

Mechanical Alloying에 의한 새로운 구조용 분말제조



정 형 식
(소재성형실장)

- '70 서울대학교 금속공학과 졸업
- '77 미국 Drexel 대학교 금속공학과 졸업(박사)
- '78-'80 미국 Pfizer Inc. 선임연구원
- '80-'85 미국 United Technologies 선임연구원
- '85-현재 한국기계연구소 책임연구원



안 중 호
(제조야금실 선임연구원)

- '82. 2 성균관대 금속공학과 졸업
- '84. 9 벨지움 Louvain 대학 금속공학과 졸업(석사)
- '88. 11 벨지움 Louvain 대학 금속공학과 졸업(박사)
- '89-현재 한국기계연구소 선임연구원

1. 서 론

Mechanical Alloying(MA)은 금속 혹은 세라믹 분말을 높은 기계적에너지의 Ball Milling을 통하여 미세조직이 제어된 특수분말을 얻는 공정을 말한다. 이 공정은 원래 1960년대 말 Inco사의 J.S.Benjamin등 연구진에 의해^(1,2) 산화물분산강화 초내열합금(Oxide Dispersion-Strengthened Superalloys : ODS Superalloys)을 개발하기 위해 고안된 것으로, 금속분말과 Y_2O_3 등의 산화물 분말을 ball과 함께 용기내에 장입한 후 높은 기계적에너지로 교반하여 산화물이 미세하고 균일하게 분산강화된 새로운 합금분말을 얻는방법이다. 이들 MA 공정에 의한 ODS초내열합금은 70년대의 집중적인 연구 개발단계를 거쳐, 80년대에 이르러는 항공기 제트엔진에 일부 상업화가 시작되어 1988년 현재 MA제품 생산량이 15,000 t을 상회하고있다. 특히 F101, F404, F110등의 터빈vane등에 10여년간 사용되어온 MA754합금 등에서 볼 수 있는 바와 같이, MA에 의해 제조된 ODS초내열합금은 고온극한상황에서 높은 creep강도와, 수명, 안정성 등이 뛰어난 것으로 입증되어 앞으로의 제트엔진시장에서 중요한 위치를 차지하며 본격적 활용이 예상되고 있다. 엔진부품 이외에도 Al계의 Al-905XL단조합금 등이 경량고강도의 소재로서 Airframe등에 실용화가 시작되었다. 이같이 항공소재 위주로 그동안 연구개발되어 왔던 MA공정은 최근 항공산업 이외의 다른 분야에도 응용범위가 확산되고 있다. 예를 들면, 산업용 가스터빈blade나 vane용으로 개발된 MA760합금은 단결정합금보다도

creep강도가 높고 기존의 주조합금에 비해 고온 산화부식저항이 우수한 것으로 알려졌으며, 용융 glass에 뛰어난 부식저항으로 이 분야산업에 사용될 MA758, 해수에 저항이 우수해 조선공업에 활용이 예상되는 Al계의 Al-9052, SiC입자강화형 Al복합재료의 기지합금으로 유망한 Al-9021등을 들 수 있다. 또한 벨지움 원자력연구소(S.C.K./C.E.N)에서 15여년간 개발되어 Inco에서도 본격적 상업화가 시도되고 있는 MA957계의 스테인레스강은 고속중성자증식로(Fast Neutron Breeder Reactor)의 조업온도인 600~700°C에서 높은 강도를 유지하면서도 중성자조사에 의한 swelling 등의 결함이 없이 안정성있게 사용할 수 있음이 입증되어 차폐재료(Cladding Materials)로서 원자력공업에도 이용될 전망이다.

이상과 같이 MA공정은 미세조직의 균질화, 안정된 미세산화물의 분산화 등을 가능케하는 이상적 방법으로 항공재료를 비롯한 많은 분야에서 중요한 구조용신소재 제조공정으로서의 위치를 점하며 광범위한 응용을 위한 연구개발이 계속될 전망이다. 이러한 기존의 MA공정의 전망과 아울러, 최근에는 MA공정이 급냉응고(Rapid Solidification : RS)와 같은 비평형공정으로서 새로운 가능성이 알려져 「2세대 MA시대」를 예고하고 있다. 즉, C.C.Koch, R.B.Schwarz⁽³⁴⁾ 등에 의해 상온 고상반응인 MA를 통한 비정질분말제조의 가능성, H.Gleiter^(5,6) 등에 의해 결정립의 크기가 수 nanometer(10⁻⁹m)에 불과한 Nanocrystalline분말제조의 가능성이 알려졌다. 또한 종래의 주조법이나 분말 야금공정으로는 제조가 불가능한 과고용합금, 즉 합금의 고용한도(solubility limit)를 뛰어넘는 화학조성의 특수합금 제조가능성도 알려졌다. 이같은 MA공정의 새로운 측면의 발견은 실로 광범위한 소재산업분야의 응용을 전망하고 있는데, 특히 다음 세기의 고온항공재료로 부각되고 있는 aluminide를 포함한 금속간화합물제조에도 적용하는 기초적연구가 일부 선진국에서 시작되고 있다. 본고에서는 MA공정의 이같은 새로운 분야, 즉 비정질 혹은 Nanocrystalline분말제조 및 이를 이용한 금속간화합물 제조에 대해 그동안의 KIMM에서의 연구와 아울러 소개하고자 한다.

