 수 있다.

다원계(multi-component) 비정질 합금의 간섭함수는 그 합금

Table 3.4 Comparison of interference function data for various Fe-based amorphous metal-metalloid alloys of approximately 80 : 20 composition.

(The values inside the brackets are the heights of the peaks)

Sample (Melt Temp. )	$k_1 [A^{-1}]$ [I(K <sub>1</sub> )]	$K_2 [A^{-1}]$ [I(K <sub>2</sub> )]	$K_2 [A^{-1}]$ [I(K <sub>2</sub> )]	FWHM [A <sup>-1</sup> ]	Reference
Fe <sub>73.5</sub> Cu <sub>1</sub> Nb <sub>3</sub> Si <sub>13.5</sub> B <sub>9</sub> (1240°C)	3.095 [3.830]	5.224 [1.560]	6.105 [1.118]	0.461	This Work
Fe <sub>73.5</sub> Cu <sub>1</sub> Nb <sub>3</sub> Si <sub>13.5</sub> B <sub>9</sub> (1380°C)	3.080 [3.965]	5.230 [1.625]	6.115 [1.150]	0.441	This Work
Fe <sub>78</sub> B <sub>13</sub> Si <sub>9</sub>	3.13 [3.80]	5.25 [1.62]	6.20 [1.09]	—	[11]
Fe <sub>79.7</sub> B <sub>11.7</sub> Si <sub>4.4</sub> C <sub>4.2</sub>	3.12 [3.84]	5.25 [1.71]	6.12 [1.08]	0.470	[12]
Fe <sub>81</sub> B <sub>13.5</sub> Si <sub>3.5</sub> C <sub>2</sub>	3.14 [3.98]	5.28 [1.69]	6.15 [1.07]	0.465	[12]
Fe <sub>80</sub> P <sub>13</sub> C <sub>7</sub>	3.050 [4.268]	5.218 [1.763]	6.090 [1.070]	0.426	[13]
Fe <sub>40</sub> Ni <sub>40</sub> P <sub>14</sub> B <sub>6</sub>	3.110 [3.594]	5.304 [1.555]	6.142 [1.085]	0.485	[13]
Fe <sub>80</sub> B <sub>20</sub>	3.122 [3.800]	5.232 [1.804]	6.215 [0.960]	0.480	[13]

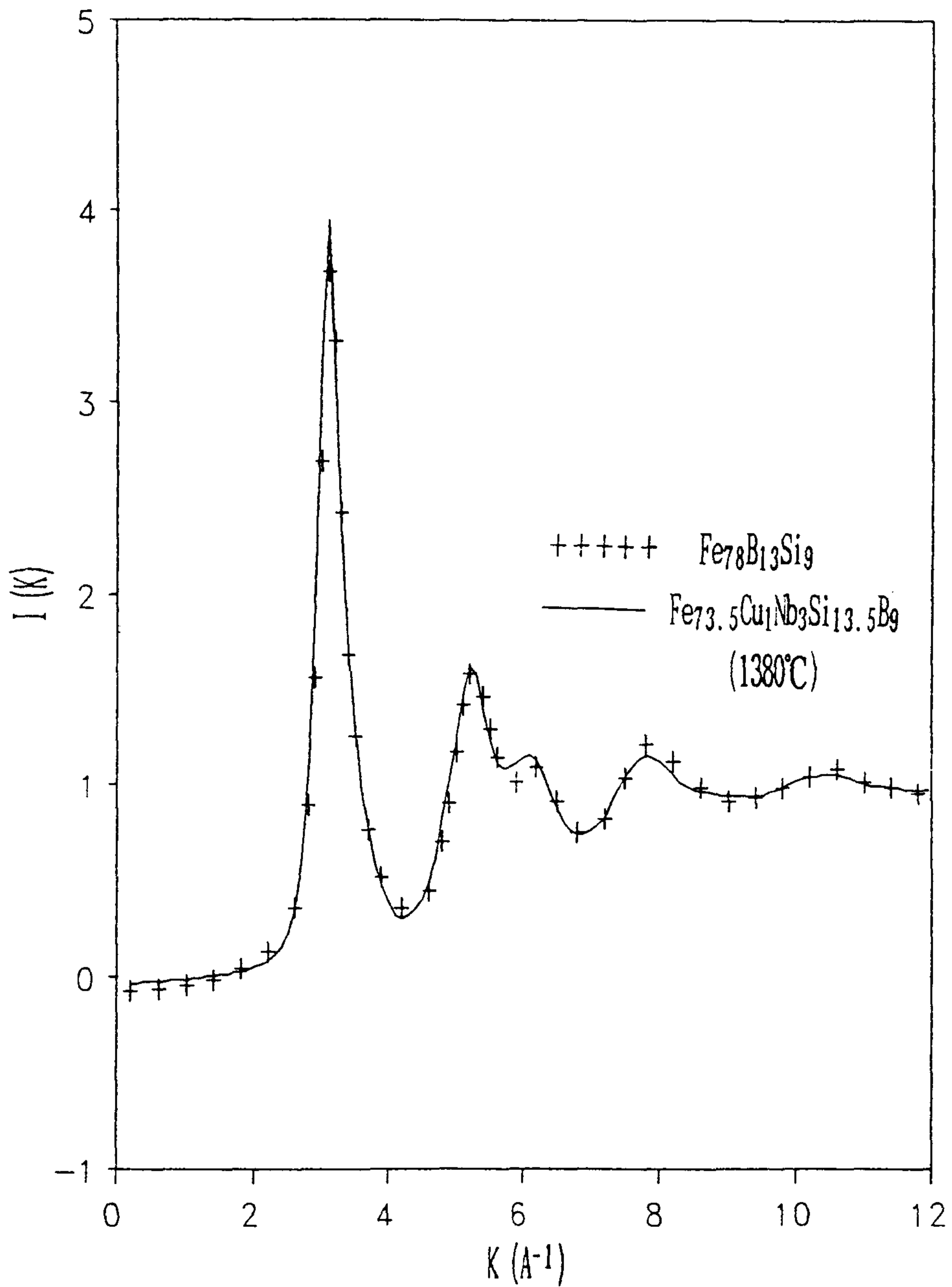


Fig. 3.2 Interference function of the amorphous  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13.5}\text{B}_9$  alloy melt-spun from the molten alloy at 1380°C, compared with that of an amorphous  $\text{Fe}_{78}\text{B}_{13}\text{Si}_9$  alloy.



에 대한 모든 부분간섭함수(partial interference function)  $I_{ij}(K)$ 의 중량합으로 나타낼 수 있다.

$$I(K) = \sum \sum W_{ij}(K) I_{ij}(K) \dots\dots\dots(3.3)$$

여기서 중량계수(weighting factor)  $W_{ij}(K)$ 는  $i$ 와  $j$ 원소의 농도 및 원자산란진폭값으로부터 계산되며  $K$ 에 따라 매우 느리게 변하는 함수이므로  $W_{ij}(0)$ 로 대치해도 무방할 것이다. 한편 X선회절의 Bragg법칙으로부터 예상할 수 있는 바와 같이  $i$ 와  $j$ 원자쌍의 인접 원자간 자리가 작으면 작을 수록 이 원자쌍에 대한 부분간섭함수  $I_{ij}(K)$ 는 더 큰  $K$ 값에서 첫번째 peak가 나타나며 이러한 현상을 소위 원자크기효과(atomic size effect)라고 한다. Table 3.5에  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  합금에 대한 중량계수  $W_{ij}(0)$ 의 값들을 나열하였는데 이 값들과 식(3.3)에 의하면 비정질  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  합금의 간섭함수는 주로  $I_{Fe-Fe}(K)$ 로 구성되며 그 다음에는  $I_{Fe-Si}(K)$ 와  $I_{Fe-Nb}(K)$ 가 다른 쌍의 것보다 비교적 큰 기여를 하고 있음을 알 수 있다. 그러나 원자들을 딱딱한 공(hard sphere)이라고 가정하고 각 원자들의 직경<sup>+</sup>(Fe : 2.482 Å, Si : 2.352 Å, Nb : 2.859 Å)<sup>(14)</sup> 으로부터 계산한 Fe-Fe, Fe-Si 및 Fe-Nb쌍에 대한 인접원자간 거리는 각각 2.482 Å, 2.417 Å 및 2.671 Å 으로서 원자크기효과에 의하면  $I_{Fe-Fe}(K)$ 와  $I_{Fe-Si}(K)$ 는 거의 같은  $K$ 값에서,  $I_{Fe-Nb}(K)$ 는 이보다 작은  $K$ 값에서 첫번

---

+ 최근접거리(distance of closest approach)를 의미함.

Table 3.5 Weighting factors  $W_{ij}(0)$  of  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  alloy system.

Component		Weighting factor $W_{ij}(0)$	Component		Weighting factor $W_{ij}(0)$	Component		Weighting factor $W_{ij}(0)$
i	j		i	j		i	j	
Fe	Fe	0.7097	Cu	Cu	0.0002	Nb	Si	0.0043
Fe	Cu	0.0108	Cu	Nb	0.0007	Nb	B	0.0010
Fe	Nb	0.0444	Cu	Si	0.0011	Si	Si	0.0068
Fe	Si	0.0696	Cu	B	0.0003	Si	B	0.0016
Fe	B	0.0165	Nb	Nb	0.0028	B	B	0.0004

재 peak가 나타나는 것을 의미하므로 비정질  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  합금의 간섭함수 중 첫번째 peak는  $I_{Fe-Fe}(K)$ 와  $I_{Fe-Si}(K)$ 의 첫번째 peak들이 겹쳐져 나타나는 것으로 생각할 수 있다.

그림 3.3에는 그림 3.1의 간섭함수로부터 식(3.2)를 이용하여 Fourier변환시킨 원자분포함수  $G(r)$ 을 나타내었다.  $G(r)$ 의 경우에도 용탕온도에 따른 차이는 발견할 수 없었으며 이는 이미 예상되었던 바이다.  $G(r)$ 의 첫번째 peak도 역시 강하고 날카로우며 두번째 peak는 주 peak와 보조 peak등 두 개로 나뉘어져 있음을 볼 수 있다. 원자분포함수  $G(r)$ 에서 n번째 peak의 위치는 n번째 이웃 (neighbor)까지의 거리를 의미한다. Table 3.6에 비정질  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  합금의  $G(r)$ 에 대한 첫번째 peak의 위치  $r_1$ 과 두번째 peak

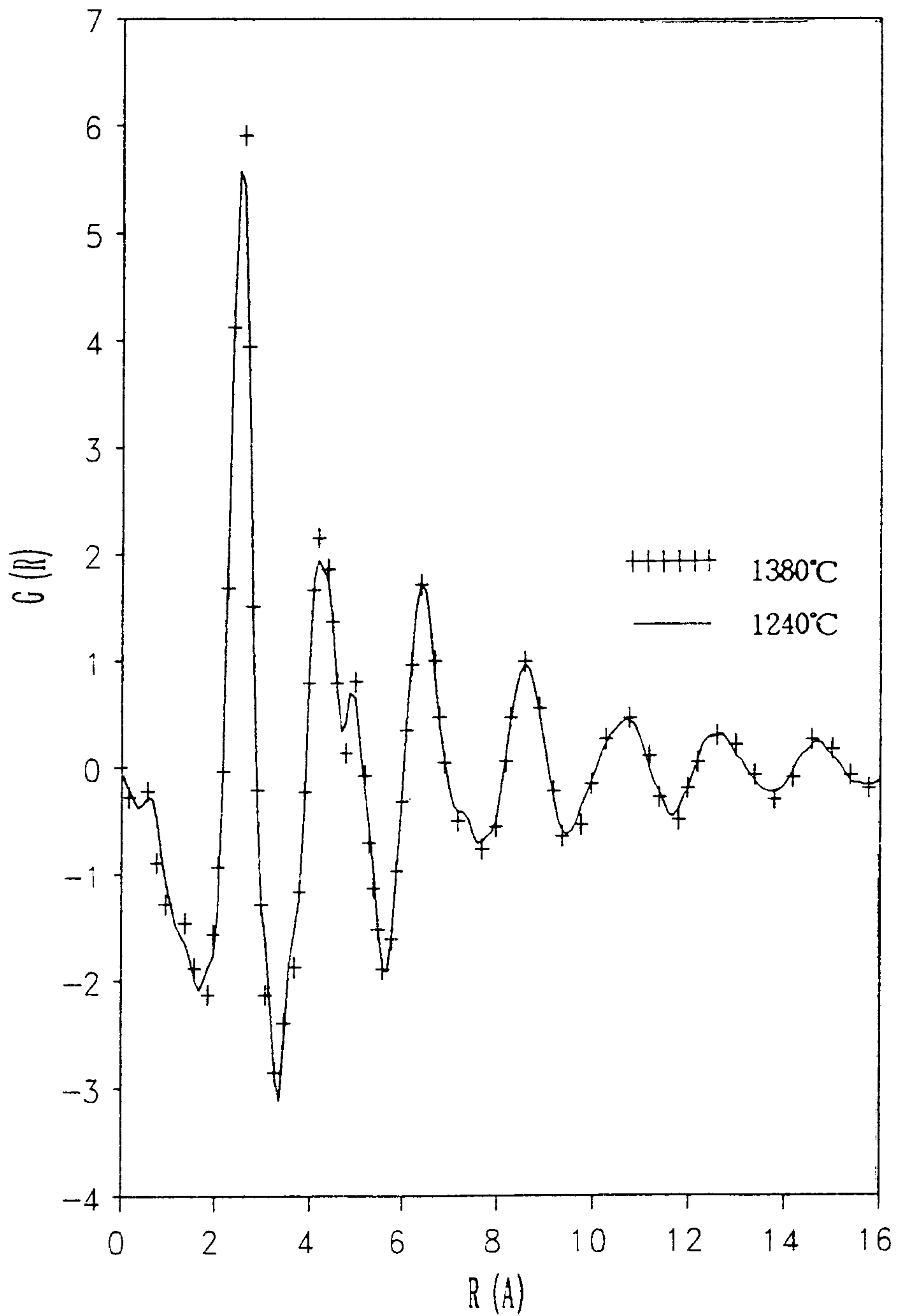


Fig. 3.3 Atomic distribution functions of the amorphous  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13.5}\text{B}_9$  alloys melt-spun from the molten alloy at  $1240^\circ\text{C}$  and  $1380^\circ\text{C}$ .

