

## 비정질 재료의 자기특성에 미치는 자장중 열처리의 영향

김원태 · 장평우 · 이수형

충북청주시 상당구 내덕동 36 청주대학교 물리학과

급속응고 신소재 연구소(RASOM)

(1997년 8월 3일 받음, 1997년 8월 10일 최종수정본 받음)

비정질 리본으로 제조된 링 코아 시편의 자장중 열처리 조건에 따른 철손 및 보자력 등의 연자기 특성 변화를  $B$ - $H$  loop tracer를 이용하여 최대인가자기유도 0.1 T를 유지하면서 10 kHz에서 측정하였다. 열처리 시간이 증가함에 따라 코아의 철손 및 보자력은 감소하여 최소값에 도달한 다음 다시 증가한다. 공기 중에서 열처리한 경우의 시료가 Ar 분위기에서 열처리한 시료보다 우수한 연자기 특성을 나타낸다. 코아의 원주방향으로 자장을 인가한 경우에는 인가자장의 세기가 6 Oe 이상이어야 자장중 열처리 효과가 나타나 철손 및 보자력이 감소하였으며, 냉각시 Curie 온도근처에서의 냉각속도가 빠를 수록 철손과 보자력을 감소한다. 코아의 폭 방향으로 자장을 인가한 경우에는 보자력의 증가와 투자율의 감소 및 약간의 철손 증가가 나타났다.

### I. 서 론

연자성 재료는 투자율이 높고, 큰 포화자속밀도를 갖는 재료로서 외부자계에 용이하게 자화되며, 그 용도를 살펴보면 전기에너지 변환, 자기기록, 변압기, 변성기, 각종 코아, 모터, 자기센서, 전자기차폐재 등 많은 전자기기에 이용되고 있다. 따라서 연자성재료는 기본적으로 결정자기이방성과 자왜가 작아야 한다. 한편 전기, 전자기의 경량화 및 고효율화를 위하여서는 포화자속밀도의 극대화, 고주파영역에서의 우수한 연자기 특성 및 저에너지 손실을 갖는 재료개발이 요구된다. 이러한 요구를 충족시키기 위한 연구 결과 연자성 비정질 재료가 개발되었으며, 이 재료는 결정자기이방성이 없으며, 전기저항이 금속에 비하여 크며, 얇은 리본형태로 제조되기 때문에 저주파 및 고주파 영역에서 우수한 특성을 나타내며 현재 그 응용분야가 확대되고 있다[1-2].

그러나 비정질 내에는 동판과 접촉한 면으로부터 공기와 접촉한 면으로의 냉각속도의 변화와 급속냉각에 의한 잔류응력이 존재하고 있으며, 비정질내의 free volume 또한 불균질하게 분포할 것으로 예상된다. 따라서 연자성 비정질 재료가 갖는 자기적 특성을 극대화하기 위해서는 그 내부의 잔류응력 제거 및 free volume의 균질화를 위한 응력제거 열처리를 하여 구조완화를 시켜야 한다[3-6]. 잔류응력이 존재하면 magneto-elastic coupling에 의하여 자웨이방성이 증가하여 보자력이 증가하며 이것은 변압기 또는 가포화 코아용 비정질에서 필요로 하는

특성과 배치되기 때문이다. 한편 사용주파수가 증가함에 따라 연자기 특성을 향상시키기 위해서는 비정질 내에 특정한 방향으로의 자기이방성을 부여하는 것이 유리하다[7-8]. 자기이방성이 거의 없는 비정질 재료에 자기 이방성을 부여하기 위해서는 큐리온도 이하의 온도에서 자장중 열처리를 하여야 한다. 자장중 열처리의 시간은 매우 짧기 때문에 무자장 열처리한 시편이 냉각중 자장장을 통과하도록 하는 것이 일반적이다. 또한 이때 유기된 자기이방성이 상온에서도 유지되도록 하기 위해서는 냉각속도를 빨리 하는 것이 좋으며, 이때 자장의 세기 및 방향은 코어의 사용용도에 따라 달리하여야 한다.