2. 공정의 개요

MA공정은 먼저 합금분말 혹은 최종조성에 해당하는 순금속의 혼합분말을 Ball Milling매개체인 스테인레스 ball 혹은 초경 ball등과 함께 일정비율로 Mill에 장입하는 것으로 시작한다. 합금분말을 사용하는 경우는 엄밀한 의미에서 이미 합금(alloying)이 된 상태이므로 혹자에 따라서는 「Mechanical Grinding」이라는 용어를 사용하기도 한다. MA에 사용되는 High-Energy Mill로서는 Attritor Mill, Planetary Mill, Vibratory Mill 및 기존의 수평식 Ball Mill이 있으며 (그림 1) 이들 Mill은 각각의 장 단점을 가지고있다. 실험실규모 연구에 가장 많이

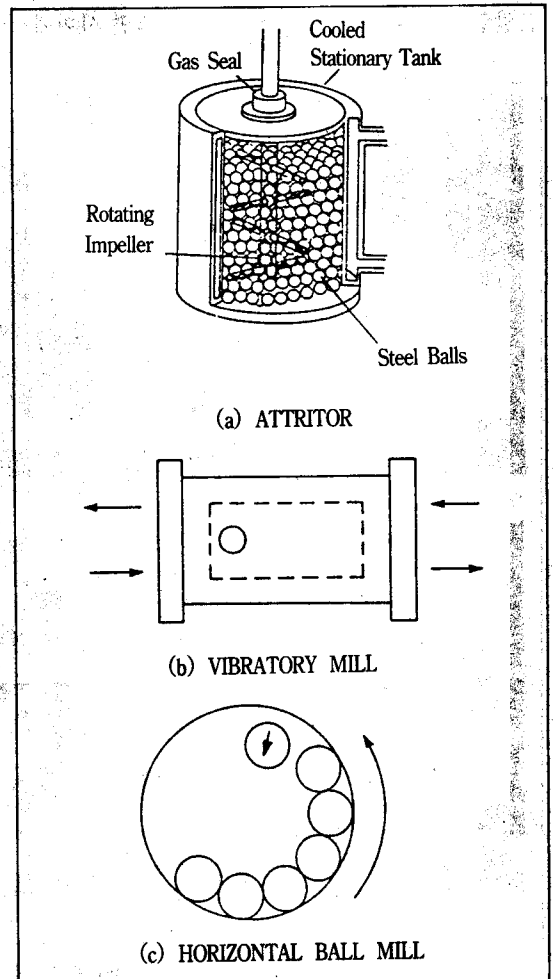


그림 1) Mechanical Alloying 장비

사용되고 있는 Attritor Mill은 중앙의 회전축에 고정된 impeller에 의해 ball과 분말을 높은 기계적에너지로 교반하는 방식으로 공정소요시간은 진동Mill과 수평식 Ball Mill의 중간 정도이며 장시간 조업시 용기바닥의 사각에 분말이 Milling이 안된채 심하게 응축되는 문제가 있다. 진동 Mill은 저진폭 고주파수로 용기를 진동 시키는 방식으로 공정소요시간은 매우 짧으나 소량분말 Milling시 많이 사용되고 있다. 수평식 Ball Mill은 원통형 용기내에 ball과 분말을 장입한 후 수평축 방향으로 회전시키는 방법으로 다량의 분말 사용시 유리하여 상업적규모 생산에 이용되고 있으나 장시간의 조업이 요구되는 단점이 있다.

상기와 같은 장비를 이용하여 Milling함에 따라 분말입자들은 ball과 ball, ball과 용기벽면 사이에서

충격을 받게되며 이로 인해 분말의 파쇄, 미세단조, 냉간압접등이 반복적으로 행해지게 된다. 냉간압접의 결과로는 이종분말간의 접합, 분말의 조대화를 들 수 있는데, 이는 파쇄된 분말의 깨끗한 파단면들이 순간적으로 overlap되면서 이루어진다. 이론적으로 금속결합은 방향성이 없어, 금속표면에 adsorption등에 의한 film의 형성등 오염이 없다면 단순한 접촉만으로도 냉간에서의 접합이 가능하다. 분말파쇄는 충격으로 인해 분말입자가 점차적으로 가공경화되면서 주로 피로파괴(연성분말) 혹은 취성파괴(취성분말)에 의해 이루어진다. 실제로 충격으로 인해 분말이 소성변형시, 약 5%의 기계적에너지만이 분말입자의 격자변형및 가공경화에 소요되고 대부분은 열로 발산되어 부분적 회복현상이나 확산도 예상된다. Attritor Mill 사용의

