

이단 냉각열처리에 의한 Co계 비정질 합금의 연자기 특성 향상

양재호* · 김만중* · 정연춘 · 김윤배

한국표준과학연구원 자기그룹
대전광역시 유성구 도룡동 1번지, 305-600

김택기

*충남대학교 금속공학과
대전광역시 유성구 궁동 220번지, 305-764

(1999년 11월 1일 받음, 2000년 1월 10일 최종수정본 받음)

Co계 비정질합금을 400~460 °C에서 열처리 한 후 냉각조건에 따른 자기특성의 변화를 조사하였다. 420 °C에서 30분 열처리 한 뒤 큐리점까지 냉각 후 수냉 시킨 경우 초투자율이 수냉 또는 노냉 했을 때보다 60~100 % 정도 증가했다. 냉각속도에 따른 자기적 특성 변화를 내부응력 및 이온쌍의 규칙도(ordering) 관점에서 고찰하였다.

I. 서 론

전자기장은 집적화 된 전자장비의 오작동 및 미세자기 정밀 측정 시 잡음을 발생시키므로 전자기파 차폐가 중요 시되고 있다. 고주파 자기장의 경우 구리나 알루미늄 같은 전도성 합금을 이용한 차폐가 이루어지나 수십 kHz이하의 저주파 자기장인 경우 고투자율 연자성 재료에 의한 차폐가 효과적이다[1]. 연자성 비정질 합금은 리본형으로의 대량생산이 용이하고 높은 투자율을 갖고 있으며 스테인레스(stainless steel)에 필적하는 내식성이 있어 저주파 자기 차폐재료의 활용이 연구되고 있다[2].

비정질 합금을 적정조건에서 열처리하여 초미세결정립을 형성시키면 포화자화와 투자율등의 연자기 특성이 향상된다. 이때 형성된 초미세결정립은 국부적인 영역내에 강한 교환작용(exchange coupling)을 일으켜 유효 결정자기이방성이 줄어들고 초미세결정립과 잔류비정질의 상반된 자기변형 값에 의해 전체적인 자기변형은 감소한다. Co계 비정질합금을 결정화 온도이하의 온도에서 열처리에 의하여 내부 잔류응력을 감소시키고 비정질기지에 초미세결정립을 생성시켜 투자율을 향상시킬 수 있다[3,4]. 이와 같이 비정질합금을 열처리하고 냉각방법을 조절함으로써 초미세결정립의 형성과 연자기 특성의 향상을 기대할 수 있다.

본 연구에서는 저주파 자기장 차폐를 위한 고투자율 Co계 비정질합금을 이중 냉각방법으로 열처리한 후 자기특성을 조사하였고 최적의 연자기적 성질을 얻기 위한 조건

을 확립하였다.

II. 실험방법

METGLAS 2714A($\text{Co}_{66}\text{Fe}_4\text{Ni}_1\text{B}_{14}\text{Si}_{15}$) 비정질합금(두께 15.2 μm , 폭 25.4 mm 및 길이 70 mm)을 400~460 °C로 미리 가열된 열처리로에 넣고 $\sim 10^{-6}$ Torr의 진공분위기에서 10~180 분간 유지하였다. 그 후 냉각조건을 수냉(WQ), 노냉(FC), 250 °C까지 노냉 후 수냉(F&W)으로 변화시켰고 자성측정을 위해 직경 21 mm의 석영관에 토로이드형태로 감았다. 초투자율(μ)은 Impedance / Gain-Phase analyzer (HP4194A)를 이용해 측정하였고 항자력(H_c)은 0.1 Oe의 자장 중에서 B-H loop Analyzer(Iwatsu SY-8232)를 이용하여 측정하였다. 결정화 된 시료의 미세조직 및 상분석에는 Cu-K α 선에 의한 X-선 회절시험기 및 투과전자현미경을 이용하였다.

III. 실험결과 및 고찰

Fig. 1은 열처리온도와 냉각조건에 따른 초기 상대투자율의 변화를 나타낸 것이다. 초기상대투자율은 열처리 온도의 증가에 따라 420 °C까지 증가 후 감소하는 경향을 나타낸다. 열처리에 의한 초기상대투자율의 향상은 비정질 기지에 초미세결정립 생성되었기 때문으로 사료된다.

초미세결정립에 의한 초기상대투자율의 증가는 Herzer[5] 등이 제시한 이방성 분산모델(초미세 결정립의

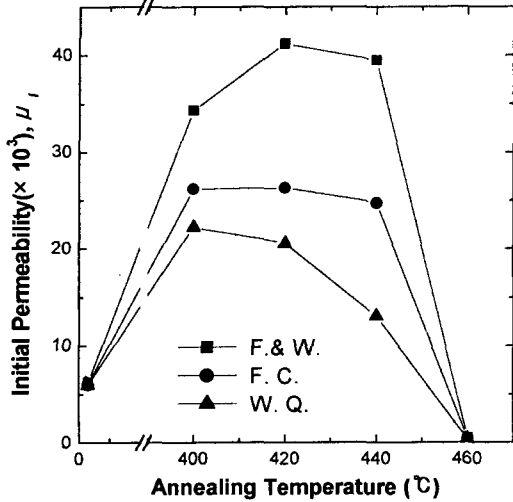


Fig. 1. Initial permeability of METGLAS 2714A as a function of annealing method. Specimens were annealed at each temperature for 30 minutes.

