

## Fe-B-Nb-Cu 나노 결정의 Mössbauer 연구

국민대학교            김성백\*, 이희민, 엄영량, 김철성  
 한국과학기술원        김광운  
 안동대학교            노태환

## Mössbauer study of Fe-B-Nb-Cu nanocrystal structure

Kookmin University                    Sung Baek Kim\*, Hi Min Lee, Young Rang Uhm, Chul Sung Kim  
 Korea Institute of Science and Technology    K. Y. Kim  
 Andong National University                T. H. Noh

## 1. 서    론

비정질 금속 재료는 동일 조성의 금속 재료에 비해 포화 자화 및 투자율이 크며 보자력이 작고 전기 비저항이 결정 금속에 비해 약 10-100 배나 커서 연자성 재료로 각광을 받고 있으나 열적으로 불안정하여 결정화가 일어나면 이러한 우수한 성질을 모두 상실하게 된다. 따라서 열적으로 안정성 있는 재료를 개발하기 위해서는 Fe-Si-B-Cu-Nb<sup>[1]</sup>, Fe-B-Cu-(Zr,Hf,Nb)<sup>[2,3]</sup>계 합금과 같은 철을 포함하는 비정질 합금의 연구가 필수적으로 이들 비정질 합금을 열처리 하여 10 nm 정도의 미세한 bcc-Fe 상의 나노 결정 구조를 갖는 결정 입자를 합성함으로써 비정질 재료의 열적 안정성을 해결하는 훌륭한 연자성 합금을 얻을 수 있음이 밝혀졌다<sup>[4,5]</sup>.

나노 결정상은 비정질 상과 혼성으로 존재함으로써 열처리에 따른 상 변이 현상은 나노 결정상의 면적비를 구함으로써 알아볼 수 있으며, 비정질상의 Curie 온도의 결정과 열처리 방식에 따른 나노 결정의 백분율은 Mössbauer 분광 실험에 의해서만 그 정확도를 설명할 수 있기에 매우 흥미 있는 연구 분야이다. 따라서 본 연구에서는 Fe-B-Nb-Cu 계의 Fe<sub>83</sub>B<sub>9</sub>Nb<sub>7</sub>과 Fe<sub>83</sub>B<sub>9</sub>Nb<sub>7</sub>Cu<sub>1</sub>의 비정질 합금에 대한 결정화와 자기적 성질을 Mössbauer 분광법으로 조사하고자 한다.

## 2. 실험방법

Fe-B-Nb-Cu 계의 비정질 합금은 순도 99.5% 이상의 원료금속을 진공 아크 용해로에서 모합금으로 제조한 후, 회전 속도가 40-60 ms이고 분사 압력이 0.005-0.02 kg/cm<sup>2</sup>, 노즐의 크기가 0.1 × 4 mm인 단롤형 액체급냉 장치를 이용하여, 폭 2-4 mm, 두께가 7-12 μm인 리본 형태로 제조하였다.

비정질 시료의 온도에 따른 결정화 과정을 확인하기 위해 CuK α 선을 사용하는 Philips 회사의 x-선 회절기를 이용하였고, Mössbauer spectrum 은 전기 역학적 등가속도형 Mössbauer 분광기로 취하였으며 γ 선원은 Dupont 회사 제품의 Rh 금속에 들어 있는 실온상태의 10 mCi 의 <sup>57</sup>Co 단일선을 사용하였다. 시료는 두께가 0.005 인치, 직경이 1 인치인 Be 판으로 양면을 막아서 사용하였고, 저온 실험을 위해서 APD CS-202 dispex 장치와 DMX-20 Mössbauer vacuum shroud 를 사용하였다. 시료의 열 전달을 위해 냉매로 사용한 He gas 를 순환시켰으며 1 psi 압력을 유지하도록 하였고 온도 측정은 온도조절기(LakeShore 회사 DRC-91C 형)를 이용하여 ± 0.05 K 의 온도 오차의 정밀도를 유지하였다. 고온 실험은 고온 dewar furnace(Austin Science Associate 회사 VF-1000)을 이용하였고 온도 자동 조절기를 사용하여 ± 0.1 K 온도 오차 내로 실험하였다. 저온과 고온 모두 진공도는 10<sup>-6</sup> Torr 이상을 유지하였다

