

PCA 종류에 따른 Ti-Mg 분말의 기계적 합금 거동 Effect of PCA on Mechanical alloying of Ti-Mg powder mixture

정승*, 정현성, 안재평, 박종구
한국과학기술연구원

1. 서론

Ti-Mg 합금은 우주 항공산업 분야와 자동차분야같이 초경량 고강도를 요구하는 산업 및 수소 저장용 합금으로 응용 가능한 재료이다. 일반적으로 Ti-Mg 합금은 혼합열이 양의 값이므로 열역학적인 평형상태에서는 합금화되지 않는 것으로 보고되고 있다. 정상적인 주조방법으로 합금화되지 않는 합금계를 합금화시키는 방법 중 볼밀링법은 Ti-Mg 합금을 제조할 수 있는 유망한 방법 중 하나이다.

Suryanarayana는 Ti와 Mg를 spex와 attritor 밀링하여 fcc 구조의 결정구조가 형성된다는 결과를 보고한 바 있다. 그러나 다른 연구결과에서 spex 밀링에 의한 Ti-Mg 합금은 Ti에 Mg가 고용된 hcp 구조를 갖는 것으로 보고 되었다. 특히 Wilkes는 Ti-Mg 합금에서 fcc 결정구조는 밀링 동안 유입될 수 있는 오염에 의한 결과로 해석하였다. 따라서 이런 상반된 결과에 대한 분명한 해석을 위해 본 연구에서는 아르곤 가스, 이소프로필렌 알콜, 헥산, 헵탄과 같은 다양한 밀링매체를 사용하여 기계적합금화 동안 Ti-Mg 합금의 분말 특성을 고찰하였다.

2. 실험방법

Ti-12at%Mg 합금분말은 $\sim 45 \mu\text{m}$ 의 크기를 갖는 Ti와 과립형태의 Mg를 볼밀링하여 제조되었다. 볼밀링은 프레러터리 방식을 사용하였고 20:1의 분말과 볼의 비로 250 rpm 조건에서 수행되었다. 실험 변수로는 볼밀링 시간과 분위기였다. 먼저 볼밀링 시간은 0~60 시간 동안 수행되었고 분위기는 아르곤 가스, 이소프로필렌 알콜, 헥산, 헵탄 분위기에서 수행되었다.

Ti-12at%Mg 분말의 합금화 거동을 관찰하기 위해 투과전자현미경과 X-선 회절분석을 이용하여 미세구조와 상분석을 수행하였다. 특히 TEM을 이용하는 제한구역회절상(SEAD)과 수렴성범전자회절상(CBED)으로부터 나노결정립에서의 결정구조를 분석하였다. TEM에 부착된 EDX를 이용하여 기계적 합금화에 따른 Ti-12at%Mg 분말의 국부적인 조성을 조사하였다.

3. 결과 및 고찰

이소프로필렌 분위기에서 볼밀링된 Ti-12at%Mg 합금은 밀링 초기에 hcp 결정구조로 합금화되다가 (2hr) 계속되는 볼밀링에 의해 fcc 결정구조로 상변태되었다(14hr). 48시간 볼밀링 이후에 모든 분말은 나노결정화가 되었고 순수한 Ti와 Mg로 존재하는 성분은 더 이상 존재하지 않았다. TEM 사진에서 48시간 동안 볼밀링된 Ti-12at%Mg 분말은 $\sim 100 \text{ nm}$ 의 나노결정립으로 이뤄져 있으며 SAD와 CBED의 분석을 통해 fcc 결정구조를 갖고 있음을 확인할 수 있었다. 이 결과는 XRD 결과와 일치하였으며 나노결정립으로부터 얻어진 CBED의 정대축은 [002]이고 결정구조는 fcc였다. XRD 결과 회절상의 분석을 통해 기계적 합금화된 Ti-12at%Mg 분말은 4.2Å의 격자상수를 갖는 fcc 결정구조였다.

이소프로필렌 알콜 분위기에서 나타났던 현상과는 달리 아르곤 분위기에서 볼밀링된 Ti-12at%Mg 합금은 Ti 내에 Mg 원소가 고용되는 형태로 합금화가 진행되다가 55 시간 동안의 볼밀링에 의해 거의 hcp 결정구조로 변하였다. 또한 본 연구발표에서는 헥산과 헵탄 분위기를 사용한 Ti-Mg의 기계적합금화 거동에 관한 내용이 주어질 것이다.