전자기부품의 소재로 사용되는 연자성 재료는 그 부품의 용도에 따라 서로 다른 특성을 요구한다. 그 예로 가포화코아와 초크코아는 서로 기능이 다르기 때문에 서로 다른 특성을 요구한다. 가포화코아의 경우에는 투자율이 크고  $B$ - $H$  루프의 각형비가 좋아야 하지만, 초크코아는 높은 투자율보다는  $B$ - $H$  루프의 선형성이 우수해야 한다. 따라서 사용용도에 따른 요구 특성을 제어하기 위해서는 열처리온도, 시간, 자장의 세기, 자장인가방향 등 열처리 조건을 변화시켜야만 한다. 열처리 및 열처리 조건은 사용하는 비정질의 합금종류에 따라 변화하기 때문에 각종합금에서의 열처리에 따른 자기 특성변화에 대한 연구가 요구된다. 따라서 본 연구는 Allied signal 사의 2605 TCA 연자성비정질 재료의 자기적 성질을 제어하기 위한 열처리 기술 확립의 일환으로서, 무자장 및 자장중 열처리에 따른 자기특성의 변화를 연구하기 위해서 수행되었다.

## II. 실험 방법

Allied Signal 사에서 제조한 광폭의 METGLAS 2605 TCA 비정질연자성재료를 2.5 mm의 폭으로 절단하고 권취기구(winding machine)를 이용하여 내경 12 mm, 외경 14.6 mm의 링 코아(core)를 제조한 다음 비정질의 큐리온도와 결정화온도 사이의 온도인 410-450 °C의 온도에서 열처리 시간을 10-120 분까지 변화시켜 무자장 및 자장중 열처리를 수행하였다. 무자장 열처리는 특수 제작된 무유도(non-inductive) 판상로에서 수행하였다. 그리고 자장중 열처리시 자장의 방향은 코아의 원주방향 및 폭방향으로 자장을 인가하였으며 열처리 후의 냉각속도를 변화시켰다. 원주방향으로 자장을 인가하기 위하여 코아의 중심을 통과하는 지름 7 mm의 동선을 이용하여 최대 70 A 까지 직류 전류를 통과시켜 코아에 인가된 자장이 최대 12 Oe 되도록 변화시켰다. 그리고 폭 방향으로의 자장을 인가하기 위해서는 yoke 형 전자석을 사용하여 최대 1.5 kOe 까지 변화시키면서 실험하였다. 사용한 전자석의 간격은 2.5 cm 이었으며 그 사이에 순철의 고정자와 함께 코아시편 2 개를 일렬로 배열하고 자장을 인가하였다. 각각의 온도에서 열처리한 다음 자장을 인가하면서 400 °C에서 10 분간 유지시킨 후 상온으로 냉각시켰다. 냉각시의 냉각 속도 변화를 위하여 토냉, 자연공냉 및 고압공기의 분사 장치를 이용한 강제공냉법을 이용하였다.

열처리된 코아의 자기특성은  $B-H$  loop tracer를 이용하여 10 kHz에서 시료의 자기유도가 0.1 T가 될 때 까지 외부 자기장을 인가하면서 코아의 철손 및 보자력 그리고 자기유도가 0.1 T 일 때의 인가자장 등을 상온에서 조사하였다. 본 실험에서는 자체제작한  $B-H$  loop tracer를 사용하였다. 파형발생기를 이용하여 얻은 교류신호를 power transistor를 사용하여 제작한 power amp를 통하여 전류를 증폭한 후 코아의 1 차코일에 대하여 자기장을 가한다. 이때 1 차코일의 권선수는 10 회로 고정하였다. 그리고 1 차코일에 적절히 연결된 무유도 성 저항  $1\Omega$ 의 양단에 걸리는 전압을 storage oscilloscope의 Ch 1에 연결하였다. 한편 퀀선수가 10회인 2 차코일에 유도되는 전압은 자속의 변화량과 비례하므로 전자적분기 (fluxmeter)를 사용하여 유도전압을 적분한 후 storage oscilloscope의 Ch 2에 연결하였다. Storage oscilloscope를 RS232C serial interface로 IBM 386 personal computer에 연결하여 두 channel의 신호를 읽은 후 제작한 program을 사용하여  $B-H$  loop를 그리고 철손률 계산하였다.

