

나노크기 (Ni+ Al) 혼합분말의 SPS소결거동에 미치는 혼합방법의 영향

Effect of mixing method on Spark Plasma Sintering behavior of nanoscale (Ni+ Al) powder mixture

울산대학교 최형석*, 김지순, 권영순, 권대환, 최벽과

NiAl계 합금은 높은 비강도와 용융점, 우수한 내산화성과 내식성, 높은 크리프 저항성 등 고온재료로 우수한 특성을 갖기 때문에 고온 구조용 재료로 크게 각광을 받고 있다.¹⁾²⁾ 그러나 NiAl계 합금은 상온에서 연성이 매우 낮기 때문에 저온 취성 문제로 재료의 제조가공 및 응용 시 문제가 되고 있으며 최근 연구의 주안점도 연성개선에 집중되고 있다. 연구자에 따라 정도의 차이는 있지만 단결정과 다결정을 막론하고 300°C이하의 온도에서는 거의 연성을 나타내지 않는다고 보고하고 있다.³⁾

NiAl의 저온 취성의 원인은 <100>전위의 작용으로 인한 슬립계의 부족 때문인 것으로 알려져 있다. 따라서 NiAl의 슬립계 수를 증가시키기 위해 Mo, Fe, Ga, Co등의 제3원소를 첨가하여 <110> 또는 <111> 전위가 작용하도록 하여 연성을 증가시키는 방법이 있다.⁴⁾⁵⁾ 그리고 취성이 강한 기지 내에 제2상을 석출시켜 상온 연성을 개선하기 위한 연구가 진행되고 있다.⁶⁾⁷⁾ 결정립 크기를 미세화 시키면 균열의 전파가 억제되어 소성변형이 가능하여 연성이 크게 개선될 수 있다고 보고되었으며 분말야금법과 급속냉각법(RSP)의 방법이 시도되고 있다.⁸⁾ 특히 분말야금공정 중에서 기계적 합금화를 통한 입자미세화 효과를 극대화 하고 이를 통해 나노결정립을 갖는 NiAl분말을 제조하여 소결한 결과 우수한 기계적 특성을 얻을 수 있었다. 하지만 기계적 합금화법은 불순물의 혼입가능성이 크기 때문에 나노크기를 가지는 원료분말을 사용하여 그 분말을 혼합하는 방법을 생각해 볼 수 있었다. 하지만 전기선 폭발법으로 제조된 나노크기분말의 단순 혼합 밀링을 실시한 결과, 혼합특성이 좋지 않아 기계적 특성은 오히려 좋지 않음을 확인할 수 있었다.

통상적인 소결방법으로는 높은 소결온도와 장시간의 유지시간이 필요하여 입자성장을 억제할 수 없으므로, 일반적으로 HP, HIP와 열간압축법이 사용되고 있다. 최근 일본을 중심으로 활발한 연구가 수행되고 있는 방전 플라즈마 소결(Spark Plasma Sintering, SPS)법⁹⁾은 DC 펄스전류를 시편인 압분체에 직접 통전함으로써 시편 자체의 전기저항에 따른 발열과 Mold의 고유저항에 의한 발열을 소결의 열원으로 이용한다.(See fig. 1.) 그리고 소결의 촉진요인으로서 열적확산과 가압에 의한 소성유동 이외에도, 소결 초기과정에 생기는 분말입자들 사이의 방전에 의한 자기발열효과가 소결을 가속시켜 저온·단시간에 소결이 이루어진다. 특히, HP나 HIP와 같은 통상적인 가압소결법에 비해 낮은 소결온도와 짧은 소결 시간으로도 높은 소결체 밀도를 얻을 수 있고 입자성장을 효과적으로 억제할 수 있다.¹⁰⁾¹¹⁾

이에 본 연구에서는 NiAl의 연성증가를 위해 나노결정립의 효과를 알아보고자 하였다. 전기선 폭발법으로 제조된 원료분말을 초음파 등을 이용하여 혼합분말을 제조하여 방전플라즈마소결을 행하였고 소결 중의 수축거동, 미세조직, 상변화를 관찰하였다. 그리고 제조된 소결체로부터 기계적 특성을 조사하였다.

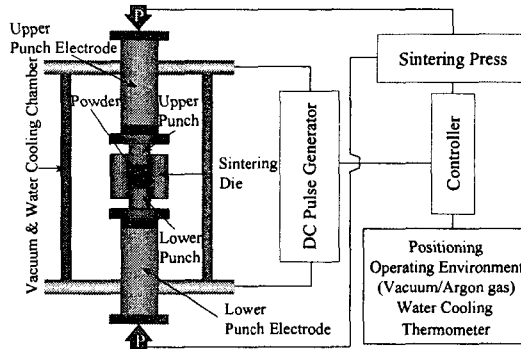


Fig. 1 Schematic configuration of SPS facility

방전플라즈마소결장치(SPS-515S)를 사용하여 기계적 합금화된 분말을 승온속도 100℃/min., 50MPa의 소결압력으로 10^{-3} torr의 진공 분위기에서 1150℃, 5분간 유지하여 소결하였다. 소결장치에 내장된 Data Aquisition System을 이용하여 소결 과정의 수축률을 자동으로 저장하여 소결 과정의 밀도 변화와 치밀화 속도 등을 구하였다. 주사전자 현미경(SEM)과 X-선회절장치(XRD)를 사용하여 원료 분말과 소결체의 미세구조 및 상 분석을 하였으며, 제조된 소결체의 결정립 크기는 XRD결과로부터 Scherrer식을 사용하여 구하였다. 기계적 특성평가는 상온에서 이루어 졌고, Vickers microhardness는 500gf의 하중을 가하여 측정하였다.

참고문헌

- 1) M. J. Cooper: Philos. Mag., 89 (1963) 811
- 2) F. S. Pettit: Trans. Met. Soc. AIME., 239 (1967) 1296
- 3) I. Backer and P.R. Munroe: J. Metals, 40 (1988) 28
- 4) S.M. Russell, F. Sczerzene: MRS symp. Proc. Vol. 360 P. 455
- 5) C.C. Law and M.J. Blackburn : Rapidly Solidified Light Weight Durable Disk Materials, AFWAL, West Palm Beach, FL, (1987)
- 6) R. Kainuma, S. Imano, H. Ohtani and K. Ishida : Intermetallics, 4 (1996) 37
- 7) P. S. Khadkikar, K. Vedula and B. S. Shable : Metall. Trans. A, 18 (1986) 425
- 8) E. M. Schulson, Res. Mech. Letters 1 (1981) 111
- 9) M. Tokita, J. Powder Technology Japan 30 (1993), pp.790-804.
- 10) K. Inoue, US Patent, No. 3, 241, 956 March, 1962
- 11) K. Inoue, US Patent, No. 3, 250, 892 May, 1966