

기계적 합금화법에 의한 $Al_3X(X=Zr, V)$ 계 극미세 금속간 화합물의 열적 안정성에 미치는 제 3원소의 첨가 영향에 관한 연구

The effect of ternary addition on the formation and thermal stability of nanocrystalline $Al_3X(X=Zr, V)$ alloys with L_{12} phase by mechanical alloying

한양대학교 재료공학부 장근영*, 문정일, 이경섭

$Al_3X(X=Zr, V)$ 계 금속간화합물은 높은 용점과 높은 비강도, 우수한 고온 강도 및 내산화성을 보여 차세대 고온 구조재료로서 사용이 기대되고 있으나 상온에서 500°C사이의 낮은 온도 범위에서 연성이 거의 없다는 것이 실용화의 문제점으로 지적되고 있다. 본 연구에서는 Al_3X 계 금속간 화합물의 연성을 향상시키고자 Planetary ball mill과 Spex mill의 밀링시간, 회전수, 장입비 등의 공정 변수를 변화시키면서 기계적 합금화법에 의해 극미세 구조와 L_{12} 구조의 $Al_3X(X=Zr, V)$ 계 금속간 화합물을 제조할 수 있는 최적의 조건을 도출하려 하였으며 제조된 분말의 열처리에 따른 상변화를 관찰하였다. 또한, 제 3원소의 첨가가 L_{12} 상의 형성 및 열적 안정성에 미치는 영향을 고찰하였다.

본 실험에서 기계적 합금화를 위하여 사용한 볼 밀은 Spex mill과 planetary ball mill 이다. 두 ball mill에 Al-25at.%(Zr, V) 조성의 원소 분말을 장입한 후 공정 제어제로서 전체 분말의 2wt.%에 해당하는 스테아린산을 장입하였다. 공정변수는 밀링시간을 1~50시간 사이에서 회전수를 Spex mill의 경우 1000rpm으로 고정시키고 planetary ball mill 인 경우 200~300 rpm 사이에서 변화시켰으며 장입비(ball : powder)는 두 밀 모두 20:1, 30:1로 변화시키면서 Ar 분위기에서 분말을 제조하였다. 제조된 분말은 -200# sieve를 통과시킨 후 입도 분석기(PSA)로 분말 입자 크기를 측정하였으며 XRD, SEM, TEM으로 상변화 및 결정립 크기를 측정하였다. 또한, 열 분석기(DSC)로 열처리에 따른 분말의 상변화 경향을 관찰한 후 상변화가 발생하는 것으로 예상되는 온도까지 진공 열처리 후 XRD, TEM 분석을 통해 상변화를 관찰하였다.

PBM의 경우 Al-Zr계에서 10nm 크기의 극미세 L_{12} 구조를 갖는 Al_3Zr 합금 제조가 가능하였으나, Al-V계에서는 L_{12} 구조의 형성 없이 DO_{22} 구조의 Al_3V 의 형성이 가능하였다. Al-Zr계에 Cu, Ni를 첨가한 경우 2원계에서와 동일하게 L_{12} 구조의 합금이 얻어졌으나 Mn을 첨가한 경우에는 비정질의 분말을 얻을 수 있었다. Al-V계에서는 Cu, Ni, Mn을 첨가한 경우 모두 동일하게 비정질의 분말을 얻을 수 있었다. 이원계 Al-Zr계 합금의 경우 L_{12} 결정 구조가 625°C까지 안정하였으며 제 3원소로 Cu와 Ni를 첨가한 경우 각각 900°C와 850°C까지 안정하였다. Mn을 첨가하였을 때 형성된 비정질 구조는 770°C에서 L_{12} 구조로 결정화되었으며 L_{12} 구조는 900°C에서도 유지하였다.