## III. 결과 및 검토

### 3. 1. 열처리온도 및 열처리 시간

Fig. 1과 2는 원주방향으로의 인가자장의 세기를 12 Oe로 고정시키고 열처리 온도가 각각 430와 450 °C인 경

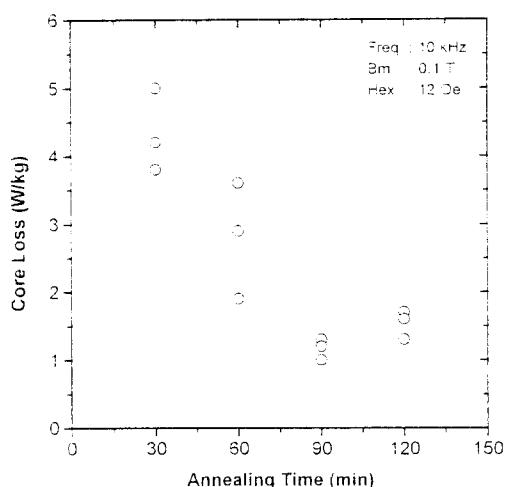


Fig. 1. Variation of core loss of amorphous alloy core heat treated at 430 °C with annealing time. Measurements were performed with maximum magnetic induction ( $B_m$ ) of 0.1 T at frequency of 10 kHz.

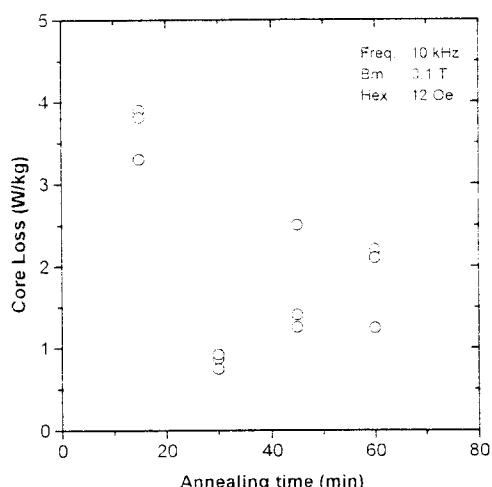


Fig. 2. Variation of core loss of amorphous alloy core heat treated at 450 °C with annealing time. Measurements were performed with maximum magnetic induction ( $B_m$ ) of 0.1 T at frequency of 10 kHz.

우 열처리 시간에 따른 철손의 측정결과로서 각각의 조건에서 3번씩 열처리하여 얻은 시료로부터 얻은 결과를 나타낸다. 그림에서 보아 알 수 있듯이 두 경우 모두 열처리 시간이 증가함에 따라 철손은 감소하다가 최소값에 도달한 다음 다시 증가한다. 430 °C에서 90분간 열처리한 시료와 450 °C에서 30분간 열처리한 시료의 경우 각각 약  $1.1 \pm 0.2$  W/kg 와  $0.8 \pm 0.1$  W/kg의 철손을 나타내고 있으며, 이 조건에서 열처리 한 시료의 경우 실험 결과의 재현성도 다른 조건에 비하여 우수하였다.

Fig. 3과 4는 원주방향으로의 자장의 세기를 12 Oe로 고정시키고 열처리 온도를 각각 430 와 450 °C인 경우 열처리 시간에 따른 보자력의 측정결과를 나타내고 있다. 열처리 시간에 따른 철손의 변화와 같이 열처리 시간이 증가함에 따라 보자력은 감소하다가 최소값에 도달한 다음 다시 증가한다. 그리고 보자력이 최소가 되는 열처리 시간은 철손이 최소가 되는 열처리 시간과 일치하였다. 430 °C에서 90분간 열처리한 시료와 450 °C에서 30분간 열처리한 시료의 보자력은 각각 약  $0.03 \pm 0.01$  Oe 와  $0.025 \pm 0.005$  Oe를 나타내었다. 열처리 온도를 410 와 420 °C에서도 수행하였지만 이 경우 철손을 최소화하기 위한 열처리 시간이 너무 길어 공업적인 이용가치가 없었다.

