

초미세결정립과 비정질이 공존하는 $\text{Fe}_{73.9}\text{Cu}_{1.0}\text{Nb}_{3.5}\text{Si}_{14.0}\text{B}_{7.6}$ 합금의 자기장 중 열처리*

양재석 · 손대락 · 조육

한남대학교 물리학과

대전광역시 대덕구 오정동 133, 300-791

(1997년 12월 15일 받음, 1998년 1월 26일 최종수정본 받음)

초미세결정립과 비정질을 동시에 포함하는 리본형 $\text{Fe}_{73.9}\text{Cu}_{1.0}\text{Nb}_{3.5}\text{Si}_{14.0}\text{B}_{7.6}$ 합금을 자기장 중 열처리한 시편의 결정학적 특성 및 고주파 연자기 특성을 인가 자기장과 열처리 온도에 따라하여 조사하였다. 제조된 리본의 표면에 석출된 Fe-Si 초미세결정립은 (400) 우선방위를 나타내는 동시에 리본 길이방향으로 [011] 결정축이 형성되어 있음을 확인하였다. 자기장을 인가하지 않거나 길이방향으로 자기장을 인가하여 열처리할 때 450 °C 에서 Fe-Si 초미세결정립이 석출되나, 폭방향의 자기장을 인가한 경우 초미세결정립의 석출은 지연되어 550 °C 에서 나타남을 확인하였다. 길이방향으로 자기장을 인가할 때 시편의 결정화 정도는 외부 자기장을 인가하지 않은 경우에 비해 조금 증가하였다. 폭방향으로 자기장을 인가한 경우 결정화 정도는 열처리 온도 500 °C 까지는 증가하지 않고 오히려 감소하였다. 그러나, 시편의 각도를 기울여 측정된 X-선 회절패턴으로부터 시편 내부는 표면과 달리 결정화가 진행되고 있음을 확인하였다. 열처리한 시편의 포화자기유도는 1.3 T 로 비슷하였다. 열처리 전 리본의 보자력의 크기는 1.06 A/cm 이었으나, 열처리한 시편은 열처리온도가 400 °C 에서 550 °C 로 증가함에 따라 0.56 A/cm 에서 0.1 A/cm 로 감소하였다. 폭방향의 자기장을 인가한 경우 각형비는 자기장을 인가하지 않거나 길이방향으로 자기장을 인가하여 열처리한 시편의 각형비보다 작았다.

I. 서 론

초미세결정립 합금은 비정질합금을 적정조건에서 열처리할 때 얻어지며 포화자기유도와 자기투자율이 높은 우수한 연자기 특성을 갖고 있기 때문에 지난 10 년간 많은 기초 및 응용분야의 연구가 수행되어 왔다[1-4]. 이때 형성된 초미세결정립은 강자성 상호작용거리 보다 훨씬 작은 크기의 매우 작은 자구로 형성되어 있기 때문에 몇 개의 자구에 걸쳐 유효 결정자기이방성이 크게 감소되어 합금 전체의 결정자기이방성이 줄어들고, 음의 자기변형을 갖는 초미세결정립과 양의 자기변형을 갖는 잔류비정질이 혼합되어 자기변형이 줄어든다.

이와 같은 특성을 갖는 초미세결정립합금의 제조는 비정질리본을 열처리하지 않고 고온의 용융금속을 냉각시킬 때 제조변수를 조절함으로써 직접적으로 얻는 방법이 가능하다. 만일 이러한 방법으로 얻어진 초미세결정립 합금이 우수한 특성을 나타내면, 제조공정의 감소 및 보다 향상된 기계적 특성을 기대할 수 있다. 최근 Ghannami 등[5]에 의해 이에 관한 연구 결과가 보고된 바 있다. 이

에 관한 연구의 일환으로 우선 초미세결정립을 포함하는 리본 형 합금을 제조하여, 이 합금의 연자기특성을 조사, 분석하고, 기존의 FeCuNbSiB 비정질합금의 열처리에 따른 일반적 연자기 특성과 비교함으로써 초미세결정립합금의 직접적 제작에 따른 공정의 타당성을 검토하고자 한다. 아울러 자성재료를 열처리할 때 열처리 온도와 시간에 따라 재료의 특성 향상을 기대할 수 있으나, 이를 산업적으로 응용하여 전자부품이나 자기센서로 이용할 경우 고각형비 혹은 저각형비를 갖는 B-H 곡선의 재료가 요구된다. 이러한 목적을 위해 비정질합금을 자기장 중에서 열처리하여 B-H 곡선의 모양을 바꾸는 것이 가능하게 될 때 사용목적에 알맞게 사용할 수 있다.

본 연구는 고온의 용융금속이 충분한 냉각속도를 얻지 못하고 냉각될 때 리본의 표면에 형성되는 초미세결정상과 비정질상이 공존하는 $\text{Fe}_{73.9}\text{Cu}_{1.0}\text{Nb}_{3.5}\text{Si}_{14.0}\text{B}_{7.6}$ 합금을 외부 자기장 하에서 열처리할 때 인가자기장의 방향과 열처리온도에 따른 결정학적 특성과 고주파하의 자기적 특성의 변화를 조사 분석하고자 한다.

* 본 연구는 한남대학교 교비 연구비로 일부 지원되었음.

