

기계적합금화에 의한 극미세 Al_3Hf 금속간화합물의 제조
(Synthesis of nanocrystalline Al_3Hf intermetallic compound
by mechanical alloying)

이성훈*, 최종현, 정경화, 김준기, 김선진
한양대학교 공과대학 재료공학과

1. 서론

Tetragonal DO_{23} 구조의 Al_3Hf 금속간화합물은 낮은 온도에서 연성이 거의 없는 것으로 알려져 있으나, 최근에 Schwarz 등에 의하면 Al_3Hf 조성의 혼합분말을 Spex mill을 이용하여 기계적합금화하였을 때, 균일한 화학 조성을 가지면서 DO_{23} 구조보다 많은 슬립계를 가지는 cubic $L1_2$ 구조의 Al_3Hf 금속간화합물을 제조할 수 있다는 것이 보고되면서 연성향상이 기대되고 있다.[1] 한편 결정립의 nano화는 결정립계를 통한 diffusional creep을 활성화시키고 grain boundary sliding 기구에 의한 변형을 촉진함으로써, $L1_2$ 구조의 Al_3Hf 금속간화합물의 연성을 보다 향상시킬 수 있을 것으로 기대된다.[2] 본 연구에서는 $L1_2$ 구조의 nanocrystalline Al_3Hf 금속간화합물을 제조하기 위해 planetary ball mill을 이용하여 기계적합금화 방법에 따른 Al_3Hf 금속간화합물의 형성 거동을 조사하고, milling 시간에 따른 결정립의 미세화 거동을 조사하였다.

2. 실험방법

기계적합금화는 3/8 inch 볼과 용기를 열처리강으로 제작한 Fritsch사의 pulverisette 5 Planetary mill을 사용해 300rpm으로 100시간까지 수행되었다. 원료분말은 -#325 Hf(98%)과 Al(99.9%) 분말을 1:3(atomic ratio)으로 혼합해 milling 하였으며, 과잉압접을 방지하는 공정제어제로서 2wt.% stearic acid를 첨가하였다. 볼과 분말의 장입비는 20:1로 하였으며, 장입과정은 공기에 의한 오염 방지를 위해 glove box 내에서 행해졌다. 기계적합금화된 분말은 XRD를 이용하여 상을 분석하고 결정립 크기를 측정하였으며, laser diffraction particle size analyzer로 분말 입자의 크기 분포를 조사했다. SEM을 통해 분말 입자의 형상을 관찰했으며, EDS로 분말 내부 원소들의 분산 상태를 확인했다. 또한, DTA로 Al_3Hf 금속간화합물 상변태 온도를 측정하였다. 한편 열처리강보다 강도가 낮은 stainless steel media를 사용한 planetary mill과 attritor를 이용하여 milling media와 충돌에너지 등이 Al_3Hf 분말의 기계적합금화 거동에 미치는 영향도 조사하였다.

3. 결과 및 고찰

Planetary mill에서 1시간 미만의 공정에서는 Al과 Hf이 전혀 합금화되지 않은 판상의 입자가 형성되었으나, 10시간에서부터 $L1_2$ 구조의 Al_3Hf 금속간화합물 분말을 얻을 수 있었다. 30시간 milling 분말에 대한 DTA 결과, 780°C에서 상변태가 발견되었는데, 이는 열처리 후 XRD 상분석으로 $L1_2$ 구조에서 DO_{23} 구조로의 변태 온도인 것으로 확인되었다.

Stainless steel media를 사용한 planetary mill과 attritor에서는 $L1_2$ Al_3Hf 이 생성되지 않았는데, 이는 milling 시 stainless steel media에서 마모되어 나오는 성분들에 의한 영향으로 생각된다.

4. 참고문헌

1. S. Srinivasan, P. B. Desch, and R. B. Schwarz ; Scripta Metall. 25 (1991) p.2513
2. K. S. Kumar ; Int. Mater. Rev., 35 (1990) p.293