

원심분무법 제조 분말로 제작된 Fe-79Ni-4Mo 소결코아의 자기특성

김상원 · 양충진

포항산업과학연구원 소재연구부분 전자기연구팀

경북 포항시 남구 효자동 산 32, 790-330

(1996년 10월 29일 받음, 1996년 12월 26일 최종수정본 받음)

원심분무(centrifugal atomization)법 제조 분말로 제작된 Fe-79Ni-4Mo 소결코아의 자기특성을 조사하였다. 소결코아의 60 Hz, 10 Oe의 교류자기장에서 측정된 H_c 및 μ_a 특성은 1350 °C, 2시간의 소결조건에서 최가를 나타내었으며, 원료분말의 입도가 증가할수록 약 0.2 Oe 이하 약한 자기장하에서 H_c , μ_a 특성은 양호하였다. 이는 소결체의 결정입경에 의존하는 자벽이동에 기인하였다. 얻어진 최고의 직류자기특성은 H_c 와 μ_{max} 가 각각 0.085 Oe, 40000 이었고, 교류자기특성은 μ_a 가 11000 이었다. 한편, 이와같은 연자기 특성은 서로 다른 입도의 분말을 혼합함으로써 더욱 개선시킬 수 있었다. 본 연구에서 개발된 코아의 자기특성은 CT(current transformer)용 전류센서에 응용될 것으로 기대된다.

I. 서 론

최근 OA, 컴퓨터 관련 분야 나아가 기계산업분야의 메카트로닉스화에 동반한 제품의 소형화, 고성능화에 따라 우수한 자기 특성과 기계적 성질을 겸비한 복잡형상부품의 수요가 급속히 증대되고 있다. 이와같은 수요를 만족시키기 위하여, 연자기 특성이 우수한 재료를 사용하여 최종 부품의 형상 혹은 그것에 가까운 형상으로 재료의 손실을 극소화하며 높은 효율로 생산 가능한 분말야금법을 적극 활용하므로써 부품중 코아를 제작하고자 하는 것에 관심이 집중되고 있다. 그러나, 일반적으로 소결재는 원료가 분말이라는 특성상 밀도의 증가가 어렵고, 특히 자기적으로는 벌크(bulk)재에 비하여 상당히 열악한 특성을 나타낸다는 것이 주지의 사실이다. 따라서 보다 높은 소결밀도와 그에 따른 양호한 자기특성을 발현시키기 위한 노력[1]~[3]이 경주되어 왔다. 이와 같은 노력은, 코아제작 원가의 상승요인이 되는 Cu, Si와 같은 첨가원소를 이용하거나 혹은 소결완료된 코아를 가공한 후 다시 프레스하는 등 추가처리공정을 거쳐 해결하려는 것이었고, 연자기 특성에 큰 영향을 주는 원료분말의 제조에 있어서도 수분무(water atomization)법 혹은 가스분무(gas atomization)법 등을 활용한 것이었다.

따라서 본 연구에서는, 1차적으로 CT(current transformer)용 전류센서등과 같이 상용주파수(60 Hz)에서 사용되는 기기에 활용할 코아로서 상기의 소결코아 제조법에 대한 문제점 즉, 첨가물의 사용, 수분무에 의한 분말 제조시 수분에 의한 원료분말의 산화 및 가스분무시 도가

니 물질에 의한 원료분말의 오염 그리고 추가처리공정을 포함한 제조공정의 복잡함 등을 해결하기 위하여 반응성 금속분말의 제조도 가능한 원심회전력을 이용한 원심분무(centrifugal atomization)법 [4]~[6]을 이용하여 약자계용으로 사용되는 고급재인 Fe-79Ni-4Mo 계 자성분말을 제조하고, 분말혼합 및 성형·소결공정을 거쳐 제작한 코아의 60 Hz에서의 교류자기특성을 중점적으로 평가하고 얻어진 결과에 대하여 논의하였다.

II. 실험방법

2.1 원심분무법에 의한 분말 제조

본 연구에서는 분말제조방법으로 플라즈마 아크 회전전극(plasma arc electrode rotating) 원심분무기술을 활용하였다. 분말제조를 위하여 직경이 75 mm Φ 인 Fe-79Ni-4Mo 조성의 모합금 잉곳트(ingot)를 진공용해 후 선반가공을 통하여 제작하였다. 구성원소의 순도는 99.9% 였다. 가공 완료된 잉곳트를 진공실 내부의 홀더에 장착한 후, 초기진공을 10^{-5} torr 이하로 배기하고 플라즈마 아크 발생을 위한 Ar 가스를 0.9 기압까지 충전하였다. 플라즈마 아크 발생이 용이하도록 잉곳트(양극)와 전극(W재질, 음극)간 거리를 3~5 cm로 조절하고 잉곳트 표면에서의 회전선속도를 23~33 m/sec로, 아크 발생을 위한 부하전류를 550~1050 A로 하여 분말을 제조하였다. 제조한 분말을 53~90 μm (평균입도 72 μm), 90~125 μm (평균입도 108 μm), 125~180 μm (평균입도 153 μm), 180~250 μm (평균입도 215 μm)

Magnetic Properties of Sintered Fe-79Ni-4Mo Cores Made of Centrifugal Atomized Powders

SangWon Kim and ChoongJin Yang

*Electromagnetic Materials Laboratory, Research Institute of
Industrial Science & Technique (RIST), 790-600 Pohang, Korea*

(Received 29 October 1996, in final form 26 December 1996)

Magnetic properties of sintered Fe-79Ni-4Mo cores made of centrifugal atomized powders were investigated. H_c and μ_a of the cores sintered at 1350 °C for 2 hours measured at 60 Hz at a magnetic field of 10 Oe showed the best properties. Particularly the properties of H_c and μ_a measured at low field (< 0.2 Oe) were found to increase with increasing the particle size of the core samples. It resulted from the domain wall motion depending on the grain size of sintered bodies. The best D, C magnetic properties of H_c and μ_{max} were 0.085 Oe and 40000, respectively. A, C properties of the same cores showed the μ_a of 11000. The magnetic properties of sintered cores always exhibited an enhanced AC/DC performance by using the powders mixed with two different particle sizes. Those properties of cores are expected to apply for current transformer.