II. 실험 방법

측정에 사용된 시편은 폭 3 mm, 두께 25 μm 인 리본형 $\text{Fe}_{73.9}\text{Cu}_{1.0}\text{Nb}_{3.5}\text{Si}_{14.0}\text{B}_{7.6}$ 합금으로써 90 mm 의 길이로 잘라 아세톤으로 세척한 후 400 $^{\circ}\text{C}$ ~ 550 $^{\circ}\text{C}$ 사이를 각각 50 $^{\circ}\text{C}$ 구간별로 1 시간 동안 열처리하여 준비하였다. 열처리는 외부 자기장을 인가하지 않은 일반 열처리 방법과, 시편의 길이방향과 폭방향으로 외부 자기장을 인가한 열처리 방법을 각각 사용하였다. 길이방향의 자기장 열처리는 Helmholtz 코일을 사용하여 $H_L = 109 \text{ A/cm}$, 폭방향은 전자석을 사용하여 $H_T = 2400 \text{ A/cm}$ 의 자기장을 인가하였다. 시편의 모양에 따른 반자기장(demagnetizing field)의 영향을 고려하기 위해 리본의 길이방향과 폭방향에서 자기장의 세기를 다르게 하였다.

X-선 회절 방법을 이용하여 as-cast 시편과 열처리된 시편의 결정학적 구조에 대한 정보를 각각 얻었다. 구조 정보를 얻기 위한 X-선 회절기의 동작조건은 가속전압 50 kV, 전류 100 mA, 회절각 2θ 측정범위는 20° ~ 120° 로 하였으며, 필터는 $\text{CuK}\alpha$ 단색선 ($\lambda = 1.541838 \text{ \AA}$) 그리고 wide angle goniometer (Rotaflex D/MAX-RB 12 kW)를 사용하였다. 고주파 자기력곡선은 리본형 시편을 한 장 사용하여 자화주파수 10 kHz 에서 100 kHz 까지 측정할 수 있는 단일 sheet 방식의 고주파 자기력곡선 측정 장치를 이용하였다[6]. 측정된 B 및 H 신호는 12-bit 분해능을 갖추고 있는 디지털 오실로스코프(Nicolet Pro32)를 사용하였으며, 디지털화 된 신호는 IEEE-488 bus line 을 통하여 컴퓨터로 입력시킨 후 연산하였다.

III. 결과 및 논의

Fig. 1(a) 는 as-cast 시편의 X-선 회절 패턴이다. as-cast 시편의 X-선 회절 패턴은 선폭이 넓은 halo 패턴 이외에 부가적으로 날카로운 회절선 2 개가 더 추가되어 있음이 확인된다: (1) 회절각 44.4° 및 78.4° 에 중심을 둔 2 개의 선폭이 넓은 halo 상의 회절선, (2) 31.4° 및 65.5° 에 중심을 둔 선폭이 좁고 날카로운 2 개의 부가적인 회절선이다. 선폭이 넓은 halo 상은 비정질 구조가 갖는 전형적인 특징이지만, 물질이 결정질 구조를 가질 경우 선폭이 좁고 날카로운 회절선이 관측되기 때문에 as-cast 리본의 결정학적 구조는 이미 결정질과 비정질이 공존하고 있음을 의미한다. 이와 같이 결정학적 성질이 상이한 두 상이 as-cast 리본에 공존하는 것은 고온의 용융금속이 저속으로 회전하는 금속롤에 의해 충분히

한 냉각속도를 얻지 못한 채 냉각된 데 기인된 결과이다 [5]. 한편, 본 시편이 단롤법(single roller quenching method)으로 제조되었기 때문에 공기 접촉면의 표면 결정화 비율이 약 58 % 인데 반해 금속롤과 접촉한 부분은 40 % 로 확인되었다.

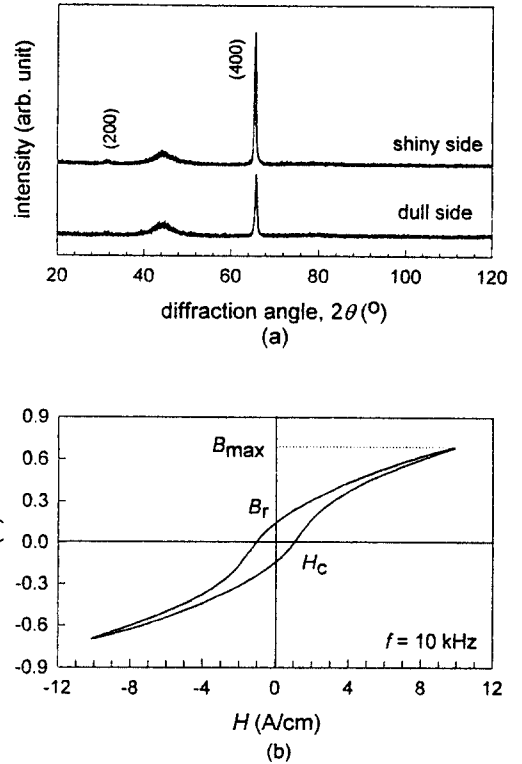


Fig. 1. X-ray diffraction patterns (a) and the high-frequency magnetic $B-H$ loop shape under the magnetizing frequency of 10 kHz (b) of as-cast ribbon.

