

소결 13Cr-1.5Nb-Fe 합금의 교류 자기 특성

오환수 · 김택기

충남대학교 공과대학 금속공학과, 대전 305-764

조용수

고기능성자성재료연구센터, 대전 305-764

(1999년 12월 9일 받음, 2000년 1월 30일 최종수정본 받음)

수분사법으로 제조된 13Cr-1.5Nb-Fe 합금분말을 수소분위기 하에서 환원처리 하였다. 분말특성이 조사된 환원분말을 이용하여 자기코어를 제작한 후 약 10^{-5} Torr의 진공분위기에서 소결하였다. 자기코어의 교류자기특성을 조사하기 위하여 투자율과 자기손실을 조사하였다. 환원분말의 입도분포는 약 70 μm 에서 50 % vol.을 나타내며, 포화자화 값은 약 160 emu/g이었다. 10 ton/cm² 성형압력, 1,200 °C 소결온도에서 제작된 자기코어의 교류투자율은 주파수, $f=1$ kHz, 인가 자장, $H_a=5$ Oe에서 400이다. 또한 동조건에서 제작된 자기코어의 교류자기이력손실은 유도자화, $B_m=80$ G에서 0.12 mW/cc이다.

I. 서 론

우수한 내식성과 비교적 높은 비저항을 나타내는 연자성 스텐레스강은 열악한 환경 하에서 사용되는 전자부품 응용에 주목 받아왔다. 특히, 자동차 부품중 전자식 연료 분사장치 등 전자밸브를 중심으로 폭넓게 응용되고 있으며, 메카트로닉스산업의 성장으로 의료분야, 마이크로 자기소자 등에 대한 응용이 기대되고 있다[1]. 스텐레스강의 연자기특성은 순철, 규소강, permalloy 등의 대표적인 연자성재료에 비해서 다소 열화된 특성을 나타내나, 최근 탄소 및 질소 등의 제거가 극저 수준까지 가능하므로써 공업용 순철에 버금가는 수준까지 개선되고 있다[2,3]. 현재 연자성 스텐레스강의 연구는 고주파 영역에서의 동적자기특성 향상, 내식성 향상 및 다량의 Cr 함유량에 따라 야기되는 가공성 개선에 대하여 진행되고 있다.

본 연구에서는 분말야금법을 이용하여 제조된 연자성 스텐레스강의 자기특성을 조사하기 위하여 수분사법으로 제작한 13Cr-1.5Nb-Fe 합금분말을 수소분위기에서 환원한 후 성형압력 및 소결온도에 따른 교류자기특성을 체계적으로 조사하였다.

II. 실험 방법

합금설계된 13Cr-1.5Nb-Fe 조성의 합금을 25 kW, 10 kHz의 고주파 용해로에서 용해한 후 수분사 장치를 이용

하여 분말을 제조하였다. 고주파 용해로의 용탕온도는 1,550~1,600 °C, tundish의 예열온도는 1,500 °C이었으며 nozzle의 내경은 7.0 mm이었다. 수분사장치의 main nozzle 및 side nozzle의 분사각도는 각각 50°, 30°이고 분사압력은 55 bar이었다. 제조된 분말은 침전, 탈수, 건조 과정을 거쳐 70 mesh 이하로 구분하였다. 구분된 분말은 수소분위기 하에서 1,150 °C, 3시간 환원한 후, 파쇄하였다. 파쇄된 환원분말의 입도분포와 형상은 입도분포측정기 및 주사전자현미경(SEM)으로 조사하였다.

제조된 환원분말을 사용하여 5~12 ton/cm²의 성형압력 하에서 외경 20 mm, 내경 15 mm, 두께 1 mm의 자기코어를 제작한 후, 약 10-5 torr의 진공분위기에서 1시간 소결하였다. 시료의 포화자화는 진동시편자력계(LDJ model 9600)를 사용하여 최대 8 kOe의 인가자장 하에서 측정하였으며, AC B-H Loop Analyzer(IWATSU SY-8232)를 이용하여 소결된 자기코어의 진폭비 투자율(μ_r) 및 교류자기이력손실(P_L)을 조사하였다. 시편의 미세조직은 단면이 연마된 시편을 5 ml, 1 g picric acid, ethanol(95 %) 부식액으로 부식한 다음 광학현미경(OLYMPUS PMG-3)으로 단면을 관찰하였다. 전기비저항은 4단자법을 이용하여 측정하였다.