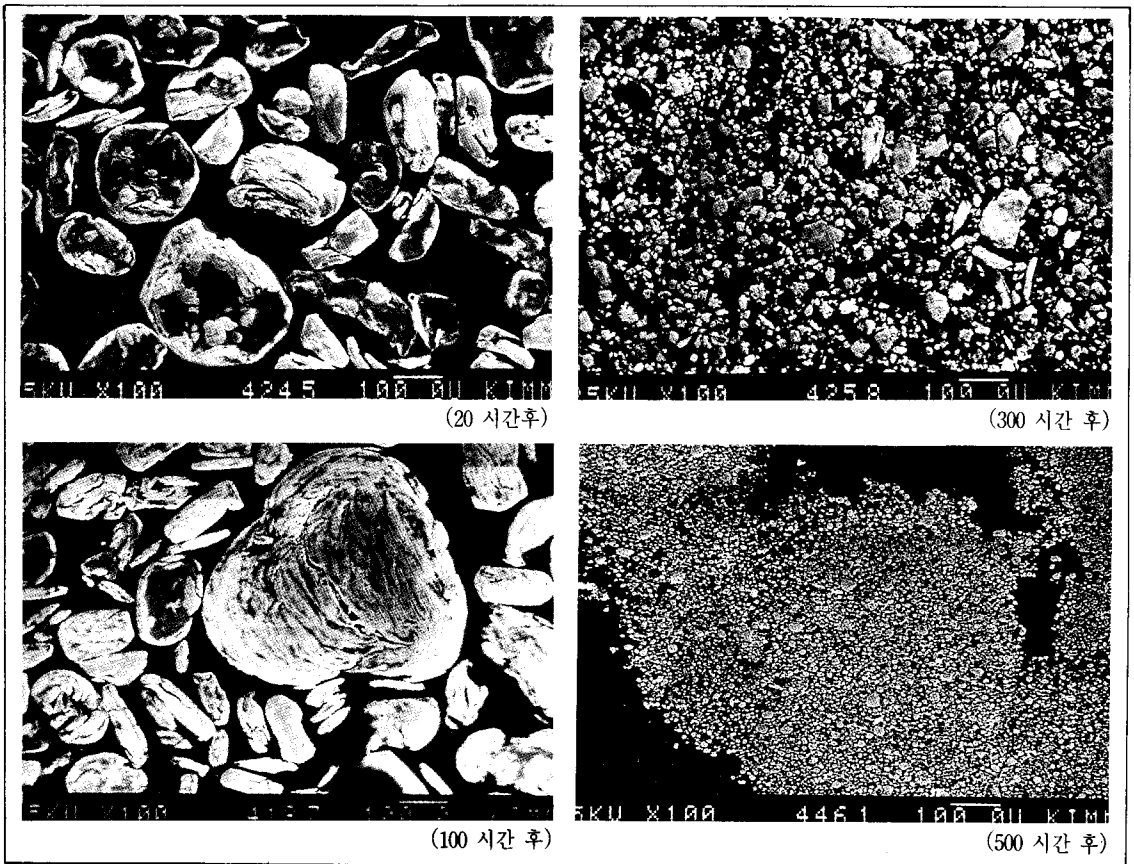


그림 2) Ti 및 Al (1:1) 혼합분말의 Ball Milling 중의 미세조직변화. (Polishing한 분말단면의 etching후 동일배율 주사전자 현미경조직)

경우 이러한 온도상승은 약 300K를 초과하지 않는 것으로 보고 되어 있다.⁽⁷⁾ MA공정의 최종 단계에 이르러서는 분말의 파쇄와 냉간압접은 균형을 이루게 되어 입자크기가 균일한 분포를 이루게 된다.

3. 비정질분말제조

3.1. MA에 의한 비정질화 과정

그림2에 KIMM에서 행한 금속간화합물 TiAl조성 분말의 MA공정 중의 미세조직변화가 예시되어 있다. 실험은 원자조성비 1:1의 순금속 상태의 Ti분말과 Al분말을 스테인레스 ball과 함께 2중 sealing이 가능하도록 특수제작된 용기에 장입하여 진공후 Ar가스를 주입하여 행하였다. MA중의 미세조직변화 및 비정질화거동은 사용금속의 연성에 따라 차이가 있으나⁽⁸⁾ 그림2에 예시한 연성-연성금속계인 Ti-Al계의 경우, 20시간의 Milling후에는 밝은 상의 Al분말들이 미세단조되어 판상이 되며 어두운 상으로 보이는 Ti입자 표면에 냉간압접되고 있다. 100시간 경과 후에는 이들 분말이 파쇄·냉간압접 반복의 결과 Al층과 Ti층이 교차하는 층상조직을 이루며, 냉간압접에 의한 분말의 조대화가 보이고 있다. 300시간이 경과한 후에는 이들

