

## 표면 절연층이 나노결정립 합금 리본의 자기적 특성에 미치는 영향

오영우\*

경남대학교 공과대학 신소재공학과, 경남 마산시 월영동 449, 631-701

(2007년 11월 20일 받음, 2007년 12월 20일 최종수정본 받음)

나노결정립 비정질 리본 표면에 졸-겔법에 의해 제조된  $TiO_2$  및  $SiO_2$  졸을 딥 코팅법을 이용하여 절연막을 형성시킴으로써 전기 비저항의 증가를 통한 고주파 손실을 제어하고자 하였다. 졸-겔법에 의한 슬러리 제조에서, 금속 알콕사이드의 혼합조건 및 절연층 형성용 슬러리의 제조조건을 확립하였고, 비정질 합금 리본 표면에 균일하고 우수한 접착력을 가지는 절연층을 형성시킬 수 있었다. 그리고 표면 절연층이 형성된 나노 결정립 합금 재료를 이용하여 제조한 자심재료는 전기 비저항의 증가로 인해 코어 손실을 약 40% 이상 감소시킬 수 있었다. 또한 표면 절연층을 형성시킨 자심재료를 이용하여 제조한 비접촉식 커플러는 코어 손실의 감소로 인해 삽입손실의 감소 효과가 나타났으며, 삽입손실의 감소효과는 주파수 증가에 따라 증가하였다.

**주제어** : 나노결정립 합금, 졸-겔법, 전기 비저항, 전력 손실, 비접촉식 커플러

### I. 서 론

전력선 통신(Power-line Communication, PLC)은 전력 공급용으로 설치된 전력선을 통신 매체로 수십 MHz 이상의 고주파 통신신호를 사용하여 데이터를 전송하는 기술로 저출력의 신호를 사용하기 때문에 일반 가전기기 작동에 영향을 미치지 않는 신기술이며, 최근 기술의 발달과 더불어 세계적으로 관심이 높아짐에 따라 이에 대한 연구 개발이 활발히 진행되고 있다. 또한 전력선 통신기술은 홈 네트워크나 전력 소비 감시, 제어 또는 인터넷 통신 등의 여러 응용분야에 적용되어 별도의 통신선을 사용하지 않고 초고속 통신망을 구축할 수 있기 때문에 향후 더욱 발전될 전망이다[1].

전력선 통신에서 핵심 부품인 커플러(Coupler)는 전력선에 필요한 통신 신호만을 선별하여 커플링을 해주는 역할을 담당하는 것으로써, 전력선 통신용 비접촉식 커플러에 사용되는 자심 재료는 페라이트 및 금속재료, 비정질 재료 모두 다양하게 응용되고 있지만 커플러의 특성을 만족시키기 위해서는 고주파 대역에서의 전력 손실의 제어가 요구된다. 즉 1.7~30 MHz 대역의 고속 전력선 통신을 위한 자심재료의 투자율 및 공진 주파수 등의 전자기적 특성은 30 MHz 이상의 대역에서도 우수하고 안정적으로 유지되어야 하며, 높은 투자율 및 자속밀도, 공진주파수뿐만 아니라 낮은 전력손실 값을 가져야 한다. 따라서 전력선 통신을 위한 커플러용 자심재료에서 페라이트의 경우 전력 손실은 낮고 공진 주파수는 높은 장점이 있는 대신 낮은 투자율과 자속밀도를 가지는 단점이 있고, 금속의 경우 높은 투자율과 자속밀도를 가지는 장점이 있지만

손실이 크고, 공진주파수가 낮은 단점이 있다[1, 2].

따라서 본 논문은 나노결정립을 생성시킨 높은 자기적 특성을 가지는 금속계 비정질 리본 표면에 절연층을 형성시켜 자기적 성질을 유지하면서 고주파 손실을 감소시키고자 한 것으로 비정질 리본 표면에 고저항의  $TiO_2$ 와  $SiO_2$  절연층을 졸-겔법으로 형성시켜 고주파 대역의 손실을 감소시켜 통신용 부품으로의 응용성을 향상시키고자 하였다.