시편의 구성원소 중 Fe가 73.9 at.% 로 가장 많은 비율을 차지하고 있으므로 as-cast 시편에 석출된 결정립을 $\alpha\text{-Fe}$ 혹은 Fe 의 일부가 Si 로 치환된 Fe-Si 고용체 ($\text{Si} < 10 \text{ at.}\%$)로 가정하면 이들 두 계는 모두 체심입방(bcc) 구조이므로 회절각 65.5° 에 위치한 회절선은 회절면 (200) 에 의한 회절선이 된다. 이때 회절각 31.4° 에 위치한 회절선은 (100) 가 되지만 bcc 구조는 (100) 회절면을 가질 수 없으므로 앞선 가정에 위배된다. 따라서 as-cast 시편에 석출된 결정립은 B2 혹은 DO_3 구조의 Fe-Si ($12 \text{ at.}\% < \text{Si} < 25 \text{ at.}\%$)로 판단되며, 이 경우 회절면은 (200) 및 (400) 가 된다. B2 혹은 DO_3 구조를 갖는 Fe-Si 계의 X-선 회절 패턴에서 가장 큰 회절 강도를 나

타내는 회절면은 (220) 인데, (220) 회절면이 관측되지 않고 (200) 및 (400) 회절면만 관측된 것은 고온의 용융 금속이 충분한 냉각속도를 얻지 못하고 냉각되면서 석출된 Fe-Si 결정립의 (400) 회절면이 리본 면에 평행한 우선방위의 결정조직으로 성장되었음을 의미한다. as-cast 리본에 석출된 결정립의 크기를 Scherrer 공식으로 계산한 결과 대략 23 nm의 초미세결정립임을 확인하였다.

리본의 표면에 석출된 Fe-Si 결정립은 강자성이고 결정학적으로는 입방구조를 갖기 때문에 자기이력곡선을 측정함으로써 보다 더 구체적인 결정학적 구조 및 자구의 배열에 대한 정보를 얻을 수 있다. 이때 각형비 (B_r/B_{max})가 1에 가까울수록 리본의 길이방향, 0에 가까울수록 리본의 폭방향으로 자기이방성이 형성되어 있음을 의미한다. Fig. 1(b)는 as-cast 리본을 시편의 길이방향으로 자화주파수

10 kHz의 외부 자기장을 인가하여 측정된 고주파 자기이력곡선이다. 측정된 as-cast 시편의 보자력의 크기는 1.06 A/cm, 각형비는 0.24이며, 이는 입방이방성 ($K_1 > 0$)을 갖는 물질이 무질서한 자구분포를 이룰 때의 각형비인 0.832와 비교해 볼 때 상당히 작은 값을 갖는다[7]. 그러므로 X-선 회절 패턴과 고주파 자기이력곡선의 결과를 종합하면 as-cast 시편에 석출된 결정립은 리본 면에 평행한 (400) 면의 우선방위를 갖고, 아울러 리본의 길이방향으로 자화곤란축이 형성되어 있음을 알 수 있다. 체심입방 구조를 갖는 단결정 Fe의 경우 자화용이축은 [100]이나, 자화곤란축은 [110] 및 [111]이기 때문에 as-cast 리본의 표면에 석출된 결정립의 (400) 회절면이 리본 면에 평행하고 각형비가 낮은 것은 석출된 결정립이 리본 길이방향으로 (011) 면이 형성되기 때문이다.

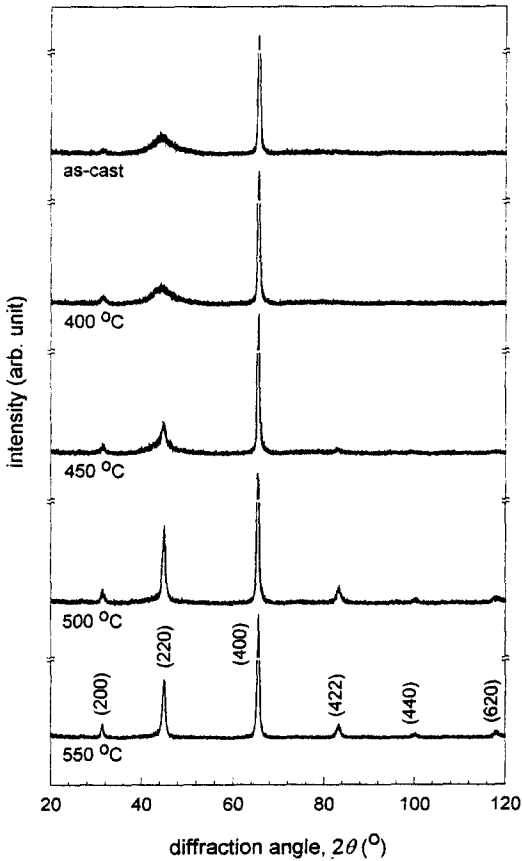


Fig. 2. X-ray diffraction patterns of annealed samples without external magnetic field for one hour between 400 °C and 550 °C.