Table 3.6 Atomic distribution function data of the amorphous  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13.5}\text{B}_9$  alloys melt-spun from the molten alloy at 1240°C and 1380°C, which are compared with those of some other amorphous metal-metalloid alloys.

(The values inside the brackets are the heights of peaks.)

Sample (Melt Temp.)	$r_1$ [Å] [G( $r_1$ )]	$r_2$ [Å] [G( $r_2$ )]	$r_2'$ [Å] [G( $r_2'$ )]	$r_2/r_1$	Reference
$\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13.5}\text{B}_9$ (1240°C)	2.543 [5.710]	4.210 [1.950]	4.945 [0.760]	1.658	This Work
$\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13.5}\text{B}_9$ (1380°C)	2.545 [6.170]	4.246 [2.180]	5.030 [0.810]	1.668	This Work
$\text{Fe}_{78}\text{B}_{13}\text{Si}_9$	2.53 [6.25]	4.22 [2.10]	4.93 [0.80]	1.668	[11]
$\text{Fe}_{79.7}\text{B}_{11.7}\text{Si}_{4.4}\text{C}_{4.2}$	2.53 [6.58]	4.17 [1.90]	4.92 [0.80]	1.648	[12]
$\text{Fe}_{81}\text{B}_{13.5}\text{Si}_{3.5}\text{C}_2$	2.54 [6.68]	4.15 [2.14]	4.95 [0.81]	1.634	[12]
$\text{Fe}_{80}\text{P}_{13}\text{C}_7$	2.585 [7.235]	4.340 [1.930]	4.986 [1.150]	1.679	[13]
$\text{Fe}_{40}\text{Ni}_{40}\text{P}_{14}\text{C}_6$	2.530 [7.020]	4.269 [1.830]	4.888 [0.950]	1.687	[13]
$\text{Fe}_{80}\text{B}_{20}$	2.561 [7.510]	4.162 [2.317]	5.000 [1.240]	1.625	[13]

의 위치  $r_2$  및  $r_2'$ 을 그림 3.3으로부터 구하여 그 높이와 함께 나타내었으며 Table 3.4에서 언급되었던 Fe기 금속-반금속 비정질 합금에 대한 것도 함께 비교함으로써 그들의 유사성을 다시 한번 확인할 수 있었다. Waseda<sup>(15)</sup>에 의하면 비정질 합금에 있어서  $r_2/r_1$ 의 값은 대략 1.67로서 거의 일정하며 이것은 치밀 충전(dense packing)되어 있는 결정질 고체의 그것(HCP의 경우  $c/a=1.63$ )과 비슷하여 비정질 합금에 있어서도 원자들이 무질서하게 배열되어 있기는 하나 치밀하게 충전되어 있다는 것을 알 수 있다. 비정질  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  합금에서도  $r_2/r_1$ 의 값은  $\sim 1.67$ 이었다.

## 2. 비정질 $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3(Si_xB_{1-x})_{22.5}$ 합금의 결정화

그림 3.4에 비정질  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3(Si_xB_{1-x})_{22.5}$  합금( $x=0.4, 0.5, 0.6, 0.7, 0.8$ )들을 Table 3.1의 각 온도에서 1시간 동안 결정화시킨 시편의 X선회절패턴을 비교하여 나타내었다. 이 그림에서 보는 바와 같이 모든 시편에서 결정질 peak는  $2\theta=57.4^\circ, \sim 86.1^\circ$  및  $\sim 113.3^\circ$ 에서 나타났으며 이들에 대한  $\sin^2\theta$ 의 비는 1:2:3으로 판명되었다. 따라서 이들 세 개의 peak만으로는 단순한 bcc격자 구조의 고용체(solid solution)라고 생각할 수도 있겠으나 그림 3.4에서는 볼 수 없었던 (111), (200)등의 초격자(superlattice) peak가 정밀측정했을 때 그림 3.5에서와 같이 뚜렷이 관측되는 것으로 보아 결정질상은  $DO_3$ 구조의 Fe-Si상<sup>++</sup>으로 판단되며 위의 세 peak들은 각각

---

<sup>++</sup> 이 상에는 다른 원소들이 포함될 수도 있음

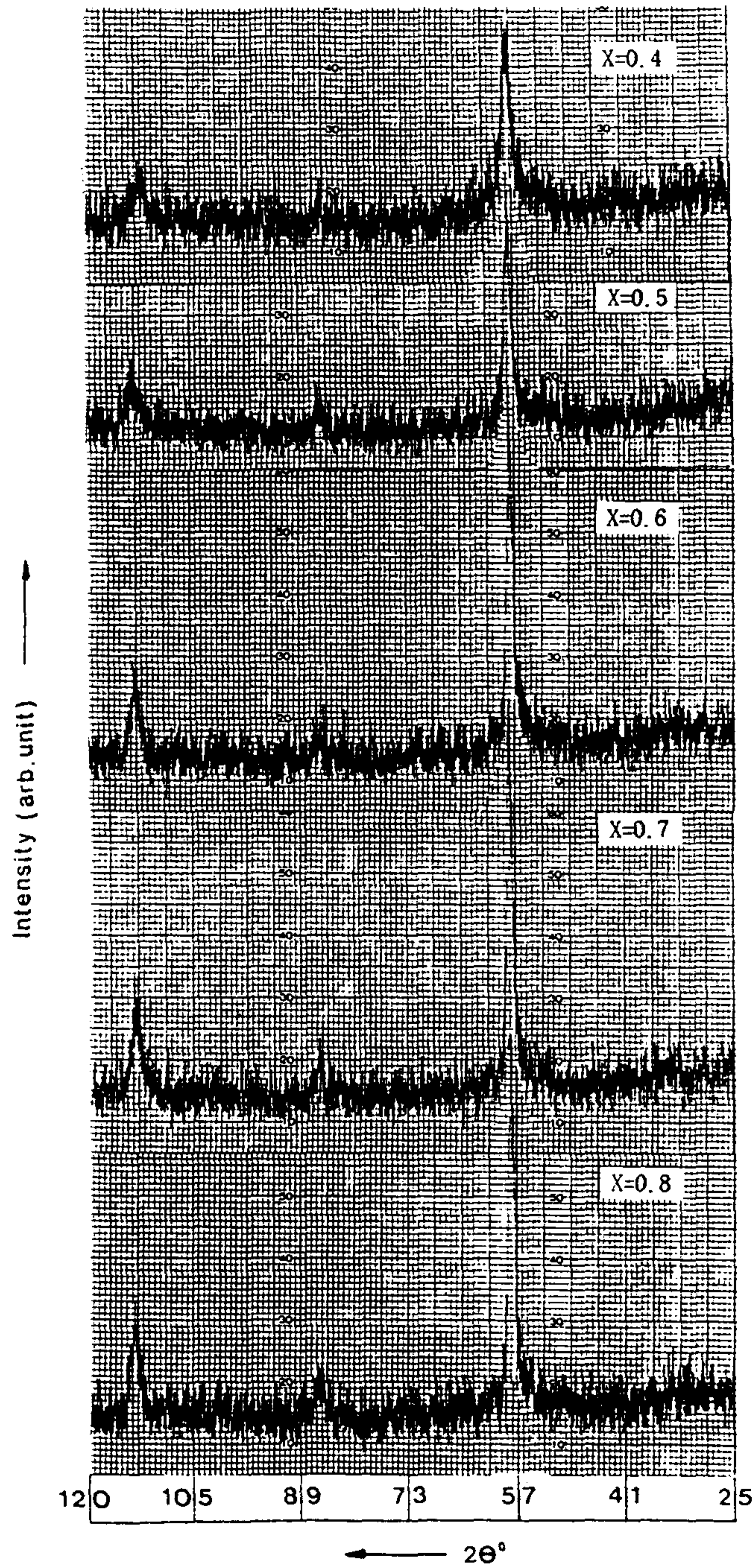


Fig. 3.4 X-ray diffraction patterns of  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3(\text{Si}_x\text{B}_{1-x})_{22.5}$  alloys melt-spun to be amorphous and crystallized subsequently.

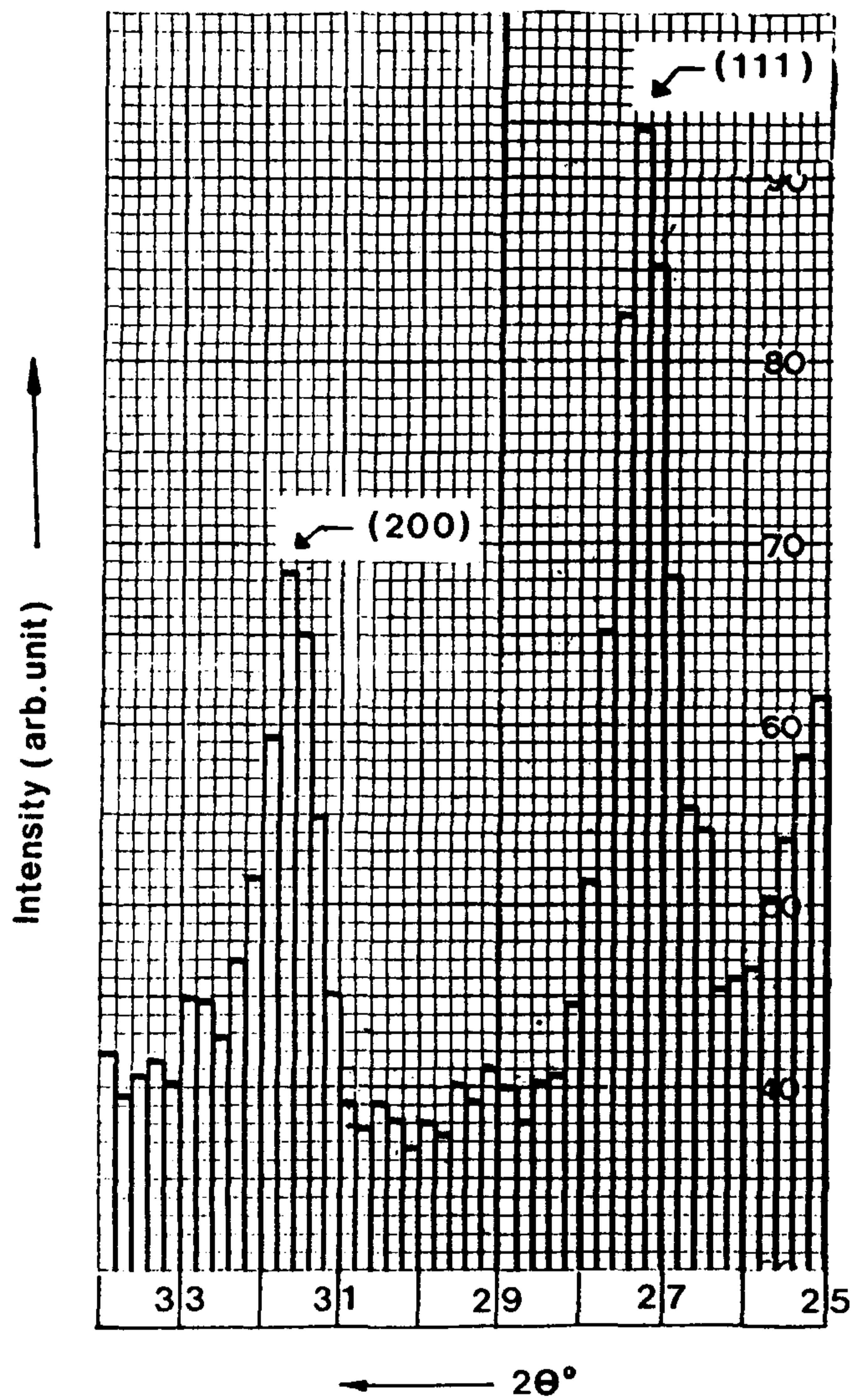


Fig. 3.5 Superlattice (111) and (200) peaks of the  $\text{DO}_3\text{-FeSi}$  phase appearing in the pattern of the  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{18}\text{B}_{4.5}$  alloy melt-spun and crystallized subsequently. The  $\text{CuK}\alpha$  X-rays were used for this pattern.

(220), (400) 및 (422)에 대한 것으로 해석된다. Fe-Si합금계는 Fe<sub>3</sub>Si를 중심으로 하는 조성에서 FCC격자 구조의 질서(order) 상태 ↔ BCC격자 구조의 무질서(disorder)상태의 변태를 일으키는데 위의 상황으로 보아 본 시편들의 결정질상은 아주 작은 정도의 질서상태만을 갖는 것으로 생각된다. 이와 같은 결과는 이미 Jiang<sup>(7)</sup>에 의해서도 보고된 바 있다.