### II. 실험 방법

본 연구에서는 나노결정립을 생성시킨 금속계 리본 표면에 졸-겔법에 의해 제조된  $TiO_2$  및  $SiO_2$  슬러리를 이용하여 절연막을 형성시켜 전기 비저항의 증가를 통한 고주파 손실을 제어하고자 하였다. 우선 비정질 리본의 표면개질을 위해 알콜, 아세톤 세정 및 UV lamp(파장영역 312~254 nm)와 산소 가스를 이용하여 표면의 젖음성(wettability)을 개선하였으며, 졸-겔법을 이용하여  $Si(OC_2H_5)_4$ ,  $Ti(OC_2H_5)_4$  두 종류의 알콕사이드에  $C_2H_5OH$ ,  $HNO_3$ 를 가수분해와 축중합 반응제로 사용하여 졸을 제조하였고, 이를 이용하여 딥 코팅(Dip coating)법(제조된 졸 용액에 비정질 리본을 이정한 속도와 시간동안 연속적으로 함침하는 방법)으로 절연막을 제조하였다.

딥 코팅 장비를 이용하여 점도별, 인장시간에 따라 비정질 리본에 0.1, 0.5, 0.7, 1.0  $\mu m$ 의 두께로 코팅한 후 상온 건조하였다. 또한 코팅된 비정질 리본은 내경 10 mm의 보빈에 감아 toroidal core를 제작하여 비정질 리본의 최적의 조건인 530  $^{\circ}C$ 에서 1시간 등온 열처리하여 나노결정이 형성된 자심 재료를 제조하였다. 열처리 후 코팅층의 상태와 코팅층의 두께를 FEG-SEM (전계방사형 전자주사현미경)을 이용하여 관

\*Tel: (055) 246-2696, E-mail: ceramoh@kyungnam.ac.kr

찰하였고, 코팅층의 전기 저항은 4 단계별로 측정하여 전기 비저항 값을 도출하였다. 비정질 리본의 투자율과 손실 특성은 B-H Analyzer(IWATSU SY-8232)를 이용하여 코팅하지 않은 toroidal core와 비교 분석하였다.

### III. 결과 및 고찰

Fig. 1은 Fe-Si-B-Nb-Cu계 비정질 합금의 열처리 전과 열처리 후의 미세구조를 나타낸 것으로써, 530 °C에서 1시간 동안 열처리한 후에 수 nm 이하 크기의 결정이 형성되었음을 확인할 수 있다. 이와 같이 나노결정이 형성된 비정질 합금은 투자율 및 자속밀도 등의 자기적 특성이 급격하게 증가하게 된다[1].

Fig. 2는 비정질 리본 표면에 절연층 코팅 시 줄의 젖음성을 알아보기 위해 리본의 앞면(roll)과 뒷면(surface)의 접촉각(Contact angle)을 측정한 것으로써, rolling 면과 surface 면

의 접촉각은 각각 약 33°와 40°로 나타났으며, rolling 면이 surface 면보다 작아 젖음성이 다소 우수하나 전체적으로는 접촉각이 높기 때문에 두 면 모두의 표면 개질을 통한 젖음성 특성을 향상시킬 필요가 있으므로 젖음성을 향상시키기 위해 아세톤과 에탄올 세정 그리고 UV lamp와 산소 가스를 흘려보낸 세 가지 조건으로 표면개질을 실시하여 젖음성을 측정하였으며, 그 결과를 (c), (d), (e)에 나타내었다. 아세톤과 에탄올 그리고 UV lamp/산소가스를 사용한 모든 표면개질 방법에서 약 20° 내외의 접촉각을 나타내어 젖음성이 향상된 것을 볼 수 있고, UV lamp 및 산소 가스를 사용한 경우 접촉각이 19.5°로 가장 우수한 젖음성을 나타내었다.

일반적으로 비정질 합금은 우수한 자기특성과 저손실 특성을 가지고 있으나 이 금속은 toroidal 코어를 적층할 때 가능한 점적물을 높이기 위하여 최대한의 장력 하에서 적층시키지 않을 수 없다. 이로 인해 리본간의 밀착도가 증가하면 층간 전기 저항이 감소하여 손실이 증가하게 된다. 따라서 전기 저항을 높여 주파수 증가에 따른 와전류 손실의 증가를 방지해야 고주파 대역의 통신 부품으로 응용할 수 있다. 그러므로 이러한 손실증가를 억제하기 위해서 절연막을 형성시켜야 하며 또한 점적물을 고려하여 절연막은 매우 얇아야 한다[3, 4].