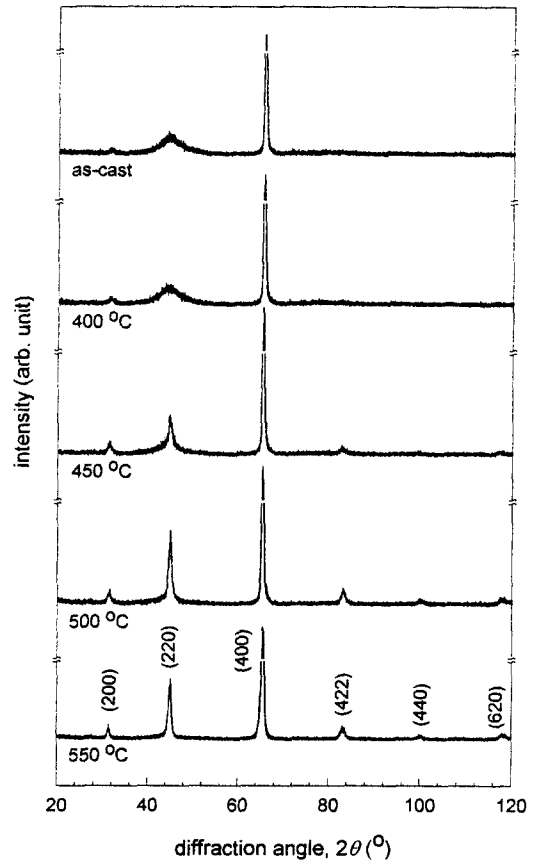


Fig. 3. X-ray diffraction patterns of annealed samples with externally longitudinal magnetic field for one hour between 400 °C and 550 °C.

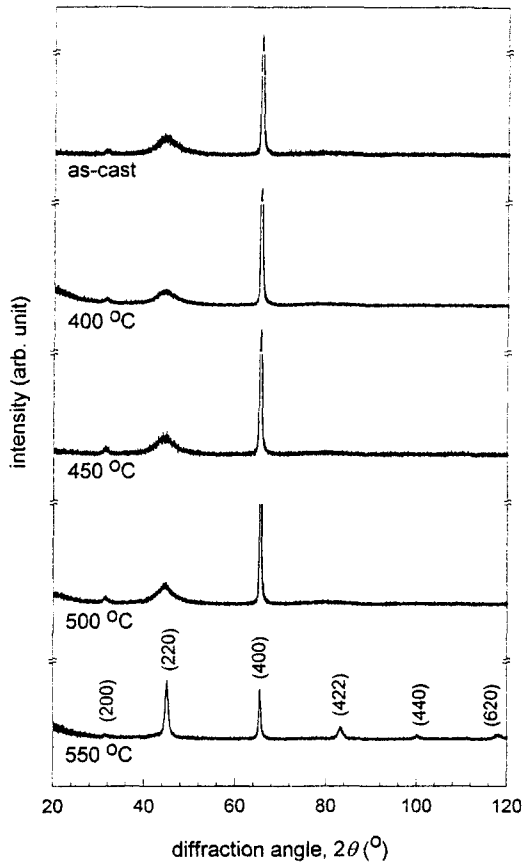


Fig. 4. X-ray diffraction patterns of annealed samples with externally transverse magnetic field for one hour between 400 °C and 550 °C.

Fig. 2 는 우선 방위를 갖는 초미세결정립이 포함된 비정질리본을 열처리 온도 400 °C 에서 550 °C 까지 외부 자기장을 인가하지 않은 상태에서 1 시간 동안 열처리한 후 측정된 X-선 회절 패턴이다. 열처리 온도 400 °C 에서는 as-cast 시편과 유사한 X-선 회절 패턴을 보여주지만, 열처리 온도가 높아져서 450 °C 이상의 온도부터는 회절각 44.5° 부근에 Fe-Si (220) 회절면이 관측되며 그 외에 여러 개의 부가적인 회절면에 의한 회절선이 나타남을 알 수 있다. 시편의 길이방향으로 외부자기장을 인가하여 열처리한 경우 외부자기장을 인가하지 않은 경우의 X-선 회절 패턴과 거의 유사하며, 외부자기장을 인가하지 않은 경우에 비해 Fe-Si (220) 회절면의 회절강도가 증가됨을 알 수 있다(Fig. 3). 한편, Fig. 4 는 시편의 폭방향으로 외부자기장을 인가하여 열처리한 경우로서 Fig. 2 및

Fig. 3 에 보여지는 X-선 회절 패턴과 달리 열처리 온도 500 °C 에서도 Fe-Si (220) 회절면 등이 나타나지 않으며, 열처리 온도가 550 °C 일 때 (220) 회절면이 나타남을 알 수 있다.

측정된 X-선 회절 패턴으로부터 as-cast 시편 및 여러 조건으로 열처리한 시편의 결정화 분율은 다음과 같이 결정하였다. 즉, 회절각 44.5° 부근에 중첩되어 위치한 비정질상과 결정상을 나타내는 회절선은 peak deconvolution 방법을 사용하여 분리하였으며, 비정질을 나타내는 halo 상은 Gaussian 선형 그리고 석출된 초미세결정립의 각 회절선에 대해서는 Gaussian 선형과 Lorentzian 선형이 선형 중첩된 pseudo-Voigt 함수를 사용하였다[8]. 석출된 초미세결정립 분율(f_n)은 배경복사(background radiation)를 제외한 X-선 회절 패턴의 전체 회절 적분강도에 대한 결정상의 회절 적분강도의 비로 계산하였다.