크기와 보자력 및 투자율과의 상관관계에 대해 적용)에 의해 설명될 수 있다. 이 이론에 의하면 초미세 결정구조에서 결정자기이방성의 크기 및 보자력은 결정립크기(D)의 6 제곱(D⁶)에 비례하고 투자율은 반비례한다. 한편, 440°C 이상의 열처리에서는 온도증가에 따라 초기상대투자율이 감소하였는데 이는 온도증가에 의한 결정립 성장에 기인하는 것으로 판단된다.

등온열처리 후 냉각조건에 따른 초기상대투자율은 전 온도구간에서 수냉(W.Q) < 노냉(F.C) < 노냉 후 수냉(F&W)의 경향을 보였다. W.Q가 F.C보다 초기상대투자율이 낮은 원인은 열응력이 발생했기 때문인 것으로 사료된다. 시료 내에 축적된 응력은 국부적으로 자기이방성을 발생시켜 연자기 특성을 열화시킨다. 또한 F&W가 F.C보다 초기투자율이 증가하였는데 이는 등온열처리 후 노냉에 의해 열응력이 발생하지 않았고 250°C에서 수냉하여 큐리점(T_c: 225°C)이하의 영역을 급속히 통과하므로써 자기적 이온쌍의 규칙화(ordering)가 억제되었기 때문이다 [6,7].

비정질 합금을 등온열처리 한 후 서냉 하면 큐리점 영역 통과 시 자구는 반자장에 의해 유도되는 방향으로 분포되고 이는 또한 국부적인 자기 이방성을 발생시킨다. 결과적으로 국부적인 유도자기 이방성은 자력을 고착시키므로 항자력은 증가하고 투자율은 감소한다. 그러나 큐리점 영역을 빠르게 통과하면 규칙화에 의해 유도되는 자기이방성을 감소시킬 수 있으므로 초기투자율은 향상된다.

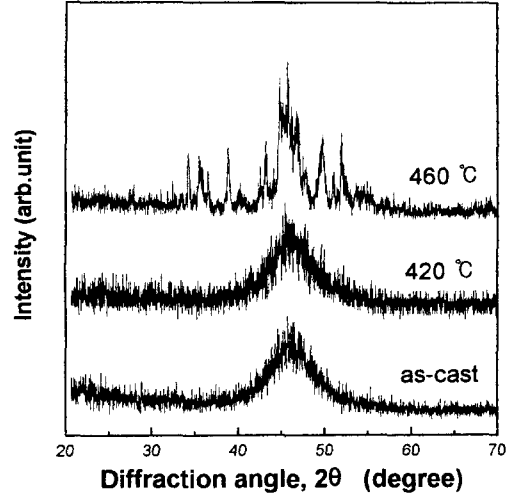


Fig. 2. X-ray diffraction patterns of as-cast and annealed specimens.

Fig. 2는 열처리온도에 따른 X선 회절 패턴이다. 비정질시료와 420°C에서 열처리한 시료는 폭 넓은 피크를 가지는 회절 패턴을 보였다. 그러나 460°C에서 열처리한 시료는 결정상 형성에 의해 날카로운 피크를 갖는 회절 패턴을 나타내었다.

Fig. 3은 TEM의 ring pattern 분석결과이다. 420°C에서 열처리한 시료는 X선 회절 패턴 분석결과 비정질상과 유사했지만 TEM의 ring pattern 분석을 통해 초미세결정립 생성을 확인 할 수 있었다. 위의 Fig. 2 및 Fig. 3은 온도증가에 따른 비정질합금의 초미세 결정립 형성과 결



Fig. 3. Electron diffraction pattern of METGLAS 2714A alloy annealed at 420 °C by F&W method.

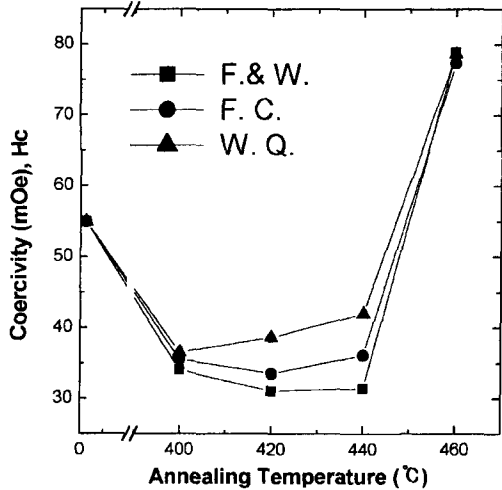


Fig. 4. Coercivity of METGLAS 2714A as a function of annealing method. Specimens were annealed at each temperature for 30 minutes.

