

**저온 기계적 합금화한 Al-5at%Ti 합금의 압축실험 거동에 관한 연구
(A Study on the compression test of Al-5at%Ti alloy produced by cryomilling method)**

한양대학교 정경화*, 오영민, 김선진

1. 서 론

기계적 합금화 방법으로 제조되는 Al-Ti 합금은 항공기 등의 일부 구조재로 사용되는 고가의 Ti 합금을 대체할 수 있는 후보재료로서, Al_4C_3 , Al_2O_3 , 및 금속간 화합물인 Al_3Ti 등의 미세한 분산상과, 이들에 의해 성장이 억제된 미세한 Al 결정립으로 인해 고온에서도 우수한 기계적 성질을 유지하는 것으로 알려져 있다. 그러나, 기계적 합금화에 따른 산화물, 탄화물 및 금속간 화합물상의 생성에 의해 합금의 연성이 크게 저하되는 단점이 있으므로 열악한 가공성이 합금의 실용화에 큰 문제점으로 남아 있다. 최근 이러한 기계적 성질의 단점을 극복하기 위하여 기계적 합금화로 얻어진 결정립 크기를 nano scale 까지 미세화시켜 nanocrystalline 재료가 갖는 특성 중 하나인 연성의 증가를 얻으려는 시도가 진행되고 있으나 아직까지는 미흡한 상태이다. 이에 본 연구에서는 기계적 합금화시 attritor 내부의 온도를 저온(-85°C)으로 유지하여 제조한 nanocrystalline 재료를, 상온에서 제조하여 보다 조대한 결정립 크기를 갖는 재료와 비교하여 압축실험 함으로써 분말과 결정립 크기가 기계적 성질에 미치는 영향에 관하여 조사하였다.

2. 실험방법

산화피막의 생성을 방지하기 위하여 glove box내에서 평균입도 $25\mu\text{m}$ (-325mesh)의 Al분말(99.9%)과 Ti분말(99.9%)을 밀폐형 attritor에 장입하여 상온과 -85°C의 저온에서 60시간동안 기계적 합금화를 진행하였다. 생성된 분말의 크기분포는 LDPSA로 조사하였으며 미세구조 및 결정구조와 성분은 OM, SEM, XRD, ICP등으로 조사하였다. 상온과 저온에서 제조한 합금분말을 glove box내에서 냉간 압축하여 약 70%의 밀도를 가지는 압분체를 제조하였고, 390°C, 10^{-4}torr 의 진공에서 탈가스 과정을 거친 후 390°C, 550MPa로 10분 동안 진공열간압축하여 이론밀도의 99%에 이르는 성형체를 제조하였다. 이 성형체를 가공하여 실험온도 300°C~500°C, 변형속도 $10^{-3} \sim 10^0$ 의 실험조건에서 압축실험하여 기계적특성 및 변형거동을 조사하고 파단면은 SEM으로, 수직단면은 TEM으로 관찰하였다.

3. 실험결과 및 고찰

저온 기계적 합금화로 결정립 크기 21nm, 분말크기 $9.5\mu\text{m}$ 의 분말을 얻은 반면, 상온 기계적 합금화로는 결정립 크기 47nm, 분말크기 $15.5\mu\text{m}$ 의 분말을 얻어 저온 기계적 합금화 방법으로 보다 미세한 나노분말을 얻었을 수 있었다. 이것은 실험온도로 선택한 저온(-85°C)에서는 dislocation climb으로 인한 동적 회복이 완전히 억제됨으로써, 재료내의 전위축적을 증가시켜 결정립이 미세화 되었기 때문으로 생각된다. 진공열간압축 후 시편의 TEM 관찰결과 분말과 분말사이에 μm 단위의 결정립 크기를 갖는 Al 영역이 형성된 것을 관찰할 수 있었는데 이는 분말의 미세화에 의한 표면적 증가에 따른 녹는점 강하현상 때문으로 생각되어진다. 이 Al은 소성변형시 연성의 향상을 기대하게 하였으나, 실제 압축실험에서는 500°C 이상의 고온에서만 그

효과를 관찰할 수 있었다. 같은 nano scale의 재료임에도 불구하고, 보다 작은 결정립 크기를 갖는 저온 시편의 경우 상온보다 높은 압축강도를 보였으며, 같은 온도에서는 변형속도가 빨라 질수록, 같은 변형속도에서는 온도가 낮아질수록 높은 압축강도를 보였다. 가장 낮은 실험온도인 300°C에서는 분말이 용력에 수직한 방향으로 변형되었으며 500°C에서는 분말의 변형은 없었으나 성형체 변형은 300°C보다 상당히 커졌다. 이것은 300°C에서는 Al-rich 영역의 Al이 연화되지 않아 용력이 분말에 집중됨으로써 분말내부의 grain들이 grain boundary sliding을 일으켰기 때문으로 생각되고, 500°C에서는 분말외부의 Al이 충분히 연화되어 분말과 분말사이에서 유동성을 가짐으로써 분말들이 서로의 경계에서 sliding을 일으켰기 때문으로 생각된다.

4. 결 론

상온 기계적 합금화보다 저온 기계적 합금화로 보다 더 미세한 분말크기와 결정립 크기를 갖는 합금분말을 제조할 수 있었으며, 저온 기계적 합금화로 제조한 분말이 보다 더 좁은 입도 분포를 가져, 재료의 성형성을 향상에 저온이 더 유리함을 알 수 있었다. 진공열간압축 결과 생성된 Al pool이 연성의 향상에 기여한 것은 400°C 이상의 고온이었으며, 500°C에서는 변형률 민감도가 0.275로 기존의 μm 크기의 상용금속과 비교하여 2배 이상 높았다. 비교적 낮은 온도인 300°C에서는 분말내부의 결정립들이 서로 미끄러짐으로써 분말이 용력방향에 수직하게 변형되었으며, 이 결과 용력이 분말과 Al pool사이의 계면에 집중됨으로써 파괴되어 상대적으로 작은 변형으로도 파괴되었다. 비교적 높은 온도인 500°C에서는 Al pool에 위치한 Al이 활성화되어 유동성을 가지게 되었고, 그 결과 분말과 분말들이 서로 미끄러짐으로써 분말의 변형없이 성형체 전체의 변형을 가져와 상대적으로 큰 변형 후 파괴되었다.

5. 참고문헌

- (1) R.D. Shull : nanostructured materials, Vol 2, pp 213-216, 1993
- (2) R.W. Siegel : nanostructured materials, Vol 3, pp 1-18, 1993
- (3) C. Suryanarayana : J. of Korean Powder Metallurgy Institute, Vol 3, No 4, pp 233-245
1996