Fig. 3은 비정질 리본 표면에 절연층을 코팅할 때, 줄의 점도에 따른 절연층의 두께 변화를 나타낸 것으로, 점도 증가에 따라 코팅 두께는 0.1 μm/cP의 비율로 선형적으로 증가하였고, 목표로 하는 절연층의 두께에 따라 자유롭게 선정할 수 있을 것으로 판단된다.

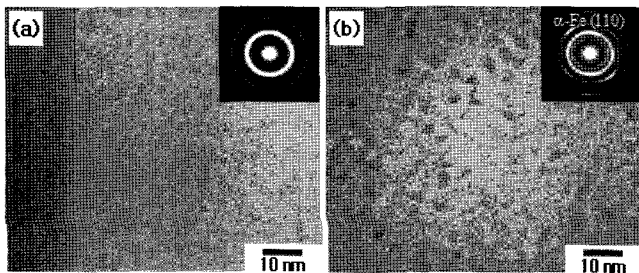


Fig. 1. Microstructure of amorphous alloy (a) before and (b) after heat treatment.

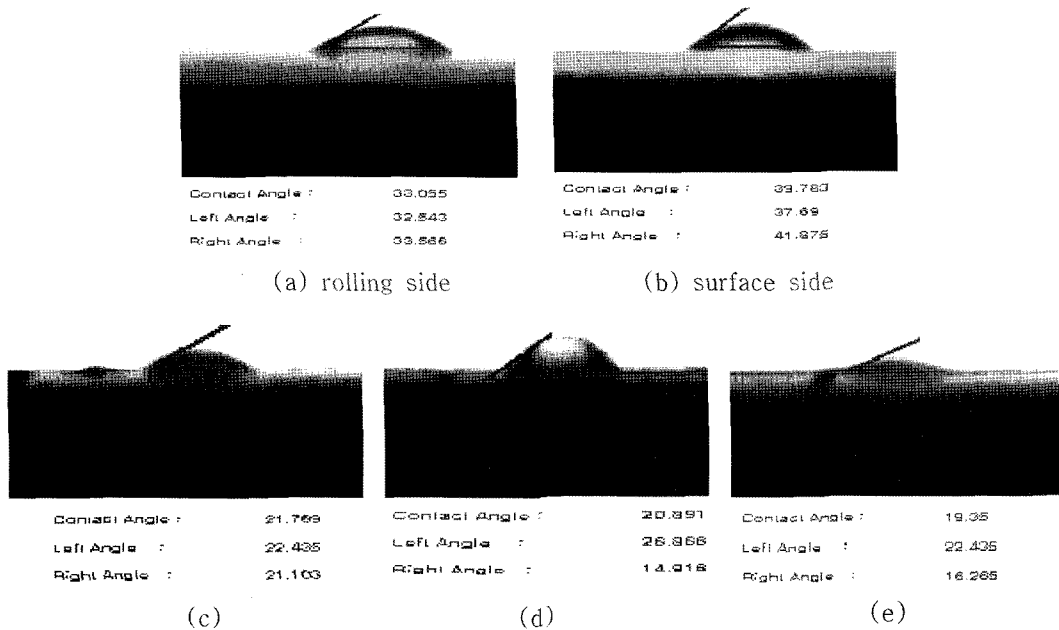


Fig. 2. Wettability of amorphous alloy ribbon (a, b) and effect of wettability angle by surface modification (c, d, e): (a) roll side (b) surface side (c) acetone washing, (d) ethanol washing, (e) UV lamp & O<sub>2</sub> gas.