그림 3.4에서는 결정질 peak들과 함께 비정질상 특유의 폭 넓은 peak가  $2\theta = \sim 55^\circ$ 를 중심으로 하여 나타난 것도 볼 수 있는데 Si양이 증가함에 따라 결정질 peak의 높이는 증가하는 반면에 비정질 peak는 점차 사라져 가고 있음을 알 수 있다. 이것은 Si양이 증가함에 따라 결정질상의 상대적인 양이 많아지는 것을 의미하며 이에 대한 좀 더 정확한 정보를 얻기 위해서는 결정질 peak와 비정질 peak를 분리하는 작업이 선행되어야 한다. 따라서 결정질 (220) peak와 비정질 peak를 포괄하는  $2\theta = 43 - 71^\circ$ 구간의 회절강도를 스텝주사법으로 정밀하게 다시 측정하였으며 결정질 peak에는 Lorentzian곡선을, 비정질 peak에는 Gaussian곡선을 fitting 시킴으로써 분리를 시도하였다. 그림 3.6, 3.7, 3.8, 3.9 및 3.10에 각각  $x = 0.4, 0.5, 0.6, 0.7$  및  $0.8$ 인 시편에 대한 결과를 도시하였다. 각 그림에서 분리된 결정질 peak의 면적은 결정질 및 비정질 peak를 합한 전체 면적으로 나누어 상대적인 면적을 계산하였으며 이들을 Table 3.7에 정리하였다. 이와 함께 peak의 위치( $2\theta$ )로부터 계산한 격자상수와 반가폭(FWHM)으로부터 Scherrer공식을 사용하여 계산한 결정립의 크기도 Table 3.7에 나타내었다. 결정질 peak의 상대적인 면적은 Si의 양 즉  $x$ 값이 증가함에 따라  $x = 0.7$ 까지는 직



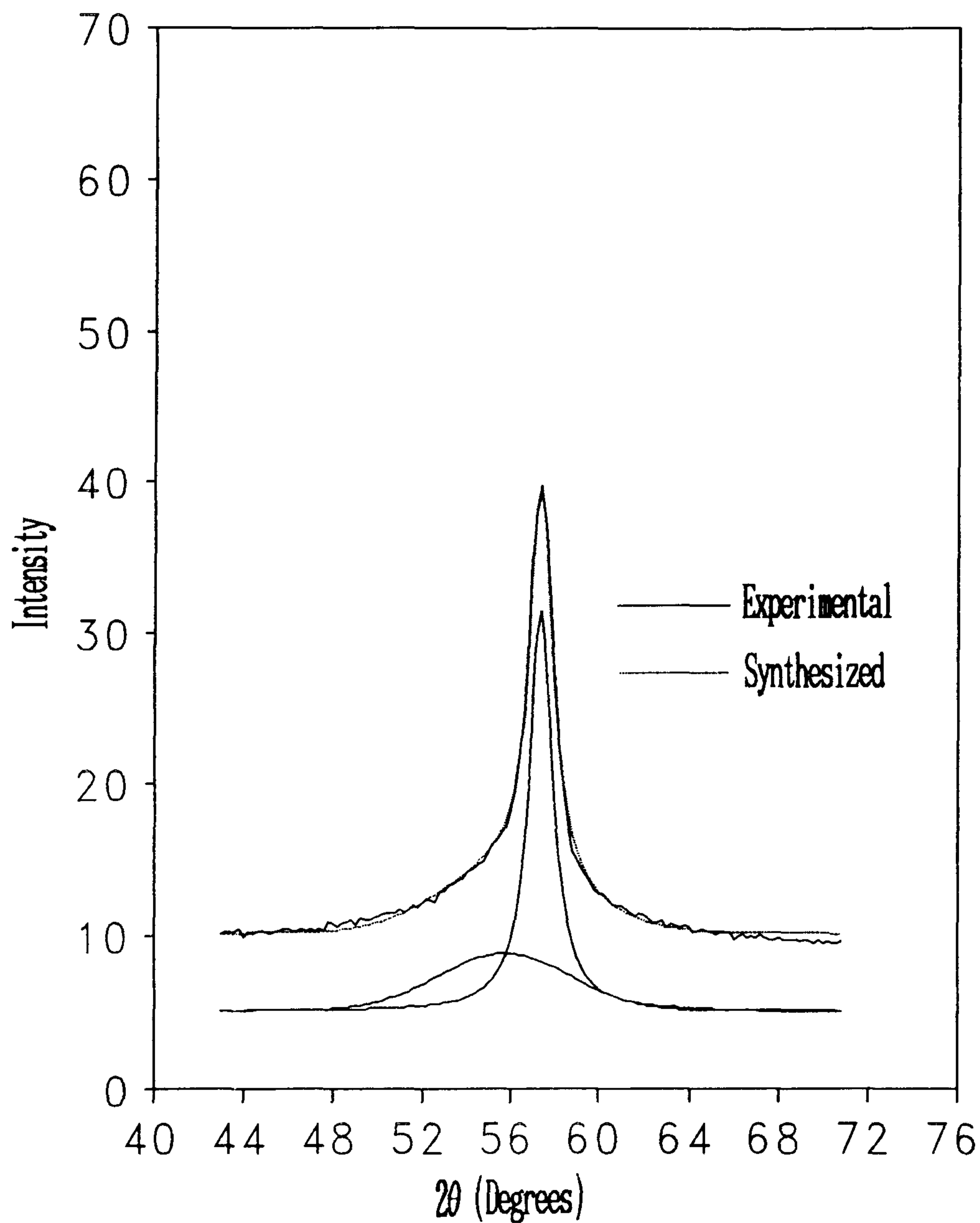


Fig. 3.6 Line fitting pattern of the crystalline and amorphous peaks of the  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3(\text{Si}_x\text{B}_{1-x})_{22.5}$  alloy ( $x=0.4$ ) in Fig 3.4.

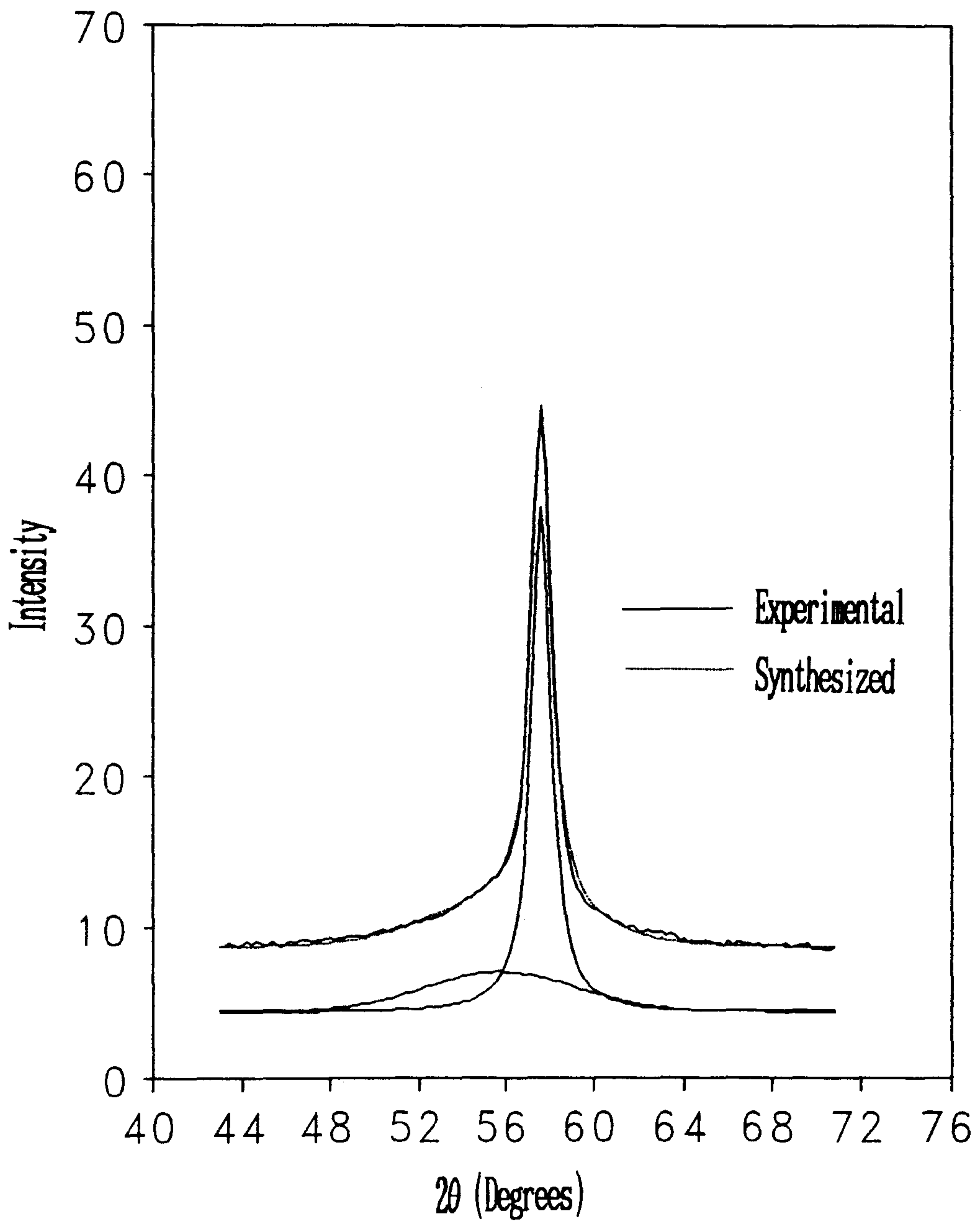


Fig. 3.7 Line fitting pattern of the crystalline and amorphous peaks of the  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3(\text{Si}_x\text{B}_{1-x})_{22.5}$  alloy ( $x=0.5$ ) in Fig 3.4.

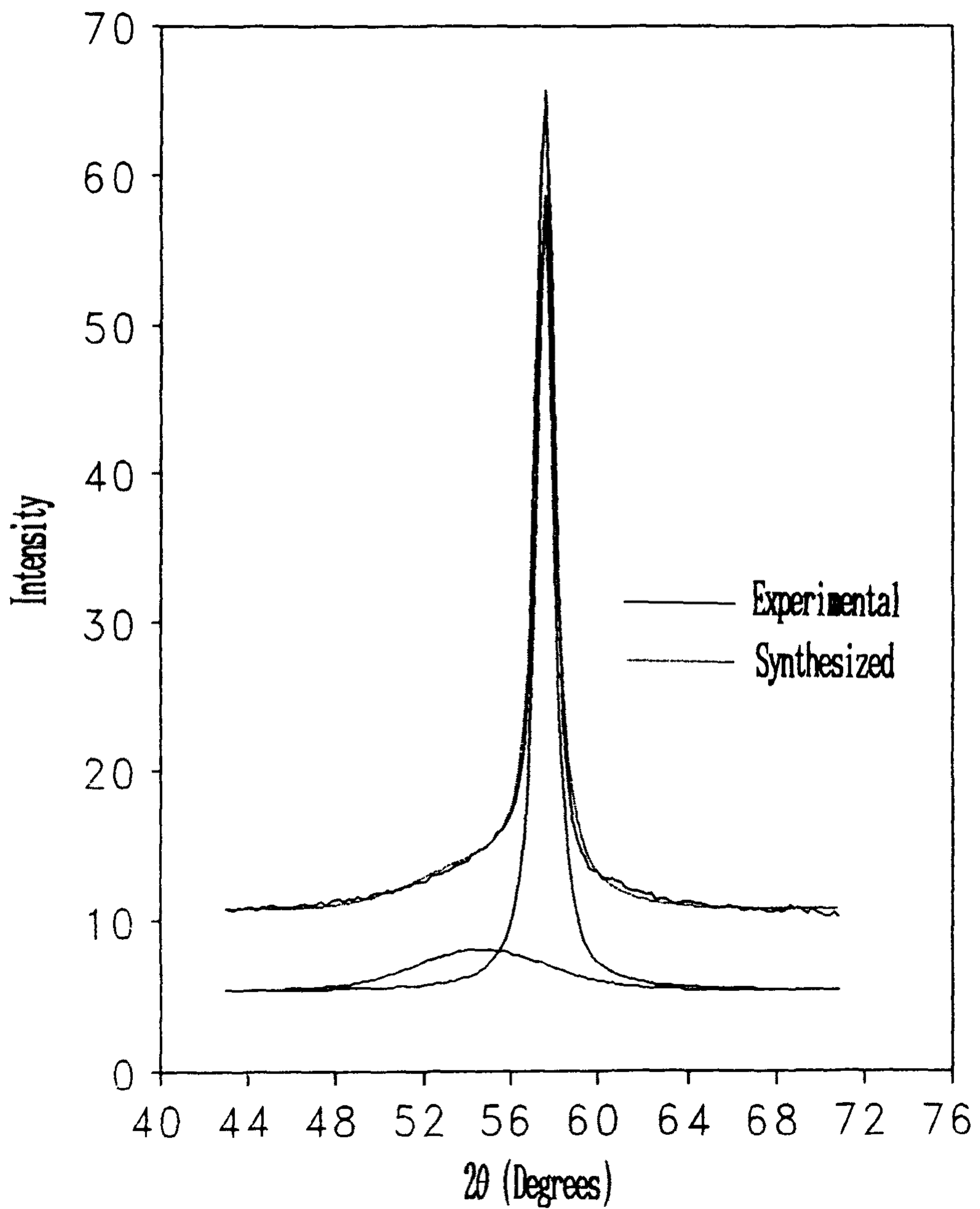


Fig. 3.8 Line fitting pattern of the crystalline and amorphous peaks of the  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3(\text{Si}_x\text{B}_{1-x})_{22.5}$  alloy ( $x=0.6$ ) in Fig. 3.4.

