

## Fe<sub>73.5</sub>Cu<sub>1</sub>Nb<sub>3</sub>Si<sub>13.5</sub>B<sub>9</sub> 나노결정구조 합금 분말코어의 자기적 특성에 미치는 인산아연 피막처리효과

(Effects of the Zn-phosphate coating on magnetic properties of Fe<sub>73.5</sub>Cu<sub>1</sub>Nb<sub>3</sub>Si<sub>13.5</sub>B<sub>9</sub> nanocrystalline alloy powder cores)

장대호<sup>1,3\*</sup>, 노태환<sup>1</sup>, 최광보<sup>2</sup>, 김운배<sup>3</sup>, 김광윤<sup>3</sup>

<sup>1</sup>안동대학교 신소재공학부, <sup>2</sup>(주)창성 중앙연구소, <sup>3</sup>한국과학기술연구원

### 1. 서론

최근 종래의 연자성 재료보다 우수한 자기적 특성을 지닌 Fe계 나노결정 합금이 보고되면서 이를 사용하여 고주파 대역에 대응하기 위한 분말코어를 제조하고자 하는 연구가 이루어지고 있다[1, 2]. 우수한 연자성 특성을 지닌 Fe<sub>73.5</sub>Cu<sub>1</sub>Nb<sub>3</sub>Si<sub>13.5</sub>B<sub>9</sub> 나노결정립 합금 분말에 절연성을 부가하기 위해서 지금까지는 절연체를 첨가하여 혼합하는 경우가 일반적이었다[3]. 분말코어의 자기적 특성은 자성분말 뿐만 아니라 자성분말간의 전기적 절연성에도 크게 의존을 하므로, 본 연구에서는 Fe<sub>73.5</sub>Cu<sub>1</sub>Nb<sub>3</sub>Si<sub>13.5</sub>B<sub>9</sub> 나노결정립 합금 분말에 절연성을 부여하기 위해 기존에 잘 알려진 인산아연 피막처리를 통하여 상기의 합금분말에 대해 절연코팅을 실시하였다. 인산염 피막처리중 가장 대표적인 인산아연 피막처리는 현재 방식 및 금속도장하지용, 전자제품의 금속착색용 등 광범위한 분야에 사용되고 있는데, 철에 대한 피막처리 후에 금속표면상에는 주로 Hopeite [Zn<sub>3</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>·4H<sub>2</sub>O]와 Phosphophyllite [Zn<sub>2</sub>Fe(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>·4H<sub>2</sub>O]가 생성되는 것으로 알려져 있으며, 이러한 피막층은 중성환경에서 안정하고, 전기전도도가 없는 화합물이며, 내식성, 내고온 산화성을 향상시키는 효과를 수반하는 것으로 보고되고 있다[4, 5]. 본 연구는 이와같은 화학반응을 통해 자성분말의 표면을 절연처리 함으로써 향상된 자기적 특성의 분말코어를 얻고자 하는데 목적이 있다.

### 2. 실험 방법

나노결정립 자성합금을 얻기 위해 먼저 두께 약 20 $\mu$ m의 비정질 합금 리본을 석영관에 넣고 무유도 권선로를 사용하여, 550 $^{\circ}$ C에서 1시간 동안 진공열처리 하였다. 그 후 열처리된 분말은 로터밀을 이용해 분쇄되었으며, 밀링 시 가해진 응력제거를 위해 다시 한번 460 $^{\circ}$ C에서 30분간 진공열처리 되었다. 분말은 체(sieve)를 사용하여 입도별로 분급하였으며, 분급된 분말 중 45 $\mu$ m 이하 입도의 분말과 45~75 $\mu$ m 입도 분말을 1:1의 비율로 혼합하였다. 분말의 인산아연 피막처리를 위해 인산아연 처리액을 반응조에 넣어 적정온도를 유지시켰다. 이후 피막 형성을 돕기 위해 촉진제(산화제)를 소량 첨가하였으며, 준비된 합금분말을 반응조에 넣어 일정시간동안 반응시켰다. 이렇게 피막처리된 합금분말을 수세 및 가열 건조한 후, 18 ton/cm<sup>2</sup>의 압력을 사용하여 트로이드형 코어로 냉간 성형하였으며, 제조 시 가해진 응력제거를 위해 1시간동안 질소분위기중에서 열처리 하였다.