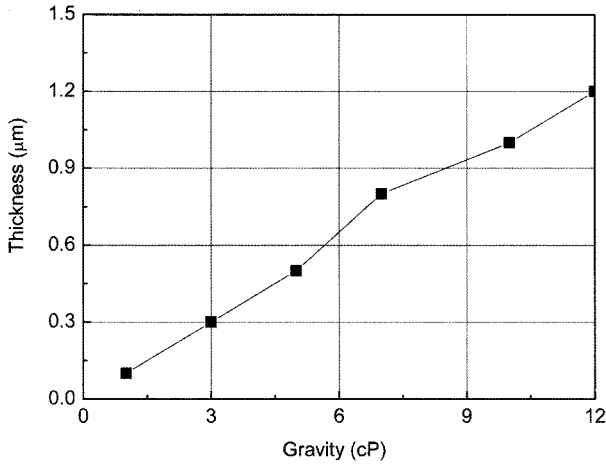


Fig. 3. Change of insulation layer thickness as a function of Sol viscosity.

Fig. 4는 점도 변화에 따른 절연층의 단면 미세구조를 FEG-SEM을 이용하여 관찰한 것으로 그림과 같이 비교적 양호한 절연층을 형성하였으나, 1 cP의 경우 표면의 불균일성이 보였으며, 10 cP의 경우는 절연층 단면의 불균일한 부분이 일부 나타났으나, 전체적으로 안정하게 비정질 리본의 표면에 접착되어 있는 것으로 판단되었다.

비정질 합금은 절연 코팅 이후에 열처리를 해야 하므로 코팅된 절연층은 고온에서도 안정한 물질이어야 한다. 본 연구에서 여러 성분의 금속 알콕사이드와 그 성분비와 점도를 변화시키면서 실험한 결과 실험 방법에 나와 있는 성분과 조성에서는 우수한 절연을 제조할 수 있었으며 우수한 절연막이 얻어졌다. 이 코팅물질을 사용하여 점도별로 dipping 한 후 wiping 처리함에 따라 코팅막이 100 nm~1.2 μm의 두께를 가진 균일하고 치밀한 막을 얻을 수 있었으며 고온 열처리 후에도 막의 박리나 열분해 현상이 나타나지 않았다.

Fig. 5와 Fig. 6은 표면층의 안정도를 확인하기 위해 AFM을 이용하여 절연층을 코팅 하지 않은 리본과 절연 코팅된 막의 표면 거칠기를 각각 관찰한 것이다. Fig. 5보다 Fig. 6

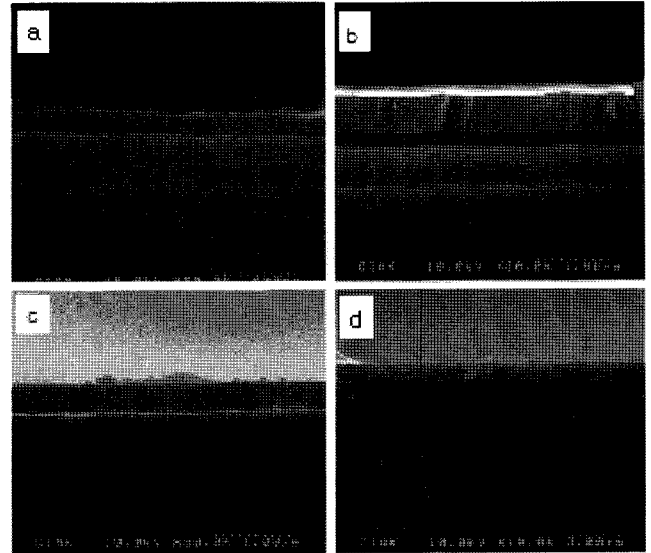


Fig. 4. Microstructure of amorphous ribbon insulated by sol-gel process. (a) 1 cP, (b) 3 cP, (c) 5 cP, (d) 10 cP.

의 표면 상태가 조금 더 거칠지만 2 nm 정도의 작은 편차를 가지므로 우수한 코팅특성을 나타낼 수 있었다. 절연 코팅 물질은  $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4 + \text{Ti}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ 의 2가지 금속 알콕사이드를 출발 물질로 하였는데, 이 물질들은 저온에서 물과 쉽게 반응하여 유기용매에 대한 용해도가 크고 휘발성이 커서 정제 및 용융이 쉬운 이점이 있고, 또한 시작 물질이 용액에서 작은 분자 상태에서부터 시작하여 막 형성이 이루어지기 때문에 균일한 코팅층을 얻을 수 있었다고 생각된다. 절연층 코팅 방법에 있어서도 spin coating, dip coating, spray coating, pour coating 방법들 중, 용액의 소모량이 다소 크다는 단점도 있으나 경제적이고, 다층 코팅도 가능한 dip coating 방법을 사용하였기 때문에 막의 균질성을 높이고 막 두께 조정을 용이하게 하였다.