III. 실험결과 및 고찰

수분사법으로 제조된 13Cr-1.5Nb-Fe 합금의 as-

Table I. C, N, O, S analysis of 13Cr-1.5Nb-Fe alloy powder

element (ppm)	C	N	O	S
condition				
as-prepared	260	50	5760	100
reduced	35	25	2965	8

prepared 분말과 1,150 °C에서 3시간 수소분위기에서 환원 처리한 분말의 C, N, O, S 분석결과는 Table I과 같다. 수소환원처리에 의하여 C, N, O, S 등이 현저히 감소함을 알 수 있으며, C의 급격한 감소는 자기코어의 형성능 및 연자기특성 개선에 크게 기여할 것으로 판단된다[1]. 연질 자기특성의 금속재료는 기본적으로 단상(single phase)이 요구된다. 13Cr- 1.5Nb-Fe 수소환원분말을 x-선회절법을 이용하여 상분석을 하였으며 결과는 Fig. 1과 같다.

13Cr-1.5Nb-Fe 수소환원분말은 bcc구조의 단상(single phase)으로 구성되어 있음을 알 수 있다. 한편, 수소 환원 열처리한 13Cr-1.5Nb-Fe 분말을 약 70 mesh이하로 1차 분류한 후 입도분포를 조사한 결과 70 μm에서 약 50% 부피분율이 얻어졌으며, 비교적 고른 분포를 나타내었다. 13Cr-1.5Nb-Fe 환원분말의 형상을 조사하기 위하여 주사 전자현미경(SEM)을 이용한 결과는 Fig. 2와 같다.

주사전자현미경의 조사결과는 전체 부피분율이 약 15% 인 40 μm 이하 분말크기에서는 구형이나 그 이상에서는 불규칙한 형상을 나타내었다. 13Cr-1.5Nb-Fe 수소환원분말의 자기이력곡선을 조사한 결과 연자성의 자기이력을 나타내었으며 포화자화는 약 160 emu/g이었다.

13Cr-1.5Nb-Fe 수소환원분말을 이용하여 자기코어를 제작한 후, 약 10⁻⁵ Torr의 진공분위기 하에서 소결하였다. 5 ton/cm² 및 10 ton/cm²의 성형압력 하에서 제작된 자기

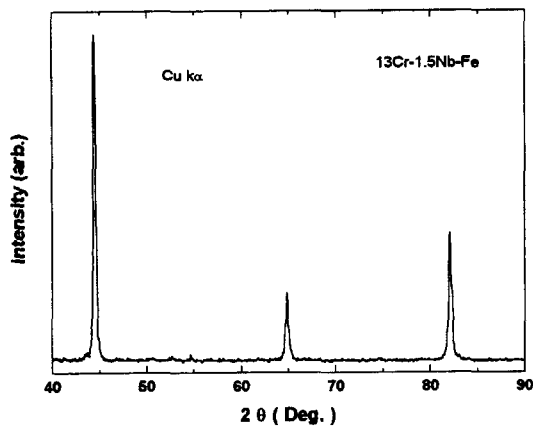


Fig. 1. X-ray diffraction pattern of the reduced 13Cr-1.5Nb-Fe alloy powder.