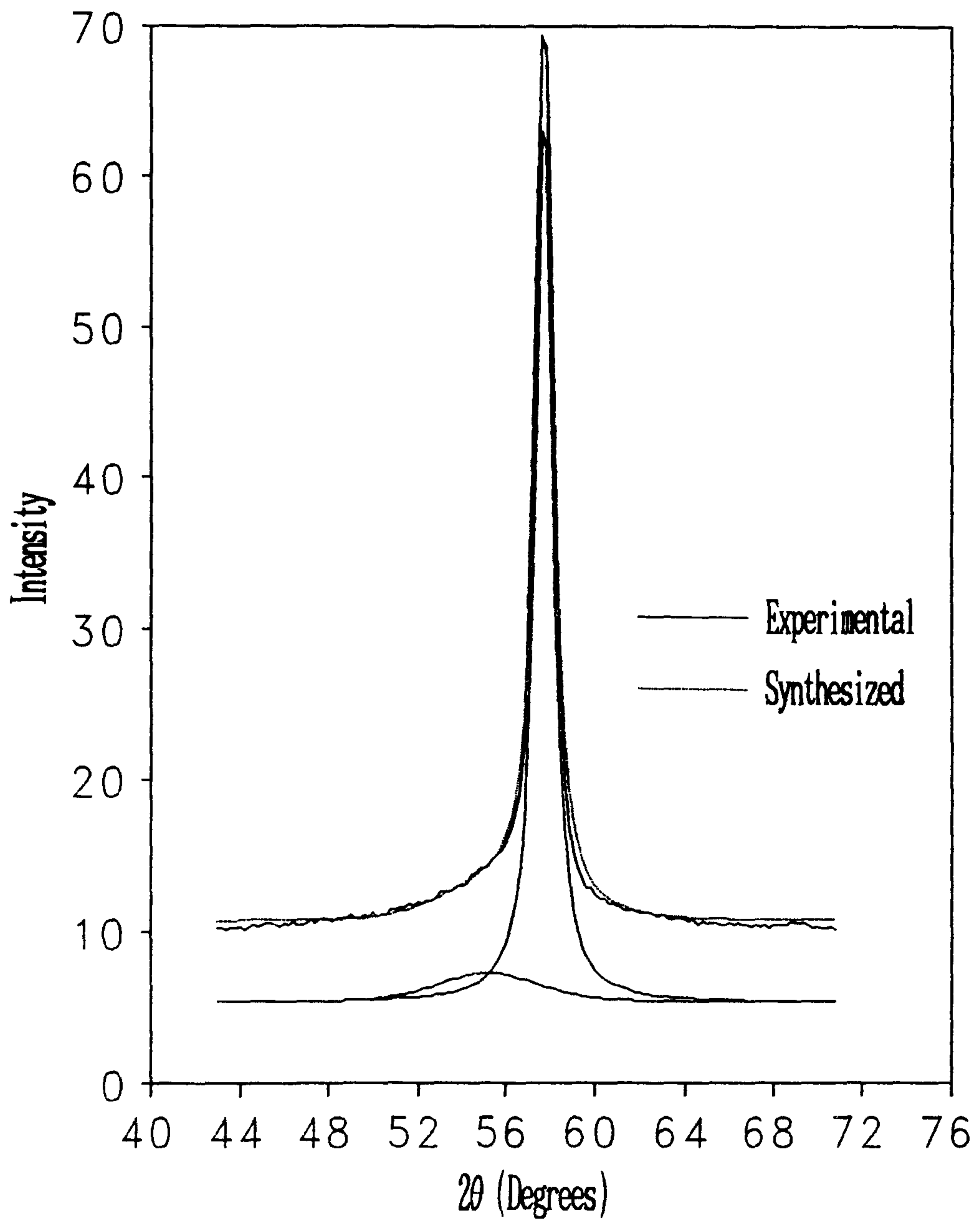


Fig. 3.9 Line fitting pattern of the crystalline and amorphous peaks of the  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3(\text{Si}_x\text{B}_{1-x})_{22.5}$  alloy ( $x=0.7$ ) in Fig 3.4

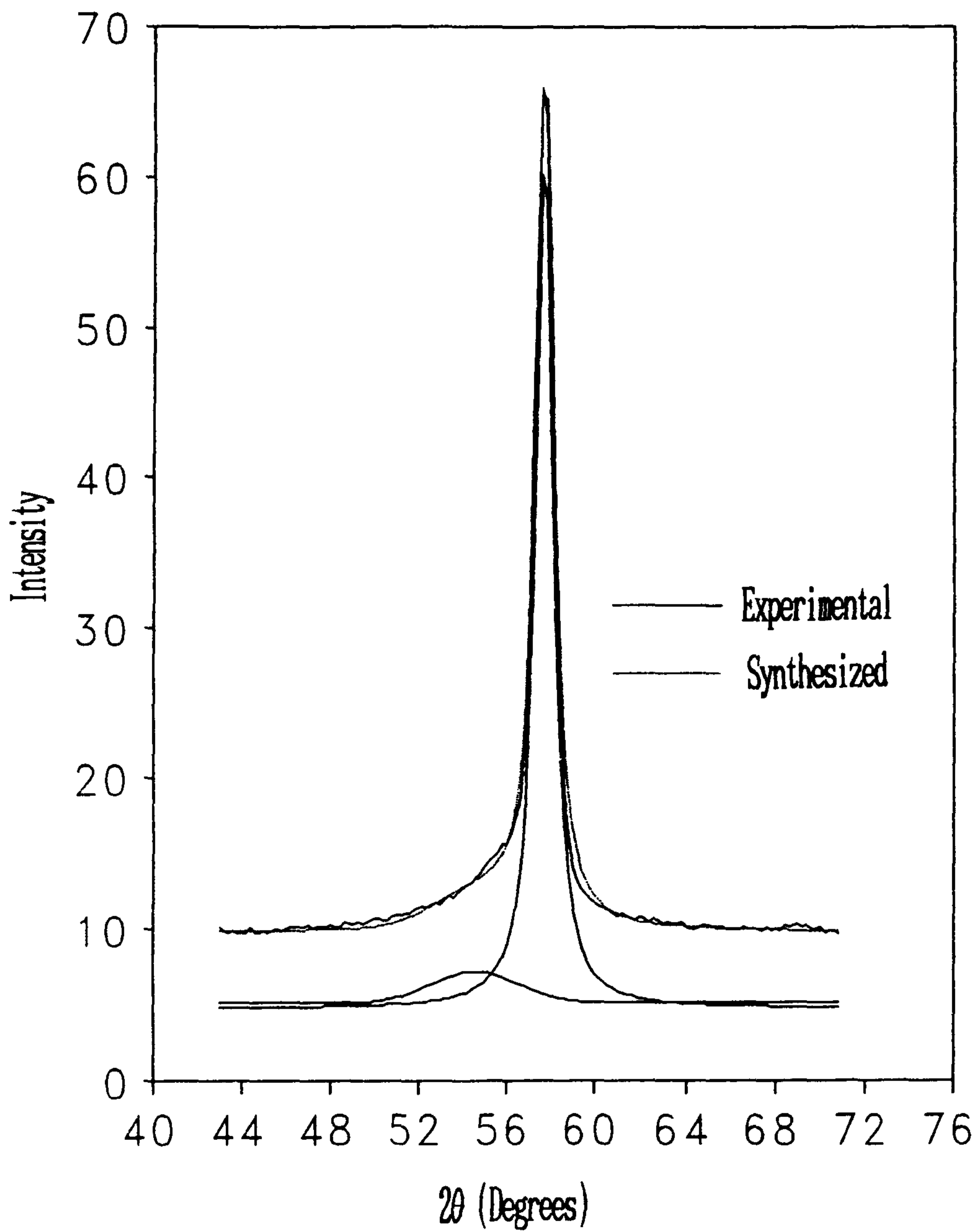


Fig. 3.10 Line fitting pattern of the crystalline and amorphous peaks of the  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3(\text{Si}_x\text{B}_{1-x})_{22.5}$  alloy ( $x=0.8$ ) in Fig 3.4.

선적으로 증가하다가 그 이후부터는 거의 같은 값을 나타내고 있

Table 3.7 Lattice constants and grain sizes of the ultrafine crystalline particles of the  $\text{DO}_3\text{-FeSi}$  alloy and relative areas of the crystalline phase in the  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3(\text{Si}_x\text{B}_{1-x})_{22.5}$  alloys melt-spun and crystallized subsequently.

x	Lattice constant (nm)	Grain size (nm)	Relative area of crystalline phase (%)
0.4	0.5707	8.9	65.1
0.5	0.5685	10.9	70.6
0.6	0.5689	12.1	79.6
0.7	0.5678	12.8	88.9
0.8	0.5679	12.0	89.4

으며 이 경향을 그림 3.11에 도시하였다. 결정립의 크기도  $x=0.7$ 까지는  $x$ 값이 증가함에 따라 증가하였으나 그 이후에는 오히려 감소하고 있다(그림 3.12).  $550^\circ\text{C}$ 에서 열처리한  $x=0.6$ 시편의 경우 결정질 peak의 상대적인 면적은 79.6%이며 결정립의 크기는 12.1nm로서 같은 조성의 비정질 합금을  $580^\circ\text{C}$ 에서 1시간 동안 결정화시킨 다른 연구의 결과 78% 및 12.4nm<sup>(7)</sup>와 거의 일치하고 있다. 또한  $\text{DO}_3\text{-FeSi}$ 상의 격자상수는 0.5689nm로서  $\text{DO}_3\text{-FeSi}$ 의 경우(0.5640nm)와  $\alpha\text{-Fe}$ 의 격자상수의 두 배에 해당되는

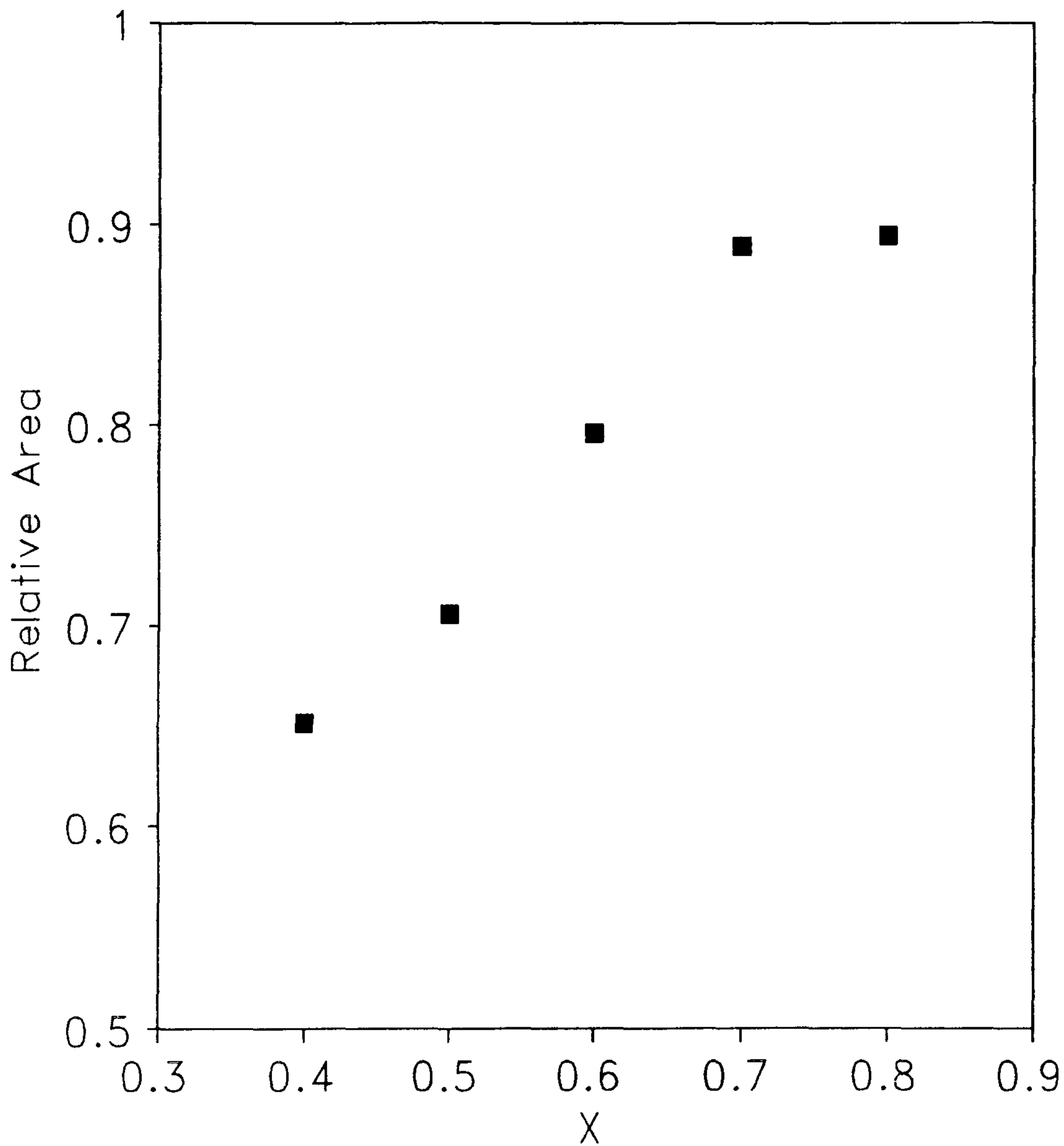


Fig. 3.11 Relative area of the crystalline phase plotted as a function of  $x$  for the  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3(\text{Si}_x\text{B}_{1-x})_{22.5}$  alloys melt-spun and crystallized subsequently.