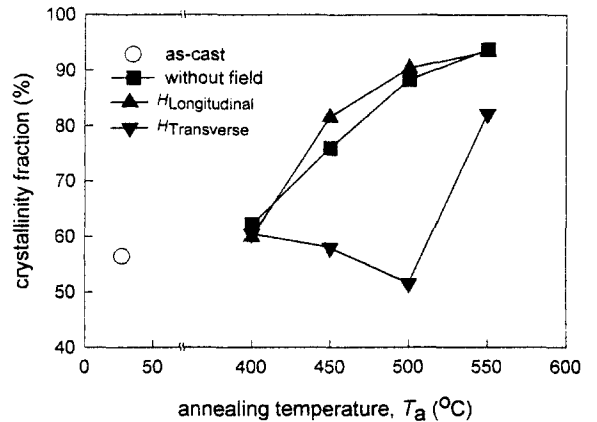


Fig. 5. Crystalline fractions vs annealing temperature with /without external magnetic field.

인가한 외부 자기장의 조건에 따라 열처리한 시편의 초미세결정립의 분율을 열처리 온도의 함수로 하여 Fig. 5 에 나타내었다. 열처리 온도 구간에서 1 시간동안 열처리한 시편에서 최대 결정화 분율은 550 °C 일 때 약 94 % 로 높게 나타났다. 외부자기장을 인가하지 않거나 시편의 길이방향으로 외부자기장을 인가한 경우 열처리 온도가 증가됨에 따라 초미세결정립의 분율이 증가하고 있으나, 시편의 폭방향으로 외부 자기장을 인가한 경우는 이와 반대로 열처리 온도가 증가됨에 따라 500 °C 까지는 결정화 분율이 오히려 감소하다가 550 °C 에서 크게 증가됨을 볼 수 있다. 폭방향의 인가자기장에 대해 열처리 온도가 증가함에도 불구하고 결정화 분율이 감소하는 현상은 본 시편에서 나타난 아주 특이한 현상으로 보여진다. 이와 같은

비정상적인 결정화 분율의 감소를 확인하기 위하여 시편에 입사하는 X-선 회절 빔에 대해 시편을 5° 각도로 기울여 X-선 회절 패턴을 측정하였다. Fig. 6 은 시편의 폭방향으로 외부 자기장을 인가하여 $450^\circ C$ 에서 1 시간 동안 열처리한 시편에 대한 X-선 회절 패턴이며, 같은 시편을 기울이지 않았을 때의 X-선 회절 패턴과 비교했을 때 다음과 같은 2 가지 실험적 사실을 확인할 수 있다. 첫 번째로 시편을 기울이지 않았을 경우의 X-선 회절 패턴은 (200) 및 (400) 만을 관측되지만, 시편을 기울였을 경우에는 (200) 및 (400) 회절면이 관측되지 않는다는 사실이다. 이는 X-선 회절패턴을 $\theta-2\theta$ 반사모드로 측정할 경우 시편의 면에 수직하게 배열된 (hkl) 면만이 관측되기 때문에 시편을 기울이지 않았을 때 관측된 (200) 및 (400) 회절면은 리본 시편의 표면 영역에 국한되어 존재함을 의미한다. 다음으로 확인된 사실은 시편을 기울였을 때 (200) 및 (400) 회절면은 사라지고 (220), (422) 및 (440) 회절면이 관측된 것은 시편 내부에 Fe-Si 초미세 결정립이 석출되어 있음을 의미하는 것이다. 그러므로 Fig. 5 에서 시편의 폭방향으로 외부 자기장을 인가하여 열처리한 시편에서 열처리 온도 증가에 따른 결정화 체적 분율의 감소는 다음과 같이 해석할 수 있다. 즉, 열처리온

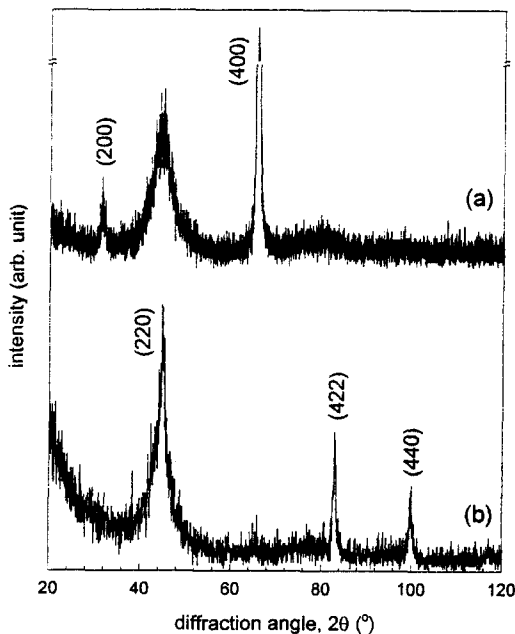


Fig. 6. X-ray diffraction patterns of annealed samples with externally transverse magnetic field at $450^\circ C$ for one hour : (a) no-tilt angle and (b) tilt angle of 5° .

도의 증가는 비정질영역의 결정화를 수반하게 되는데, 이 때 표면 바로 아래에 위치한 결정립들이 시편 내부의 결정화를 위한 결정핵으로 작용하여 표면부분의 Fe-Si 는 감소하는 반면 시편 내부는 Fe-Si 초미세결정립들이 석출되는데 기인되는 것으로 사료되며, 이는 앞서 언급한 논의와 일치한다.

