

**기계적합금화에 의한 보론이 첨가된 ODS Ni<sub>3</sub>Al 합금분말의 제조  
및 열간압출제에서 열처리시의 미세조직 변화**  
( Fabrication of Boron-doped ODS Ni<sub>3</sub>Al Alloy Powders by MA and  
Microstructural Change of Hot-extruded Bars by Heat Treatment )

경북대학교 박권성\*, 이상태, 최두열, 권오중

금속간화합물 (Intermetallic Compounds) 은 고온 용융을 위하여 잠재적인 고온 구조용 재료로서 계속 관심이 증가되고 있다. 이는 금속간화합물이 고온에서 우수한 화학적 및 미세조직적 안정성과 높은 비강도, 내산화성, 내부식성을 가지기 때문이다. 이들 중에서 L1<sub>2</sub> 구조의 대표적인 금속간화합물인 Ni<sub>3</sub>Al 이 실용가능성이 있고 많이 연구된 재료이다. 따라서 본 연구에서는 고온 특성이 보다 뛰어난 Ni<sub>3</sub>Al 을 제조하기 위하여 산화물을 분산시켜 기계적합금화시 합금화에 미치는 산화물의 영향과 열간압출제의 열처리시 미세조직 변화에 미치는 산화물의 영향을 알아 보고자 하였다.

본 실험에서는 분산강화형합금을 제조하는데 가장 효과적인 방법으로 알려진 기계적합금화 (MA : Mechanical Alloying) 법을 이용하여 입도가 0.1 μm 이하로 매우 미세한 이트리아 (Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) 를 1 wt % 첨가한 Ni<sub>75</sub>Al<sub>24</sub>B<sub>1</sub> 합금분말을 제조하여 합금화 과정을 살펴 보았다. 이 때 합금화는 마멸기 (Attritor) 를 이용하였으며 임펠러의 회전속도는 300 rpm 으로 하였고 과대 압접을 방지하기 위하여 가공조절제 (PCA : Process Control Agent) 로 메틸알콜 (CH<sub>3</sub>OH) 을 2 wt % 첨가하였다. 또한 분말의 산화방지를 위하여 아르곤 (Ar) 가스 분위기를 유지하여 기계적합금화를 행하였다. 합금화한 분말에 대하여 광학현미경과 주사전자현미경을 사용하여 합금화 시간에 따른 분말의 형상과 미세조직 (층상조직) 의 변화를 관찰하였으며 X-ray 회절분석과 미소경도 측정을 행하여 합금화 속도를 조사하였다. 또한 열분석 (DTA, DSC)과 선분석 (EDX) 을 행하여 기계적합금화한 분말에서의 Al 원소의 고용 정도와 열분석을 통한 Ni-Al 고용체에서 Ni<sub>3</sub>Al 로의 상변태온도를 조사하였다. 그리고 기계적합금화법으로 제조한 정상상태의 분말에 대하여 압출비를 각각 14 : 1 과 16 : 1 로 하여 열간압출을 행한 후 압출제의 미세조직과 열처리시의 미세조직의 변화를 살펴 보았다. 이 때 압출은 배기 과정을 거쳐 미리 준비한 밀봉 캔을 일반로를 이용하여 1050 ℃ 까지 가열하여 1 시간동안 유지시킨 후 열간압출을 행하였다. 압출제의 열처리 수평 관상로를 이용하여 온도를 변수로 하여 2 시간동안 등은 열처리를 행한 다음 조직 관찰을 하였다.

Ni<sub>3</sub>Al 금속간화합물의 기계적합금화시 합금화는 판상입자형성단계, 압접지배단계, 입의 방향압접지배단계를 거쳐 정상상태로 진행되었으며 합금화 초기에 합금화가 활발하였다. 합금화 시간이 경과됨에 따라 합금분말의 층상조직은 층간간격은 점점 좁아지고 처음에는 동방향층상이었다가 나중에 소용돌이 모양의 미세한 층상으로 되었다. 정상상태는 25 시간 기계적합금화하였을 때 도달되었고 정상상태의 합금분말은 입도분포가 균일한 구형으로 되었으며 Al 은 균일하게 Ni 내에 고용되었다. 또한 기계적합금화만으로는 금속간화합물이 생성되지 않았으며 균일한 고용체가 생성되었다. 이 균일고용체는 뒤 따르는 열처리에 의하여 쉽고 빠르게 금속간화합물로 상변태되었으며 균일고용체에서 금속간화합물의 상변태온도는 약 383 ℃ 였다. 압출제의 경우 미세조직은 결정립이 압출 방향으로 길게 연신된 불안정한 주상정 조직을 나타냈으며 등은 열처리에 의해 점차로 재결정이 완전해 짐에 따라 동축정으로 변하였다. 따라서 산화물의 첨가와 등은 열처리로는 Ni<sub>3</sub>Al 의 이상입 성장을 유도할 수 없었다.