Table I은 각각의 열처리 온도에서 가장 좋은 연자기 특성을 나타내는 열처리 시간과 열처리한 시료의 보자력 ( $H_c$ ), 0.1 T의 자기유도를 얻기 위한 인가자장 ( $H_m$ ) 및 철손 ( $P_m$ )을 나타내고 있다. 열처리 온도가 증가함에 따라 최소의 철손과 보자력을 나타내는 열처리 시간은 감소하였으며 이것은 잔류응력 제거를 위한 열처리시 나타나는 구조완화 현상이 열활성화 과정이기 때문이다. 급속응고된 비정질 시료의 경우 재료내의 free volume 이 존재하고 위치에 따른 냉각속도의 차이로 인하여 잔류응력이 존재하고 있으며, 각 원자가 갖고 있는 자기모멘트는 이들과 자기-탄성 상호작용 (magneto-elastic coupling) 을 일으켜 큰 철손과 보자력을 나타낸다[4-6]. 이러한 비정질을 결정화온도 이하의 온도에서 열처리하면 구조완화가 일어나 잔류응력감소와 함께 재료내의 free volume 의 감소가 일어나며 국부적으로는 atomic clustering 또는 미결정이 생성되어 자기이방성이 감소하며 그로 인하여 철손 및 보자력은 감소하게 된다. 그러나 열처리 시간이 너무 길어 비정질의 표면 및 내부에서 결정화가 일어나면 결정자기 이방성 등에 의하여 철손이나 보자력은 증가하게 된다. 한편 잔류응력제거 열처리 후 냉각중 외부에서 자장을 인가하는 경우에는 유도자기이방성을 부여할 수 있으며 이

유도자기이방성은 고주파 특성을 향상시킬 수 있다. 본 실험에서와 같이 원주방향으로 자장을 인가하면서 열처리한 시료로부터 최대 유도자기를 0.1 T로 고정시키고 10 kHz의 주파수에서 얻은  $B-H$  loop는 기울어진 타원형의 형상을 나타내었으며 이로 인하여 일반적으로 보자력이 낮을수록 낮은 철손을 나타내었다.

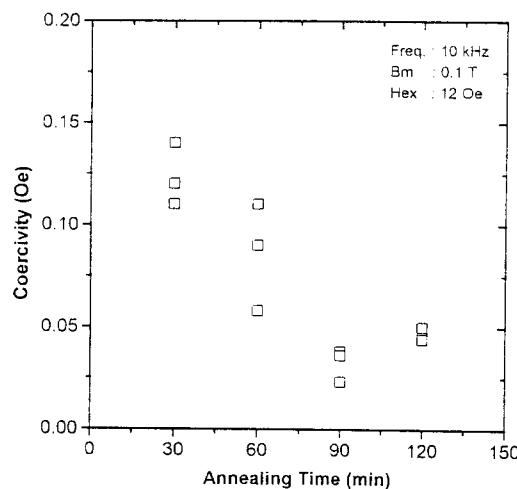


Fig. 3. Variation of coercivity of amorphous alloy core heat treated at 430 °C with annealing time. Measurements were performed with  $B_m$  of 0.1 T at frequency of 10 kHz.

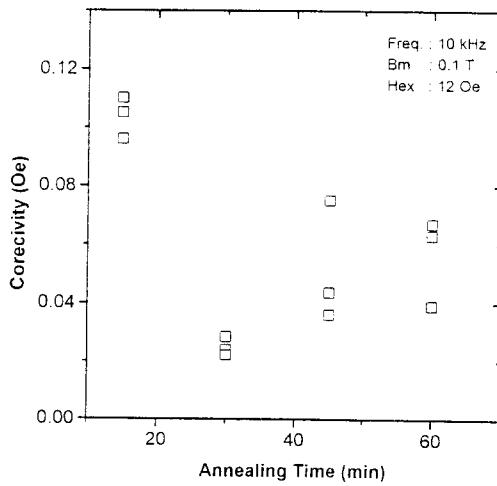


Fig. 4. Variation of coercivity of amorphous alloy core heat treated at 450 °C with annealing time. Measurements were performed with  $B_m$  of 0.1 T at frequency of 10 kHz.