혼합일수록 더욱 감소하는 경향은, 성형시 비슷한 크기의 분말 혼합에서 입도가 큰 쪽의 분말 혼합이 될수록 bridging 효과[17]에 의한 규칙적 입자배열의 붕괴가 현저해지므로 성형밀도의 감소에 기인한 것으로 생각된다. Photo. 3의 (a), (b) 및 (c)에는 A에 50%의 B 혼합시 B의 입도별로 나타난 소결조직을 나타낸다. (a), (b) 및 (c)는 B로서 각각 90~125 μm, 125~180 μm, 180~250 μm 분말을 혼합한 경우이다. 입도가 클수록 증가한 bridging 효과에 의하여 상대적으로 현저해진 입자배열의 붕괴가 관측된다. 자기특성중 B_{10} 은 소결밀도 변화와 정성적으로 일치하고는 있으나 B의 혼합에 따라 거의 직선적으로 감소하고 있다. 이에 반하여, H_c 와 μ_a 는 반드시 그렇지 않으며 입도에 관계없이 50% 이상 B를 혼합한 경우, B_{10} 및 H_c 는 B가 100%일 때보다 다소 개선된 값을 나타내며 특히, μ_a 는 50% 이상 B의 혼합시 최대를 나타내는 경향과 함께 크기도 거의 비슷하거나 개선된 큰 값을 나타내고 있음을 확인할 수 있다. 이와같은 결과는, 앞서 언급한 자화과정의 차이와 일정비의 혼합조건에서 bridging 효과와 관련한 자구구조 등에 복잡하게 관련하여 나타난 것이라 추측되나 현재 정확한 원인은 알 수 없다. 또한 생산된 일정 입도분포의 분말전체를 활용할 수 있다는 측면에서 의미있는 것이다.

IV. 결 론

플라즈마 아크 회전전극 원심분무 Fe-79Ni-4Mo 분말로 제작한 소결코아의 자기특성에 대하여 검토한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

원심분무에 의한 분말제조 최적조건으로 아크발생을 위한 부하전류 및 전극의 회전선속도가 각각 850 A, 27.5 m/sec임을 확인하였다. 소결코아의 자기특성은 1350 °C, 2시간의 소결조건에서 최고를 나타내었으며, 입도의 증가에 따라 0.2 Oe의 약한 자기장에서 H_c 및 μ_a 특성은 양호하였다. 이와같이 약한 자기장에서의 양호한 H_c 및 μ_a 특성은 소결체의 결정입경에 의존하는 자벽이동에 기인한 것으로 설명된다. 이때 얻어진 자기특성은 53~90 μm 입도의 분말에 중량비로 각각 50% 이상의 90~125 μm, 125~180 μm 및 180~250 μm 분말을 혼합했을 경우 더욱 개선되었다. 얻어진 최고의 직류자기 특성은 H_c 와 μ_{max} 가 각각 0.085 Oe, 40000 이었고, 교류자기특성으로 μ_a 가 11000인 높은 값이었다.

감사의 글

본 연구는 한국코아 주식회사의 연구비 지원에 의하여 수행되었으며, 이에 감사드립니다.

참고문헌

- [1] 日本公開特許公報 昭 52-32809.
- [2] 日本公開特許公報 昭 62-103343.
- [3] 日本公開特許公報 平 2-57615.
- [4] A. S. Bufferd and P. U. Gummeson, Application outlook for superalloy P/M Parts, Metal Progress Vol. **99**, No. 4, p. 68-71(1971).
- [5] US Patents 4488031.
- [6] US Patents 5147448.
- [7] 磯西和夫, 小林昌彦, 時實正治, 鐵と鋼, Vol. **10**, p. 99(1989).
- [8] B. Champagne and R. Angers, The international journal of powder metallurgy & powder technology, Vol. **16**, p. 359(1980).
- [9] F. V. Lenel, Powder Metallurgy, Metal Powder Industries Federation, Princeton, New Jersey, p. 52(1980).
- [10] 太田惠造, 磁氣工學の基礎, 共立出版社, p. 291(1973).
- [11] C. Lall, Soft Magnetism, Powder Metallurgy, Metal Powder Industries Federation, Princeton, New Jersey, p. 67(1992).
- [12] M. Kersten, Z. f. angew. Phys, Vol. **7**, p. 313(1956), Vol. **8**, p. 382, 496(1956).
- [13] 近角聰信, 強磁性體の物理 (下), 裳華房, p. 248(1984).
- [14] 太田惠造, 磁氣工學の基礎, 共立出版社, p. 271(1973).
- [15] 近角聰信, 太田惠造, 安達健五, 石川義和, 磁性體ハンドブック, 朝倉書店, p. 1086(1975).
- [16] 近角聰信, 強磁性體の物理 (下), 裳華房, p. 348(1984).
- [17] 李鐘南, 文仁炯, 粉末冶金學, 光林社, p. 47(1994).