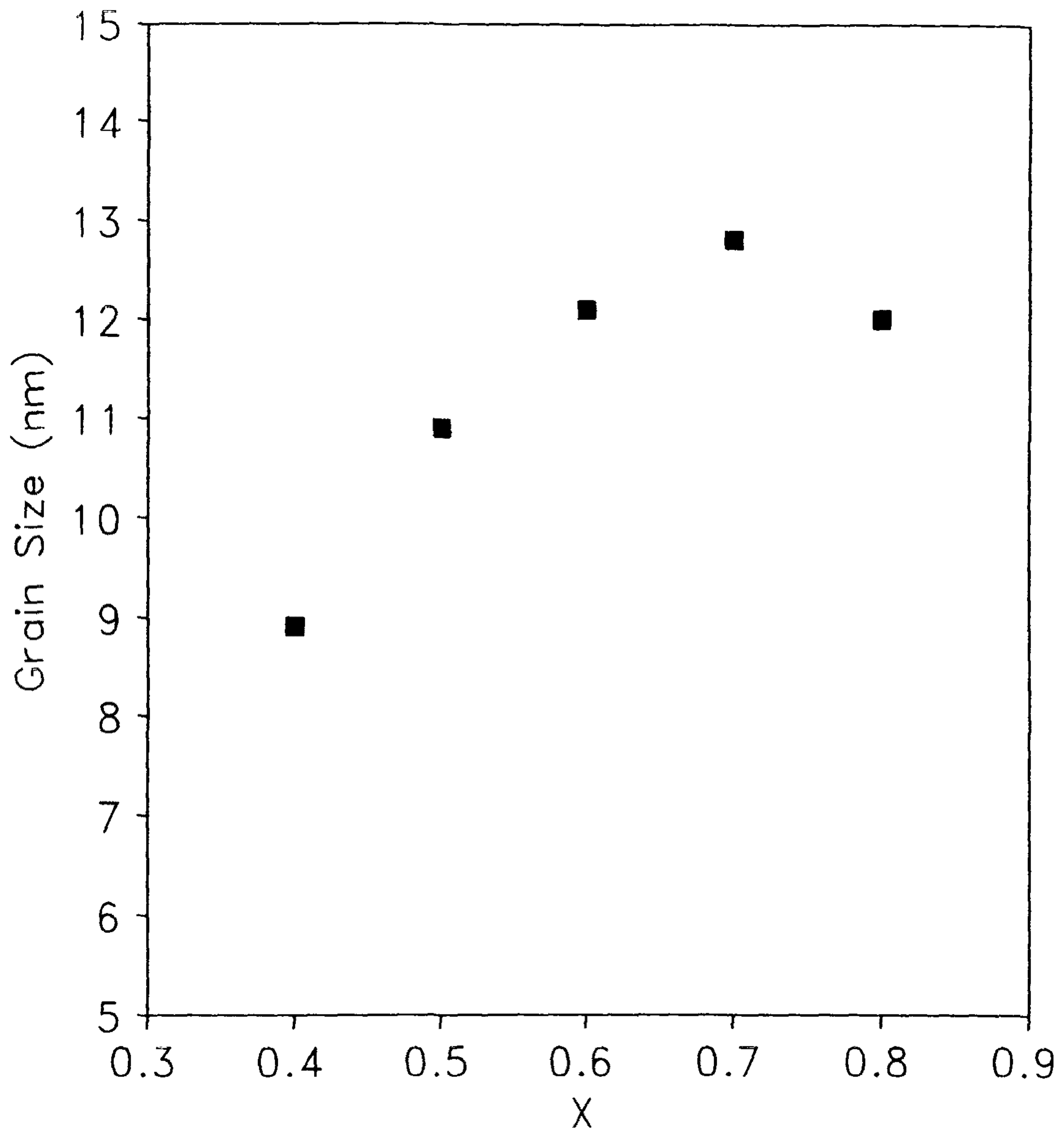


Fig. 3.12 Grain size of the ultrafine crystalline particles of the  $\text{DO}_3$ - $\text{FeSi}$  phase plotted as a function of  $x$  for the  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3(\text{Si}_x\text{B}_{1-x})_{22.5}$  alloys melt-spun and crystallized subsequently.



0.5732nm의 중간정도의 값을 갖고 있으며 다른 연구결과<sup>(7)</sup>와도 비슷한 값을 나타내고 있다.

## 제 4 절 결 론

본 실험에서는 초미세 결정립  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3(Si_1B_{1-x})_{22.5}$  합금( $x=0.4, 0.5, 0.6, 0.7, 0.8$ )의 자기적 성질을 규명하고자 하는 목적의 일환으로 용탕온도를  $1240^{\circ}C$ 와  $1380^{\circ}C$ 로 달리하여 melt-spinning한 비정질  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  합금( $x=0.6$ )의 단거리 규칙도를 조사 비교하고, 초미세 결정립 합금을 만들기 위한 비정질 합금의 결정화에 대하여 연구한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 비정질  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  합금의 단거리 규칙도는 melt-spinning시의 용탕온도를  $1240^{\circ}C$ 와  $1380^{\circ}C$ 로 달리했을 때 실질적으로 거의 차이를 나타내지 않았다.
2. 비정질  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  합금의 간섭함수는  $K=3.09 \text{ \AA}^{-1}$ 에서 주로 Fe-Fe 및 Fe-Si쌍에 대한 부분간섭함수로 구성된 강하고 날카로운 첫번째 peak를 가지며 두번째 peak는  $K=5.23 \text{ \AA}^{-1}$ 에서의 주 peak와  $K=6.11 \text{ \AA}^{-1}$ 에서의 보조 peak등 두 부분으로 나누어져 있었다. 또한 그 모양은 대략 80:20조성을 가지는 다른 Fe기 금속-반금속 비정질 합금의 것과 흡사하였다.
3. 비정질  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  합금의 원자분포함수는  $r=2.54 \text{ \AA}$ 에서 첫번째 peak가 나타나는데 이것은 이 합금에서의 첫번째 이웃까지의 거리, 즉 최인접원자간 거리를 의미한다. 또한 첫번째

이웃까지의 거리  $r_1$ 에 대한 두번째 이웃까지의 거리  $r_2$ 의 상대적인 값은 1.67로서 다른 비정질 합금에서의 값과 유사하였으며 이것은 비정질 합금에 있어서도 원자들이 치밀하게 충전되어 있음을 의미한다.

4.  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3(\text{Si}_x\text{B}_{1-x})_{22.5}$  합금을  $550\sim 580^\circ\text{C}$ 로 1시간 동안 열처리했을 때 결정질상과 함께 아직 결정화하지 못한 비정질상이 남아 있는 것을 관측할 수 있었으며 이 때 나타난 결정질상은 조성에 관계없이 아주 작은 정도의 질서상태를 갖는  $\text{DO}_3$ 구조의 Fe-Si상이었다.
5. 비정질  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3(\text{Si}_x\text{B}_{1-x})_{22.5}$  합금을 열처리하였을 때 나타나는 결정질상은  $x=0.7$ 까지는 Si의 양이 증가함에 따라 그 상대적인 양이 증가하였으며 결정립의 크기도  $8.9\text{nm}(x=0.4)$ 에서  $12.8\text{nm}(x=0.7)$ 까지 증가하였다. 한편 결정질상의 격자상수  $a$ 는  $0.569\text{nm}$ 으로 나타났다.

## 참 고 문 헌

- ( 1 ) P.Duwez and S.C.H.Lin : J. Appl. Phys., 38 (1967) 4096
- ( 2 ) H.Fujimori, Y.Obi, T.Masumoto and H.Saito : Mat. Sci. Engr., 23 (1976) 281
- ( 3 ) M.Mitera, M.Naka, T.Masumoto, N.Kazama and K.Watanabe : Phys. Stat. Sol., (a)49, (1978) K163
- ( 4 ) H.Yoshino, K. Inomata, M.Hasegawa, T.Kobayashi and T.Sawa : J. Appl. Phys., 55(6) (1984) 1751
- ( 5 ) Y.Yoshizawa, S.Oguma and K.Yamauchi : J. Appl. Phys., 64(10) (1988) 6044
- ( 6 ) N.Kataoka, A.Inoue, T.Masumoto, Y.Yoshizawa and K. Yamauchi : Jap. J. Appl. Phys., 28(10) (1989) L1820
- ( 7 ) J.Jiang : J.Non-Cryst. Solids, 135 (1991) 265
- ( 8 ) C.N.J.Wagner, in Liquid Metals, Chemistry and Physics, S.Z.Beer (ed.) (Marcel Dekker, New York, 1972) p.257
- ( 9 ) T.Ichikawa : Phys. Stat. Sol., (a)19 (1973) 707
- (10) J.D.Axe, G.Shiramer, T.Mizoguchi and K.Yamauchi : Phys. Rev., B15 (1977) 2763
- (11) S.H.Moon, Master Thesis, Korea University (1987)
- (12) H.G.Bae, Master Thesis, Korea University (1986)
- (13) D.Lee, Ph.D. Dissertation, UCLA (1980)

- (14) B.D.Cullity, Element of X-ray Diffraction, 2nd ed., Addison-Wesley, Reading, Massachusetts (1978)
- (15) Y.Waseda, The Structure of Non-Crystalline Materials, McGraw-Hill, New-York (1979)
- (16) A.Chahid, F.J.Bermejo, E.Enciso, M.Garcia Hernandez and J.L. Martinez : J.Phy., Condens. Matter, 4 (1991) 1213

## 제 4 장 고주파용 자심의 기초특성 평가연구

### 제 1 절 서 언

스위칭 전원의 동작주파수를 가급적 높여서 변압기와 여과용 축전기의 부피와 무게를 대폭 감소시켜 전자장치를 소형 경량화 하려는 연구가 활발히 진행되고 있다. 수십 kHz에서 1MHz대 까지의 주파수 영역에서 사용할 수 있는 변압기의 자심에는 ferrite 가 주류를 이루고 있으나 포화자화가 낮은 점을 개선하기 위하여 비정질 또는 미세결정질 박대가 새로운 고주파 전원의 자심으로 주목되고 국내외에서 많은 연구가 진행중이다. 그러나 고주파 영역에서의 자심손실의 측정은 자심의 대전폭 비선형 동작때문에 매우 어려우며 측정법의 표준화도 되어있지 않으며 측정장치의 개발도 미진한 상태이다.<sup>(1)</sup> 60Hz의 상용주파수에서 쓰이는 SiFe자심의 손실은 널리 알려진 Epstein법으로 표준화되고 있으나 측정에 요구되는 시료의 질량이 수 kg정도나 되며 고주파에서는 사용할 수 없다. 또한 수 g 정도의 비정질 박대의 자심손실 측정에 관한 보고는 매우 드물고 주파수범위도 수 kHz이하이다.<sup>(2),(3)</sup> 최근에 일본의 몇몇 회사에서 MHz대까지의 자심손실 측정기가 발표되고 있으나 digital memory를 사용하는 방법으로 매우 고가이다. 본 연구에서는 불과 10mg정도의 단일박대의 고주파 자심손실을 측정할 수 있는 비교적 간편한 장치를 제작하였으며, 자심손실이 기지인

Metglas 수종류에 대하여 실시한 결과에 대하여 보고한다.

## 제 2 절 자심손실 측정기의 내용

### 1. 전체의 구성과 측정원리

그림 4.1은 본 측정장치의 개요도이다. 시료 S는 폭 0.5~2mm, 두께 최대 0.3mm, 길이 4~5mm의 단일박대이며 손실측정용

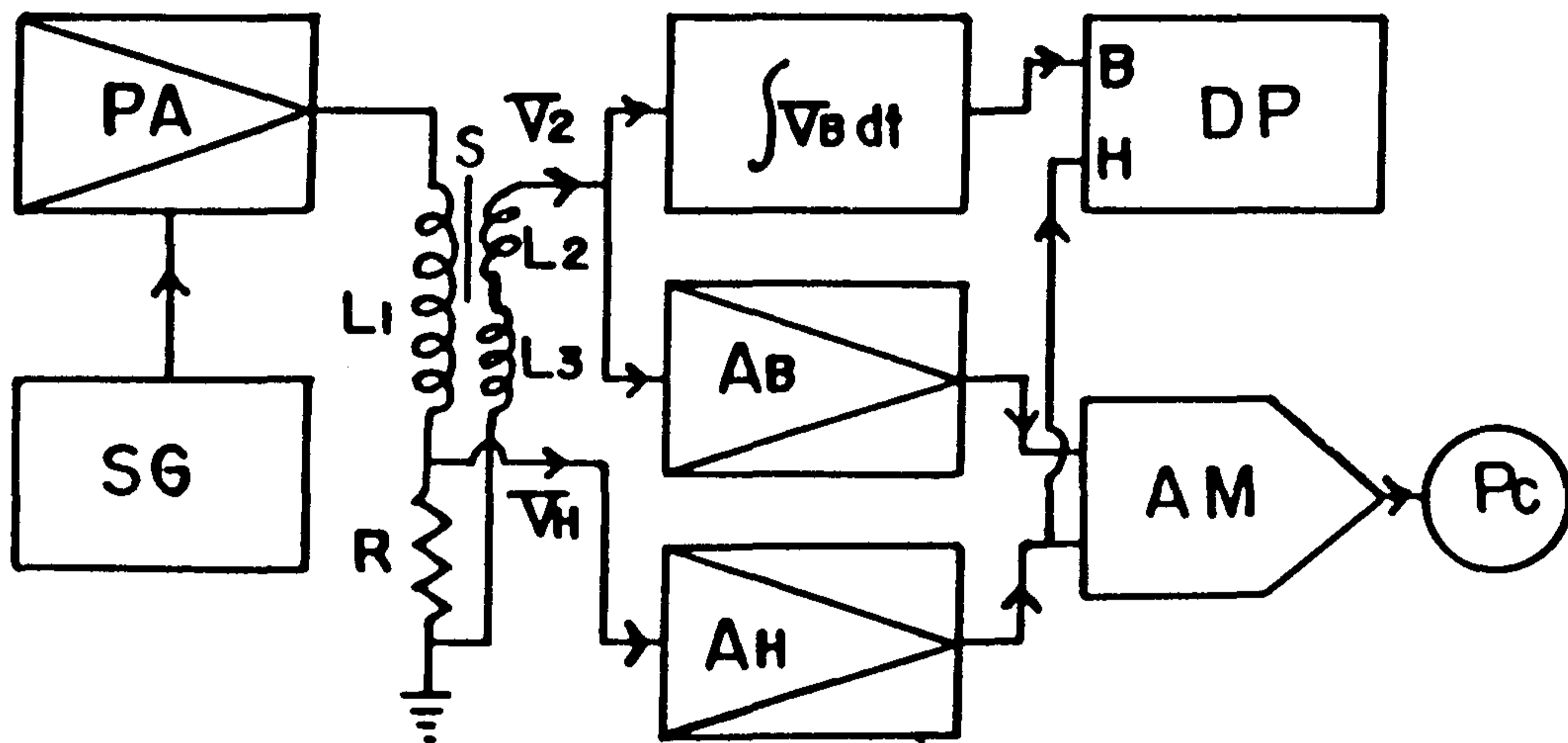


Fig. 4.1 Block diagram of the core loss measurement system

SG : signal generator, PA : power amplifier, S : sample,

$L_1$  : exciting coil,  $L_2$  : pick up coil,  $L_3$  : compensation coil

R : current detector,  $A_B$  : dB/dt signal amp.