Table I. Optimized magnetic properties of core specimen and optimum heat treatment time for a given temperature. ( $H_c$  : coercivity,  $H_m$  : maximum applied magnetic field to reach induction of 0.1 T,  $P_m$  : core loss), all specimens were heat treated with applied field of 12 Oe in radial direction of core and cooled by forced air jet.

Temperature (°C)	Annealing Time (min)	$H_c$ (Oe)	$H_m$ (Oe)	$P_m$ (W/kg)
450	30	0.027	0.12	0.93
440	45	0.043	0.145	1.39
430	90	0.032	0.15	1.17

Fig. 5는 450 °C에서 30분 동안 공기중과 Ar 분위기에서 자장중 열처리한 시료의 철손의 원주방향으로 인가한 자기장의 세기에 따른 변화를 나타낸다. 무자장 열처리를 했을 경우에는 1.4 W/kg의 철손을 나타내었으며, 3 Oe의 자장을 인가하였을 때에는 그림에서 알 수 있는 바와 같이 철손의 개선 효과가 나타나지 않았다. 그러나 인가한 자장의 세기를 6 Oe 으로 증가시키면 철손이 0.9-1 W/kg 으로 낮아졌으며 자기장의 세기를 12 Oe 까지 더욱 증가시켜도 자장중 열처리 효과는 큰 변화가 없었다. 따라서 원주방향의 자장중 열처리 시에는 6 Oe 이상의 자장의 인가가 필요하다고 여겨진다. 한편 Ar 분위기에서 자장중 열

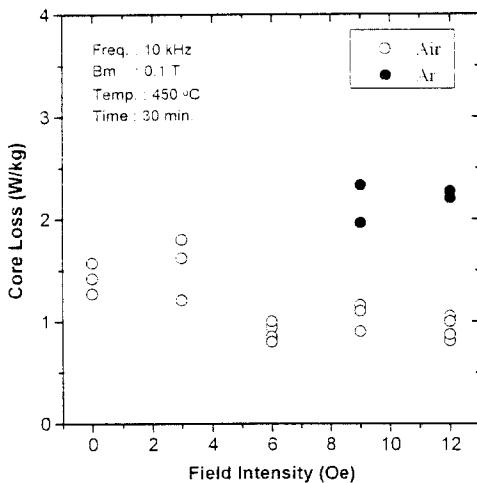


Fig. 5. Core loss of amorphous alloy cores, heat treated at 450 °C for 30 min under Ar atmosphere and air, with different applied magnetic field intensities. Measurements were performed with  $B_m$  of 0.1 T at frequency of 10 kHz.

처리한 시료는 공기 중에서 자장중 열처리한 시료에 비하여 각 조건에서 철손 값이 약 2배 이상 증가하였다.

고주파에서 사용하기 위한 변압기코아를 제조하기 위해서는 두께가 얇고 전기저항이 큰 연자성재료를 사용하여야 와전류 손실을 줄일 수 있다. 이러한 관점에서 비정질 재료는 고주파에서의 사용에 유리하다. 그러나 본 실험에서와 같이 비정질을 원취하여 코아를 제조하였을 때에는 충간의 절연이 이루어져야 얇은 리본으로서의 효과를 얻을 수 있다. 따라서 공기중에서 열처리한 시료가 Ar 분위기중에서 열처리한 시료에 비하여 낮은 철손을 나타내는 것은 공기 중에서 열처리시 리본의 표면에 산화피막이 어느 정도 생겨 충간절연 효과가 나타나기 때문이라여겨진다. 이것은 사용주파수가 아주 높지 않은 경우에는 충간 절연을 위한 공정을 증가시키는 것이 공업화의 관점에서 큰 잇점이 없음을 암시한다.

Fig. 6은 450 °C에서 30분 동안 공기 중에서 자장중 열처리한 시료의 보자력의 원주방향으로 인가한 자기장의 세기에 따른 변화를 나타낸다. 무자장 열처리를 했을 경우에는 0.044 Oe의 보자력을 나타내었다. 원주방향으로의 3 Oe의 자장을 인가하였을 때에는 Fig. 5에서와 마찬가지로 보자력의 감소 효과가 나타나지 않았다. 그러나 인가한 자장의 세기를 6 Oe 으로 증가시키면 보자력도 0.026 Oe로 감소하였으며 인가자장을 12 Oe 까지 더욱 증가시켜도 열처리 효과는 큰 변화가 없었다.