오염 등을 피할 수 있어 높은 청정도의 것임에 기인한 것으로 생각된다.

Table III. Comparison of DC magnetic properties obtained from the present work and previous work for the sintered Fe-79Ni-4Mo cores.

조 성	입도 (μm)	B_{10} (G)	H_c (Oe)	μ_a	ρ (g/cm^3)
Fe-79Ni-4Mo	125~180	6850	0.085	40000	8.24
	180~250	6700	0.08	38000	8.20
	종래 수분분말 ¹⁾	7000	0.085	35000	7.9

Fig. 4에서 보여진 바와 같이 B_{10} , H_c , μ_a 및 ρ 의 거동중 큰 입도의 경우 B_{10} 의 증가가 더욱 요구되며, 작은 입도의 경우는 H_c 및 μ_a 특성을 더욱 개선시키는 방안이 필요하다. 따라서 본 연구에서는 특정입도의 분말을 일정중량비로 혼합하여 코어를 제조함으로써 코어의 자기특성 및 소결밀도를 향상시키고자 하였다. Fig. 6의 A

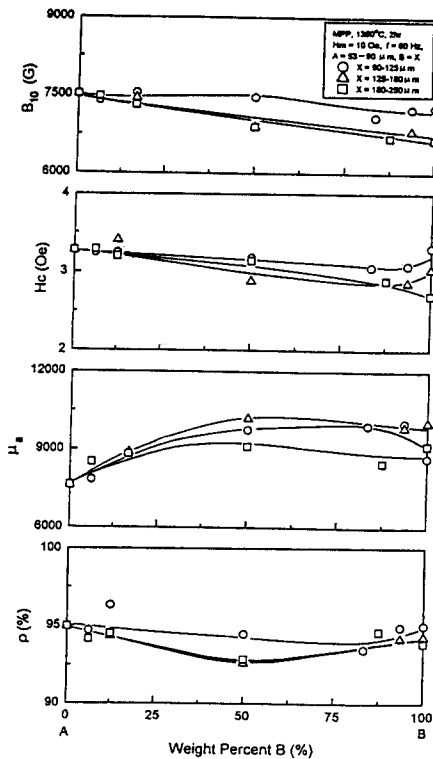


Fig. 6. Variation of magnetic properties and density of Fe-79Ni-4Mo cores mixed with a different particle size of powders.

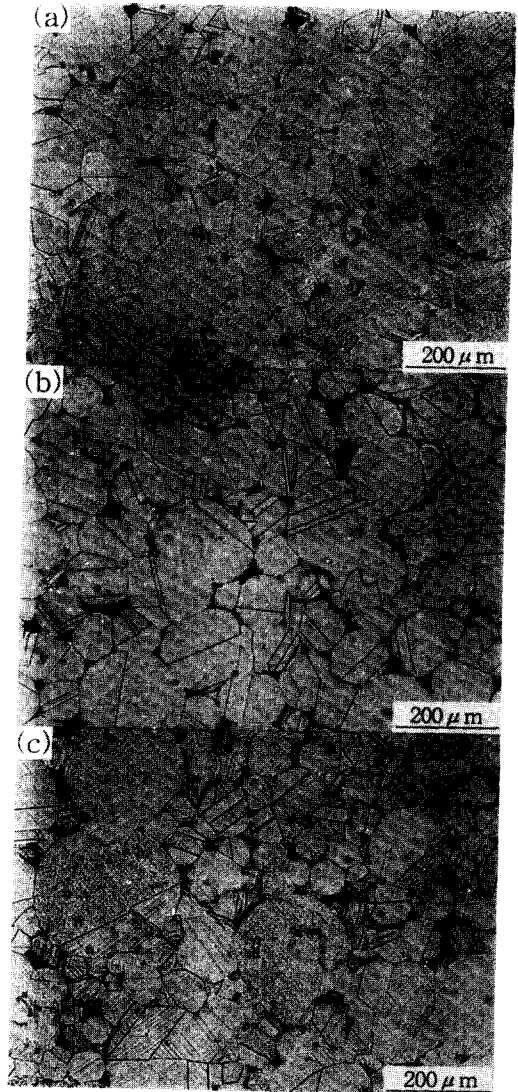


Photo. 3. Optical micrographs of sintered Fe-79Ni-4Mo cores mixed with a different particle size of (a) 90~125 μm , (b) 125~180 μm and (c) 180~250 μm , respectively.

는 53~90 μm 입도의 분말을, B는 A에 혼합한 각각의 90~125 μm , 125~180 μm 및 180~250 μm 입도의 분말을 의미하며, A에 혼합한 B의 량을 중량 퍼센트 (%)로 나타내었다. B가 0%이면 코어 제조시 A만 사용한 것이고, 100%이면 B만 사용한 것이 된다. 그림에서 ρ 가 50% B 부근에서 감소하며 입도가 큰 쪽으로의

는 입계 수의 감소와 작은 표면적에 의한 표면에서의 상대적 오염의 감소가 어떠한 형태로이건 약한 자기장에서 H_c 및 μ_a 특성 향상에 기여할 것임을 추론할 수 있다. 한편 교류자기특성은 교류손실(주파수)에 의하여 변화하여 나타난 결과이므로 직류특성에 근거하여 설명하는 것에는 다소 무리가 있으나 상기의 사실은 보고된 결과를 바탕으로 하기와 같은 직류자화과정의 이론을 고찰함으로써 보다 명확한 정성적 설명이 가능케 된다.