시료홀더에 손쉽게 장착된다. 시료홀더에는 직경 12mm, 길이 63mm, 회수 79회의 자화코일  $L_1$ 의 축방향으로  $1 \times 3\text{mm}^2$ 의 단면적에 360회 감긴 dB/dt 신호 검출코일  $L_2$ 와 이와 동일한 보상용 코일  $L_3$ 가 역방향으로 직렬 연결되어 있다. SG는 주파수 연속가변

범위가 50~2MHz인 Wien bridge 발진기이며 PA는 전력대역폭 500kHz, 출력 60VA의 전력증폭기이다. PA의 출력은  $L_1$ 을 여기하여 시료를 자화하며 인가 자기장  $H$ 는 전류검출용 저항  $R$ 의 전압강화  $V_H$ 로 계산한다. 검출코일  $L_2$ 의 출력  $V_2$ 는  $dB/dt$ 에 비례하며, 이것을 적분하여  $B$ 와  $H$ 사이의 관계를 오실로스코프 DP에 표시한다. 자심손실  $P_c$ 는  $V_2$ 와  $V_H$ 를 증폭기  $A_B$ 와  $A_H$ 로 증폭한 뒤 analog 곱셈기 AM의 두 입력단자에 입력하여 그 출력중의 교류성분을 여과하여 남은 직류성분으로 디지털 메타에 표시된다.  $P_c$ 의 계산은 다음과 같다. 시료의 길이를  $l_s$ , 단면적을  $A_s$ 라 할때 시료의 자심손실  $P_c$ 는 주지된 다음의 식으로 계산된다.

$$P_c = \frac{A_s l_s}{T} \int_0^T H dB = \frac{A_s l_s}{T} \int_0^T H \cdot dB/dt \cdot dt \dots\dots\dots(4.1)$$

또  $L_1$ 의 회수를  $N_1$ , 길이를  $l_1$ ,  $L_2$ 의 회수를  $N_2$ 라 할때 대전폭으로 자화될때의  $H$ 와  $dB/dt$ 는 다음과 같은 Fourier 급수로 전개된다.

$$H = \frac{N_1 i_1}{l_1} = \frac{N_1}{l_1} \sum_{n=1}^{\infty} (I_{ns} \sin nwt + I_{nc} \cos nwt) \dots\dots\dots(4.2)$$

$$V_2 = N_2 A_s dB/dt = \sum_{m=1}^{\infty} (V_{ms} \sin mwt + V_{mc} \cos mwt) \dots\dots\dots(4.3)$$

식(4.2)와 (4.3)을 (4.1)식에 대입하여  $P_c$ 를 구할때  $n=m$ 인 항만

남고  $m \neq n$ 인 항은 1주기의 적분에 의하여 0이 되어 다음식을 얻는다.

$$P_c = \frac{l_s A_1}{2l_1 N_2} \sum_{n=1}^{\infty} (I_{ns} V_{ns} + I_{nc} V_{nc}) \dots\dots\dots(4.4)$$

직류성분인  $\sum_{n=1}^{\infty} (I_{ns} V_{ns} + I_{nc} V_{nc})$ 는 low pass filter에 의하여 가산되

어 디지털 직류전압계로 직독되고 그 전압을  $V_o$ 라 할때

$$P_c(\text{rms}) = \frac{l_s N_1}{R l_1 N_2 G_H G_B G_M G_D} V_o \dots\dots\dots(4.5)$$

여기서  $G_H, G_B, G_M, G_D$ 는 각각 증폭기  $A_H, A_B$ , 곱셈기  $A_M$ , 적역통과 filter의 증폭도이다. 본 실험에서의 값은  $l_1 = 63\text{mm}$ ,  $l_s = 35 \sim 43\text{mm}$ ,  $N_1 = 79$ ,  $N_2 = 360$ ,  $R = 1.16\Omega$ ,  $G_D = 47$ ,  $G_M = 0.1$ ,  $G_H$ 와  $G_B$ 는 0.2~100배의 범위에서 변화하게 하였다.

## 2. 고주파 전원

시료를 자화하기 위한 고주파 전원은 발진부와 전력증폭부로 구성된다. 그림 4.2는 발진부의 회로도이다. Wien Bridge 발진회로이며 제1단 증폭에 입력 임피던스가 큰 JFET를 쓰고 50~4MHz영역에서 1%이내의 외율인 최대 출력 전압 6V peak를 얻을수 있었다. 그림 4.3은 전력증폭부이며, 전력증폭단에는 차단주파수 100MHz급인 트랜지스터 A1141, C2681을 사용하였으며 제1단과 제3단에도



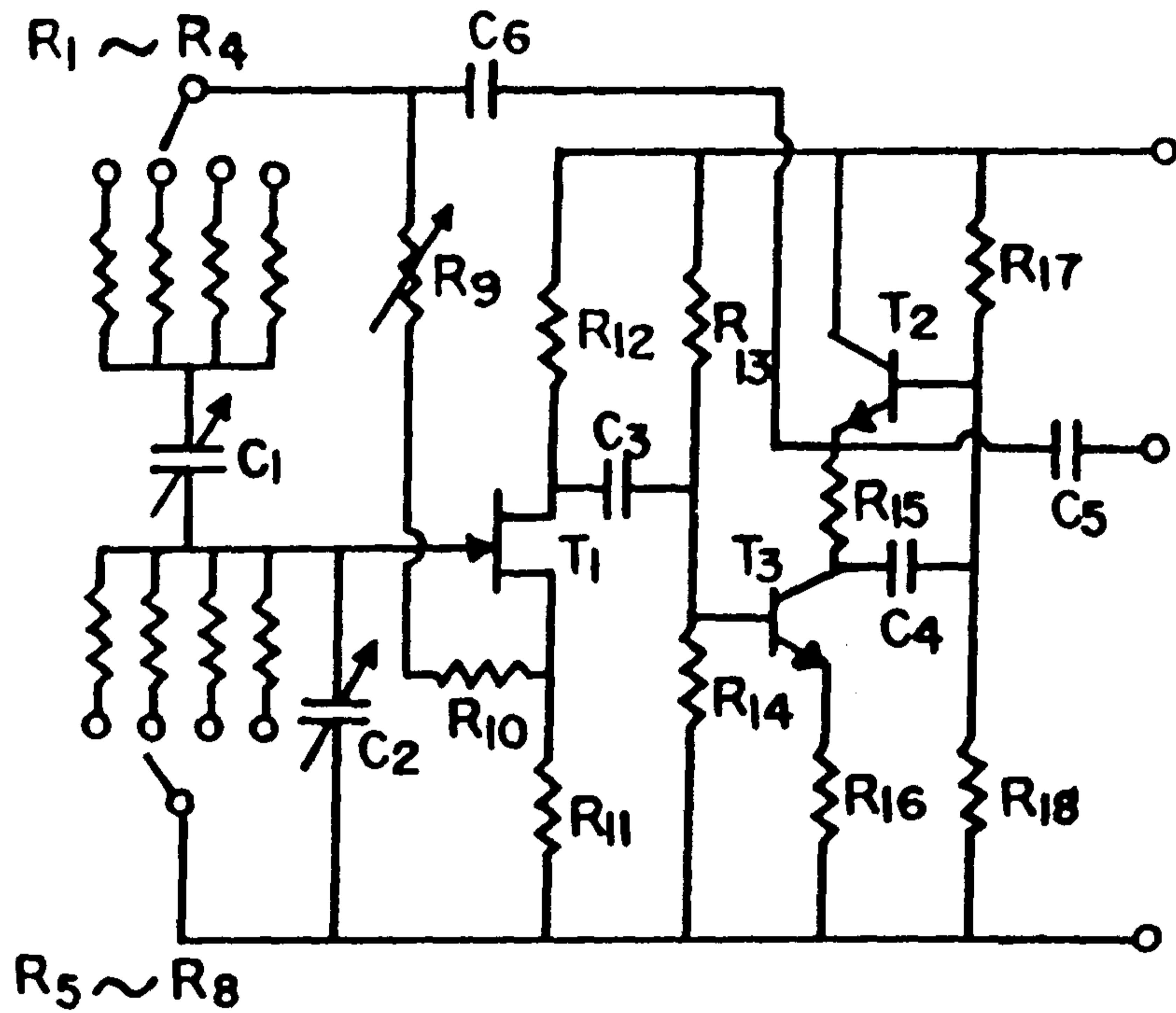


Fig. 4.2 Circuit of signal generator

$C_1, C_2$  : Variable capacitor  $400\mu\text{Fmax}$ .  $T_1$  : K118,  $T_2, T_3$  : C2458,  
 $C_3, C_4$  :  $10\mu\text{F}$ ,  $C_5, C_6$  :  $100\mu\text{F}$ ,  $R_9, R_{10}$  :  $3K\Omega$ ,  $R_{11}$  2W, 120V lamp.  
 $R_{12}$  :  $4.7K\Omega$ ,  $R_{13}$  :  $47K$ ,  $R_{14}$  :  $10K$ ,  $R_{15}, R_{16}$  : 100,  $R_{17}$  :  $10K$ ,  $R_{18}$   
 $47K$

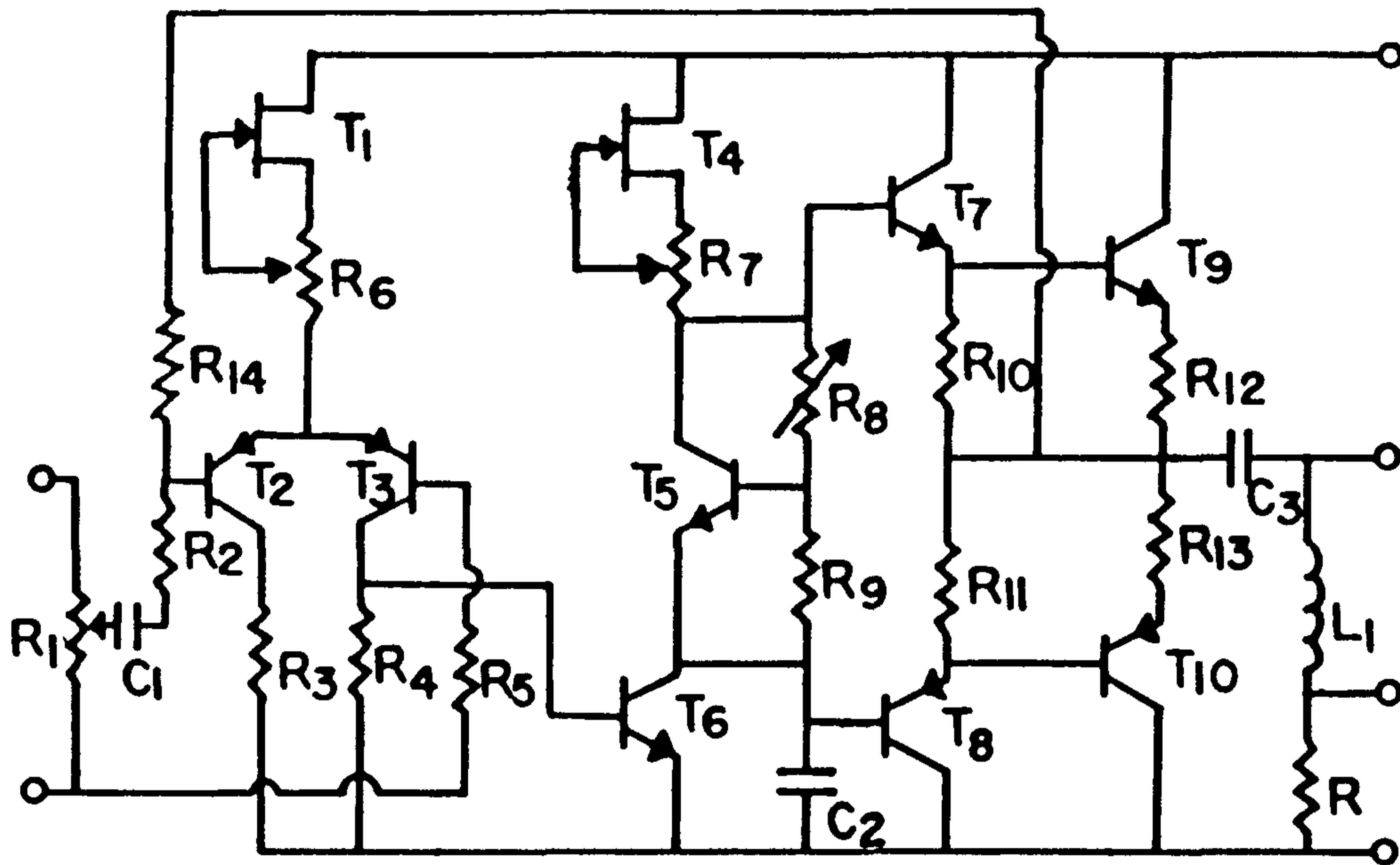


Fig. 4.3 Circuit of power amplifier

$T_1, T_4$  : K931,  $T_2, T_3$  : A872,  $T_5, T_6, T_7$  : C2705,  $T_8$  : All45,  
 $T_9$  : C2681,  $T_{10}$  : A1141,  $R_1$  : 5K,  $R_2, R_3, R_4, R_8$  : 10K,  $R_5$  : 220K,  
 $R_6, R_7$  : 1K,  $R_9$  : 4.7K,  $R_{10}, R_{11}$  : 220,  $R_{12}, R_{13}, R_{13}$  : 0.47,  $R$  : 1.16

차단주파수 200MHz인 C1775, A1145, C2705등을 사용하였다. 그 결과 5Hz~300kHz의 영역에서 60VA의 출력을 얻었다.