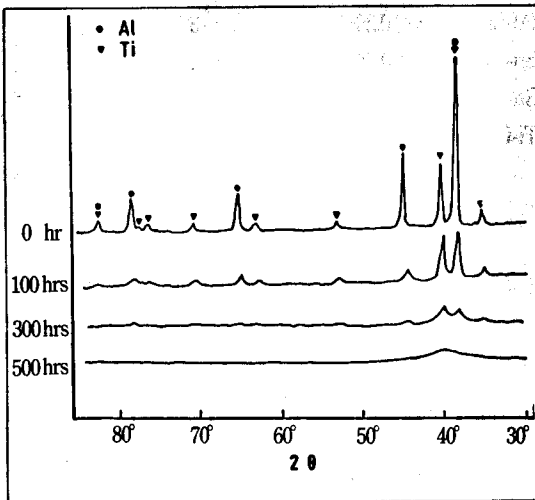


그림3) Ti 및 Al 혼합분말의 Ball Milling시간에 따른 X-선 회절 peak의 변화

층상구조의 조대한 분말들의 파쇄가 진행되어, 500 시간 후에는 분말입자가 아주 미세하게 되면서 상대적으로 균일한 입자크기분포를 나타내고있다. 또한 층상조직이 완전소멸되어 주사현미경의 분해능으로는 단상만이 관찰된다. 그림3에는 위의 분말들의 X-선 회절검사결과가 예시되어 있는데, Milling시간이 증가함에 따라 Ti 및 Al 순금속의 peak가 감소하여 층상조직이 완전소멸되는 500시간 Milling분말에서는 전형적인 비정질재료의 X-선 회절pattern이 보이고 있다. 이같은 MA에 의한 비정질화는 Ti-Ni 및 Ti-Si계등에서도 관찰할 수 있었다.

3.2. MA에 의한 비정질화 기구

현재까지 알려진 MA에 의해 비정질화가 가능한 합금계의 대부분은 천이원소-천이원소계이며 금속-metalloid계에서는 용이치 않은 것으로 알려져 있다. MA에 의한 비정질화의 정확한 기구에 관하여는 아직도 많은 논란이 있는데 우선 생각할 수 있는 첫번째 기구는 분말입자가 ball사이에서 심한 충격을 받아 소성변형되면서 분말표면에 film형태의 국부적 용융이 일어나 순간적으로 급냉응고가 된다는 가정이다. 그러나 지금까지 알려진 바에 의하면 MA에 의해 얻을수 있는 비정질합금의 조성은 급냉응고의 경우와 상당히 다르며, ball의 충돌에 의한 온도상승도 300K를 초과하지 않는 것으로⁽⁷⁾ 생각되고 있다.

그림4에서와 같이 급냉응고의 경우는 낮은 공정상의 조성부근에서 비정질화가 되는 반면, MA의 경우에는 금속간화합물을 형성하는 높은 용점의 조성 부근에서 비정질화가 용이하게 일어난다. 이러한 사실에 기초하여 Scharz⁽⁴⁾ 등은 MA에 의해 비정질화가 가능한 계는 합금원소가 큰 마이너스의 혼합열을 가지거나 두 원소의 원자크기에 상당한 차이가 있어 확산이 용이한 경우일 것으로 가정하였다. 즉, 몇몇 화학적친화력이 큰 다층박막에서의 고상반응에 의한 비정질화기구와 마찬가지로, 두 원소간의 화학적친화력이 커 금속간화합물을 형성하는 계에서는 MA중 형성된 미세한 층상조직을 통하여 두 원소가 확산을 통해

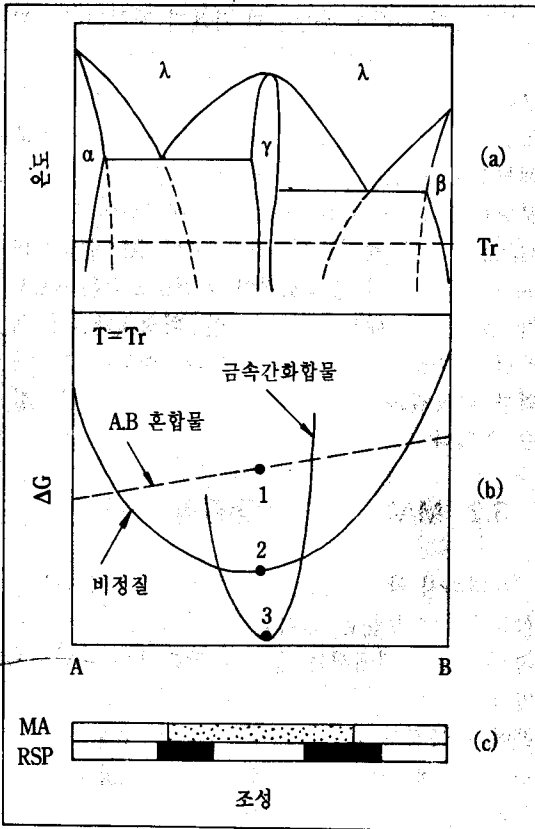


그림4 (a)-금속간화합물 형성의 2원합금상태도, (b)-관련 자유에너지도 및 (c)-MA 및 RSP에 의한 비정질화 가능 조성범위.