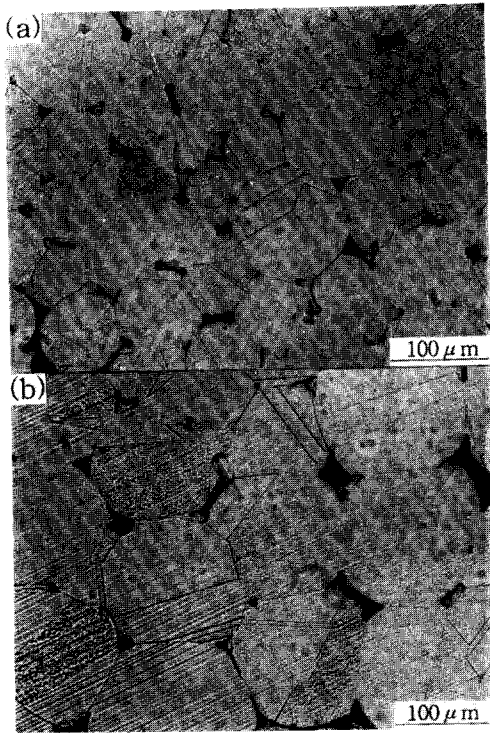


Photo. 2. Optical micrographs of sintered Fe-79Ni-4Mo cores made of different particle size of (a) 53~90 μm , and (b) 125~180 μm .

자벽의 양단이 결정입계 혹은 개재물과 불순물 등에 속박되어 있고 인가자기장에 의하여 불연속적으로 팽창하여 이동을 시작할 때 임계자기장은 다음 (2) 식 [12]~[13]으로 나타난다.

$$H_1 = \gamma / I_s l \cos \theta \quad (2)$$

여기서, H_1 , γ , I_s , l , θ 는 각각 임계자기장, 자벽의 에너지, 포화자화값, 자벽이동의 방해물간 거리 그리고

자화방향과 인가자기장이 이루는 각도이다.

따라서, 53~90 μm , 125~180 μm 입도의 분말을 사용하였을 때, (2)식에서 γ , I_s 에는 문헌값을 참고하여 각각 $1 \times 10^{-4} \text{ J/m}^2$ [14]~[15], 0.78 T을, l 에는 소결조직에서 결정입계만이 자벽이동을 방해하는 것으로 간주하고 평균 결정입경인 34 μm , 68 μm 를, θ 에는 토로이달 시편으로 자화방향과 인가자기장의 방향이 동일하므로 0을 대입하여 자벽이동에 대한 임계자기장을 근사해보면, 각각의 H_1 는 약 0.047 Oe, 0.024 Oe로 계산된다. 한편 회전자화가 일어나기 위한 임계자기장은 다음 (3) 식 [10], [13]으로 나타난다.

$$H_2 = 2 K_1 / I_s \quad (3)$$

여기서, H_2 , K_1 , I_s 는 각각 임계자기장, 이방성계수 그리고 포화자화값이다.

(3)식의 K_1 에 문헌값인 약 $3 \times 10^2 \text{ J/m}^2$ [15]를, I_s 에 0.78 T를 대입하면, 회전자화가 가능한 H_2 는 9.7 Oe 정도가 되므로 Fig. 5의 결과를 논할 때 자화과정중 회전자화는 논의에서 제외해도 무방하다.

결국 원료분말이 클수록 양호한 H_c 및 μ_a 특성을 나타낸 것은, 소결 후 결정립은 조대화되고 그에 따라 자벽이동에 필요한 임계자기장이 감소하므로 보다 작은 교류자기장하(초투자율 범위)에서 자벽이동에 의한 자화가 왕성하게 일어났기 때문으로 판단된다. Fig. 5에서 $B_m = 0.2 \text{ T}$ 경계로 낮은 B_m 에서 입도의 대소에 따라 H_c 와 μ_a 의 차이가 더욱 커지는 것이 이를 잘 뒷받침하고 있다. 이에 반하여, $B_m = 0.2 \text{ T}$ 보다 큰 B_m 에서 입도가 큰 쪽의 H_c 와 μ_a 특성이 오히려 열악하게 나타난 것은, 약 0.2 Oe가 경계가 되어 그 이상으로 자기장을 인가했을 때 활발한 자벽이동에 의한 급속히 증가된 손실이 1차적 원인으로 작용하여 H_c 및 μ_a 에 영향을 준 때문으로 결론 지을 수 있다. 이러한 결론은 교류에서 인가자기장의 증가에 따른 자벽이동에 의한 손실은 회전자화보다 자벽내부의 스핀에 의한 손실이 크다는 일반론에 잘 부합된다 [16].

Table III에는 본 연구에서의 소결코어 직류자기특성을 기준에 보고된 수분무분말을 이용한 코어[3]와 비교하기 위하여 10 Oe의 직류 인가자기장에서 측정된 B_{10} 및 H_c 와 0.05 Oe의 인가 자기장에서 얻어진 이력곡선의 초자화 곡선으로부터 구한 μ_{max} 를 나타내었는데, 그 특성 및 소결밀도가 우수함을 알 수 있다. 이는 기본적으로 원심분무에 의한 원료분말이, 수분무 혹은 가스 분무에 의한 분말에 비하여 수분에 의한 산화, 도가니 물질에 의한

μ_a 를 나타내게 하나, 10 Oe 정도의 비교적 큰 자기장 범위에서는 낮은 소결밀도에 연유하는 구조, 응력상태에 덜 민감한 B 가 작게 나타났다고 생각된다. 따라서 연자기 특성에는, 소결체 내부의 기공보다는 미세구조 및 응력상태가 더욱 민감하게 영향을 주는 것으로 생각할 수 있다. 여기서, 구조 및 응력상태라함은 자벽이동을 방해할 결정 입계, 개재물, 불순물 또는 입자가 가지는 응력 등을 의미한다.