Fig. 7은 코팅된 막을 상온에서 건조하고 열처리 한 후 EDS로 성분을 분석한 결과로서, 리본의 표면에서 Si와 Ti 성분이 검출되는 것을 볼 때, 코팅 물질의 주성분인 Si-Ti 절연

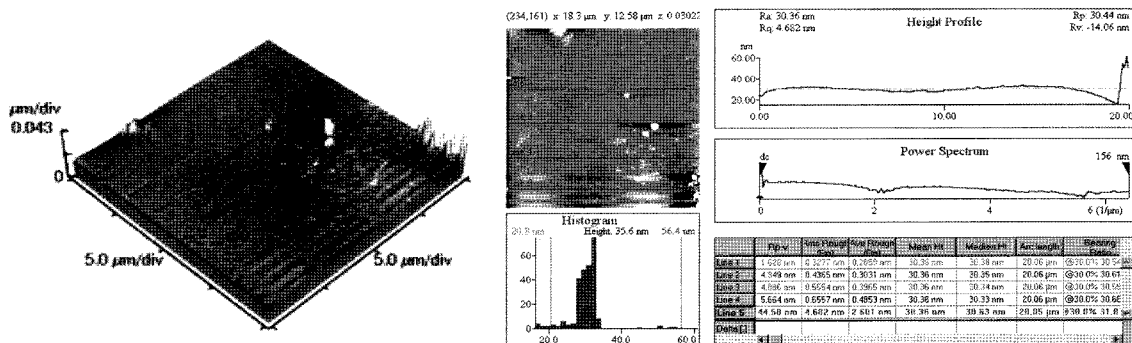


Fig. 5. AFM analysis of amorphous ribbon.

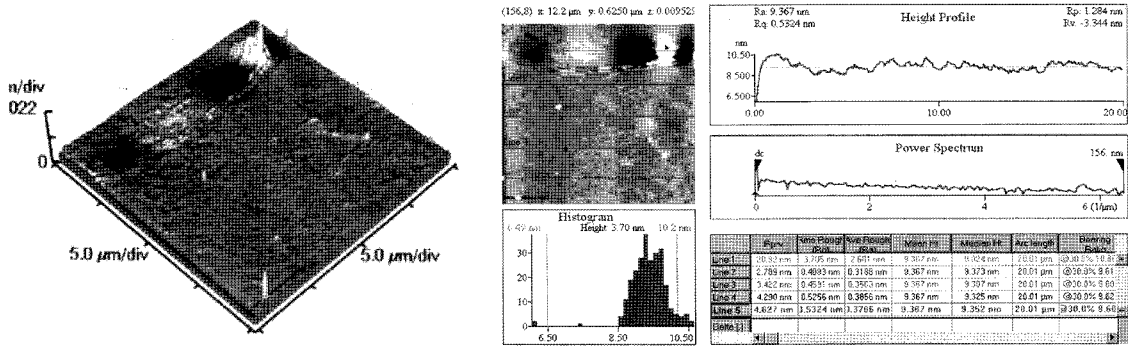


Fig. 6. AFM analysis of amorphous ribbon with surface insulating layer.

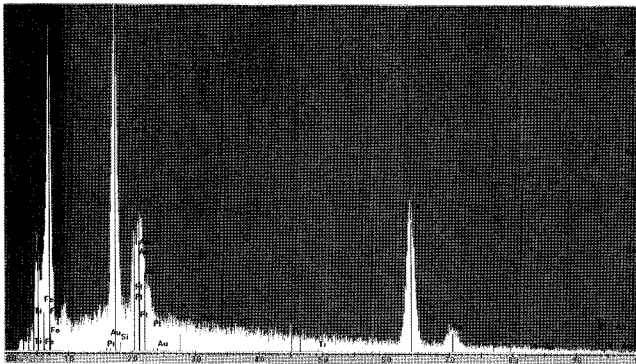


Fig. 7. EDS analysis of amorphous ribbon with surface insulating layer.

층이 형성되었음을 확인할 수 있고, 절연층의 형상은 Fig. 4에서 확인할 수 있다.