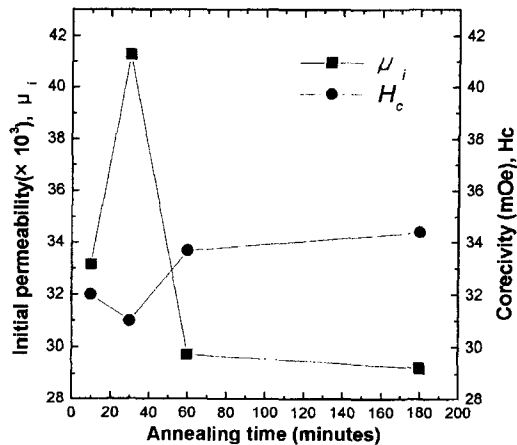


Fig. 5. Initial permeability and coercivity of METGLAS 2714A as a function of annealing time.

정립 성장을 잘 나타내고 있고 이는 Fig. 1에서의 초기상 대투자율 변화와도 잘 일치한다.

Fig. 4는 열처리온도 및 냉각조건에 따른 항자력을 나타낸 것이다. 열처리 전의 항자력은 55 mOe 정도였지만 초미세 결정립이 생성된 구간에서는 30~40 mOe 정도의 값을 가졌다. 420 °C에서 F&W 했을 때 최소의 값 ($H_c = 31$ mOe)을 가졌으며 460 °C에서는 78 mOe까지 급격히 상승하였다. 이는 Fig. 1과도 잘 일치한다.

Fig. 5는 열처리시간에 따른 초기투자율 및 항자력의 변

Table I. Initial permeability and coercivity of METGLAS 2714A by cooling condition. Specimens were annealed at 420 °C for 30 minutes.

	WQ	FC	F&W
μ_i	21,000	26,000	41,000
H_c (mOe)	38.6	35.5	31.0

화를 나타낸 것이다. 30 분간 열처리했을 때 최적의 연자기 특성을 얻었고 시간이 증가함에 따라 점차 감소하는 경향을 보였다. 이는 30 분 이하의 열처리 시간에서는 초미세 결정립이 비정질 기지에 고르게 분포되지 않았고 30 분 이상의 열처리에서는 시간이 증가함에 따라 결정립 크기가 증가했기 때문으로 사료된다.

Table I에 METGLAS 2714A의 냉각조건에 따른 초기 투자율과 항자력의 변화를 정리하였다. 420 °C에서 30 분간 등온열처리 후 F&W로 이단 냉각시킨 시료의 경우 최적의 연자기 특성 ($\mu_i = 41000$, $H_c = 31$ mOe)을 나타내었다.

IV. 결 론

METGLAS 2714A 비정질 합금을 진공열처리 후 냉각 조건에 따른 연자기적 성질을 조사하였다. 큐리점인 250 °C까지 노냉(FC) 후 상온까지 수냉(WQ) 시킨 경우, 최고의 연자기적 특성 ($\mu_i = 41000$, $H_c = 31$ mOe)을 나타냈다. 이는 노냉 또는 수냉시킨 시료보다 60~100 % 정도 상승된 투자율 값이며 고온에서의 노냉이 열응력을 발생시키지 않았고 저온영역에서의 수냉이 자기적 이온쌍의 규칙화를 억제하였기 때문으로 판단된다.

참고문헌

- [1] A. J. Mager., IEEE Trans. Magn., 6(1), 67(1970).
- [2] V. O. Kelha, G. Peltonen, B. Rantala, IEEE Trans. Magn., 16(4), 575(1980).
- [3] C. S. Tasi, W. J. Yang, M. S. Leu, C. S. Lin, J. Appl. Phys., 70(10), 15(1991).
- [4] G. Buttino, A. Cecchetti, M. Poppi, J. Magn. Magn. Mater., 172, 147(1997).
- [5] G. Herzer, J. Magn. Magn. Mater., 157, 133(1996).
- [6] P. Garcia-Tello, N. Murillo, Gonzalez, E. Amano, R. Valenzuela, J. M. Gonzalez, J. Magn. Magn. Mater., 203, 211(1999).
- [7] 김원태, 장평우, 이수형, 한국자기학회지 7(4), 180(1997).

Enhancement of the Soft Magnetic Properties of Co-based Amorphous Alloy by Two-step Cooling Method.

J. H. Yang*, M. J. Kim*, Y. C. Chung and Y. B. Kim

Korea Research Institute of Standards and Science, Taejon 305-600, Korea

T. K. Kim

**Dept. of Metallurgical Engineering, Chungnam National Univ., Taejon 305-764, Korea*

(Received 1 November 1999, in final form 10 January 2000)

The soft magnetic properties of Co-based amorphous alloy have been studied as a function of cooling condition after annealing. The F&W treatment (furnace cooling to 250 °C then water quenching) could increase 60~100 % more the initial permeability than those of furnace cooled or water quenched alloys. These results are investigated in terms of thermal stress and ordering of magnetic ion pairs.