

## Fe-Si-B-Cu-Nb 비정질합금의 열처리에 따른 상변화

급속응고신소재연구소  
 청주대학교 물리학과 김 원 태

MICROSTRUCTURAL EVOLUTION DURING HEAT TREATMENT OF MELT SPUN  
 AMORPHOUS Fe-Si-B-Cu-Nb ALLOY

RASOM  
 Department of Physics W.T. Kim  
 Chongju University

## 1. 서론

Fe 합금계의 비정질을 열처리하여 제조한 초미세결정 합금은 값이 비싼 Co계 비정질 연자성재료에 필적하는 우수한 연자성 특성을 나타내기 때문에 많은 연구가 이루어지고 있다<sup>(1-3)</sup>. 본 연구에서는 초미세결정 제조를 위한 열처리조건을 확립하기 위한 연구의 일환으로서 비정질 Fe-Si-B-Cu-Nb 합금을 400에서 700°C 사이에서 1시간 동안 등온열처리하는 동안 나타나는 상의 변화를 미세조직 관찰과 상분석을 통하여 조사하였다.

## 2. 실험방법

약 20 $\mu$ m 두께의 비정질 Fe-Si-B-Cu-Nb 합금을 석영관 내에 장입한후 Ar 분위기에서 400 - 700°C의 온도에서 매 50°C마다 1시간씩 열처리하였다. 열처리하는 동안 일어난 시편의 상변화 및 조직의 변화를 조사하기 위하여 투과전자현미경 (TEM, CM20)을 이용한 조직관찰과 X-선 회절 실험을 행하였다. 그리고 열처리하지 않은 비정질 및 열처리하여 일부 결정화된 시편내의 비정질의 결정화 온도를 측정하기 위하여 주사열분석기를 이용하여 300 - 700°C까지 10°C/min로 가열하면서 열분석 실험하였다.

## 3. 실험결과 및 고찰

급속응고된 비정질 Fe-Si-B-Cu-Nb 합금을 300 - 700°C까지 10°C/min의 속도로 가열하는 동안 비정질의 결정화에 의하여 하나의 발열피크가 나타났으며, 이 발열피크는 시작온도가 475°C, 피크온도가 528°C, 끝나는 온도가 618°C로서 넓은 온도범위에 걸쳐서 나타났다.

이 비정질 합금을 400°C에서 1시간 열처리 하였을 때에는 투과전자현미경 상으로 볼때 결정화가 안 일어났으며, 450 - 550°C의 온도에서 1시간 열처리한 시편은 bcc구조의  $\alpha$ -Fe상과 비정질의 혼합조직을 나타내고 있었다. 열처리 온도가 증가함에 따라 bcc  $\alpha$ -Fe상의 크기는 약간 증가하였으며, 500°C 와 550°C 에서 1시간 열처리 된 시편은 각각 크기가 약 13, 15nm인 bcc  $\alpha$ -Fe상이 균일하게 분포된 조직을 나타내었다.

열분석실험 결과 열처리된 시편 내에 존재하는 비정질의 결정화온도는 증가하였으며, 500°C에서 1시간 열처리한 시편내에 존재하는 비정질의 결정화에 따른 발열피크는 시작온도가 500°C 피크온도가 571°C 그리고 끝나는 온도가 660°C로서 열처리하지 않은 비정질의 결정화시 얻은 발열피크보다 높은 온도에서 결정화가 일어났다. 이것은 열처리시 조성의 확산에 의하여 주위 비정질의 결정화 온도가 증가하는 것을 나타내며, 따라서 등온열처리시 핵생성된 결정의 성장구동력 감소가 일어나고 이로인해 초미세결정이 생성되는 것으로 여겨진다.

이 비정질합금을 600°C에서 1시간 열처리한 시편에서는 대부분이 약 18nm정도의 크기인 bcc  $\alpha$ -Fe 상으로 되어 있으며, 약 50nm정도의 일부 조대해진 결정이 나타났다. 이 조대해진 상으로부터

얻은 전자회절 도형은 bcc  $\alpha$ -Fe상에 의한 전자회절점 이외에 다른 회절점이 나타나 있는 데 이것이 그 상내에서 조성적 규칙화가 어느정도 일어났기 때문이라 여겨진다. 이 비정질합금을 650°C와 700°C에서 1시간 열처리한 시편에서는 대부분이 약 40nm 정도의 크기인 bcc  $\alpha$ -Fe상, 미세한 보라이드 및 0.2-0.3 $\mu$ m 크기의 조대한 상이 관찰되었다. 이 조대한 상으로부터 얻은 전자회절도형은 기존의 발표된 정방정결정상<sup>(4)</sup>으로는 해석될 수 없으며, 현재 X-선 회절 도형과 전자회절도형을 이용하여 분석중이다.

#### 4. 결론

급속응고된 비정질 Fe-Si-B-Cu-Nb 합금을 300 - 700°C까지 10°C/min의 속도로 가열하는 동안 시작온도가 475°C, 피크온도가 528°C, 끝나는 온도가 618°C인 하나의 발열피크가 나타났다. 450- 550°C의 온도에서 1시간 열처리된 시편은 bcc 구조의  $\alpha$ -Fe상과 비정질의 혼합조직을 나타내고 있으며, 열처리 온도가 증가함에 따라 bcc  $\alpha$ -Fe상의 크기는 약간 증가하며, 500°C와 550°C에서 1시간 열처리 된 시편은 크기가 약 13, 15nm인 bcc  $\alpha$ -Fe상이 균일하게 분포하였다. 500°C에서 1시간 열처리한 시편내에 존재하는 비정질의 결정화에 따른 발열피크는 시작온도가 500°C 피크온도가 571°C 그리고 끝나는 온도가 660°C로서 열처리하지 않은 비정질의 결정화시 얻은 발열피크보다 높은 온도에서 결정화가 일어났다.

#### 5. 참고문헌

- 1) Y. Yoshizawa and K. Yamauchi ; Mat. Trans. JIM , 4(1990), 307
- 2) T.H. Noh, M.B. Lee, H.J. Kim and I.K. Kang ; J. Appl. Phys. 67(1990), 5568.
- 3) G. Herzer ; Mat. Sci. Eng. A133(1991), 1
- 4) K. Suzuki, A. Makino, N. Kataoka, A. Inoue and T. Masumoto ; Mat. Trans. JIM, 32(1991), 93