### 3. 자심손실 측정부

자심손실측정부의 회로는 그림 4.4와 같다. 자기장 H의 검출 신호 전압  $V_H$ , 자속밀도 B의 검출신호 전압  $V_2$ , 적분기등에는 고

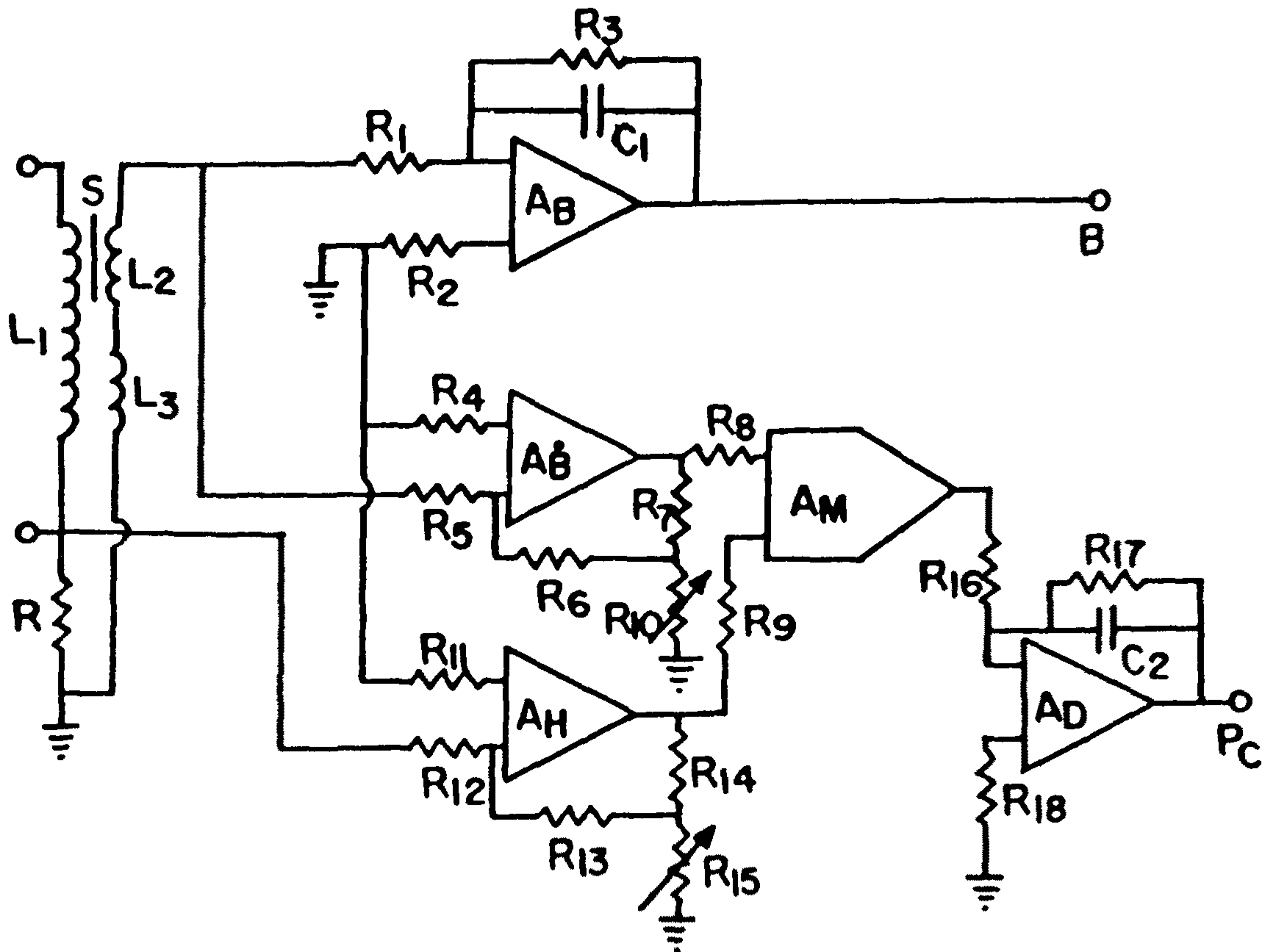


Fig. 4.4 Circuit of core loss measurement unit

$A_B, A_{\dot{B}}, A_H$  and  $A_D$  : AD834,  $A_M$  : AD532, S : sample  
 $L_1$  : exciting coil,  $L_2$  : pick up coil  $L_3$  : compensation coil  
 $R_4, R_5$  : 33K $\Omega$ ,  $R_7, R_{14}$  : 2K $\Omega$ ,  $R_{13}$  : 8K $\Omega$ ,  $R_6$  : 31K $\Omega$ ,  $C_1$  : 0.01 $\mu$ F,  
 $C_2$  : 0.1 $\mu$ F

주파 대역 증폭이므로 차단주파수가 34MHz인 AD843을 사용하였으며 analog 곱셈기에는 AD532를 사용하였다. AD532의 출력은 실측 결과 5V 출력시 3MHz까지는 평탄한 주파수 특성을 갖었다. 고주파 대진폭시의 harmonics성분을 고려하면 본 실험에 사용한 Metglas 시료의 경우 최대주파수가 100kHz부근에서  $P_c$ 가 벌써 1kW/kg을 넘어섰으므로 이상과 같은 주파수 대역은 충분한 것으로 본다.

### 제 3 절 측정결과 및 고찰

그림 4.5는 본 장치로 측정한 BH곡선, dB/dt대 H곡선, dB/dt×H대 H곡선의 보기이다. 본 장치의 성능을 조사하기 위하여 자심손실이 공표된<sup>(4)</sup> 4종의 Metglas에 대하여 측정하였다. 각 시료의 제원은 표 4.1과 같다.

표 4.1에서 보는 바와 같이 열처리 조건은 공표된 Metglas 기술자료<sup>(4)</sup>의 값과는 약간 다르며 특히 자장중 열처리는 하지 못하였다. 포화자화  $B_s$ 의 값이 전반적으로 공표치보다 약간 작은 이유로서 시료의 모양이 단일 박대로서 비교적 짧고 (약 43mm) 인가자기장 H의 최대치가 30 Oe로서 반자기장 때문에 포화가 약간 덜된 상태로 생각된다. 반자기장이 자심손실의 측정에 영향을 주는지의 여부는 중요한 문제이다. 그러나 단일박대의 BH곡선은 반자기장이 없는 toroid 자심의 BH 곡선의 모양이 H축 방향으로 반자기장  $B/\mu_0 N_s$ 만큼 평행이동된 것이므로 투자율에는 영향을 주나

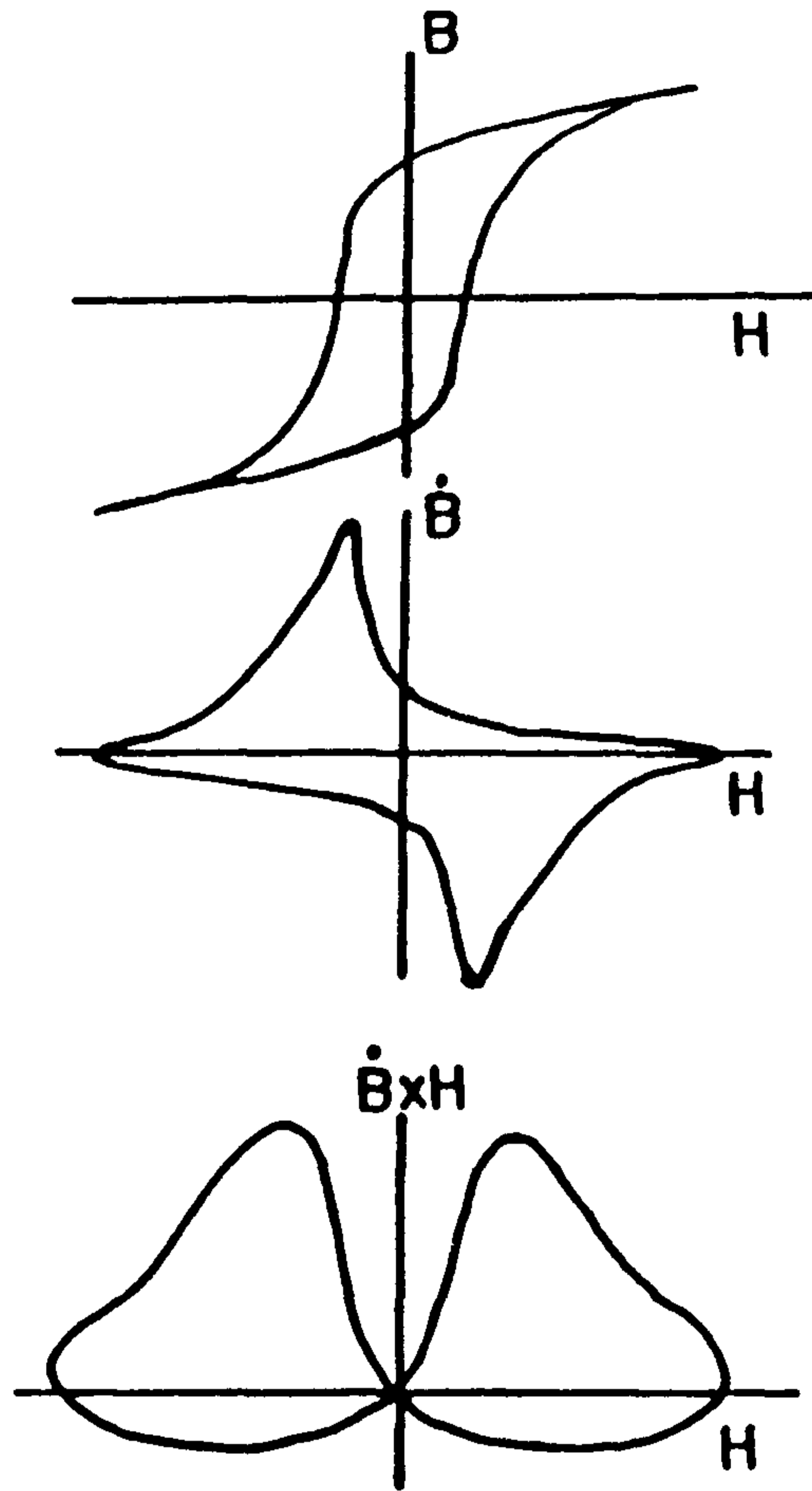


Fig. 4.5 An example of BH loop, the curve of  $\frac{dB}{dt}$  vs  $H$  and the curve of  $\frac{dB}{dt} \times H$  vs  $H$

자심손실인  $\oint H \cdot dB$ 의 값에는 영향이 없다. 이점에 대하여서는 C. D. Graham Jr도 같은 지적을 하고 있다.<sup>(2)</sup> 오히려 toroid 자심 형 성시 불가피하게 생기는 자심의 내부응력의 문제가 단일박대에서는 거의 일어나지 않으므로 자심손실  $P_c$ 의 측정에는 더 유리하다. 그림 4.6~4.9에 각 시료의  $P_c$ 의 자속밀도  $B$  및 주파수  $f$ 에 대한 의존성을 표시한다. 2605S-3를 제외한 3종류의 시료는 Metglas공표

Table 4.1 Various Properties of the samples

Unit	mass	$A_s$	$l_s$	Annealing condition		Saturation Magnetization	
	mg	$10^{-8} \text{mm}^2$	mm	recommend (field:10 Oe)	experiment (no field)	published (T)	measured
2826MB	18.8	5.67	42	355°C, 2hr	350°C, 1hr	0.88	0.83
2605SC	11.7	4.57	35	365°C, 2hr	365°C, 1hr	1.61	1.48
2605S2	11.45	3.71	43	400°C, 2hr	400°C, 1hr	1.56	1.5
2605S3	11.13	3.55	43	435°C, 3hr	415°C, 2hr	1.58	1.46

$A_s$  : cross section of the samples,  $l_s$  : length of the samples

치와 타당성이 있는 일치를 보이고 있다. 2605S-3의 경우는 열처리 온도가 추천온도보다 약간 낮았고, 시간도 약간 짧은데 그 원인이 있는 것으로 생각된다. 그것은 2시간 열처리한 시료는 1시간의 열처리 시료보다 공표치에 더 접근된 점으로 알수 있다. 자장중 열처리가 아닌 조건에서도 상당한 일치를 보이고 있는 점이 주목된다. 100kHz의 경우는  $L_2$ 의 출력전압이 OP증폭기 AD843의 허용 입력 범위인 13V를 초과하여 출력파형이 심하게 왜곡되어 측정을 못하였다. 이점은  $L_2$ 의 회수를 감소시킨 고주파용 시료 홀더에 의하여 해결될 것으로 본다.

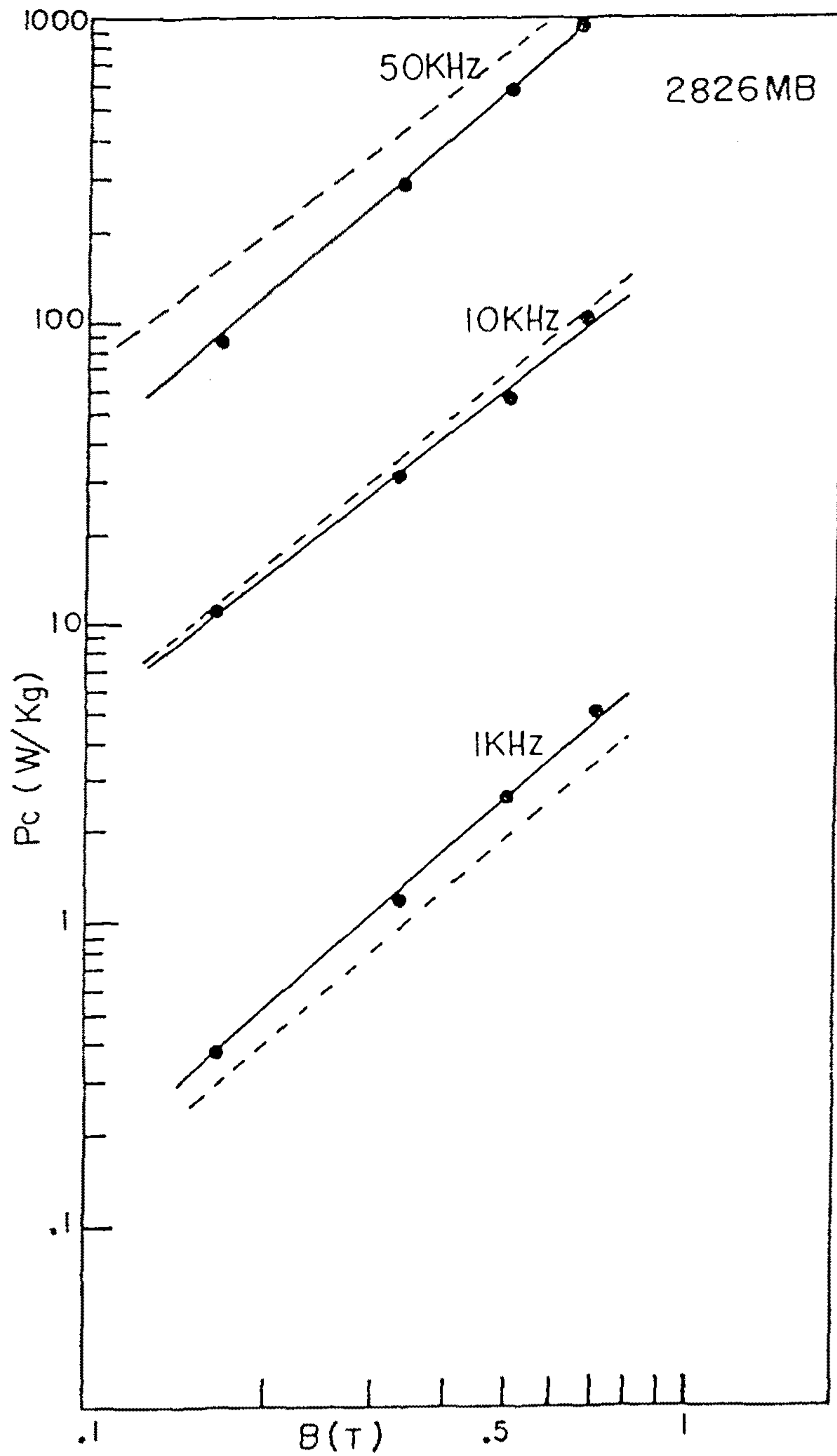


Fig. 4.6 Core loss of 2826MB, dotted line : published data in Metglas technical manual, solid line : measured data