이러한 금속 알콕사이드계의 코팅 물질의 안정성은 줄-겔 반응에서의 온도와 습도를 20~25 °C와 70~80 %로 유지한 챔버를 사용하였고, 알콕사이드의 성질이 물과 잘 반응하므로 물의 양을 조절하여 가수분해와 축중합 반응의 교반 시간(1시간 30분)에 따른 화학적 조절에 의해 가수분해와 축중합반응에 의해 안정성이 이루어졌기 때문으로 판단된다.

Fig. 8은 4단자법에 의해 절연층이 코팅된 비정질 리본의 절연저항을 측정된 결과를 나타낸 것으로, 절연층이 형성되지 않은 비정질 리본에 비해 줄의 점도 증가에 따라 표면 전기 비저항이 급격히 증가하였으며, 점도가 5 cP 이상에서는 비저항의 증가율이 감소하여 약 10<sup>4</sup> Ωcm에 수렴되었다. 이는 줄의 점도 증가에 따라 절연층의 밀도가 증가함으로써 비저항이 증가한 것이며, 5 cP 이상에서는 절연층의 밀도가 균일하게 유지되어 비저항의 증가율이 저하하고 결국 일정한 값으로 수렴하기 때문이다. 그리고 고주파용 자심재료로 응용되기 위한 비저항은 점도가 1 cP 이상인 모든 줄의 조건으로 제조될 수 있음을 알 수 있었다.

이와 같은 전기 비저항의 증가는 고주파 대역에서 이용되

는 코어에 있어, 코어 손실을 감소시켜 고주파 대역의 특성 안정성을 확보하기 위한 방법으로 응용될 수 있다. 코어 손실은 식 (1)과 같이 히스테리시스 손실과 와전류 손실 그리고 잔류 손실의 합으로 표현되는데, 특히 와전류 손실은 주파수 증가에 따라 급격히 증가하여 가장 큰 비중을 차지하므로, 고주파용 전자기 부품으로 응용되는 경우에는 이에 대한 제어가 필요하다.

$$\tan \delta = \tan \delta_h + \tan \delta_e + \tan \delta_r \quad (1)$$

$\tan \delta$  : 코어 손실(Core Loss)

$\tan \delta_h$  : 히스테리시스 손실(Hysteresis Loss)

$\tan \delta_e$  : 와전류 손실(Eddy Current Loss)

$\tan \delta_r$  : 잔류 손실(Residual Loss)

한편, 와전류 손실은 식 (2)에 나타난 것과 같이, 주파수와 재료의 두께에 비례하고, 재료의 전기 비저항에 반비례함을 알 수 있다. 즉 응용하고자 하는 재료의 선택과정에서, 기본적으로 전자기적 특성을 위해서는 높은 투자율의 재료를 선택해야 하므로, 재료의 전기 비저항을 증가시키는 것이 가장 올바른 방법이라고 할 수 있다.

$$\tan \delta_e = \frac{\pi \cdot d^2 \cdot \mu \cdot f}{c \cdot \rho} \quad (2)$$

$d$  : 재료의 두께(m)

$\mu$  : 투자율(Permeability)

$\rho$  : 전기 비저항(Resistivity, Ωm)

$f$  : 주파수(Frequency, Hz)

$c$  : 상수(Constant)

따라서 Fig. 8에 나타난 결과를 볼 때, 1.7~30 MHz 대역에서 사용되는 비접촉식 커플러용 비정질 코어의 전기 비저항의 증가는 코어의 손실 감소효과에 의해 고주파 대역에서의 신호 전송 특성을 향상시킬 수 있을 것이라 판단된다.