쉽게 혼합되는데 이때의 확산은 ball들의 충돌시 일어나는 순간적인 온도상승등에 의한다는 기구이다. 또한 이같은 두 원소간의 확산에 의한 혼합은 그림4(b)에서 보는 바와 같이 열역학적으로 낮은 에너지 상태의 금속간화합물을 형성하기 앞서 (1→3반응) 준안정상인 비정질합금을 형성할 (1→2반응) 가능성이 저온에서는 높다는 것이다. 실제로 이같은 혼합엔탈피나 Hume-Rothery Rule은 표1에 예시된 바와 같이 지금까지 알려진 MA에 의한 비정질형성 합금계에서 대부분 적용이 되고 있으며, 또한 급냉용고 시와는 달리 MA의 경우에는 높은 용점의 금속간화합물 조성 부근에서 비정질화가 잘 일어난다는 사실과도 일치한다. 그러나 Ti-Cu계 처럼 매우 작은 혼합엔탈피만이 있는 합금계나, 순금속 혹은 이미 합금된 금속간화합

물분말을 MA시에도 동일한 비정질화가 일어난다는 사실은 상술한 기구로는 분명하게 설명이 되지 않는다. 즉, 후자의 경우 에너지적으로 안정한 상태(그림4b의 점3)인 금속간화합물이 준안정한(점2)상인 비정질로의 반응이 일어난다는 점은 명확히 설명 할 수 없다.

세번째 기구는 MA중의 분말의 심한 소성변형에 기인한다는 것이다. Palvov⁽⁹⁾는 고체금속과 glass 상태인 액체금속의 용적차이가 약 3%인 점에 착안하여, 심한 소성변형으로 격자상수가 늘어난다거나 동공등의 격자결함이 상당량 존재한다면

표1) 현재까지 알려진 MA에 의한 대표적 비정질형성 합금계

Alloy	Composition of Amorphous Phase	ΔH	Atomic Size Ratio
Hf-Al	x=0.50	-40	1.17
Hf-Cu	x=0.30 to 0.70	-23	1.40
Hf-Ni	x=0.15 to 0.65	-44	1.35
Nb-Cu-Ge	42/44/14(at.%)	-2	1.14
Nb-Cu-Si	42/44/14(at.%)	-2	1.14
Nb-Cu-Si	42/44/14(at.%)	-2	1.14
Nb-Ni	x=0.60	-32	1.18
	x=0.2 to 0.8		
Pd-Si	x=0.20	-37	
Sn-Ni	x=0.75	-4	1.31
Sn-Nb	x=0.75	-18	1.11
Ti-Cu	x=0.10 to 0.87	-18	1.15
Ti-Cu-Ni	67/15/18(wt.%)		
Ti-Ni	x=0.70 to 0.30	-39	1.19
	x=0.5		
Zr-Co	x=0.27 to 0.92	-42	1.28
	x=0.85,0.80		
Zr-Fe	x=0.30 to 0.78	-26	1.27
Zr-Ni	x=0.27 to 0.85	-51	1.29
	x=0.30 to 0.80		
	x=0.62,0.68		
	x=0.35,0.70		
Zr-V	x=0.29	-4	1.19

비정질화는 어떤 온도에서나 가능하다고 제안하였다. 또 다른 유사한 제안으로 현재까지 가장 널리 받아들여지고 있는 기구로는, 이러한 고밀도 격자결함을 통해 원자의 pipe 확산이 쉽게 일어나고 상반응으로도 비정질화가 가능하다는 것이다. 그러나 최근 S.Enzo 등에⁽¹⁰⁾ 의하면 이미 심하게 소성변형시킨 분말과 소성변형을 가하지 않은 분말의 MA시, 양자간에 아무런 비정질화 거동의 차이점이 없다고 보고되어, 결국 정확한 비정질화 기구에 대해서는 앞으로도 많은 연구가 요구되고 있다.