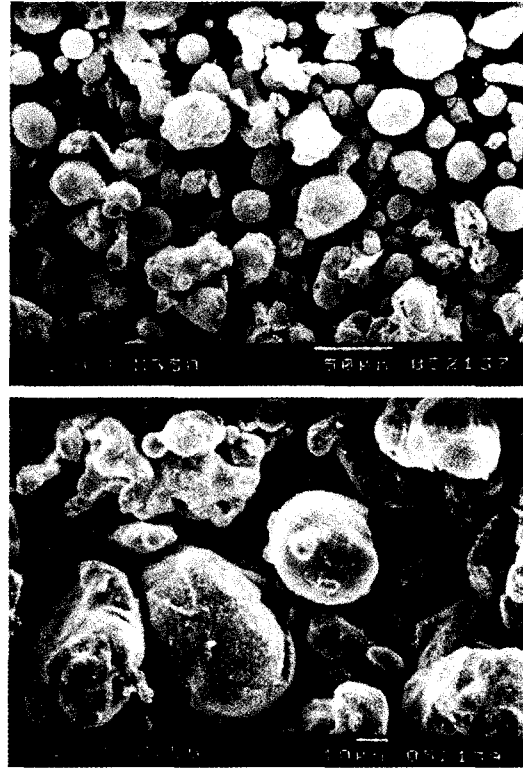


Fig. 2. SEM photographs of 13Cr-1.5Nb-Fe alloy powder.

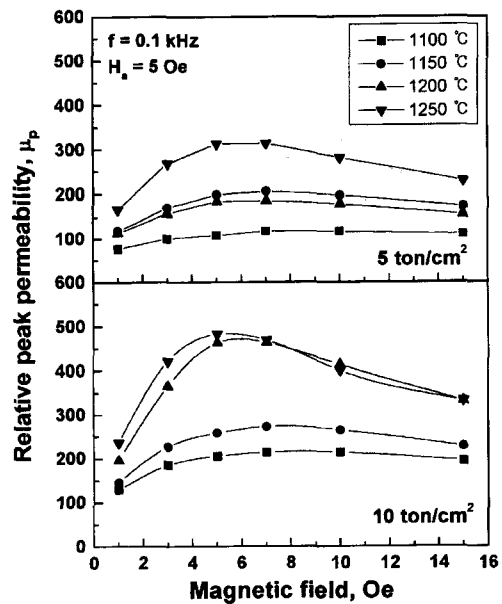


Fig. 3. Relative peak permeability as a function of applied magnetic field.

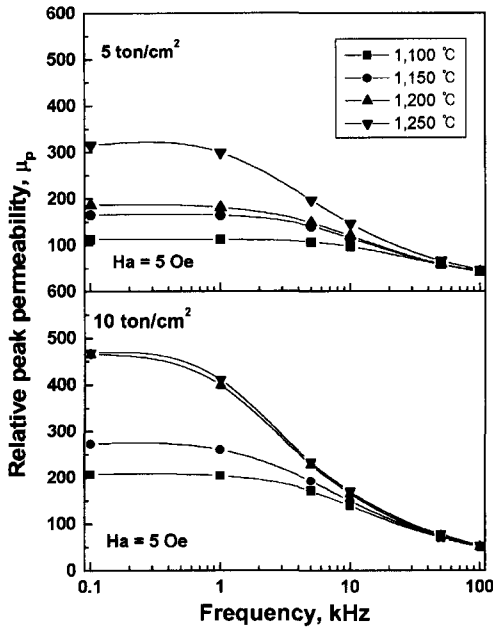


Fig. 4. Relative peak permeability as a function of frequencies.

코아의 소결온도 변화에 따른 교류투자율을 조사한 결과는 Fig. 3과 같다.

10 ton/cm²의 성형압력 하에서 제작된 후 1,200 °C 이상에서 소결된 자기코아 교류투자율은 약 5 Oe 인가자장에서 가장 우수하다. 그럼 4는 인가자장 5 Oe에서 주파수 변화에 따른 교류투자율을 조사한 결과이다.

Fig. 4에서 10 ton/cm²의 성형압력, 1,200 °C 이상 소결 온도의 자기코아의 경우 1 kHz 까지 우수한 교류투자율을 나타내나 이후 주파수에서는 급격히 감소하는 경향을 나타낸다. Table II는 12.5Cr-Fe 소결 자기코아[9]와 교류투자율을 비교한 것이다.