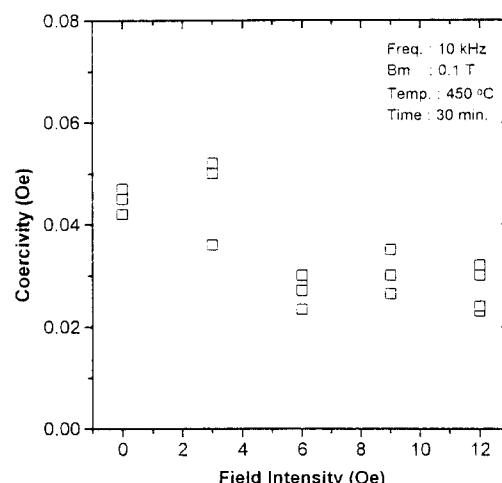


Fig. 6. Coercivity of amorphous alloy cores, heat treated at 450 °C for 30 min under air, with different applied magnetic field intensities. Measurements were performed with  $B_m$  of 0.1 T at frequency of 10 kHz.

### 3. 2. 냉각속도의 영향

자장중 열처리 후의 냉각속도의 영향을 조사하기 위하여 450 °C에서 원주방향으로 12 Oe의 자기장을 인가하면서 30분간 열처리한 후 냉각 방법을 로냉, 자연 공냉 및 압축가스에 의한 강제공냉으로 변화시키면서 냉각시킨 시료의 자기적 특성을 Table II에 나타내었다. 표에서 알 수 있는 바와 같이 냉각속도가 빠를 수록 연자기 특성은 향상되었다. 냉각속도가 작고 냉각 중에 자장이 인가되지 않거나 인가된 자장이 약할 때에는 자벽이 시료내에 존재하여 이러한 자벽은 pinning site에 속박되면서 에너지를 낮추기 때문에 potential well ( $U$ )이 생성된다. 이 potential well을 빠져 나오려면  $-\nabla U$ 의 힘, 즉 자장이 필요하므로 보자력이 증가하여 철손도 증가하게 된다. 따라서 냉각중의 냉각속도를 증가시키자 구벽이 고착되는 정도를 줄여야 철손 및 보자력이 감소할 것으로 여겨진다.

Table II. Measurements of coercivity ( $H_c$ ), Maximum applied field ( $H_m$ ) to get magnetic induction of 0.1 T, and core loss ( $P_m$ ) of core specimen, heat treated for 30 min at 450 °C with different cooling procedures. (Magnetic field of 12 Oe in radial direction was applied).

Cooling procedure	$H_c$ (Oe)	$H_m$ (Oe)	$P_m$ (W/kg)
furnace cooling	0.074	0.15	2.9
natural air cooling	0.052	0.14	1.8
forced air cooling	0.032	0.12	1.1

### 3. 3. 폭 방향으로의 인가한 자장의 영향

코아의 폭방향으로 자장을 인가하면서 450 °C에서 30분간 열처리한 시료의 인가자장에 따른 자기성질의 변화를 조사하였다. Table III은 폭방향으로 인가한 자기장의 세기에 따른 자기특성의 변화를 나타내는 것으로서 자기장의 세기가 증가할 수록 보자력은 증가하여 철손 또한 약간 증가하였다. 그리고 0.1 T의 자기유도를 얻기 위하여 가해준 자기장의 세기  $H_m$ 은 수직방향으로 인가한 자장의 세기가 증가함에 따라 20~25 배 증가하였으며 이것은 투자율이 저하되었다는 것을 나타낸다. 이것은 실제 시편에 인가되는 유효자장으로 인해 인가자장방향으로 유도자기이방성이 생성되었기 때문이라 여겨진다. 폭방향으로 자장을 가했을 때에는 잔류자화(remanence)가 작아지며,  $B$ - $H$  loop는 높게 되어 투자율의 선형성이 좋

가한다 [9]. 따라서 포화자화를 이용하지 않고 투자율의 선형성을 요구하는 choke 코아 등의 제조 시에는 열처리 시간을 증가시켜 연자기 특성을 열화시키거나, 반자장 효과를 이용하는 cut 코아를 사용하고 있는데 수직자장을 인가하면서 열처리하면 cut 코아 제조시의 필요한 공정을 줄이고 높은 bias 전류에서 사용 가능한 코아를 제조할 수 있을 것으로 여겨진다.