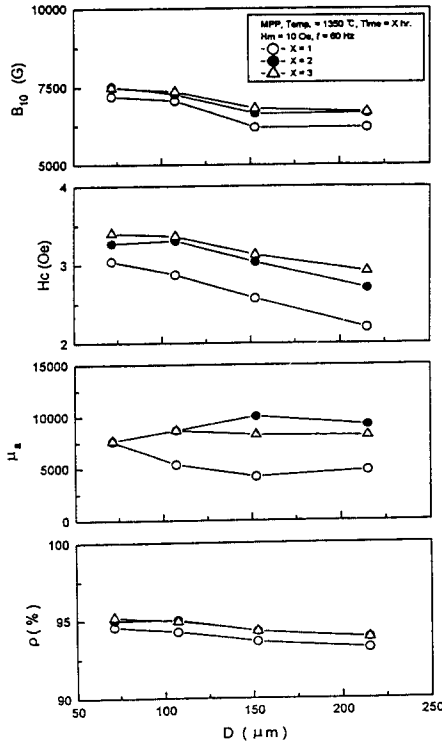


Fig. 4. Particle size dependency of magnetic properties and density of Fe-79Ni-4Mo cores as a function of sintering time.

입도에 따른 상기한 B_{10} , H_c 및 μ_a 거동의 원인을 더욱 명확하게 고찰하기 위하여, 상이한 B 에 연유하는 H_c , μ_a 및 P 의 차이를 없애고 동일한 조건에서 자기특성을 비교할 목적으로 일정한 B 값의 변화에 대한 H_c , μ_a 및 P 의 거동을 입도별로 조사하였으며, 그 결과를 Fig. 5에 나타낸다. μ_a 는 통상의 진폭비투자율이다. Fig. 5에서 B_m 의 감소에 따라 얻어진 자기이력곡선들은 일련의 minor loop이므로 H_c 와 P 가 감소하는 것은 타당하다. 한편 μ_a 는 증가하여 $B_m = 0.1$ T 부근에서 최대

를 나타낸 후 감소하는 경향을 보이는데 최대값은 직류에서의 최대투자율(μ_{max})에 대응되며, $B_m = 0.01$ T에서 측정된 값은 거의 초투자율(μ_i)에 대응되는 것이다. 이 결과에서 주목되는 것은, 입도의 대소에 따라 $B_m = 0.2$ T 부근에서 각 특성의 크기가 역전된다는 것이다. 즉, 큰 입도의 H_c 와 P 는 작은 것에 비하여 $B_m = 0.2$ T 이하에서 근소한 차이지만 작게 나타나며, μ_a 는 오히려 크게 나타나 있다. 이 결과로부터 Fig. 4의 H_c , μ_a 의 변화는 minor loop에서 측정된 결과임이 분명하게 판명되며, $B_m = 0.2$ T가 되기 위한 인가자기장은 입도의 대소에 관계없이 약 0.2 Oe가 되는데 이 자기장 크기를 경계로 자화과정에 차이가 있음을 알 수 있다. 이를 더욱 분명히 하기 위하여, 먼저 H_c 와 μ_a 에 미치는 소결코아 미세구조

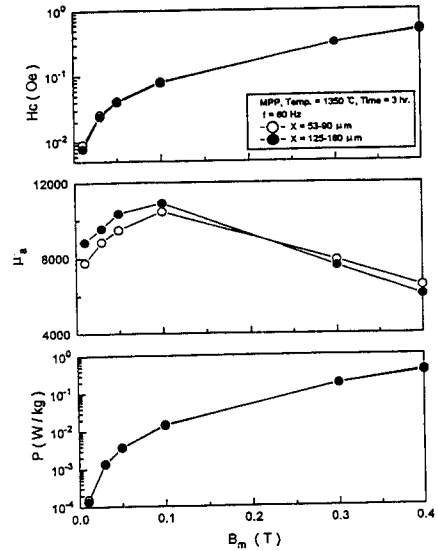


Fig. 5. B_m dependency of magnetic properties of Fe-79Ni-4Mo cores as a function of particle size.

의 영향을 조사하였다. Photo. 2의 (a), (b)에 각각 53 ~ 90 μm , 125 ~ 180 μm 입도의 분말을 사용한 코아의 소결조직을 나타내었다. 사진에서 조직은 소결과정중 기공의 구형화 단계는 거의 완료됨과 동시에 기공의 조대화도 상당히 진행되었으며 어닐링 쌍정(annealing twin) [11]도 크게 성장해 있는 상태임을 나타내고 있다. 한편, 평균 결정립경은 각각 34 μm , 68 μm 로 사용 원료분말 입경이 클수록 소결 후 생성된 결정립도 조대화되었으며 Photo. 1의 구조와 판이함을 알 수 있다. 결국 이 결과로부터 원료분말입경이 클수록 소결 후 자화과정을 방해하

히 관찰되는 분말 내부의 기공과 같은 결함이 전혀 관찰되지 않았다. Fig. 3의 (a), (b)에는 각각 180~250 μm , 53~90 μm 입도의 분말에서 얻어진 X선 회절도형을 나타내었는데 입도에 관계없이 거의 유사한 회절패턴이 얻어졌음을 알 수 있다. 회절선의 위치는 Fe-Ni계 오스테나이트 단상으로 나타났으며 면간거리가 약 0.6% 증가한 소각쪽으로 이동해 있다. 이때 회절선으로부터 계산된 격자상수는 각각 3.5593 Å, 3.5596 Å이었다. 이는 미량 Mo 치환에 따른 격자의 스트레인에 의한 것으로 추정된다.

