

75at% Nb-Al 분말의 기계적 합금화와 열처리에 따른 상변화과정에 관한 연구
(Structural Evolution of 75at% Nb-Al powders during Mechanical Alloying and Annealing)

한국과학기술연구원
김혜성, 금동화

서론

기계적 합금화법으로 얻어진 Nb-Aluminide 분말의 합금화 정도를 평가하기 위해 일반적으로 사용하는 방법은 합금분말로 부터 얻어진 XRD 스펙트럼을 분석하는 것이다. 기계적합금화법으로 제조된 Nb-Aluminide 분말의 XRD 스펙트럼은 합금화 초기단계부터 피이크의 브로드닝이 심하게 일어나서 피이크의 회절강도가 낮고, 원료 및 밀링에 의해 생성되는 상들의 주 피이크의 위치(2θ)가 서로 유사하기 때문에 많은 연구자에 의해 단상이나 비정질 상등으로 해석되어 왔다. 그러나 최근 Rock 등¹⁾은 하나의 피이크 내에 여러 종류의 Nb-Aluminide 합금상이 존재할 수 있다는 것을 보고 하는 등 합금화를 통한 전반적인 상변화과정은 완전히 이해되지 않은 실정이다. 이외에도, Nb-Al계를 오랫동안 밀링하면 Nb_xN_y 형태의 새로운 상이 형성되는데 지금까지 대부분의 연구결과는 생성상을 NbN 형태의 fcc 상으로 분석하고 있으나, 이에 대한 증거를 제시하여 주지 못하고 있다. 그러므로 본 연구에서는 순수한 Nb과 Al분말을 75:25 조성으로 혼합하여 밀링한 후 나타나는 스펙트럼을 분리하여 밀링에 의해 생성되는 상을 정확히 분석하고, 각 상의 위치(2θ), 반가폭(FWHM), 면적 등의 데이터로부터 격자크기 및 변형량, 격자상수 및 구성상의 부피분율 등을 정량화하고, TEM 미세구조를 통해 이를 확인하고자 하였다. 또한 밀링시료를 열처리한 후 상변화과정을 고찰하고자 하였다.

실험방법

기계적 합금화의 초기 원료로 Al 분말은 순도가 99.9%인 $45\sim 75\mu\text{m}$ 크기의 분말을 사용하였고, Nb는 순도가 99.9%이고, 평균 입도 $38\mu\text{m}$ 이하의 분말을 사용하였다. 기계적합금화 장치로는 SPEX사의 믹서/밀(SPEX 8000)을 사용하였다. 볼과 분말은 무게비 10:1로 장입하고, 장입원료의 1wt%의 스테아릭 산을 공정제어제로 첨가하여 시험하였다. 기계적 합금화 시료의 상분석 및 격자상수의 측정은 Si-표준분말을 찍어서 연속주사(continuous scan)와 단계별 주사(step scan)방식으로 XRD 스펙트럼을 얻은 후 Peak fit 프로그램을 이용하여 피이크 분리하여, 각 상의 정확한 위치와 반가폭 및 면적을 구하였다. 합금화된 분말시료의 미세구조 및 과고용현상을 관찰하기 위해 분말을 GI 에폭시 (Gatan 사)와 함께 찍어서 열경화시킨후, 다이아몬드 휠로 1mm 두께로 자른 다음, $50\mu\text{m}$ 두께로 기계적 연마하여 최종적으로 ion milling하여 조직 관찰을 행하였다. 어닐링 시험은 시료를 진공 밀봉 (10^{-2} torr)하여 950°C 온도에서 2시간 동안 어닐링한 후 수냉하여 상변화, 결정격자의 크기, 스트레인 변화 및 각 상의 열 안정성을 조사하였다.

실험결과 및 고찰

밀링에 의해 얻어진 Nb-Aluminide 스펙트럼의 피이크를 분리하면 단상이 아닌 2개 이상의 상이 합성되어 있는 것을 관찰할 수 있다. Nb-25at%Al 조성의 시료를 5시간 동안 밀링한 후 XRD 분석하면 미소상 Al 피이크가 모두 사라져서 기지에 모두 고용된 것으로 관찰되었으나, TEM 관찰결과 미세한 Al 상이 관찰되었다. 밀링시간을 더욱 증가해서 15시간이 되면, 새로운 상이 형성되기 시작하고 밀링시간이 증가할수록 생성상의 회절강도는 더욱 뚜렷하였다. 생성된 상의 피이크 위치는 Nb-aluminide나 NbN 상의 피이크 위치와 유사하여 Nb_2Al 상으로 해석되기도 하고, 입방정 형태의 NbN 상의 피이크로 해석되기도 하나, 본 실험결과에 의하면, β -NbN상이 형성되었음이 확인되었다. 위의 시료를 열처리하면 지금까지의 관찰 결과와는 달리 Nb_2Al 상이 아니라 Nb₂Al 상이 형성되고, 950°C 이상의 고온에서도 안정하였다. Nb₂Al상이 높은 온도에서도 열안정성을 보이는 것은 밀링시간의 증가에 따라 생성되는 NbN의 양이 커져서 Nb-Aluminide 형성영역이 Nb₂Al 쪽으로 천이하기 때문으로 여겨진다.

참고문헌

1. C. Rock and K.Okazaki; Nanostructured Materials, 5(6). 643 (1995).