소결 연자성재료의 직류자기특성은 성형시 존재하는 기공에 의하여 열화된다. 그러나 기공의 존재가 재료의 비저항을 증가시켜 고주파에서의 와전류손실을 감소시키는 요인으로 작용하므로써 교류자기이력손실은 오히려 향상을 기대할 수 있다[5-7]. Fig. 5는 1,200 °C, 1시간 소결조건에서 성형압력 및 주파수 변화에 따른 교류자기이력손실 변화를 조사한 결과이다.

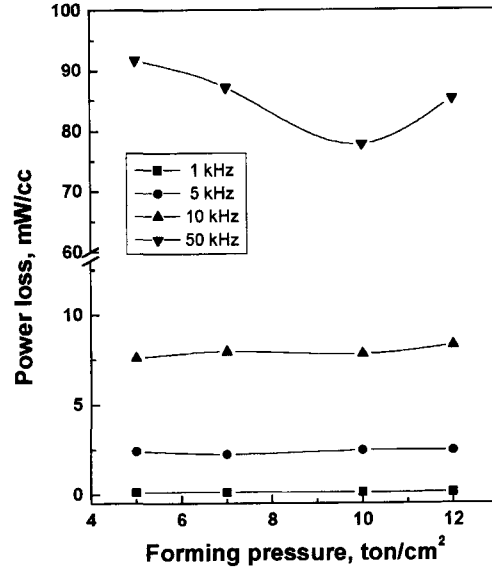


Fig. 5. Power loss as a function of forming pressure.

Fig. 5에서 교류자기손실은 주파수가 증가할수록 증가하며, 50 kHz의 경우 10 ton/cm²에서 최소를 나타낸 후 다시 증가하는 경향을 나타낸다. 이와 같은 결과로부터 고주파 영역에서 기공율의 감소가 교류자기이력손실에 중요한 요인으로 작용하는 것으로 사료된다. 즉, 일정한 범위의 기공율 감소는 고주파영역에서 전기비저항 증가에 의한 와전류손실 감소가 교류자기손실 감소의 주 요인으로 작용하는 것으로 사료된다. 한편, 현저히 감소된 기공율에서는 와전류손실 증가가 교류자기이력손실 증가에 영향을 주는 것으로 사료된다. 1,200 °C, 1시간 소결조건에서 성형압력에 따른 기공율변화 및 전기비저항 조사결과를 Fig. 6에 나타내었다.

기공율감소와 함께 전기비저항이 110 μΩ · cm에서 70 μΩ · cm 감소하며, 50 kHz 주파수에서 교류자기손실 변화에 대한 설명과 일치함을 알 수 있다. 약 12%의 기공율에서 가장 낮은 교류자기손실이 나타내며, 이는 이미 보고된 연구결과와도 일치한다[8].

Fig. 7은 1,200 °C 소결온도에서 성형압력 변화에 따른 조직사진이다. 소결온도가 증가할수록 기공이 감소함을 알

Table II. Relative peak permeability of a sintered magnetic cores

f (kHz)	1	5	10	20	40	50	60	80	100
magnetic cores									
12.5Cr-Fe	275	140	100	80	60	-	50	45	40
13Cr-1.5Nb-FE	302	198	148	-	-	69	-	-	49