Fig. 7 은 열처리 온도 $400^\circ C \sim 550^\circ C$ 에서 1 시간 동안 열처리한 시편을 자화주파수 10 kHz 에서 리본의 길이방향으로 외부 자기장을 인가하여 측정된 고주파 자기이력 곡선이다. 열처리 온도가 $400^\circ C$ 일 경우 외부 자기장의 인가방향에 무관하게 거의 같은 $B-H$ 곡선을 보여주고 있다. 이는 앞서 언급된 X-선 회절 패턴에서 열처리 온도 $400^\circ C$ 에서 결정화 분율이 as-cast 시편과 비교할 때 크게 증가하지 않았고, 아울러 열처리 과정에서 인가한 외부 자기장에 관계없이 거의 같은 결정화 분율을 갖고 있기 때문인 것으로 해석된다(Fig. 7(a)). 한편, Fig. 7(b)-(d) 에서 알 수 있듯이 열처리 온도가 증가됨에 따라 측정된 $B-H$ 곡선은 열처리 과정 동안 인가해 준 외부 자기장의 방향에 의존하고 있음이 확인된다. 자화주파수 10 kHz 의 교류자기장 $H=10 A/cm$ 조건에서 최대자기유도는 열처리 온도 $400^\circ C \sim 550^\circ C$ 구간에서 1.3 T 로 측정되었으며, as-cast 시편의 최대자기유도에 비해 거의 2 배 증가되었음을 볼 수 있다. 이는 as-cast 시편이 낮은 교류자기장으로 포화에 이르지 않았기 때문이다. 아울러 보자력의 크기는 $400^\circ C$ 일 때 $0.56 A/cm$ 로서 열처리하기 전의 시편에 비해 50 % 감소하였으며, 열처리 온도가 증가할수록 감소하여 $500 \sim 550^\circ C$ 일 때에는 Co-기 비정질합금의 보자력의 크기[9]인 $0.14 A/cm$ 와 거의 같은 $0.1 A/cm$ 로 감소하였고 열처리온도 구간에서 최소의 값을 가졌다. 보자력 크기의 온도에 따른 감소는 결정화로 인한 잔류비정질의 감소, 시편의 제조과정에서 포함된 응력에 의한 이방성의 감소에 기인하여 자벽의 이동을 방해하는 pinning site 가 감소하기 때문인 것으로 사료되며, 폭방향으로 자기장을 인가하여 열처리한 시편에서 보자력 크기의 감소는 완만하게 일어나 $550^\circ C$ 에서 크게 감소하였다. 한편, $550^\circ C$ 이상의 높은 열처리 온도에서 보자력의 크기는 증가하였는데, 이 사실은 석출된 결정립이 크게 성장하고 아울러 결정자기 이방성이 큰 Fe-B 계의 석출이 자벽의 이동을 방해한 결과에 기인된 것으로 사료된다.

자화주파수 10 kHz 에서 측정된 $B-H$ loop 에서 계산된 각 시편의 각형비 (B_r/B_{max}) 의 열처리온도 및 인가 자기장의 방향 의존성을 Fig. 8 에 보였다. 열처리 온도 $400^\circ C$ 의 경우 각형비는 자기장의 인가 방향에 관계없이

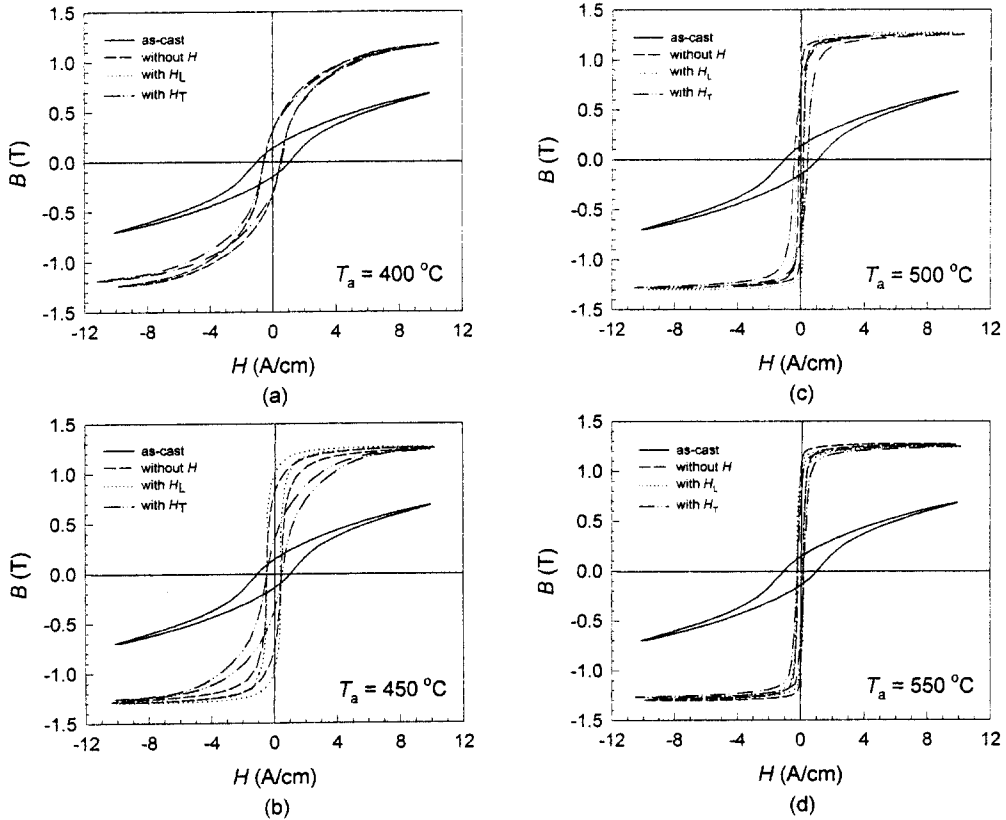


Fig. 7. The magnetic hysteresis loop under the magnetizing frequency of 10 kHz of annealed samples with /without external magnetic field ; annealed at (a) 400 °C, (b) 450 °C, (c) 500 °C and (d) 550 °C.

