

비정질 $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{16.5}B_6$ 합금의 결정화

영남대학교 물리학과 양재석*·조익한·강신규
 대구대학교 물리학과 최홍천·서동성·이수아·신영남·김재경

Crystallization of Amorphous $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{16.5}B_6$ Alloy

Yeungnam University J. S. Yang*, I. H. Cho and S. G. Kang
 Taegu University H. C. Choi, D. S. Se, S. A. Lee, Y. N. Shin and J. K. Kim

1. 서 론

Yoshizawa 등에 의해 개발된 초미세결정립 합금인 FINEMET의 우수한 자기적 현상에 관한 여러 연구에서 특히 Mössbauer 분광법을 이용한 최근의 몇몇 연구에도 불구하고 이 재료가 Co기 비정질 합금에 필적할 만한 우수한 특성을 갖는 자기적 현상에 대해 궁극적인 일치를 보지 못하고 있다. 특히 생성된 결정상은 α -Fe(Si)로 일반적으로 파악되고 있으나 비정질 기지는 어떠한가에 대해서는 명료하지가 않다. 본 연구에서는 $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{16.5}B_6$ 합금의 측정된 Mössbauer Spectrum을 최소자승법으로 연산하여 나타난 초미세인자들로 부터 가능한 상의 해석을 하고자 한다.

2. 실험방법

최초의 비정질 $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{16.5}B_6$ 합금은 단물법으로 제작하였으며, 180° 굽힘시험과 X-선 회절실험의 넓게 퍼진 Halo 상으로 제작된 합금이 비정질임을 확인하였다. 시주차열분석(DSC)은 10K/min의 승온 속도로 35~560°C 사이에서 수행(Ar-gas 분위기) 하였고 이로부터 결정화온도를 알아내었다. 결정화온도 직후(552°C)에서 등온열처리 하였으며 열처리 시간은 각각 1, 2, 3시간으로 하였다. 모든 준비된 시료들은 $CuK\alpha$ 을 사용하여 X-선 회절 실험을 2θ 범위가 30~90° 되게 측정하였고, 그리고 시료의 열처리 효과에 따른 자기적 현상을 조사하기 위하여 10mCi $^{57}Co/Rh$ 동위원소를 사용하여 실온에서 Mössbauer 분광계로 측정하였다. 이때 속도 교정은 실온에서의 α -Fe에 대한 상대적인 값으로 나타내었다.

3. 실험결과 및 고찰

제작된 비정질 $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{16.5}B_6$ 합금의 DSC 결과는 Fig. 1에 실었으며 이로부터 Peak 온도는 526°C 이고, 결정화가 시작되는 온도는 511°C 그리고 결정화가 일어난 직후의 온도는 552°C였다. 이 과정중에서 46.92J/g 발열량을 나타내었다. 비정질 시료를 각각 552°C에서 1, 2 그리고 3시간 열처리 하였다. 이때 열처리는 10^{-5} Torr의 진공중에서 행하였다. 모합금(A), 비정질(B), 552°C에서 1시간 열처리된 시료(C), 2시간 열처리된 시료(D) 그리고 3시간 열처리된 시료(E)에 대한 XRD 및 Mössbauer Spectra를 각각 Fig. 2와 Fig. 3에 보였다. Fig. 2의 XRD 회절선으로부터 계산된 grain size(시료:C, D, E)는 약 10~13nm 정도이며, α -Fe(Si)상의 격자상수 값은 5.705 Å이다. 아울러 모합금의 XRD 상이 시료 D, E와 유사함을 알수있다. Fig. 3에서 시료 D, E의 Mössbauer Spectra는 거의 비슷하며 이는 A시료의 Mössbauer Spectrum과 비교해 불만하다. 시료 C에 대한 Mössbauer Spectrum은 이 상태가 결정화 시작단계임을 보여 주는데 XRD상에서 보여주는 것과 일치하는 현상이다. 그러나 XRD상에서는 α -Fe(Si)상의 출현만 나타낼 뿐이었는데 주목해 보면 Fig. 3의 C spectrum은 상당히 복잡한 상태로 이루어져 있음을 알 수 있다.

4. 결 론

초미세결정립 $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{16.5}B_6$ 합금은 결정화 초기에 비정질 기지내에 α -Fe(Si)상의 핵이 생성되어감을 보아 이는 primary crystallization을 수반한다고 추정할 수 있다. 열처리 시간이 길어 질수록 초기에 생성된 grain들의 크기가 약간 증가해 감(그러나 어느 한계점까지로 판단된다)을 볼 수 있다.

5. 참고문헌

- ① Y. Yoshizawa and K. Yamauchi, Mater. Trans., JIM, 31(4) 307(1990)
- ② G. Hampel, A. Pundt and J. Hesse, J. Phys. :Condens. Matter, 4 3195(1992)
- ③ A. Pundt, G. Hampel and J. Hesse, Z. Phys. B, 87 65(1992)

Fig.1 DSC crystallization peak

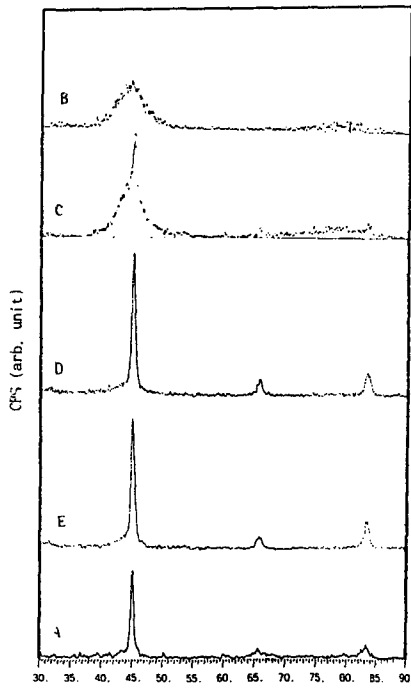
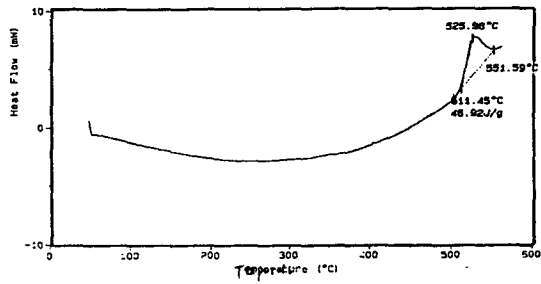


Fig.2 XRD patterns

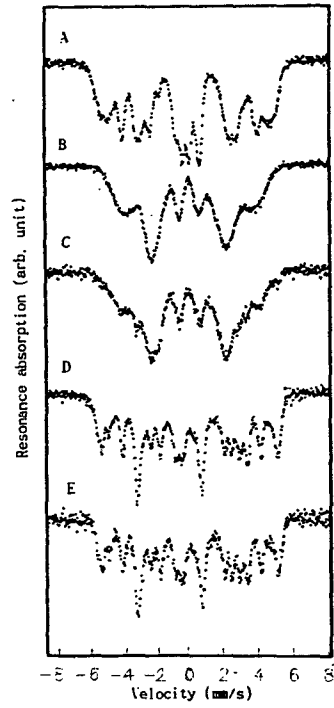


Fig.3 Mössbauer spectra