

# [I-2]

## XAFS를 이용한 아모르퍼스 $Fe_{73.5}Si_{13.5}B_9Nb_3Cu_1$ 합금의 결정화 과정에서 미량첨가원소들의 국소구조변화

(A study on the local structure changes of the small additives in the crystallizing process of amorphous  $Fe_{73.5}Si_{13.5}B_9Nb_3Cu_1$  alloy by XAFS)

金 相 俠<sup>1</sup>, K. Suzuki

동북대학 금속재료연구소

(1: 현재 한국표준과학연구원 표면 분석그룹)

### 1. 서론

$Fe_{77.5}Si_{13.5}B_9$  합금에 미량의 Nb(3at%)과 Cu(1at%)의 복합첨가는  $\alpha$ -FeSi 나노결정의 석출에 큰영향을 미친다.  $Fe_{73.5}Si_{13.5}B_9Nb_3Cu_1$  합금에서 나노입자 형성에 Cu와 Nb의 복합첨가의 역할이 판명되어졌다. 즉 Cu는 Fe에 고용한도가 극히 제한되어져 있기 때문에 Cu는  $\alpha$ -FeSi의 석출을 증진시키고 Nb은  $\alpha$ -FeSi의 석출을 억제시키는 한편 이합금에서 결정화온도를 상승시킨다. 이들 연구에서는 미량첨가원소들의 구조변화에 관한 연구는 행해지지 않았다. 특히 Cu(1at%)와 Nb(3at%)의 경우 일반적인 분석방법으로는 미량첨가로 인하여 bcc  $\alpha$ -FeSi의 석출시 어떤 결정구조를 가지고 있는가 하는 문제는 여전히 남아있다.

그러므로 본 연구에서는 XAFS를 사용하여 아모르퍼스  $Fe_{73.5}Si_{13.5}B_9Nb_3Cu_1$ 의 결정화가 진행됨에 따라 미량첨가원소인 Cu와 Nb의 국소구조의 변화를 고찰하는데 그 목적이 있다.

### 2. 실험 과정

아모르퍼스  $Fe_{73.5}Si_{13.5}B_9Nb_3Cu_1$  리본시료는 급냉 응고법에 의해서 제조했다. XAFS 측정을 위한 표준시료는 아크용해를 이용하여 bcc-Fe에 Cu원자를 1at% 강제 고용시켜 만든 보턴을 1173K, 아르곤 분위기에서 96시간 어닐링을 한후 급냉시켜 만들었다. 또한 아모르퍼스  $Fe_{73.5}Si_{13.5}B_9Nb_3Cu_1$  리본시료는 아르곤 분위기에서 1시간 동안 723, 743, 773, 823 및 1073K에서 96시간 어닐링을 하였다

XAFS측정은 쓰쿠바시에 있는 고에너지 물리학 연구소의 PF에서 Si(111)면의 Double crystal monochromater를 갖는 BL-7C를 사용했다. 모든 스펙트럼 실험 데이터는 상온에서 얻어졌다. Cu K-edge는  $Fe_{73.5}Si_{13.5}B_9Nb_3Cu_1$  시료에 함유된 Cu의 양이 극히 희박하기때문에 형광법으로 측정했다. Nb K-edge는 투과법으로 측정했다.

### 3. 결론

XAFS를 사용하여 아모르퍼스  $Fe_{73.5}Si_{13.5}B_9Nb_3Cu_1$ 에서 결정화과정에서 미량첨가원소인 Cu와 Nb의 국소구조변화에 관해서 연구한 결과 다음과 같은 결론이 얻어졌다.

- 1) As-Quenched 상태에서 Cu원자주위의 국소구조는 아모르퍼스 상태를 유지하고 있으며 아모르퍼스 기지에 무질서하게 분산되어 존재한다. 결정화 온도가 하에서 어닐링함에 따라서 Cu원자들은 석출하기 시작하여 fcc Cu cluster를 형성한다.
- 2) 결정화 온도 직상(=783K)에서 어닐링함에 따라서 Fe주위의 국소구조는 bcc-Fe에 유사한 구조를 갖게된다. 이때 Nb원자들은  $\alpha$ -FeSi입자내부로부터  $\alpha$ -FeSi입자 외부의 아모르퍼스 기지로 배출되어 아모르퍼스상태를 유지한다.
- 3) 결정화 온도 이상(=1073K)으로 어닐링하므로써 결정입계지역에 풍부하게 존재하고 있던 Nb은 결정화가 진행되어  $Fe_2Nb$ 의 구조를 갖게된다.