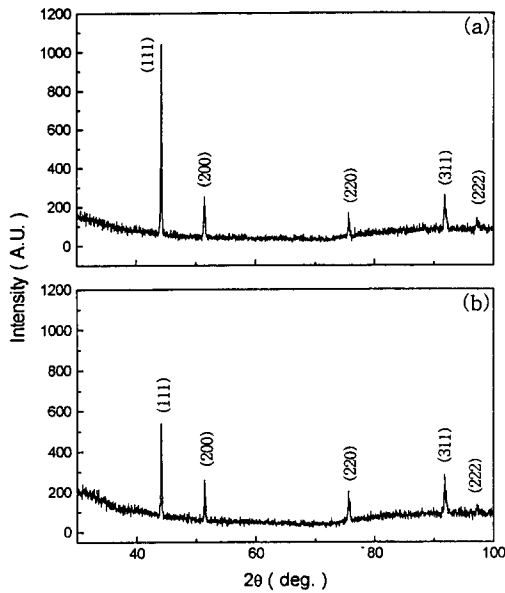


Fig. 3. XRD patterns of centrifugal atomized powders for (a) 53~90 μm , and (b) 180~250 μm .

3.2 소결코아의 자기특성

일반적으로 소결기구는 직접·간접적으로 온도와외의 함수관계에 있으며 특히 확산기구에 의한 소결기구를 생각할 때 확산계수는 온도와 지수함수의 관계를 보이므로 소결효과는 소결시간보다 훨씬 커다는 것이 잘 알려져 있다. 따라서 1100~1350 $^{\circ}\text{C}$ 소결온도 범위에서 1 시간씩 소결하고 자기특성에 미치는 소결온도의 영향을 조사하였다. 그 결과 소결온도의 증가에 따른 통상의 소결과정 진행으로 자기특성은 양호해졌으며 1350 $^{\circ}\text{C}$ 에서 최고의 값을 나타내었다. 본 보고에서는 소결온도를 1350 $^{\circ}\text{C}$ 로 고정하고 시간을 변화시킨 후 얻은 자기특성을 보고하며, Fig. 4에 4 종류의 입도에 따른 특성 변화를 나타내었다.

그림의 B_{10} , H_c , ρ 는 각각 60 Hz의 10 Oe 교류자기장에서 측정된 자속밀도, 보자력 및 소결과정중 기공의 수축정도를 나타내는 밀도이다. 특히 μ_a 는 0.01 Oe 인가 교류자기장에서 측정된 진폭비투자율이다. 그림에서 자기특성에 큰 영향을 주는 밀도는, 입도 증가에 따라 감소하고 2 시간 이상의 소결에서는 거의 변화가 없으며 95% 정도의 매우 높은 값을 나타내고 있다. 자기특성으로써 B_{10} 은 입도의 감소 및 소결시간의 증가에 따라 증가하는 경향을 보이고 있다. B_{10} 은, 단위 면적당 자속의 수를 의미하므로 소결밀도가 클수록 즉 작은 입자의 소결체일수록 증가하는 것은 당연하며 전체적으로 ρ 의 변화와 잘 일치하고 있다. 특히 53~90 μm 의 분말을 사용하여 2 시간 소결하였을 때, 벌크재(sheet)에서 얻어진 7800 G의 96% 수준인 약 7500 G를 나타내고 있다. 또한 입도가 감소할수록 B_{10} 이 큰 것은, 코아 제작시 동일 질량의 분말을 사용하였으므로 10 Oe의 인가자기장에서 자화가 그만큼 용이하다는 것을 의미한다.

통상 침상이 아닌 연자성 미립자 집합체의 H_c 는 B 에 반비례하고 이방성정수, 자왜 및 응력 등에는 비례하며, μ_a 는 각각에 대하여 보자력에 반대되는 특성을 나타낸다고 알려져 있다[10]. Fig. 4에서 통상적인 H_c 와 μ_a 의 관계에 있어서 전체적 거동은 타당성있게 변화하고 있으나, B_{10} 과의 관계에 있어서는 반대로 되어있어 상기의 자성이론으로는 간단히 설명되지 않는다. 그 이유로 다음의 사실들이 지적된다. 먼저 각 입도별 H_c 는 10 Oe 인가자장중 측정된 값이고, 그 상태에서의 B_{10} 은 상이한 값이었다. 즉 입도가 증가할수록 B 가 작았으므로 그 상태에서 측정된 자기이력곡선은 입도가 작은 것으로 측정한 이력곡선의 minor loop에 해당되어 H_c 는 상대적으로 작게 평가되었을 가능성을 배제할 수 없다. 이것은 한 입도의 시편에서 소결시간이 증가함에 따라 B_{10} 이 증가하였음에도 불구하고 H_c 는 감소하는 것이 아니라 오히려 증가하였다는 사실로부터 뒷받침되고 있다. 한편 H_c 와 μ_a 의 변화는, H_c 의 경우 3.5 Oe 이하이고 μ_a 는 0.01 Oe 이하의 매우 약한 자기장 범위에서 얻어진 결과이므로 인가자기장의 크기에 따른 자화과정 차이에 의하여 발생되었을 가능성도 배제할 수 없다. 즉 일정 자기장의 크기에서는 자벽이동에 의한 자화가 우선적으로 일어나며 적어도 10 Oe의 자기장 범위가 되면 자벽이동에 의한 자화는 완료되고 나머지 자화는 회전자화에 의해 지배받는 것으로 판단된다. 결국 H_c 와 μ_a 는 구조민감성(structure sensitive)이므로 입자가 큰 경우는, 작은 것에 비하여 상대적으로 약한 자기장으로도 자벽이동에 의한 자화를 용이하게 할 구조, 응력상태 등을 가지고 있어 낮은 H_c 와 높은

