

## B2

### 저온 기계적합금화에 의한 nanocrystalline Al-5at.%Ti 분말의 제조에 관한 연구

#### (A Study on the Fabrication of Nanocrystalline Al-5at.%Ti Powder by Cryogenic Mechanical Alloying)

한양대학교 류승훈\*, 오영민, 김선진

#### I. 서론

기계적합금화에 가질 수 있는 최소결정립크기는 재료내의 동적회복에 의해서 제한되어진다고 알려져 있다. 재료의 동적회복은 thermally activated process이므로 기계적합금화시 온도를 낮춤으로써 이러한 동적회복이 억제되어, 최소결정립크기를 미세화할 수 있을 것으로 기대된다. 또한, J.S.Benjamin에 의하면 Al의 경우 온도를  $-100^{\circ}\text{F}$ ( $-73.3^{\circ}\text{C}$ )이하로 낮추게 되면 공정 제어제 없이도 기계적합금화를 진행시킬 수 있다고 하였다. 이는 저온화에 의하여 재료의 압접이 어려워지고, 합금분말의 경우에 있어서는 저온으로 내려감에 따라 취성이 증가하여 파괴가 촉진되기 때문인 것으로 생각되어진다.

본 실험에서는 기계적합금화시의 온도를  $-70^{\circ}\text{C}$ 로 낮춤으로서 분말입도 미세화와 분말내부의 결정립 미세화를 상온 기계적합금화한 경우와 비교하여 조사하였다.

#### II. 실험방법

기계적합금화는 자체 제작한 1.6 liter 용량의 attritor를 사용하였으며, 저온 기계적합금화를 위하여 개조하였다. grinding media로서 3/16 inch SUS304 ball을 사용하였고, 볼 대 분말의 장입비(무게비)는 65:1, impeller의 회전속도는 300rpm으로 하였다. 분말의 산화와 수분을 막기 위하여 Ar 분위기로 하였다. M.J.Bomford와 J.S.Benjamin에 의하면 pure Al의 기계적합금화시에  $-100^{\circ}\text{F}$ ( $-73.3^{\circ}\text{C}$ )이하에서는 저온화의 효과가 공정제어제와 효과가 같아진다고 하였다. 따라서,  $-70^{\circ}\text{C}$ 를 저온 기계적합금화 온도로 선택하였다.

기존의 연구결과에서 정상상태로 알려진 20시간까지 기계적합금화된 Al-5at.%Ti 조성의 분말을 상온에서 추가로 40시간까지,  $-70^{\circ}\text{C}$ 의 저온에서 40시간까지 같은 조건에서 기계적합금화하여 저온화에 따른 합금화 거동의 변화를 관찰하였다.

분말입도의 분포는 SHIMAZU사의 laser diffraction particle size analyzer를 사용하여 측정하였으며, 광학 현미경과 SEM을 통하여 확인하였다. 분말내부의 결정립 크기는 X-선 회절실험을 통하여 구하였으며, TEM으로 이를 확인하였다.

#### III. 결과 및 고찰

분말입도의 미세화는 상온의 경우 총 50시간 기계적합금화한 이후에서 더 이상 진행되지 않으나, 저온의 경우 60시간까지도 미세화가 진행된다. 또한 60시간 이후에서도 상온은 평균입도  $12\mu\text{m}$ 이나, 저온은  $3\mu\text{m}$ 를 나타낸다. 이는 저온화가 입자의 파괴를 촉진하여 일어난 것으로 보여진다.

X-선 회절실험결과 저온의 경우에 peak의 line broadening이 더욱 현저하게 나타났으며 이는 저온 기계적합금화에 의하여 결정립 크기가 상온에서 얻을 수 있는 것에 비해 훨씬 미세해진 것으로 볼 수 있다. line broadening을 통하여 구한 결정립 크기에 있어서도 상온에서는 총 50시간 기계적합금화한 이후에는  $16\text{nm}$ 로 포화되지만, 저온의 경우 총 60시간 기계적합금화한 이후에  $9\text{nm}$ 까지 감소하는 것을 볼 수 있다. 이는 재료내의 동적회복이 억제되어 더욱 미세한 결정립을 얻은 것으로 생각 되어진다.