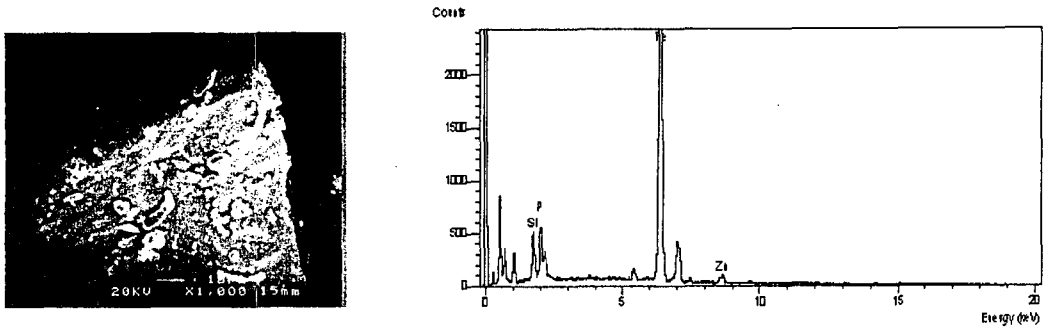
분말코어의 자기적 특성으로는 실효투자율과 품질계수, 자심손실 및 직류 바이어스 특성 등을 Impedance Analyzer (Agilent 4295A)와 B-H analyzer를 사용하여 측정하였으며, 주사전자현미경(SEM)과 에너지 분산형 X선 측정기(EDS)를 이용해 분말표면의 절연상태와 표면 정성분석을 하였다.

### 3. 실험결과 및 고찰

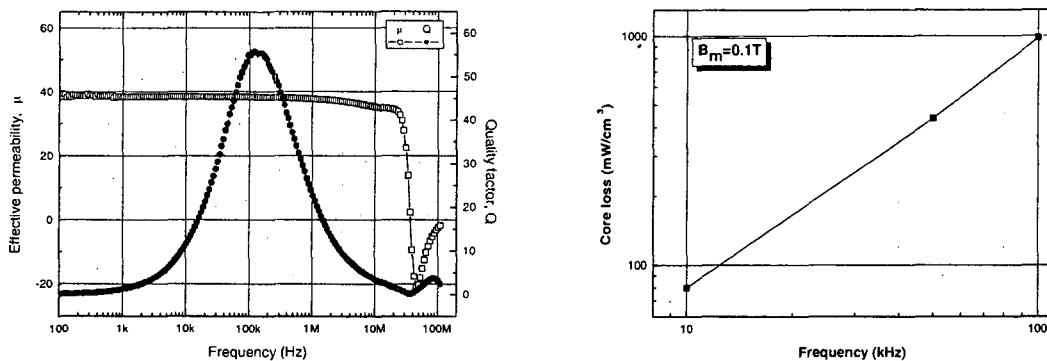
나노결정립 합금분말에 대해 인산아연 피막처리를 한 후 분말 표면의 코팅상태를 SEM으로 관찰하였다[그림.1(a)]. 분말표면상에 백색의 피막층이 분말 전체에 걸쳐 형성된 것으로 보이며, 그림 1. (b)의 EDS 정성분석 결과에서 보여주는 것처럼, 분말표면상에 인산아연 피막처리 생성물의 주성분인 Zn이나 P 등이 분포하는 것을 알 수 있다.

그림 2에서는 제조된 나노결정립 합금 분말코어의 실효투자율, 품질계수 그리고 자심손실의 자기적 특성을 나타내었다. 그림 2 (a)는 분말코어의 실효투자율과 품질계수를 주파수별로 나타내었는데, 실효투자율이 약 40 정도이며 2 MHz까지 비교적 일정하게 유지됨으로써 우수한 고주파 특성을 나타내었고, 100 kHz에서 55 정도의 품질계수를 보여주었다. 한편 자심손실은 50 kHz-0.1 T의 조건에서 약 460 mW/cm<sup>3</sup>의 값을 나타내었다[그림.2(b)].

이러한 결과는 특정 절연체의 첨가없이 인산아연 피막처리에 의해 형성된 표면의 피막 생성물에 의해 나노결정립 합금분말이 전기적으로 절연될 수 있음을 확인시켜주고 있으며, 양호한 투자율의 주파수 의존성과 자심손실등도 얻을 수 있는 것으로 판단된다.



(a) (b)  
 Fig 1. SEM micrographs(a) and X-ray qualitative analysis(b) of the Zn-phosphate coated nanocrystalline alloy powder



(a) (b)  
 Fig 2. Frequency dependence of effective permeability and quality factor (a) and core loss (b) for nanocrystalline alloy powder cores. Zn-phosphate coated powders are used for making cores.

#### 4. 참고문헌

- [1] G. H. Kim, T. H. Noh, G. B. Choi, K. Y. Kim, J. Appl. phys., 93(10), 7211(2003)
- [2] H. Y. Choi, S. J. Ahn, T. H. Noh, Phys. Stat. Sol. (a)201, No.8, 1879-1882(2004)
- [3] 노태환, 최혁열, 한국자기학회지, Vol. 14. No. 5 (2004), pp. 186-191
- [4] 이길웅, 한국고분자학회, 제4회 도료와 도장기술 세미나 (1984), pp.1-29
- [5] 박찬섭, 대한금속학회지, Vol. 8. No.4 (1995), pp. 412-418