모두 0.4 이하로서 as-cast 시편의 각형비와 큰 차이를 보여주지 않았다. 이는 앞서 언급된 결정화 분율을 나타내는 Fig. 5 에서 알 수 있듯이 표면 결정화도는 as-cast 시편에 비해 수 % 정도밖에 증가되지 않았고, 이로 인해 as-cast 리본의 표면에 이미 석출되어 있는 초미세결정립이 시편의 길이방향으로 형성된 자화혼란축인 [011] 결정축이 큰 구동력을 갖고 결정격자를 구성하고 있기 때문인 것으로 판단된다. 열처리 온도를 높여 450 °C 이상이 될 때는 잔류 비정질의 결정화가 급속히 진전되며, 이때 시편은 완화가 일어나게 된다. 리본형 시편이 제조될 때 일반적으로 리본의 길이방향으로 응력에 의한 유도이방성을 갖게 되는데, 시편의 길이방향으로 외부 자기장을 인가한 경우는 시편 내부에 존재하는 응력의 감소와 함께 인가한 자기장이 리본 길이방향으로 일축이방성을 유도하여 180° 자구의 형성을 용이하게 해 줌으로써 자기장을 인가하지 않았을 때 보다 각형비가 증가하는 것으로 판단

된다. Yoshizawa 등[10]은 자기장 중에서 열처리한 시편에 대한 X-선 회절 및 투과전자현미경 분석 결과 석출

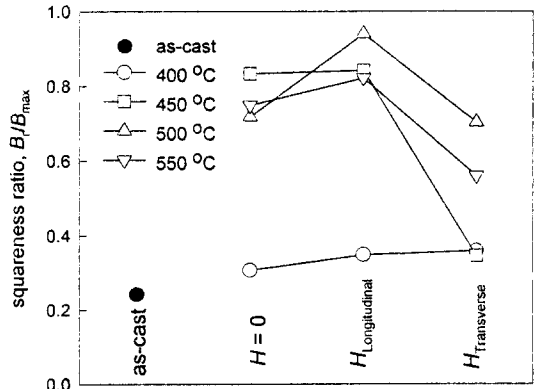


Fig. 8. Squareness ratio vs applied field direction with annealing temperature.

된 Fe-Si 결정립의 미세구조 및 방향성이 자기장을 인가하지 않고 열처리한 시편과 비교할 때 차이점을 확인할 수 없다고 보고하였다. 또한 폭방향으로 자기장을 인가하여 열처리한 시편의 각형비가 자기장을 인가하지 않은 시편의 각형비보다 작은 것은 초미세결정립 $FeCuNbSiB$ 합금에서 자기유도이방성의 근원이 일반적인 비정질합금이 나타내는 금속 자성원자와 반금속 원자 사이의 질서도(ordering) 에 기인되기 때문이라고 보고하였다. 본 연구에서 폭방향의 외부 자기장을 인가한 시편의 각형비는 자기장을 인가하지 않거나 리본의 길이방향으로 자기장을 인가한 시편의 각형비보다 크게 감소하였는데 이는 Yoshizawa 등과 Herzer [11]의 연구 결과와 거의 일치한다. 그러나, 앞서 언급된 Fig. 2, 3 및 4 에서 보여진 바와 같이 450 °C 및 500 °C 에서 열처리한 시편의 X-선 회절 패턴은 폭방향의 자기장을 인가될 때 길이방향으로 자기장을 인가한 경우와 자기장을 인가하지 않은 경우와는 명백히 다른 X-선 회절 패턴을 보여주었다. 이 사실은 폭방향의 자기장이 리본 표면의 결정화를 억제시킨 것으로 사료된다.

IV. 결 론

결정상과 비정질상이 as-cast 시편에 동시에 공존하는 $Fe_{73.9}Cu_{1.0}Nb_{3.5}Si_{14.0}B_{7.6}$ 합금에 대해 열처리 온도 및 외부 자기장의 인가 방향을 달리하여 열처리한 시편에 대한 X-선 회절 실험과 고주파 자기이력 곡선을 측정하여 분석한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 리본의 제조 과정에서 고온의 용융금속이 충분한 냉각속도를 얻지 못하고 냉각될 때 리본의 표면에 (400) 우선 방위를 갖는 Fe-Si 초미세결정립이 석출되었으며, 석출된 초미세결정립이 리본 길이방향으로 [011] 방향을 가지고 정렬되어 있음을 확인하였다.
2. 열처리 과정에서 외부 자기장을 인가하지 않거나 시편의 길이방향으로 외부 자기장을 인가한 경우는 열처리 온도가 450 °C 이상이 될 때 잔류 비정질에서 부가적인 결정화가 진행되어 Fe-Si 초미세결정립이 형성되나, 시편의 폭방향으로 외부 자기장을 인가한 경우는 500 °C 의 높은 온도에서도 시편의 표면에서는 부가적인 Fe-Si 초미세결정립의 석출을 확인할 수 없었으나, 시편을 5° 기울인 X-선 회절실험 결과 시편 내부는 Fe-Si 초미세결정립이 석출되었음을 확인하였다.
3. as-cast 시편의 자기이방성은 시편의 폭방향으로