### 3. 결과 및 분석

$\text{Fe}_{84}\text{B}_9\text{Nb}_7$ 의 비정질을 열처리 온도에 따라 M1, M2, M3로 구분한다. 1차 결정화 온도  $510^\circ\text{C}$ 의 직상인  $530^\circ\text{C}$ 에서 열처리한 M1 시료의 경우 비정질 상이 13 K부터 실온까지의 온도영역에 거의 53.7%를 차지하고 있음을 알았다. 시차열분석(DTA)상에서  $600^\circ\text{C}$  전후에 나타나는 새로운 피크의 직상인  $620^\circ\text{C}$ 에서 열처리한 M2의 경우도 13 K부터 실온까지 여러 영역에서 Mössbauer spectrum을 취한 결과 비정질상이 28.5%로 급격히 감소함을 알았다. 이 현상은  $\text{Fe}_{83}\text{B}_9\text{Nb}_7\text{Cu}_1$ 의 비정질을 1차 결정화 온도  $502^\circ\text{C}$ 의 직상인  $530^\circ\text{C}$ 에서 열처리한 시료 M4와 중간 피크 상이 나타난 온도의 직상인  $620^\circ\text{C}$ 에서 열처리한 M5 시료에서도 비정질 상이 50.1%에서 29.7%로 변화됨이 관측되었다. 이 사실은 1차 결정화 과정을 거친후에 50% 이상의 비정질 상이  $620^\circ\text{C}$ 영역의 열처리 과정에서 한번 더 결정화 과정을 거침으로 잔류 비정질 상이 29% 수준으로 변화됨으로 설명할 수 있겠다. 이와 같은 결론은 X선 회절실험 결과와도 일치함을 알 수 있다.  $\text{Fe}_{84}\text{B}_9\text{Nb}_7$ 의 2차 결정화 온도 직상인  $808^\circ\text{C}$ 에서 열처리한 M3 시료의 경우 88.1%가  $\alpha\text{-Fe}$  상이고 11.9%가  $\text{Fe}_3\text{B}$  상이 존재함을 알았다.  $\text{Fe}_{83}\text{B}_9\text{Nb}_7\text{Cu}_1$ 의 2차 결정화 온도 직상인  $830^\circ\text{C}$ 에서 열처리한 M6의 경우는  $\alpha\text{-Fe}$  상이 86.4%이고  $\text{Fe}_3\text{B}$  상이 13.6%로 Cu가 치환됨으로  $\text{Fe}_3\text{B}$  상이 더 많이 석출됨을 알았다.  $\text{Fe}_{83}\text{B}_9\text{Nb}_7\text{Cu}_1$ 의 경우가  $\text{Fe}_{84}\text{B}_9\text{Nb}_7$ 보다 더 연자기 특성이 우수함이 보고되었는데 이는 Cu가 치환됨에 따라 초미세자기장 크기의 향상과 결정입자 크기의 감소 및 잔류 비정질 상의 결정화가 71.3%로 증가함으로서 극대화 된다고 설명할 수 있겠다.

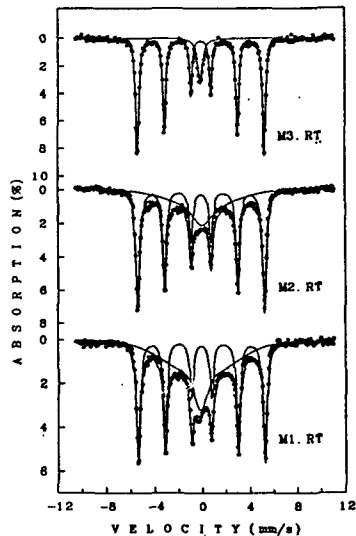


Fig. 1. Mössbauer spectra of annealed  $\text{Fe}_{84}\text{B}_9\text{Nb}_7$  (M1, M2, M3) at room temperature.

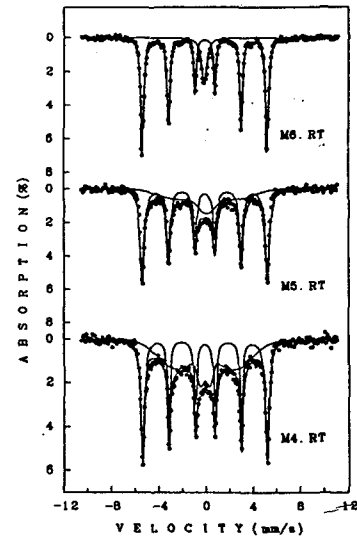


Fig. 1. Mössbauer spectra of annealed  $\text{Fe}_{83}\text{B}_9\text{Nb}_7\text{Cu}_1$  (M4, M5, M6) at room temperature.

### 4. 참고문헌

- [1] M. Baricco, C. Antonione, P. Allia, P. Tiberto, and F. Vinai, Mater. Sci. Eng. A 179, 572 (1994).
- [2] J. S. Lee, K. Y. Kim, T. H. Noh, I. K. Kang, and Y. C. Yoo, IEEE Trans. Magn. 30, 4845 (1994).
- [3] K. Suzuki, M. Kikuchi, A. Makino, A. Inoue, and T. Masumoto, Mater. Trans. Jpn. Inst. Met. 32, 961 (1991).
- [4] Y. Yoshizawa, S. Oguma, and K. Yamauchi, J. Appl. Phys. 64, 6044 (1988).
- [5] G. Herzer and H. Warlimount, Nanostruct. Matter. 1, 243 (1992).