Fig. 9는 본 연구에서 확립된 절연층 코팅 조건으로 비정질

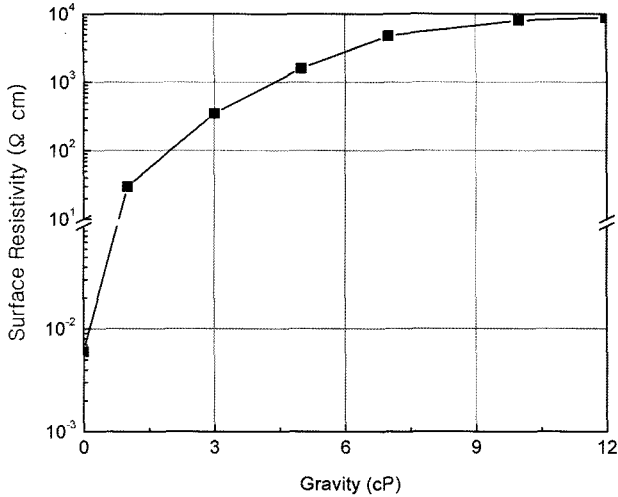


Fig. 8. Resistivity of amorphous ribbon as a function of viscosity.

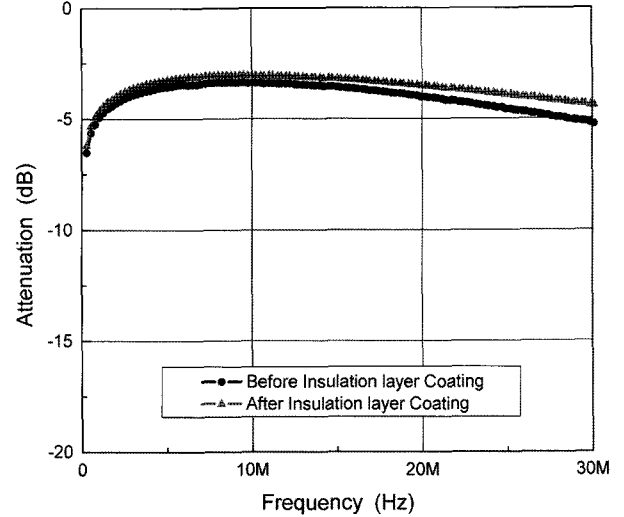


Fig. 10. Insertion loss of inductive coupler using the insulated magnetic core.

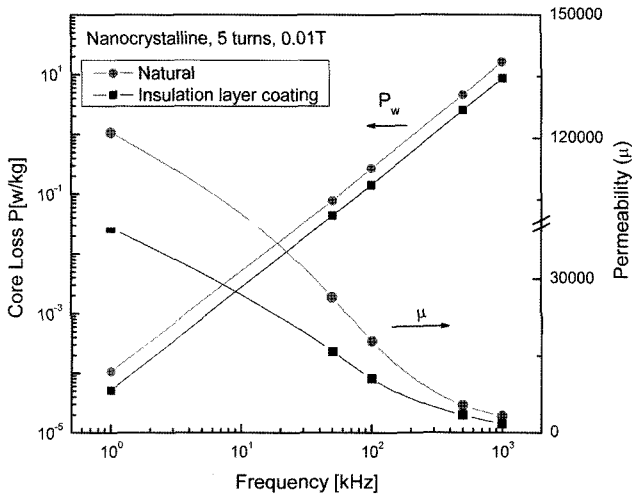


Fig. 9. Permeability and power loss of magnetic core with surface insulating layer.

리본 표면에 절연층을 형성시킨 후 530 °C에서 1시간 동안 열처리한 자심재료의 투자율 및 코어 손실을 측정된 결과를 나타낸 것이다. 식 (2)와 Fig. 8의 결과와 같이 절연층 형성에 의해 전기 비저항의 증가로 인해 자심재료는 저주파뿐만 아니라 고주파에서 손실이 40% 이상(100 kHz 기준) 저하되었다. 그러나 투자율 특성은 절연막 형성에 의해 상당히 감소하였는데, 이는 비정질 리본과 Si-Ti계 산화물 막과의 열팽창 계수 차이에 의한 내부 스트레스가 남아있기 때문이라 생각되며, 향후 어닐링에 의한 내부 스트레스 제거 방법과 같은 추가 연구가 필요하다.

이와 같은 결과를 볼 때, 본 연구에서 이루어진 비정질 재료 표면의 Ti-Si계 산화물 절연막의 형성은 비접촉식 커플러용 자심재료와 이를 이용하여 제조한 비접촉식 커플러의 특

성 향상에 기여할 수 있을 것으로 판단된다.