Table III. Measurements of coercivity ( $H_c$ ), Maximum applied field ( $H_m$ ) and core loss ( $P_m$ ) of core specimen, heat treated for 30 min at 450 °C with different magnetic field intensities in perpendicular direction of core (forced air cooling).

field (kOe)	$H_c$ (Oe)	$H_m$ (Oe)	$P_m$ (W/kg)
0.0	0.04	0.13	1.20
0.5	0.08	3.2	1.53
1.0	0.08	2.71	1.10
1.5	0.10	3.05	1.59

## IV. 결 론

- 상용 2605TCA 비정질 코아 사료를 430~450 °C에서 90~30분 동안 열처리하였을 때 가장 낮은 철손과 보자력을 나타내며, 공기 중에서 열처리한 시료가 Ar 분위기에서 열처리한 시료보다 우수한 연자기 특성을 나타낸다.
- 코아의 원주방향으로 자장을 인가하는 열처리의 경우 인가자장의 세기는 6 Oe 이상이어야 자장중 열처리 효과가 나타나며 Curie 온도 근처에서의 냉각속도는 빠를수록 철손과 보자력은 감소한다.
- 코아의 폭 방향으로 자장을 인가할 때 보자력의 증가와 투자율의 감소가 나타난다.

## 감사의 글

본 연구를 위한 시료 제공 및 코아 제작에 도움을 주신 (주) 유유의 김병규 박사님과 송용설 박사님에게 감사를 드립니다.

## 참 고 문 헌

- [1] A. W. Simpson and D. R. Brambley ; Phys. Status Solidi, **43** (1971), 291.

- [ 2 ] F. E. Luborsky : "Amorphous metallic alloys", edited by F. E. Luborsky, publ. Butterworths, London (1983), pp 360-380.
- [ 3 ] F. E. Luborsky, J. J. Becker, R. O. McCary : IEEE Trans. Magn., **MAG-11** (1975), 1644.
- [ 4 ] H. Kronmuller and W. Fernengel : Phys. Stat. Sol. (a), **64** (1981) 593.
- [ 5 ] N. Lenge and H. Kronmuller : Phys. Stat. Sol. (a), **95** (1986) 621.
- [ 6 ] H. Kronmuller, M. Fahnle, M. Domann, H. Grimm, R. Grimm and B. Groger ; J. Magn. Magn. Mater. **13** (1979) 53.
- [ 7 ] H. Fujimori : "Amorphous metallic alloys", edited by F. E. Luborsky, publ. Butterworths, London (1983), pp 300-316.
- [ 8 ] H. Fujimori, T. Masumoto ; Trans. Japa Inst. Metals, **17** (1976), 175.
- [ 9 ] C. H. Smith ; in "Rapidly solidified alloys : Processes, Structures, Properties, Applications", edit H. H. Liebermann, pub. by Dekker (New York, 1993) pp 617-663.

## The Effect of Field Annealing on Magnetic Properties of Amorphous Alloy

Won-Tae Kim, Pyung-Woo Jang and Soo-Hyung Lee

*Department of Physics, Chongju University*

*36, Naedok Dong, Sangdang Gu, Chongju, 360-764 Korea,*

*Rapidly Solidified Materials Research Center*

(Received 3 August 1997, in final form 10 August 1997)

Variations of core loss and coercivity with heat treatment condition have been studied in amorphous ribbon core specimens. All measurements were performed at 10 kHz with a maximum induction of 0.1 T. With increasing annealing time, both core loss and coercivity of core specimens decreased first, reaching minimum values, and increased thereafter. Specimen heat treated in an air showed better soft magnetic properties than those treated in Ar atmosphere. The specimens annealed under magnetic field higher than 6 Oe in radial direction showed reduced core loss and coercivity. The field annealing effects were increased with increasing cooling rate near Curie temperature of the material. The specimen annealed under an applied field in perpendicular direction of the core showed increased coercivity and decreased permeability.