

## 고자장 펄스마그네토미터 구성 및 희토류 영구자석의 자성측정

김윤배 · 우병철 · 박포규

한국표준과학연구원 전자기연구부  
대전광역시 유성구 도룡동 1, 305-606

김만중, 김택기

충남대학교 공과대학 금속공학과  
대전광역시 유성구 궁동 220, 305-764

(1997년 7월 20일 받음, 1997년 8월 18일 최종수정본 받음)

충전에너지 18 kJ 의 커패시터뱅크 및 펄스코일에서 생성되는 주기 10.12 ms 의 정현감쇄진동형 펄스자장을 이용하여 최대 인가자장 130 kOe 의 펄스마그네토미터를 구성하였다. 자성측정은 펄스자장의 첫 번째와 두 번째 정방향 자장피크 사이의 파형을 이용하여 유도법으로 측정하였다. NdFeB 소결자석의 측정에 있어서 와전류에 의한 측정오차, 즉, 직류특성과의 차이가 직경 5 mm 이하의 시편을 사용할 경우 3% 이내인 펄스자장형 자기이력곡선 측정장치를 제작하였다.

### I. 서 론

희토류원소와 3d 천이금속 그리고 제 3 원소로 구성되는 금속간화합물은 높은 결정자기이방성을 갖고 있으며, 이들 화합물을 주상으로 하는 희토류 영구자석[1-3]은  $iH_c = 50$  kOe 에 이르는 고보자력 특성을 보이고 있다. 이들 희토류 영구자석은 기존의 알니코 자석이나 페라이트 자석과는 달리 통상 10 kOe 이상의 고유보자력과 수십~수백 kOe 에 해당하는 높은 이방성자장을 보유하고 있어 자성측정에는 원리적으로 높은 자장이 요구된다.

영구자석의 자성을 측정하기 위한 자장 발생원으로 전자석은 가장 보편적인 수단이다. 그러나, 전자석에서 발생하는 자장의 한계는 25-30 kOe 로 희토류-3d천이금속-제3원소 계열 금속간화합물의 이방성자장의 크기에 미치지 못하는 물론 희토류 영구자석의 자기이력곡선 측정에 필요한 자장의 세기, 즉, 보자력의 3-5 배에도 훨씬 미치지 못하고 있다. 따라서, 전자석을 이용한 이들 소재의 자성측정에는 여러가지 한계가 있다.

희토류 영구자석의 자기특성 및 희토류-3d천이금속-제3원소 계열 금속간화합물의 고유자기특성 조사에 적합한 고자장 발생원으로는 초전도자석이나 펄스자석을

생각할 수 있다. 그러나, 초전도자석의 경우 운용이 어렵고 액체 헬륨을 사용하므로 고가의 운용비가 소요되며 최대 인가자장 역시 약 200 kOe 이하로 한정된 단점이 있다. 반면, 펄스자석은 운용이 간단하고 운용비가 저렴하며 측정에 소요되는 시간이 짧고 인가자장 또한 희토류-3d천이금속-제3원소 계의 이방성자장을 훨씬 능가하는 장점을 갖고 있다.

펄스자석을 자장 발생원으로 하는 펄스마그네토미터에 관한 연구는 최근 많은 관심을 갖고 연구가 진행되고 있다[4, 5]. 본 연구에서는 앞서 언급한 바와같이 많은 장점을 갖고 있는 펄스자석을 이용한 자성측정기술을 개발하기 위하여 고자장 펄스마그네토미터 시스템을 구성하였으며 이를 이용한 자성측정 결과를 보고하고자 한다.

### II. 펄스마그네토미터의 구조 및 자성측정원리

Fig. 1 은 펄스마그네토미터의 개략도로서 충방전시스템과 펄스코일로 이루어진 자장발생부, 탐지코일과 계수저장형 오실로스코프(digital storage oscilloscope, Gould DSO-840)로 이루어진 신호검출부 및 컴퓨터를 이용한 신호처리부 등 3 개 부분으로 구성되어 있다.