Fig. 10은 표면 절연층이 형성된 비정질 재료를 이용하여 제조한 전력선 통신용 비접촉식 커플러의 삽입손실( $S_{21}$ ) 특성을 나타낸 것인데, 절연층이 형성되지 않은 비정질 리본을 이용하여 제조한 코어와 비교할 때, 비저항 증가에 의한 코어 손실 감소효과로 인해 주파수 증가에 따라 삽입손실의 감소 효과가 증가하고 있음을 알 수 있다. 비접촉식 커플러의 삽입손실 특성은 식 (3)의 인자에 의해 제어될 수 있는데, 인덕턴스는 전체적인 손실 범위에 영향을 미치고, 결합계수와 코어손실은 고주파 대역의 삽입손실 특성에 많은 영향을 미치게 된다. 따라서 비저항 증가에 의해 코어손실이 감소하여, 비접촉식 커플러의 고주파 대역에서 삽입손실이 감소하였음을 확인할 수 있으며, 이는 고주파 대역에서의 신호전송 특성을 보다 향상시킬 수 있다고 판단할 수 있다.

$$Loss(S_{21}) \propto \frac{\tan \delta}{L \cdot K_p} \quad (3)$$

$Loss(S_{21})$  : 삽입손실(Insertion Loss)

$\tan \delta$  : 코어 손실(Core Loss)

$L$  : 인덕턴스(Inductance)

$K_p$  : 결합계수(Coupling Factor)

#### IV. 결 론

수 nm의 크기를 가지는 결정이 형성된 결정질 비정질 리본 표면에 졸-겔법에 의해 제조된  $TiO_2$  및  $SiO_2$  졸을 딥 코팅법을 이용하여 절연막을 형성시킴으로써 전기 비저항의 증가를 통한 고주파 대역의 코어 손실을 제어하고자 하였다. 졸-

겔법에 의해 제조된 슬러리를 이용한  $TiO_2$ 와  $SiO_2$  산화물 절연층 코팅을 통해 금속 알콕사이드의 혼합조건 및 절연층 형성용 슬러리의 제조조건을 확립하였고, 비정질 리본표면에 균일하고 우수한 접착력을 가지는 절연층을 형성시킬 수 있었다. 표면 절연층이 형성된 비정질 재료를 이용하여 제조한 자심재료는 전기 비저항의 증가로 인해 코어 손실을 약 40% 이상 감소시킬 수 있었고, 이 자심재료를 이용하여 제조한 비접촉식 커플러는 코어 손실의 감소로 인해 삽입손실의 감소 효과가 나타났으며, 이 삽입손실의 감소효과는 주파수 증가에 따라 증가하였다.

### 감사의 글

본 연구는 2005년도 경남대학교 학술진흥연구비 지원으로 수행되었습니다.

### 참고문헌

- [1] 김종령, 김현식, 오영우 외, 한국자기학회지, **16**(6), 300 (2006).
- [2] 안용운, 김종령, 오영우, 한국자기학회지, **13**(6), 246 (2003).
- [3] B. K. Min and H. S. Kim, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, **248**(1), 1 (2002).
- [4] J. S. Song, B. K. Min, and H. S. Kim, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, **234**(3), 494 (2001).

## The Effects of Surface Insulation Layer on the Magnetic Properties of Nanocrystalline Alloy Ribbons

Young-Woo Oh\*

*Kyungnam University, 449, Wolyoung-dong, Masan, Gyeongnam 631-701, Korea*

(Received 20 November 2007, in final form 20 December 2007)

High frequency loss property of nanocrystalline amorphous ribbon with a high resistivity insulation layer of  $TiO_2$  and  $SiO_2$  was studied. The insulation layer was fabricated by sol-gel method using dip-coating. The optimum composition ratio of metal alkoxide and slurry for fabrication of insulation layer was established and insulation layer with high adhesion was coated on the nanocrystalline amorphous ribbon. Frequency loss of magnetic core material manufactured on nanocrystalline amorphous ribbon with the surface insulation layer decreased over 40% compared with that of magnetic core material without surface insulation layer. The insertion loss of an inductive coupler, which was prepared by using magnetic core material coated insulation layer, decreased due to reduction of frequency loss for magnetic core material and insertion loss decreased in proportion to frequency.

**Keywords :** nanocrystalline alloy, sol-gel method, resistivity, power loss, inductive coupler