정렬되어 있으며, 열처리 온도가 증가함에 따라 폭방향으로의 자기이방성은 크게 감소하였으며, 길이방향으로 외부 자기장을 인가한 경우 그 감소율은 더 크게 증가하였다. 폭방향으로 외부 자기장을 인가한 경우는 외부 자기장의 인가 방향으로 자화용이축이 형성됨으로써 리본의 길이방향의 자기이방성은 감소하였다.

4. 열처리온도가 400 °C 일 때 각형비는 as-cast 시편과 비교할 때 큰 차이를 보여주지 않았으나 450 °C 이상의 온도에서는 급격히 증가하였다. 자기장을 인가하지 않은 경우보다 길이방향으로 자기장을 인가한 경우의 각형비는 더 크게 증가하였으나 폭방향으로 자기장을 인가한 경우 각형비는 크게 감소하였으며, 그 효과는 450 °C 의 경우 가장 크게 나타났다.

감사의 글

본 연구는 한국과학재단의 인력양성지원 프로그램의 일환인 '97 국내 박사후 연수과정의 재정지원에 의해 이루어졌으며, 비정질리본을 제공하여준 (주)아모스에 감사합니다.

참 고 문 헌

- [1] Y. Yoshizawa and K. Yamauchi, *J. Mag. Soc. Jpn.*, **13**(2), 231 (1989).
- [2] 김재경, 신영남, 양재석, *한국자기학회지*, **5**(5), 864 (1995).
- [3] H. Matsumiya, T. Ichihara, S. Nakagawa and M. Naoe, *J. Mag. Soc. Jpn.*, **21**(S2), 549 (1997).
- [4] Y. Yoshizawa, K. Yamauchi, T. Yamato and H. Sugihara, *J. Appl. Phys.*, **64**(10), 6047 (1988).
- [5] M. El Ghannami, T. Kulik, A. Hernando, L. Fernandez Barquin, J. C. Gomez Sal, P. Gorria and J. M. Barandiaran, *J. Magn. Magn. Mater.*, **133**, 314 (1994).
- [6] H. Ahlers, A. Nafalski, L. Rahf, S. Siebert, J. Sievert and D. Son, *J. Magn. Magn. Mater.*, **112**, 88 (1992).
- [7] D. Craik, *Magnetism : Principles and Applications* (John Wiley & Sons, Chichester, England, 1995). Chap. 1.
- [8] P. Allia, M. Baricco, P. Tiberto and F. Vinai, *J.*

- Appl. Phys., **74**(5), 3137 (1993).
 [9] J. S. Yang, D. Son, Y. Cho and K. S. Ryu, J. Magnetics, **2**(4), 130 (1997).
 [10] Y. Yoshizawa and K. Yamauchi, IEEE Trans. Mag., **25**(5), 3324 (1989).
 [11] G. Herzer, J. Magn. Magn. Mater., **133**, 248 (1994).

Heat Treatment Effects of $\text{Fe}_{73.9}\text{Cu}_{1.0}\text{Nb}_{3.5}\text{Si}_{14.0}\text{B}_{7.6}$ Alloy with Imbedded Nanocrystalline Phase under Magnetic Field

J. S. Yang, D. Son and Y. Cho

Dept. of Physics, Hannam University, 133 Ojung-dong, Daeduk-gu, Tjejon, 300-791, Korea

(Received 15 December 1997, in final form 26 January 1998)

The crystallographic and high frequency characteristics of $\text{Fe}_{73.9}\text{Cu}_{1.0}\text{Nb}_{3.5}\text{Si}_{14.0}\text{B}_{7.6}$ soft magnetic alloys were investigated under the magnetic field annealing. As-cast ribbon with which already imbedded nanocrystalline Fe-Si phase on the surface have a preferred orientation with (400) plane to the surface and also with the [011] direction parallel to the ribbon length. The extra nanocrystalline Fe-Si phase appeared throughout at 450 °C in samples with or without the longitudinal magnetic field. However the formation of nanocrystalline phase does not appear on the surface layer until 500 °C annealing temperature under the transverse field. The crystallization fraction of annealed samples with longitudinal magnetic field is higher than that of samples without magnetic field. When the transverse magnetic field is applied, the crystallization fraction does not increase but decreases until 500 °C. However the crystallization of internal regions can be confirmed by X-ray diffraction measurement via tilting the sample. It was found that for all samples, the saturation induction were all same with 1.3 T. The coercive field of as-cast sample was 1.06 A/cm, but in annealed samples it decrease from 0.56 to 0.1 A/cm with increasing annealing temperature from 400 and 550 °C, respectively. The squareness of annealed samples under transverse magnetic field has a small value than that of both without field and with longitudinal field annealing.