

Bitter method를 통한 다결정 MnZn 페라이트의 자구 구조 관찰

한양대학교 재료공학과 안성진*, 김창경
서울대학교 재료공학부 변태영, 홍국선

Observation of domain structures in polycrystalline MnZn-ferrite by Bitter method

Hanyang University Div. of Mat. Sci. & Eng. S. J. Ahn*, C. K. Kim
Seoul National University Dep. of Mat. Sci. & Eng. T. Y. Byun, K. S. Hong

1. 서론

MnZn 페라이트는 고투자율 재료나 저손실 재료로 사용되는 중요한 자성 재료이다. 다결정 페라이트의 자화는 자구 구조의 변화와 관련되어 있는데 특히 자벽의 이동과 자구의 회전으로 인해 일어난다고 알려져 있다.

자화 과정은 재료의 투자율과 직접적으로 연관되므로 자구 구조를 관찰함으로써 다결정 재료의 투자율 기구를 밝히는데 도움이 된다. 본 연구에서는 초투자율이 9000인 다결정 MnZn 페라이트에 대해 외부 자장의 크기를 변화시키면서 자구 구조를 관찰하여 투자율 기구를 살펴보았다.

2. 실험방법

조성이 $MnO_{0.48}ZnO_{0.48}FeO_{0.04}Fe_2O_4$ 인 페라이트를 고상법으로 만들었다. 분말을 #100 mesh로 조립화한 후 1500 kg/cm^2 압력으로 직경 6.6 mm, 두께 4 mm의 디스크를 성형하였다. 1350°C 에서 5시간동안 공기 중에서 소결한 후 냉각시에는 평형산소분압을 걸어주었다.^[1] 승온 속도와 냉각 속도는 각각 5°C/min 1.5°C/min 으로 하였다.

포화 자화값은 Vibrating Sample Magnetometer(Lakeshore VSM, Model 7304, U.S.A)를 이용하여 10 kOe에서의 자화값을 측정하였으며 시편의 자구 구조는 $0.05 \mu\text{m}$ 까지 연마한 후 1100°C 에서 질소분위기에서 thermal etching한 후 magnetic colloid(Sigma Hi-Chemical Inc. A-07, Japan)를 이용하여 자장을 변화시키며 관찰하였다.^[2]

3. 실험결과 및 고찰

Fig. 1에 직경 6.6 mm, 두께 0.17 mm의 디스크의 초기 자화 곡선을 나타내었다. 시편의 형상으로 인한 반자장 계수는 0.027이하로 자장이 130 Oe이상이 되면 시편은 포화되는 것을 알 수 있다. 이 재료의 포화자속밀도는 약 4000 Gauss이다.

Fig. 2(a)는 자장을 가하지 않는 상태에서의 자벽 구조를 나타내며 다결정 MnZn 페라이트의 결정립 크기에 따라 자벽의 개수는 대체적으로 증가함을 관찰할 수 있었다. Fig. 2(b)는 초기 인가자장에서 자벽이 이동한 것을 보인다. 특히 인가 자장이 0일 때 8개이던 자벽이 4개로 줄어들어 보이는데 이것은 180도 자벽 사이로 인가 자장과 반대 방향인 자구가 사라지는 것을 보여준다고 해석할 수가 있다. Fig. 2(c)는 인가 자장을 포화 자장에 근접하여 가했을 때 자벽이 사라지지 않고 오히려 회전을 하는 것을 보여준다. 기존 이론에 따르면

자화 과정은 자화의 초기에는 자벽 이동이 일어나며 시편이 포화되는 자장 근처에서는 자구가 회전한다고 알려져 있다. 그러나 본 실험에서는 포화 자장 근처에서 자벽이 사라지지 않고 오히려 회전하는 것이 관찰되었다. 자벽의 이러한 회전은 자구가 회전함으로써 발생하는 것으로 볼 수 있다. 그러나 포화 자장 하에서도 자벽이 사라지지 않고 남아 있는 것은 재료 표면에서의 특이한 자구 구조로 인한 것으로 해석된다. Fig. 2(d)는 포화 자장에서의 자벽 구조로 자벽이 완전히 사라진 것을 관찰할 수 있다. 이것은 자벽이 완전히 사라짐으로써 자벽에서 발생하는 누설 자속이 사라지게 되어 더 이상 magnetic colloid를 끌어당기지 않기 때문이다.

초기 자화 곡선과 자장변화 하에서의 자구 구조의 변화를 비교한 결과에 의하면 낮은 자장에서는 단지 자벽 이동만이 발생하고 포화 자장 근처에 가서야 자구의 회전이 일어나는 것을 관찰할 수 있었는데 이것은 재료의 초투자율이 매우 낮은 자장에서 측정되는 것을 고려하면 투자율에 기여하는 기구는 자벽 운동이라는 것을 유추할 수 있다. 이 결과는 최근 다결정 MnZn 페라이트에서의 초투자율 기구가 자구 회전이라는 제안과는 반대로 나타나는 결과이다.^[3]

4. 결 론

1. 다결정 MnZn 페라이트의 자구 구조를 관찰한 결과 낮은 자장 하에서의 주된 자화 기구는 자벽이동에 의한 것임을 알 수 있다.

2. 포화 자장 근처에서는 자구의 회전이 관찰되었으나 자벽이 사라지지 않았고 시편이 완전히 포화될 때에서야 자벽이 완전히 사라졌는데, 이것은 재료의 표면에서 폐쇄 자구 구조로 인한 현상으로 판단된다.

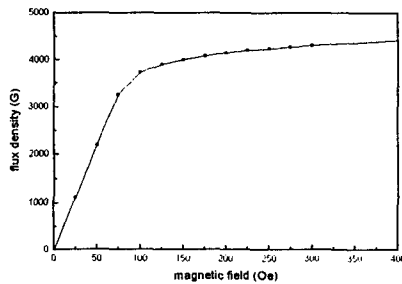


Fig.1 Initial magnetization curve of MnZn ferrite

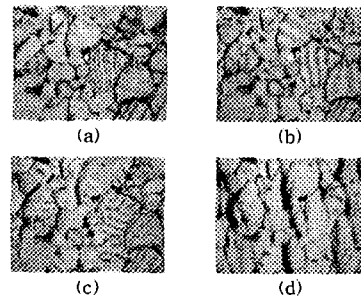


Fig.2 Domain structure of MnZn ferrite under changes in magnetic field

(a) 0 Oe (b) 20 Oe (c) 110 Oe (d) 130 Oe

5. 참고문헌

- 1) R. Morineau and M. Paulus, IEEE Trans. Magn., Mag-11(5), 1312-1314 (1975)
- 2) B. D. Cullity, "Introduction to magnetic materials" Addison-Wesley (1972)
- 3) J. Aarts, I. Abu Shiekah and P. J. van der Zaag, J. Appl. Phys., 85(10), 7302-7309 (1998)