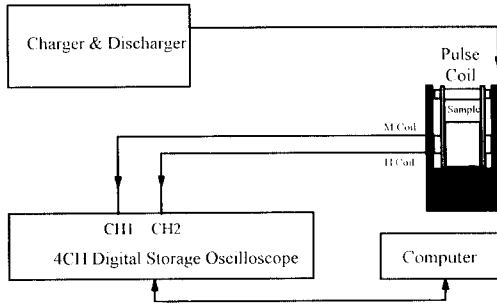


Fig. 1. Schematic diagram of pulsed field magnetometer.

먼저, 자장발생부(LDJ, Model 3000-6-18 kJ)를 구성하고 있는 커패시터뱅크 및 펄스코일은 Table I의 규격으로 98.8 Hz의 정현감쇄진동형 펄스자장을 발생시킨다. 이 펄스자장은 Fig. 2에서 보는 바와같이 10.12 ms를 주기로 선형피크의 약 70%에 해당하는 역자장이 인가되는 특징을 갖고 있으며, 자성측정에는 최초의 정방향 피크가 발생된 후 두번째 정방향 피크가 발생하는 한 주기, 즉, 10.12 ms 동안의 파형을 이용하였다. 따라서, 자성측정에 사용된 마지막 자장의 세기는 처음 자장의 약

Table I. Specifications of the capacitor bank and pulse coil of pulsed field magnetometer.

Capacitor bank		Pulse coil	
Voltage	3,000 V	Impedance	0.12 Ω
Peak current	6,000 A	Inductance	0.61 mH
Energy	18 kJ	Inner diameter	25.4 mm Φ
		Coil length	60 mm

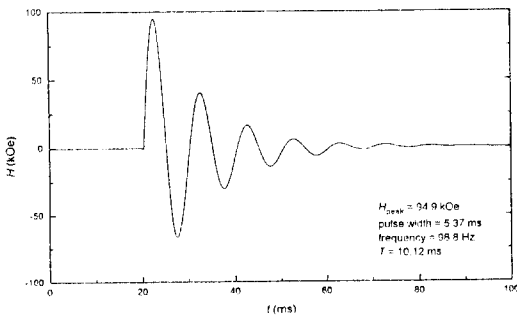


Fig. 2. The pulse wave generated by the pulsed field magnetometer.

50%에 해당한다. 한편, 펄스코일은 내경 25.4 mm Φ, 길이 60 mm의 솔레노이드로써 최대 130 kOe를 발생시킬 수 있으며, 중심부에서 축방향을 따라 ±5 mm 구간에서 1% 이하의 자장균일도를 갖도록 제작되어졌다. 따라서, 시료의 길이를 10 mm 이내로 제한하고, 펄스코일 중심에 위치시킬 경우 1% 이내의 균일자장 영역내에서 측정이 이루어질 수 있도록 하였다.

펄스자장을 이용한 자성측정은 시간에 대한 자속의 변화가 탐지코일에 기전력을 유기시키는 원리를 이용하였다. 즉, 탐지코일의 코일상수를  $k$ 라 하고, 펄스자장 또는 시료의 자화에 기인한 자속을  $\Phi$ 라 할 경우 탐지코일에 유도되는 기전력은 아래 식 (1)과 같다.

$$V = k \cdot \left( \frac{d\Phi}{dt} \right) \quad (1)$$

펄스자장 측정을 위한 H-코일은 외경 8 mm Φ 길이 10 mm의 베이크라이트 보빈에 0.09 mm Φ 에나멜선을 약 330회 감아 제작하였으며, NMR 가우스미터 및 Fluxmeter를 이용하여 ±0.5% 이하의 정확도로 코일상수를 결정하였다. 또한, M-코일은 외경 8 mm Φ 길이 40 mm의 베이크라이트 보빈에 0.09 mm Φ 에나멜선을 약 620회 감아 제작하였으며, 원리적으로 series opposition이 되도록 보상코일을 연결하여 펄스자장에 의한 신호는 제거되고 시료의 신호만이 탐지될 수 있도록 하였다. 그러나, 보상코일만으로는 펄스자장 신호를 완벽히 제거할 수 없었으며, 미상쇄된 작은 신호는 측정시료의 신호에서 시료가 없는 상태의 신호를 빼내는 방법을 사용하여 최종적으로 제거하였다.