3.3. MA공정과 RS공정의 비교

MA공정과 급냉용고 (RS)공정은 모두 비평형 반응공정이라는 점에서 유사하다. 그러나 MA에 있어서는 상온부근의 저온에서 합금을 만들 수 있다는 점에서 많은 중대한 의미를 갖는다. 우선 RS의 경우에는 액상선 이상의 높은 온도에서 합금의 용탕을 만들어야 하는데 용고시의 체적변화 등에 기인한 불균일한 응고조직 형성등의 문제를 배려해야 한다. 반면, MA에 있어서는 상온 부근의 낮은 온도 영역에서 행하므로 이런 문제가 없으며 상온에서 경제적으로 대량생산이 가능하다. 비정질합금의 경우, RS를 통해서서는 그림4에서와 같이 낮은 용점의 공정 조성 부근에서 가능한 반면 MA에 있어서는 높은 용점의 금속간화합물 조성에서도 가능하며 일반적으로 비정질화 조성범위가 RS에 비해 상당히 넓다. 또한 가열함에 따라 비정질상태가 사라지는 결정화온도도 MA합금이 RS합금보다 일반적으로 높은 것으로 알려졌으며, Fe₃₀Ta 조성 MA비정질합금의 경우 지금까지 보고된 비정질합금중 가장 높은 결정화온도인 1034°C에 이르고 있다.⁽¹¹⁾ 또한 고용한도를 넘어선 과고용합금의 제조에 있어서도 MA에 의한 고용도가 RS경우보다 높으며, MA분말의 equiaxed하고 거칠은 표면특성으로 인해 분말의 압축성형도도 보다 우수하며 균일한 조직을 얻을 수 있는 것으로 보고되고 있다.⁽¹²⁾ 일례로 Ta의 α -Fe내로의 최대 평형고용한도는 1.9%에 불과하나 MA에 의해서는 40%의 Ta이 α -Fe내로 고용 될 수 있다.

4. Nanocrystalline 분말제조

명확한 기구는 밝혀지지 않았지만 고용체를 형성하는 합금조성의 혼합분말을 MA시에는 비정질합금 대신 결정립의 크기가 수십, 혹은 수 nanometer($10^9\text{m}=10\text{\AA}$)의 Nano결정립분말이 형성되는 것으로 알려져 있다. 입계의 두께를 2개의 원자층 정도로 보면 10 nanometer 크기의 결정립을 가진 재료의 입계밀도는 $10^{18}\sim 10^{21}/\text{cm}^3$ 에 이른다. 이는 재료를 구성하는 약 50%의 원자가 입계상, 즉 우선적 최근접원자를 가지지 않는 Gas-like상으로 존재한다는 계산이 된다. 더구나 MA nano 결정입계는 Milling중에 ball들 간의 충돌시 순간적 냉간압접이나 격자변형등으로 형성된 것이기 때문에 기존재료의 입계와는 달리 편석등이 없는 매우 깨끗한 상태로 되어있다. 이러한 사실들로부터 Nano결정립재료는 기존재료와는 전혀 다른 흥미로운 기계적, 화학적, 전기적성질들을 갖을 것으로 예상된다. 이같은 관심을 끄는 독특한 특성들에 대한 연구는 앞으로 더 규명되어야 하겠으나 지금까지 알려진 몇가지 금속의 Nano결정립재료의 특성이 표2에 예시되어 있다. 몇가지 예를 들면, Al-Cu 및 Cu-Pd계에서의 확산속도 19^{19} 배 증가, Bi의 Cu로의 용해도가 10%에서 4%로 증가, 18% 탄소강의 파단용력이 10배 이상 증가, 입자 미세화로 세라믹 같은 취성재료도 초소성 등에 의해 현저하게 상온연성이 증가하는 것 등을 들 수 있다. 부연할 것은, 비정질금속은 -제한된 수의 금속계에서만 측정된 데이터이지만 - 제 특성이 Nano결정립금속과 기존결정립금속의 중간에 위치하고 있다.

5. 비정질 및 Nano분말의 항공소재에의 활용

전술한 바와 같이 비정질합금 제조에 있어서 MA법은 기존의 RSP에 비해 많은 장점을 가지고 있는 것으로 알려지고 있다. RSP에 의한 비정질합금의 실용화는 1975년경 부터 시작되어 전기전자·재료, 가스흡수재료, 촉매재료, 자기 memory재료, sensor재료, 강도재료등 많은 분야에서

표2) Nano결정립금속, 비정질금속 및 기존결정금속의 제 성질 비교⁽¹³⁾

Property	Material	Nanocrystal	Glass	Crystal
Thermal Expansion($G10^6/K$)	Cu	31	18	16
Specific Heat at 295K(J/g K)	Pd	0.37	-	0.24
Density (g/cm^3)	Fe	6	7.5	7.9
Elastic Moduli				
Young's Modulus(GPa)	Pd	88	-	123
Shear Modulus(GPa)	Pd	32	-	43
Saturation Magnetization at 4K(emu/g)	Fe	130	215	222
Susceptibility (10^4 emu/Oe g)	Sb	20	-0.03	-1
Fracture Stress (kg/mm^2)	Fe-18C	6720	-	560
Superconducting Critical Temp(K)	Al	3.2	-	1.2
Activation Energy for Diffusion(eV)	Ag in Cu	0.51	-	2.0
	Cu in Cu	0.64	-	2.04
Debye Temperature(K)	Fe	345	-	467

그 독특한 특성으로 응용범위를 넓혀 가고있다. 특히, 비정질합금은 일반적으로 높은 강도, 경도 및 압축시의 연성 등 뛰어난 기계적성질과 우수한 내식성으로 인해 구조재료로의 많은 응용가능성이 있다. 그러나 본고에서 취급하고 있는 미래의 고온용 항공재료인 금속간화합물에만 국한 시켜 본다면, MA비정질분말은 비정질상태 자체로의 응용도 중요하겠지만 보다 더 우수한 특성의 금속간화합물을 제조하기 위한 전조분말(Precursor Powders)로서의 관심이 더욱 크다. 이같은 precursor powder로서의 효용성은 Nano결정립 분말에 있어서도 유사하며 다음과같은 장점을 들 수 있다.