으로 증가하나, 일정한 부하전류에서는 회전속도에 관계가 없이 거의 일정함을 알 수 있다. 한편 Table I, II의 입도분포에서 일정한 회전수에서 부하전류가 변화할 때 얻어진 전체 분말에 대한 각 입도별 분말의 중량비는 거의 유사하며, 이에 반하여 일정한 부하전류에서는 회전수가 빠를수록 미세입도의 분말이 현저히 증가하고 있다.

Table I. Effect of plasma current on the particle size produced at a rotating speed of 27.5 m/sec.

부하전류 (A)	입도 분포 (%) (전극 회전속도: 27.5 m/sec)				
	~53 μm	53~90 μm	90~125 μm	125~180 μm	180~250 μm
550	0.53	6.52	24.94	46.02	21.99
750	0.29	7.43	28.51	37.09	26.68
850	0.29	8.10	39.51	33.15	18.95
950	0.62	7.37	37.05	28.05	26.47
1050	0.53	6.81	31.50	35.29	17.87

Table II. Effect of rotating speed on the particle size produced with a plasma current of 850 A.

회전속도 (m/sec)	입도 분포 (%) (부하전류: 850 A)				
	~53 μm	53~90 μm	90~125 μm	125~180 μm	180~250 μm
23.5	0.21	2.33	22.22	36.47	38.77
27.5	0.29	8.10	39.51	33.15	18.95
33.4	2.36	27.62	39.54	24.18	6.31

따라서 분말의 생산량은 회전속도보다 부하전류에, 입도 분포는 부하전류보다 회전속도에 더욱 의존함을 알 수 있다. 분말 생산량은 일정조건에서 단위 시간당 생산된 각 입도 분말의 총량을 의미하므로 용융속도를 결정하는 아크의 강도를 증가시킬 부하전류에 더욱 비례하는 것은 타당하며, 입도는 다음 (1) 식 [7]~[8]으로 표현된다.

$$d = K [\gamma / (D \cdot \rho)]^{0.5} \cdot (1/\omega) \quad (1)$$

여기서, d , K , γ , D , ρ , ω 는 각각 입도, 상수, 용융합금의 표면장력, 전극직경, 용융합금의 밀도 그리고 전극의 회전각속도이다.

따라서, 동일한 재료의 전극을 사용하였으므로 윗식에서 K , γ , D , ρ 가 같다고 간주하면, 입도는 전극의 회전각속도가 증가할수록 감소하게 된다. 그러나 그림과 표에서 부하전류가 550 A 이하이면 단위시간당 분말생산력이

현저히 떨어지며, 1050 A 이상이면 생산력이 550 A에 비하여 4배 이상 증가하나 고속 용해로 인하여 전극간 거리 조절이 용이하지 않으며 전력비 증가로 생산가에 영향을 주어 바람직하지 않다. 회전속도가 23 m/sec 이하로 회전시키면 제조되는 분말중 125 μm 이하의 미세한 분말을 25% 이상 얻지 못하며, 33 m/sec 이상 회전시 125 μm 이하의 분말을 70% 이상 얻을 수는 있으나 8500 RPM 이상의 고속회전에 해당되므로 홀더로부터 잉곳트의 분리로 인한 안전성, 베어링의 파손 등 장비운용에 문제가 있으므로 본 연구에서는 850 A, 27.5 m/sec를 분말제조 최적조건으로 하여 분말을 제조하였다.

Photo. 1의 (a), (b)는 한 예로서, SEM 및 편광현미경을 통하여 관찰한 상기 최적조건에서 제조된 53~90 μm 입도의 분말형상과 단면구조를 보여준다. 일반적으로 원심분무에 의한 분말의 형상은 가스분무 분말보다 훨씬 더 구형에 가깝다고 알려져 있는데 [9] (a)에서 거의 완전한 구형의 분말이 얻어졌음을 확인할 수 있다. 한편 (b)의 단면구조에서는 가스분무, 수분부분말에서 혼

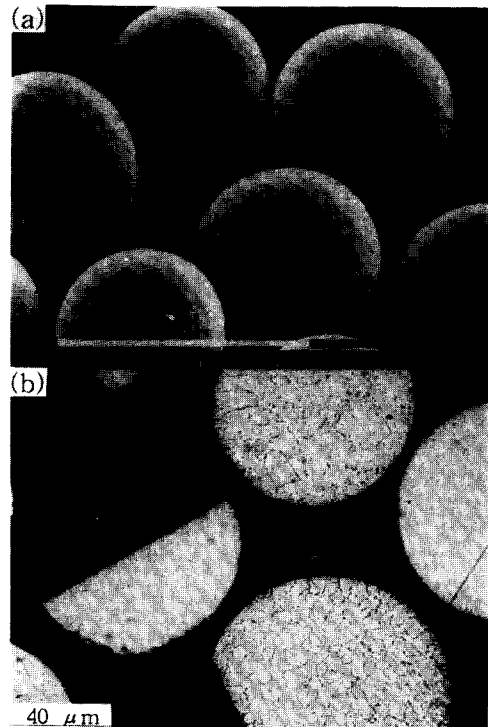


Photo. 1. SEM and optical micrographs of centrifugal atomized powders at (a) surface, and (b) cross section.