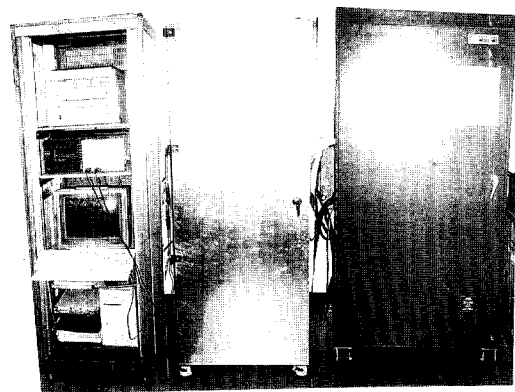


Fig. 3. Front view of pulsed field magnetometer.

이와같이 탐지코일에 유기된 기전력을 수직분해능 12 비트의 계수저장형 오실로스코우프로 측정, 계수신호를 기록시킨 다음 그 결과를 RS423 인터페이스포트를 통하여 컴퓨터에 이송하도록 하였다. 펄스자장 및 자화는 컴퓨터로 이송된 전압신호를 시간에 대하여 수치적으로 적분함으로써 구할 수 있도록 하였다. 이와같이 하여 구성된 펄스마그네토미터의 사진을 Fig. 3 에 나타내었다.

### III. 자성측정 결과

Fig. 4 는 M-코일의 교정을 위하여 표준시료인 순도 99.9 % Fe 를 측정 한 것이다. 시료는 길이 폭 및 두께가 각각 약 5 mm, 2 mm 및 1 mm 인 block 을 사용하였으며 시료의 길이 방향이 인가자장의 방향과 일치되도록 하여 측정하였다. 그림에서 보는 바와같이 Fe 는 연자성 특유의 좁은 히스테리시스를 보이며 원점을 중심으로 대칭적으로 포화된 모습을 잘 나타내 보이고 있다. 여기에서, 자기이력곡선이 급격히 변화하는 부분은 Fe 의 높은 투자율 및 와전류 (eddy current) 효과에 기인하여 직류특성과는 매우 다른 결과를 보일것으로 생각된다. 그러나, 포화에 달한 고자장 영역은 자장의 변화가 작아 위에서 언급한 효과가 최소화되고 직류특성에 근접한 결과를 보일 것으로 예상된다. 이와같은 예상은 포화에 달한 자기이력곡선이 자장에 대하여 거의 변화하지 않는 형태를 보이는 것으로 부터도 추정할 수 있으며 이 값을 이용하여 M-코일을 교정하였다. 한편, Fe 를 이용한 M-코일 교정결과를 확인하기 위하여 표준시료로 사용한 Fe 와 유사한 크기의 고순도 코발트 block 을 측정 한 결과  $\pm 2\%$  범위에서 비교적 정확한 측정이 이루어짐을 확인하였다.

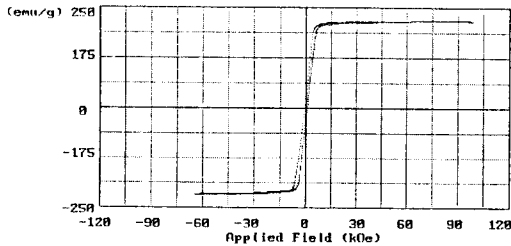


Fig. 4. Magnetic hysteresis loop of Fe measured by the pulsed field magnetometer.

Fig. 5 는 NdFeB 희토류 영구자석인 MQP-B (General Motors 의 NdFeB 등방성자석 상품명) 분말의 자기이력곡선을 펄스마그네토미터로 측정 한 것으로 측정시료