첫째, 이러한 분말을 사용하여 금속간화합물을 제조하였을때 얻는 입자미세화 효과를 들 수 있다. 잘 알려진대로 금속간화합물 실용화에 앞서 가장 먼저 극복하여야 할 문제점으로는 상온에서의 취성인데 입자미세화는 연성을 현저하게 증가시킬 뿐만 아니라 강도도 증가시킬 수 있는 가장 효과적인 방법 중의 하나이다. 큰 결정립재료에서와 달리 미세결정립재료에서는 microcrack의 nucleation에 필요한 응력이 crack의 전파에 필요한 응력보다 작으며 더우기 crack이 전파되기 전에 새로운 slip mode가 가능해⁽¹⁴⁾ 세라믹 같은 취성재

료에 있어서도 초소성이 가능하다. NiAl의 경우에는 입자크기가 임계입자크기인 $20\mu m$ 보다 작을때 $400^\circ C$ 에서의 연신율이 40% 이상으로 급격히 증가하는것으로 알려졌다.⁽¹⁵⁾ 강도에 있어서도 CVD 방법으로 제조된 Fe-whiskers의 경우 결정크기가 5-30nm정도로 아주 작으면 강도가 8 GPa 까지 증가될 수 있음이 알려져 있다.⁽¹⁶⁾ 따라서 MA에 의해 제조된 비정질 혹은 Nano결정립분말을 사용하여 금속간화합물소재를 만들때 가능한 이들 원료분말이 가지는 극미세조직을 Dynamic consolidation과 같은 방법으로 유지하는 것이 요구된다. 지금까지 일부 알려진 바에 의하면 MA에 의해 제조된 비정질 혹은 Nano결정립 분말들을 통상적인 방법으로 고온성형하여도 입자성장이 현저하게 억제되는 것으로 보고되고 있다. 예를 들면, Tokizane등은⁽¹⁷⁾ TiAl조성의 MA분말을 $900^\circ C$ 에서 Hot Pressing 하여도 입자크기가 $0.1\mu m$ 정도였고 이것을 다시 $1200^\circ C$ 에서 10시간 Annealing 하여도 $1.5\mu m$ 정도였으며 $900^\circ C$ 부근에서 초소성거동을 관찰 할 수 있었다. 또한 Al-Fe계의 MA비정질재료는 m.p부근까지 가열하여도 Milling분위기(N_2)를 통해 형성된 < 50nm 크기의 AlN분산물등의 영향으로 입자성장이 거의 억제되고 있다.⁽¹⁸⁾

두번째의 장점으로는 지금까지 알려진 어떠한

공정보다도 분산강화 능력이 뛰어나다는 점이다. 이것은 Al_2O_3 , Y_2O_3 등의 미세산화물을 분산강화시키는 능력 뿐만 아니라 고용한도를 훨씬 초과하는 원소를 MA에 의해 고용시킨후 aging 등의 후처리를 통하여 미세석출상으로 분산강화시키어 최종 금속간화합물소재의 강도, 인성 및 고온 creep 강도를 향상시킬 수 있음을 의미한다.

세번째의 장점으로는 MA에 의한 합금조성범위가 광범위하여 합금상태도 등에 구애받지 않고 거의 자유자재로 원하는 조성의 합금설계가 가능하다는 점이다. 아울러 이와 같이 제조된 재료의 미세조직도 기존의 어떠한 공정에서 보다도 균일하다.

네번째로 상온고상에서의 공정이라는 잇점 외에 대량생산이 가능하다. 현재 상업용 Rotating Ball Mill은 직경이 2m 정도로 1 t의 분말을 처리 할 수 있다.

6. 국내의 연구현황

지금까지 국외에서의 MA공정을 통한 비정질 혹은 Nano결정립 분말제조 및 이를 이용한 신소재의 개발, 특히 금속간화합물제조에의 응용연구는 초기 연구단계에 머물러 있다할 수 있었다. MA공정에 의해 비정질 및 Nano결정립 분말의 제조가능성이 알려진 지가 얼마되지 않은 관계로 그간의 연구는 어떠한 합금계 및 조성에서 비정질화가 가능하며 형성기구, 이론적 규명 등 주로 분말제조의 단계 연구였으며 따라서 미국, 유럽각국, 일본의 대학에서의 연구가 많았다. 보다 명확한 기구 및 이론적 규명이 요구되는 가운데 일부에서는 이들 분말을 고온성형하여 금속간화합물 등의 제조에 활용하는 연구가 시작되어 - 비록 제한된 합금계에서의 일차적인 결과지만 - 이방법에 의해 제조된 재료들의 우수한 특성 및 독특한 활용성이 알려지면서 선진각국의 유수의 연구기관들에서 본격적 연구가 착수되고 있다.