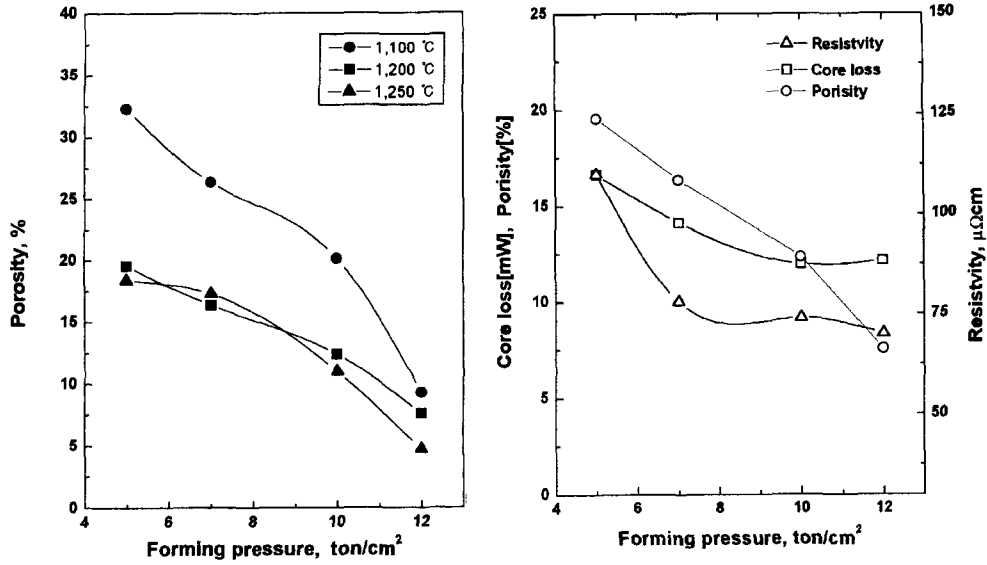


Fig. 6. Porosity and resistivity of the sintered 13Cr-1.5Nb-Fe magnetic cores as a function of forming pressure.

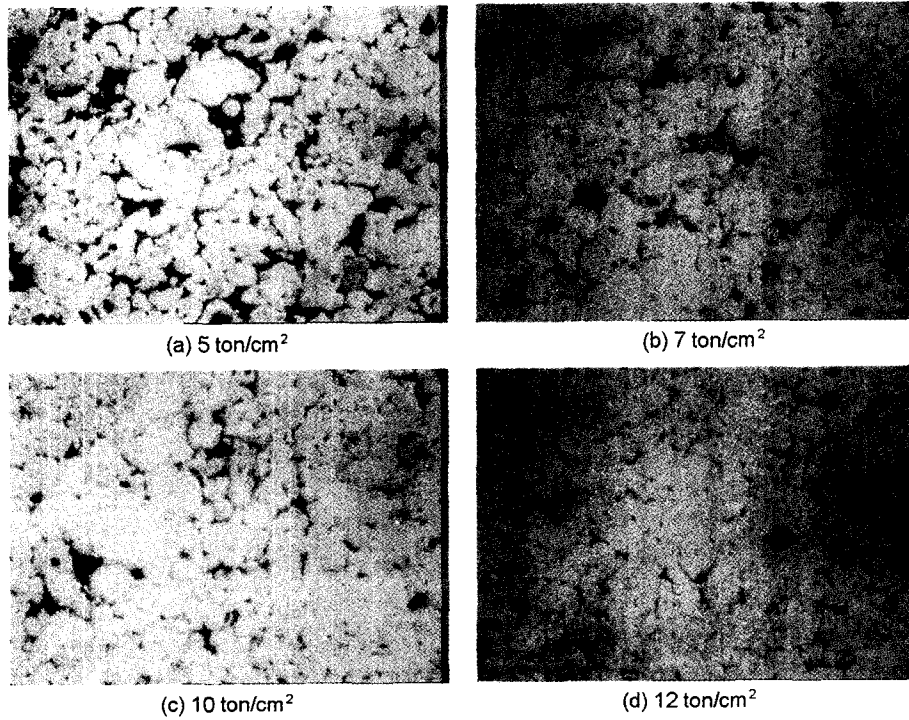


Fig. 7. Optical microstructures of the sintered 13Cr-1.5Nb-Fe magnetic cores at 1,200 °C.

수 있으며, 12 ton/cm²의 경우 소결밀도 증가에 의한 입도의 증가가 나타난다. 높은 성형압력, 고온 소결의 자기코어는 소결밀도 증가에 의하여 투자율은 개선되나, 교류자

기이력손실이 증가하여 연자기특성을 열화시킨다. 따라서 자기코어의 자기특성을 최적화 하기 위해서는 성형압력 및 소결온도의 주의깊은 조절이 요구된다.