는 내경 약 4 mm $\Phi$  의 비자성 절연튜브에 분말을 충전하여 제작하였다. 그림에서 보는 바와같이 측정에 인가된 자장은 약 +100 kOe ~ -65 kOe 로, 시료가  $iH_c = 10.0$  kOe 의 높은 보자력을 갖고 있음에도 불구하고 정, 부의 양방향으로 포화되어 원점을 중심으로 대칭적인 자기이력곡선이 얻어짐을 볼 수 있다. 여기에서 측정된 자기이력곡선은  $B_i-H$  곡선으로 계수저장형 오실로스코우프로 의하여 4  $\mu$ s 간격으로 데이터를 취하므로써 비교적 상세한 변화를 관찰할 수 있도록 되어있다. 그리고, 그림에서 보는 바와같이 제 2 상한 내에 B-H 곡선 및 최대자기에너지에 해당하는 퍼미언스선을 산출, 표시하도록 되어 있다. Table II 에 펄스마그네토미터로 측정 한 MQP-B 분말의 자기특성을 정리하여 나타내었다. MQP-B 는  $iH_c = 10.0$  kOe,  $B_r = 8.6$  kG 로 일반 NdFeB 등방성 자석이 나타내는 특성을 갖고 있다.

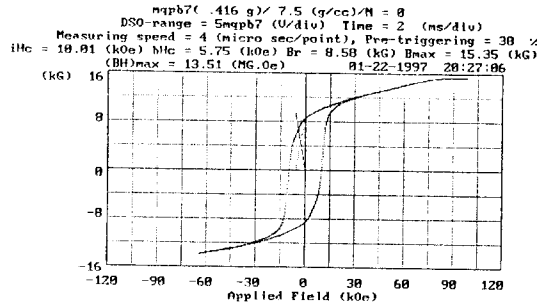


Fig. 5. Magnetic hysteresis loop of MQP-B powder measured by the pulsed field magnetometer.

Table II. Magnetic properties of MQP-B powder measured by pulsed field magnetometer.

$iH_c$ (kOe)	$bH_c$ (kOe)	$B_r$ (kG)	$(BH)_{max}$ (MG.Oe)
10.0	5.8	8.6	13.5

교류자장하에서 도전성재료의 자기이력곡선을 측정하는 경우 와전류효과에 의하여 직류특성과는 다른 곡선이 얻어지며, 특히, 보자력 부근에서 가장 큰 차이를 보인다. Fig. 6 은 Grossinger 등의 모사실험 결과를 정리한 것으로 펄스마그네토미터에 의한 자성 측정시 인가하는 펄스자장의 주기와 측정되는 보자력과의 관계를 나타낸 것이다. 여기에서 실험 조건은 펄스자장 150 kOe, 비저항  $1.42 \times 10^{-6} \Omega$ m, 직경 5 mm $\Phi$  길이 10 mm 의 NdFeB 소결자석으로 펄스의 주기가 길어질수록 직류특성에 근

접합을 보이고 있다. 위의 곡선을 연장하면 펄스주기가 10.12 ms 인 펄스자기네오미터의 경우 직류특성과의 차이는 약 2% 정도가 될 것으로 추정된다. 따라서, 희토류 영구자석의 분말 또는 소결체의 자성측정을 목적으로 구성된 본 펄스자기네오미터의 경우 측정시료의 직경을 5 mmΦ 이하로 제한할 경우 직류특성과의 차이는 약 3% 이내가 될 것으로 추정된다.

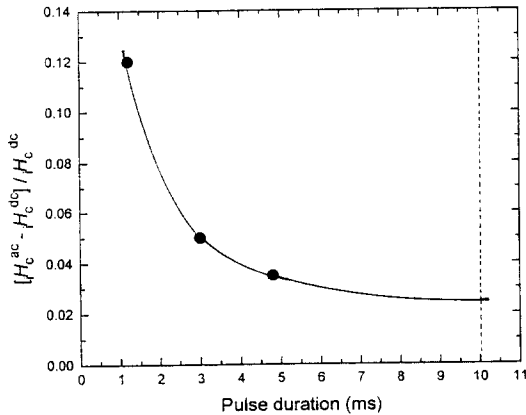


Fig. 6. Difference in coercivity due to eddy current effect as a function of pulse duration. Solid circles, cited from ref. 5, are the results simulated for NdFeB sintered magnet (5 mmΦ in diameter, 10 mm in length) with the resistivity of  $1.42 \times 10^{-6} \Omega\text{m}$ .