이러한 중요성에 비추어 KIMM에서도 일본 동북대와의 국제공동연구등 미국, 유럽의 연구기관들과의 협력관계를 유지하면서 이 분야의 연구를 행하고 있으며 효과적 연구를 위하여 MA공정에

필요한 Attritor Mill, Vibratory Mill, Planetary Mill 및 특수제작된 수평식 Ball Mill 등의 MA장비 및 고온성형을 위한 HIP, Hot Press, Hot Extruder 등의 성형장비를 갖추고 있다. 지금까지 KIMM에서의 연구는 MA공정에 의한 기존의 ODS합금개발연구와 병행하여 MA에 의한 금속간화합물조성의 Ti-Al, Ti-Si, W-Si, Ti-Ni 등 여러 합금계의 비정질화 등 MA분말제조에 관한 기초연구를 행하여 왔다. 앞으로의 연구는 그동안의 연구결과를 토대로 이들 새로운 특성의 분말을 고온항공재료인 금속간화합물 및 경량고강도재료제조에 응용하는 연구를 집중적으로 추진할 예정이다

7. 맺는 말

MA공정은 미세산화물입자가 분산강화되고 미세조직이 이상적으로 제어된 우수한 특성의 구조재료를 제조할 수 있는 뛰어난 능력으로 인해 많은 새로운 조성의 항공기용 Ni기 초내열합금에 본격적 실용화가 이루어질 전망이며 항공재료 이외의 다른 분야에도 활용범위가 확산되고 있는 추세이다. 이러한 기존의 ODS재료의 계속적인 연구개발과 병행하여 최근 MA공정에 의해 비정질 및 Nano결정립분말을 제조할 수 있다는 사실의 발견은 MA공정의 새로운 시대를 열고 있다. 특히 MA비정질분말 및 Nano결정립분말을 차세대 고온항공재료인 금속간화합물제조에 적용할 경우, 입자미세화에 따른 초소성을 포함한 현저한 연성의 증가 및 강도향상, 산화물 및 과고용원소의 미세석출로 인한 분산강화효과, 고용한도에 구애받지 않는 자유로운 합금설계 가능성 및 보다 완벽한 미세조직의 제어, 대량생산에 용이한 점 등, 기존의 알려진 어떠한 공정에서도 찾아 볼 수 없는 독특한 장점들을 가지고 있다. 현재까지 이 분야의 연구는 초보적인 기초연구단계에 머물렀으나 향후 본격적 응용단계연구가 선진각국에서 진행될 전망이다.

참고문헌

- [1] J.S. Benjamin : Met.Trans., 1, 2943(1970)

- [2] J.S. Benjamin : Scientific American, 234, No.5, 40 (1976)
- [3] C.C. Koch, O.B. Cavin, C.G. Mckamey and J.O. Scarbrough: Appl. Phys. Lett : 43, 1017(1983)
- [4] R.B. Schwarz, C.C. Koch : Appl. Phys. Lett., 49, 146(1986)
- [5] H. Gleiter, P. Marquardt : Z. Metallkd., 75, 263 (1984)
- [6] H.W. Schäfer and R. Würschum : J. Less Com. Met., 140,161(1988)
- [7] P.H. Shingu, K.N. Ishihara, K. Uenishi, J. Kuyama and S.Nasu : Solid State Powder Processing, Proceedings of the TMS Fall Meeting, Indianapolis, Oct.,P.21(1989)
- [8] J.-H. Ahn, H.S. Chung, R. Watanabe and Y.H. Park : Submitted to International Symposium on Mechanical Alloying, Kyoto, May,(1991)
- [9] V.A.Palvov : Phys. Met. Metall., 59(4),1 (1985)
- [10] S. Enzo, M. Sampoli, G.Cocc *et al.*Phil. Mag. B, 59(1), 169(1989)
- [11] G.Vetl, B. Scholz, H.-D.Kunze : Modern Development in Powder Metall., 20, 707(1988)
- [12] D.G. Morris and M.A. Morris : Proceedings of New Materials by Mechanical Alloying, Claw-Hirasu, FRG, p.143 (1988)
- [13] F.H. Froes : Metal Powder Rep., Feb.(1990)p.128
- [14] P.R. Munore and I. Baker : Metals and Materials, July, p.435(1988)
- [15] E.M. Schulson and D.R. Barker : Scripta Metall., 17,519(1983)
- [16] H.G.F. Wilsdorf, O.T. Inal and L.E.Murr : Z. Metallkde; 69,556(1987)
- [17] M. Tokizane, K. Ameyama and H. Sugimoto : Solid State Powder Processing, Proceedings of the TMS Fall Meeting, Indianapolis, Oct., p.69 (1989)
- [18] M.J. Luton : New Materials by Mechanical Alloying Tech., ed.E.Arzt and L.Schultz, Calw-Hirsau, to be Published