IV. 결 론

우수한 내식성과 비교적 전기 비저항이 높으며, 열악한 환경에서 자기센서 등으로 응용이 기대되는 13Cr-1.5Nb-Fe 합금을 수분사법으로 제조한 후 수소분위기 하에서 환원처리하였으며, 성형 및 소결 조건에 따른 교류자기특성을 조사한 결과는 다음과 같다.

1) 13Cr-1.5Nb-Fe 환원분말은 bcc 구조의 α 단상이 형성되며, 13Cr-1.5Nb-Fe 합금분말의 포화자화는 약 160 emu/g이다.

2) 13Cr-1.5Nb-Fe 환원분말의 평균입도분포는 약 70 μm 에서 50 % vol.이다. 분말형상은 15 % 부피분율을 차지하는 40 μm 이하의 경우 구상이나, 이상의 분말은 불규칙한 형상을 나타낸다.

3) 우수한 교류자기 특성을 얻기 위한 성형압력 및 소결 온도는 10 ton/cm², 1,200 °C이다. 이 때의 교류투자율은 1 kHz, $H_a = 5$ Oe에서 400이고, 자기손실 값은 $B_m = 80$ G에서 0.12 mW/cc이다.

4) 주파수, $f = 50$ kHz, 1,250 °C 소결온도에서 교류자기 이력손실의 증가는 기공율 감소 및 입자성장에 의한 와전류 손실의 증가에 기인하는 것으로 고찰된다.

5) 최적소결조건에서 전기비저항은 성형압력 증가에 따라 110 $\mu\Omega \cdot \text{cm}$ 에서 70 $\mu\Omega \cdot \text{cm}$ 감소한다.

감사의 글

이 논문은 1998년 한국학술진흥재단의 학술연구비(신소재 연구 1998-017-E00108)에 의하여 지원되었음.

참 고 문 헌

- [1] 本藏義信, 特殊鋼, **43**(7), 32(1994).
- [2] 同部有道, 鑄鐵鋼, **4**, 33(1970).
- [3] 特殊鋼, 軟質磁性材料特集, **35**, 20(1986).
- [4] 加藤 哲男, 吉野修司, 加藤 網紀, 日本應用磁氣學會誌, **19**(2), 441(1995).
- [5] 加藤 哲男, 倉田規義, 富岡 雄, 草加勝司, 粉体および粉末冶金, **43**(1), 72(1996).
- [6] 加藤 哲男, 金澤洋忠, 川村 誠, 河野富夫, 草加勝司, 粉体および粉末冶金, **41**(7), 881(1994).
- [7] 加藤 哲男, 倉田規義, 川村 誠, 草加勝司, 粉体および粉末冶金, **42**(5), 639(1995).
- [8] 윤성호, 김택기, 조용수, 한국자기학회지, **8**(3), 129(1998).
- [9] 加藤 哲男, 河野富夫, 川村 誠, 中島康雄, 粉体および粉末冶金, **40**(12), 1248(1993).

Fabrication of 13Cr-1.5Nb-Fe Alloy Powder and AC Magnetic Properties of the Sintered Magnetic Core

H. S. Oh and T. K. Kim

Dept. of Metall. Eng., Chungnam National University, Taejon 305-764, Korea

Y. S. Cho

Research Center for Advanced Magnetic Materials, Taejon 305-764, Korea

(Received 9 December 1999, in final form 30 January 2000)

13Cr-1.5Nb-Fe alloy powder prepared by water atomizing method is reduced with flowing hydrogen gas. The characteristics of a reduced alloy powder is investigated and magnetic cores formed by using the reduction power sintered in the vacuum of $\sim 10^{-5}$ Torr. In order to study on the magnetic cores permeability and power loss in alternating magnetic field are also measured. The result of particle size distribution shows the particle size is 70 μm at volume fraction of 50 %. The saturation magnetization of the reduced alloy powder is 160 emu/g. The relative peak permeability ($H_a = 5\text{Oe}$) of a magnetic core is 400 and the power loss ($B_m = 80$ G) 0.12 mW/cc at sintering temperature of 1,200 °C, 10 ton/cm² forming pressure, and 1 kHz.