등 4 종류의 입도범위로 분급하였다.

2.2 소결 분말 코아의 제조

제조된 분말을 1.5 g 썩 평량하여 1개의 코아 시편을 제작하였다. 단압식 유압 프레스를 사용하여 10 ton/cm²의 수직 압력으로 코아를 성형하였다. 내경, 외경이 각각 6 mm Φ , 12 mm Φ 금형을 사용하였으며, 성형시 윤활재로 스테아린산 아연 [Zn(C₁₈H₃₅O₂)]을 사용하였다. 그리고 소결과정까지 취급의 용이함을 위하여 1 wt. %의 파라핀을 첨가하여 성형강도를 높였다. 소결직전 첨가한 파라핀을 150 °C, 1시간 동안 진공오븐에서 가열하여 완전히 제거하였다. 소결은 진공 소결로(미국 VI사 model VII)를 사용하여 1100~1350 °C에서 1~3 시간동안 진행되었고, 소결 후 900~1000 °C 까지 로냉시킨 뒤 Ni₃Fe 규척격자의 생성을 억제하기 위하여 Ar 가스 급냉(gas quenching)으로 상온까지 냉각시켰다.

2.3 자기특성 평가 및 미세조직 관찰

상기 공정을 거쳐 제작된 코아 시편을 테프론 피복의 직경 0.5 mm 동선으로 각각 7회씩 1, 2차 권선하여 B-H analyzer(일본 Iwatsusa, model : SY 8232)로 자속밀도(B), 보자력(H_c), 직류비투자율(μ_a), 손실(P) 등 60 Hz에서의 교류자기특성을 측정하였다. 교류에서 μ_a 는 정현파 전류의 진폭(인가 교류자기장의 크기)에 대한 자속밀도의 비를 의미하는 것으로, 본 연구에서의 0.01 Oe에서 측정된 μ_a 는 직류에서 초투자율 μ_i 에 상응하는 것이다. Fe-79Ni-4Mo 조성의 소결코아에 대하여서는 직류자기특성에 대한 보고만 있으므로 본 연구에서 제조된 코아의 특성을 문헌값과 비교하기 위하여 직류특성을 B-H curve tracer(일본 Riken Denshi사, model : BHS-40)를 이용하여 측정하였다. 소결밀도(ρ)는 소결체의 치수로 체적을 구하고 중량을 측정하여 산출하였다. 실험 결과에서 소결밀도를 퍼센트(%)로 나타내었는데 이론밀도에 대한 측정된 소결밀도의 비를 의미한다. 제조된 분말의 구조는 Cu-K α 선을 이용하는 Rigaku사의 XRD-MXC를 사용하여 얻어진 회절도로 분석·평가하였다. 소결체의 미세조직은 편광 현미경과 주사전자현미경(SEM)을 통하여 관찰하였다.

Fig. 1에 본 연구의 소결코아 제작 전공정도를 나타내었다.

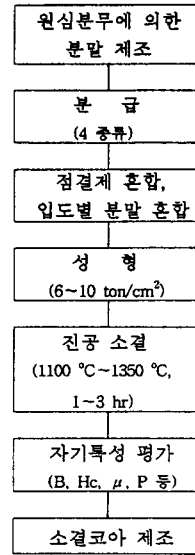


Fig. 1. Schematic flows indicating the production process of sintered Fe-79Ni-4Mo cores.

Fig. 2에는 원심분무법에 의한 분말제조시, 아크 발생 전류 및 전극(잉곳트) 회전속도가 분말 생산능력에 미치는 영향을 조사하여 그 결과를 나타내었으며, Table I, II에는 각각 일정한 회전속도와 부하전류에서 얻어진 분말의 입도분포를 나타내었다. 그림에서 분말 생산능력은 일정한 회전속도에서 부하전류가 증가함에 따라 직선적

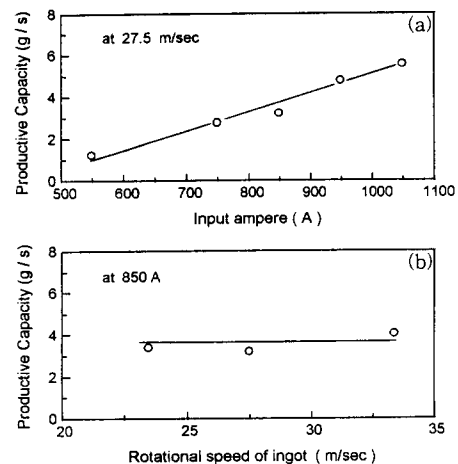


Fig. 2. Variation of productive capacity of centrifugal atomization as a function of (a) input ampere, and (b) ingot rotation speed.

III. 결과 및 고찰

3.1 원심분무법에 의한 분말 제조