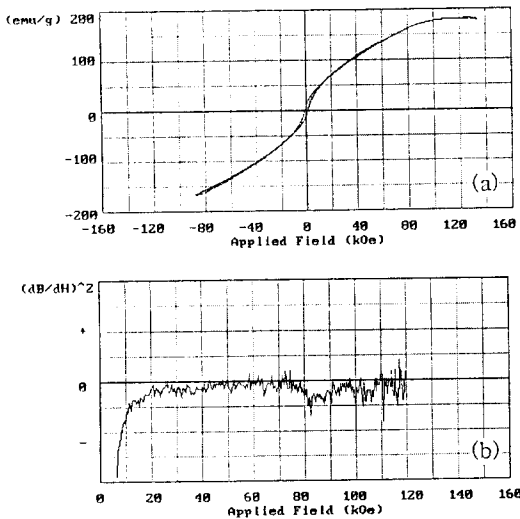


Fig. 7. Magnetization curve of  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  measured perpendicular to the magnetic alignment direction (a) and its second derivative curve (b).

Fig. 7의 (a) 및 (b)는 각각  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  분말을 자장에서 정렬시킨 후 펄스자기네오미터를 이용하여 그 수직 방향으로 측정된 자기이력곡선 및 측정된 자기이력곡선을 자장에 대하여 2차 미분한 결과이다. 자화곡선을 자장에 대하여 2차미분할 경우 이방성자장에 해당하는 위치에서 특이점 (singular point) 이 나타나며 이로부터 이방성자장을 용이하게 구할 수 있다[4, 6]. Fig. 7-(b)에서 보는 바와같이  $H \approx 82 \text{ kOe}$  부근에서 2차미분곡선상에 피크가 나타나고 있으며 이점이 바로  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 의 이방성자장에 해당한다.

#### IV. 결 론

최대 인가자장 130 kOe의 펄스자기네오미터를 구성하고 이로부터 희토류 영구자석의 자기이력곡선 및 이방성자장을 측정하였다. 자기이력곡선은 정현감쇄진동형 펄스자장의 한주기인 10.12 ms 동안에 측정하였다. 직경 5 mmΦ 이하의 NdFeB 소결자석을 측정할 경우 DC 특성과의 차이가 약 3% 이하가 되는 펄스자기네오미터형 자기이력곡선 측정장치를 제작하였다.

#### 참고문헌

- [1] M. Sagawa, S. Fujimura, N. Togawa, H. Yamamoto, and Y. Matsuura, *J. Appl. Phys.*, 55, (1984) 2048.
- [2] J. J. Croat, J. F. Herbst, R. W. Lee, and F. E. Pinkerton, *J. Appl. Phys.*, 55 (1984) 2078.
- [3] J. M. D. Coey and H. Sun, *J. Magn. Mater.*, 87, (1990) L251.
- [4] G. Kido, Y. Nakagawa, T. Ariizumi, H. Nishio, and T. Takano, *The Proceedings of the 10th Int. Workshop on Rare-Earth Magnets and Their Applications, Kyoto, (1989. 6) pp. 101-109.*
- [5] R. Grossinger, G. W. Jewell, J. Dudding, and D. Howe, *IEEE Trans. Magn.*, 29, (1993) 2980.
- [6] G. Asti and S. Rinaldi, *J. Appl. Phys.*, 45 (1974) 3600.

## Construction of a Pulsed Field Magnetometer and Magnetic Properties Measurement of Rare Earth Permanent Magnets

Y. B. Kim, B. C. Woo and P. G. Park  
*Korea Research Institute of Standards and Science,  
P. O. Box 3, Taejon 305-606*

M. J. Kim and T. K. Kim  
*Department of Metallurgical Engineering,  
Chungnam National University, Taejon, 305-764*

(Received 20 July 1997, in final form 18 August 1997)

A pulsed field magnetometer with maximum applied field of 130 kOe has been constructed. The pulsed field generated by a 18 kJ capacitor bank system combined with a pulse coil was damped oscillation with the period of 10.12 ms. Magnetic hysteresis loop was measured by induction method during 10.12 ms of a pulse duration from the first positive to the second positive peak. The difference from DC magnetic properties due to the eddy current effect was inferred below 3 % for the NdFeB magnet with the diameter below 5 mm.