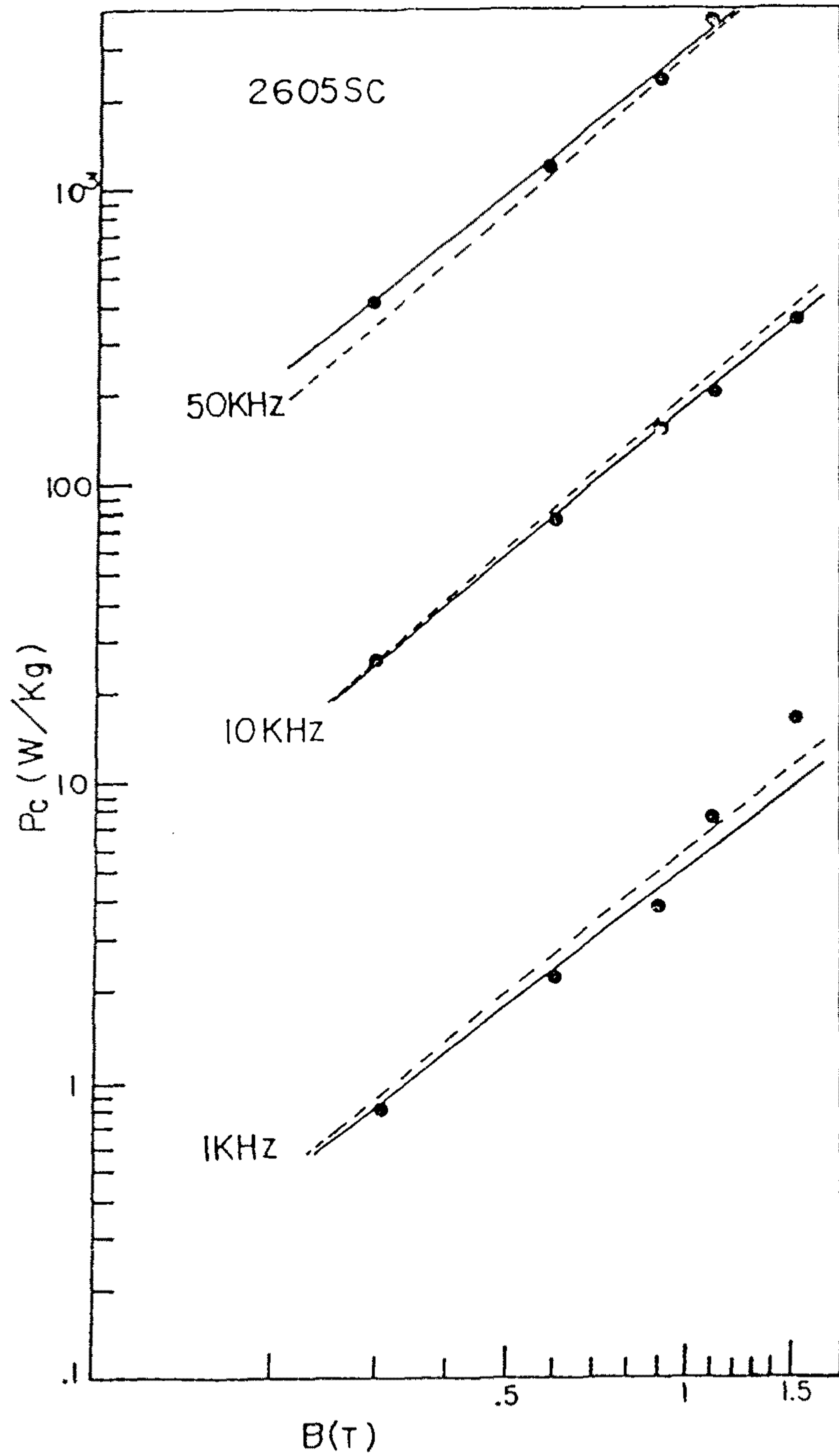


Fig. 4.7 Core loss of 2605SC, dotted line : published data, solid line measured data



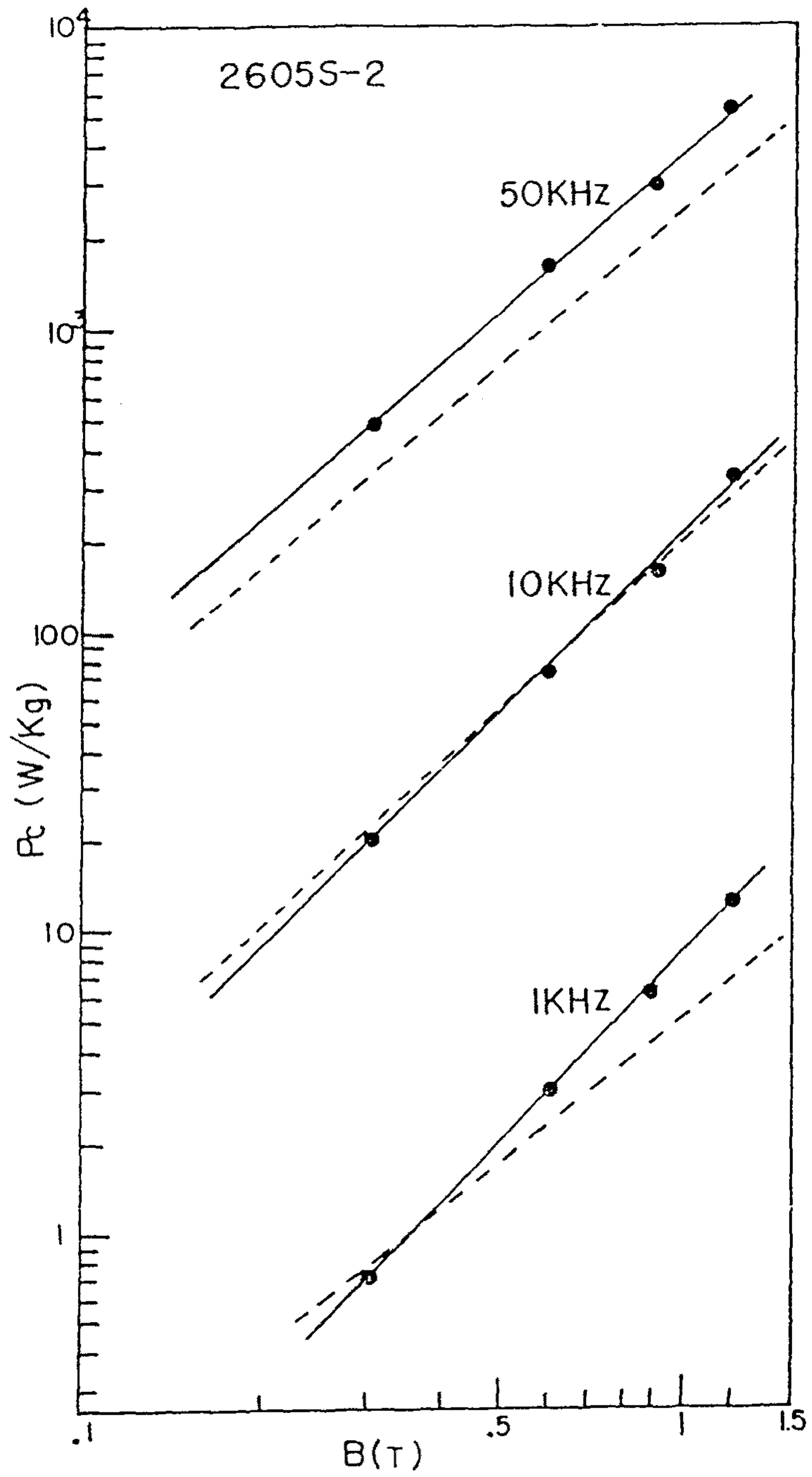


Fig. 4.8 Core loss of 2605S-2, dotted line : published data, solid line : measured data

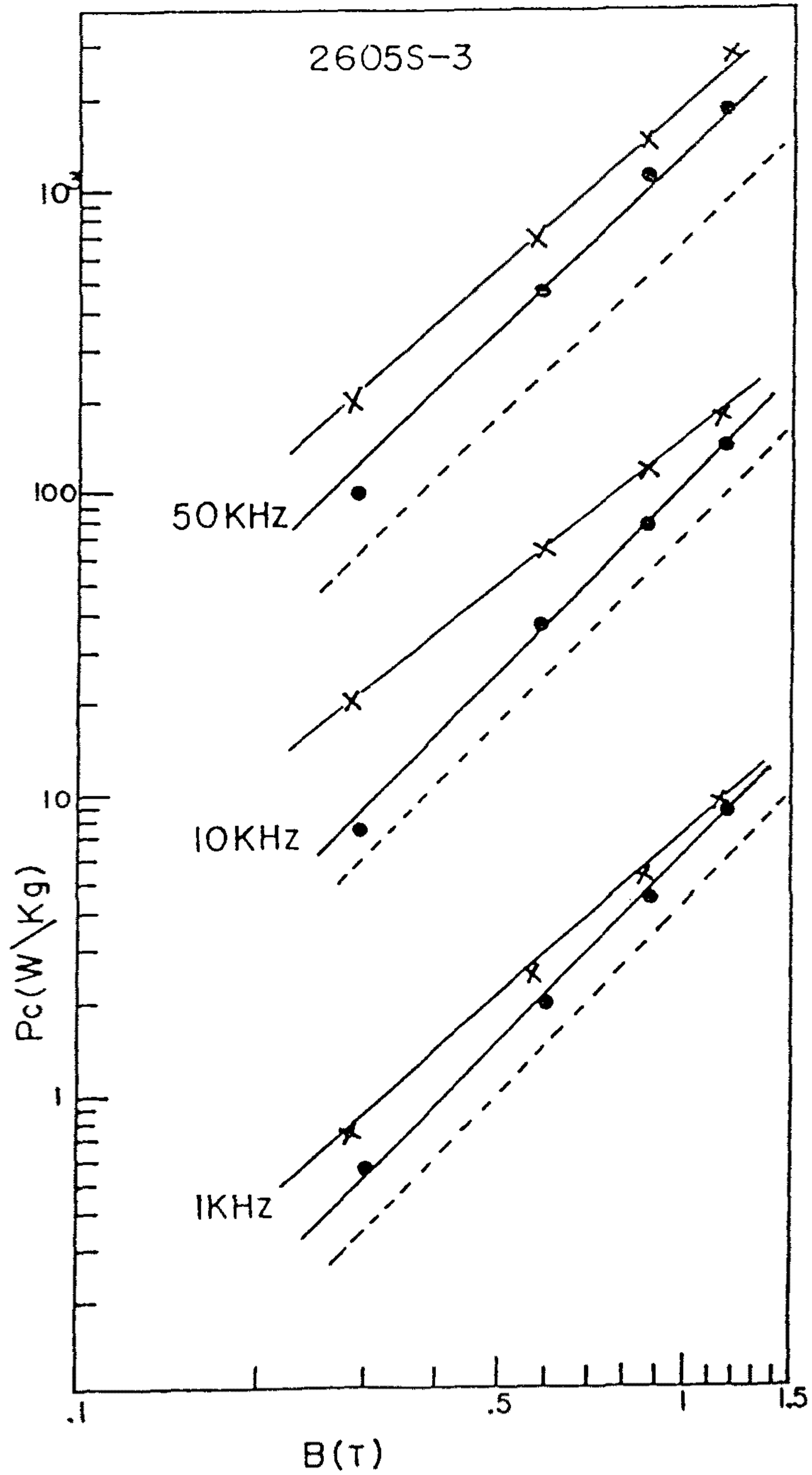


Fig. 4.9 Core loss of 2605S-3, dotted line : published data,  
 solid line . . : 415°C, 2hour anealing without field  
 × × : 415°C, 1hour anealing without field

## 제 4 절 결 론

Analog곱셈기와 10mg에 불과한 소량의 단일박대를 시료로 쓴 간편한 자심손실측정기에 의하여 기지시료의 공표치에 타당성있게 접근된 측정치를 얻었다. 시료의 장착도 매우 간편하게 할수 있다. 50kHz이상의 고주파에도 시료홀더를 고주파용으로 개조함으로써 충분히 사용할 수 있다고 보며, 장치의 과제로 남아있다.

## 참 고 문 헌

- (1) M.Kido : Nikkei Electronics, 483 (1989) 300
- (2) M.G.Blundell, K.J.Overshott, C.D.Graham, Jr. : J.M.M.M., 19 (1980) 243
- (3) ibid, J. Appl, Phys., 50 (1979) 1598
- (4) Metglas 자성체 기술자료, 일본 비정질금속주식회사 (1980)