[논 문] 한국재료학회지
Korean Journal of Materials Research
Vol. 8, No. 4 (1998)

기계적 합금화 방법에 의한 금속-카본계에서의 나노복합금속분말의 제조

김 현 승 · 이 광 민
전남대학교 공과대학 금속공학과

Preparation of Nanocomposite Metal Powders in Metal-Carbon System by Mechanical Alloying Process

Hyun-Seung Kim and Kwang-Min Lee
Department of Metallurgical Engineering, Chonnam National University, Kwangju 500-757

(1997년 12월 15일 받음, 1998년 2월 10일 최종수정본 받음)

초 록 본 연구에서는 기지금속과의 고상이나 액상의 고용한이 거의 없는 금속-카본(carbon)계에서 고에너지 볼밀공정을 이용하여 고체 윤활 청동베어링용 Cu-C-X계 나노복합금속분말을 제조하고자 하였다. Cu-10wt.%C-5wt.%Al과 Cu-10wt.%C-5wt.%Fe의 혼합분말을 아르곤 분위기의 attritor내에서 기계적 합금화한 후 Cu-C-X의 나노복합금속분말의 미세조직 특성을 조사하였다. Al, Fe를 첨가하였을 때 10시간 이상의 MA 공정에서부터 약 10㎛ 이하의 미세한 Cu-C-X 나노복합금속분말을 얻을 수 있었으며, MA 시간에 따른 분말의 형상과 미세구조 변화는 금속-금속계의 MA 과정과 유사하게 진행되는 것을 알 수 있었다. Cu-C-X 나노복합금속분말의 X-선 회절시험 결과, MA 시간에 따라 Cu와 C분말의 회절피크의 폭은 넓어지고 회절강도는 감소하였으며, 특히 흑연피크의 MA 시간에 따른 소멸은 흑연의 낮은 원자산란계수 때문에 의한 X-선 흡수 영향으로 고찰하였다. Williamson-Hall식으로 계산된 Cu-C-X 나노복합금속분말내의 Cu의 결정립은 15시간 이상의 MA 공정에서부터 약 10nm 이하의 크기를 가졌으며, TEM 분석결과로는 불규칙한 형상의 약 10~30nm 크기로 복합화된 Cu 결정립을 확인할 수 있었다.

Abstract In metal-carbon system with no mutual solubility between matrix and alloying elements as solid or liquid phases, Cu-C-X nanocomposite metal powders were prepared by high energy ball milling for solid-lubricating bronze bearings. Elemental powder mixtures of Cu-10wt.%C-5wt.%Fe and Cu-10wt.%C-5wt.%Al were mechanically alloyed with an attritor in an argon atmosphere, and then microstructural evolution of the Cu-C-X nanocomposite metal powders was examined. It has been found that after 10 hours of MA, the approximately 10 ㎛ sized Cu-C-X nanocomposite metal powders can be produced in both compositions. Morphological characteristics and microstructural evolution of the Cu-C-X powders have shown a similar MA procedure compared to those of metal-metal system. As a result of X-ray diffraction analysis, diffraction peaks of Cu and C were broaden and peak intensities were decreased as a function of MA time. Especially, the gradual disappearance of C peaks in the X-ray spectra is proved to be due to the lower atomic scattering factor of C. The calculated Cu crystallite sizes in Cu-C-X nanocomposite metal powders by Williamson-Hall equation were about 10nm size, on the other hand, the observed ones by TEM were in the range of 10 to 30nm.

1. 서 론

자동차용 소결기계 부품 중에는 높은 작동온도 때문에 오일에 의한 윤활을 할 수 없어서 흑연 같은 고체윤활제를 함유하고 있는 특수 소결 슬라이드재가 있으며, 이들 고체 윤활 슬라이드재의 성능향상과 사용조건 범위를 확대시키기 위한 연구가 진행중에 있다[1]. 그러나 청동계 슬라이드재의 기지조직인 Cu는 흑연과 고상이나 액상의 고용한이 거의 없는 합금계이어서 기존의 용해응고 방법으로는 합금제조가 어렵기 때문에 기계적 합금화(Mechanical Alloying ; MA)[2] 방법을 통한 새로운 복합재료의 개발방법이 요구된다 하겠다.

기계적 합금화 방법은 합금을 구성하는 성분원소의 분말들을 강력한 에너지를 수반하는 고에너지 볼밀 혹은 비교적 장시간의 저에너지 볼밀에서 처리함으로써 성분분말들을 볼 사이에서 연속적으로 냉간압접(cold welding)과 파괴(fracturing)의 과정을 반복시켜 균일하고 미세한 합금상을 이룬 복합금속분말을 제조하는 방법이다.

이러한 기계적 합금화에 의한 금속-금속계에서의 합금제조 및 연구는 폭 넓게 진행되고 있으며, 두 금속의 융점이나 비중의 차이가 크거나 혹은 고용도가 거의 없는 Cu-Pb, W-Cu 등의 합금계(immiscible alloy system)[3]에도 응용되고 있다. 특히 지금까지 보고된 금속-카본계의 기계적 합금화 공정에 있어 Fe-C[4~7]와 Al-C[8]에 관한 연구는 주로 준 안정 탄화물상의 형성 관찰이나 MA 중에 볼의 충돌효과가 흑연구조의 변화에 미치는 영향이나 흑연의 비정질화에 대한 것들로서 아직 Cu-C에 대한 기계적 합금화 연구는 본 그룹의 연구결과[9]외에 보고된 바가 없다.

따라서 본 연구에서는 기계적 합금화 방법을 이용해 Cu-C 합금계에 제3원소를 첨가하여 금속분말의 나노 복합화를 도모하고 유동성을 향상시켜, 고온 영역에서의 내열성, 내마모성의 향상 및 마찰계수의 안정화를 도모하고 윤활성을 향상시킬 수 있는 고기능성 금속-카본계 나노복합금속분말을 제조하고자 하였다.

2. 실 험 방 법

본 연구에서는 Cu-C-X 복합금속분말을 제조하기 위해 사용된 Cu분말은 순도는 99.6%이며, 평균입도는 약 19㎛인 불규칙한 스폰지 형상(그림 1. (a))을 가지고 있다. 흑연분말은 일본흑연공업(주)에서 제조된 것으로 휘발분 0.24%, 회분 0.79%, 순도 98.97%, 평균입도는 약 57㎛인 판상(그림 1. (b))의 분말이며 제 3원소로 첨가하는 Al과 Fe분말의 화학적 조성과 입자형태는 표 1과 그림 1의 (c)와 (d)에 각각 나타내었다.

본 연구에서는 기계적 합금화를 위해 Cu-10wt.%C-5wt.%Al 과 Cu-10wt.%C-5wt.%Fe의 조성으로 원료분말을 준비하였다. MA 공정은 800cc 용기의 attritor를 사용하여 200rpm의 회전속도로 진행하였다. 볼과 혼합분말의 장입비는 중량비로 100:1을 기준으로 Cu-C-X 원료분말을 25g 장입하였다. grinding media는 4.8mm 스테인레스강 볼을 사용하였으며, MA 시간을 1~20시간까지 변화시키면서 Cu-C-X 복합금속분말을 제조하였다. 또한 기계적 합금화 과정중 분말의 과잉 압접을 방지하기 위해 공정제어제(Process Control Agent ; PCA)로 스테아린산을 2wt.% 첨가하였으며, 밀링도중 분말의 산화를 방지하기 위해 용기내에 불활성가스인 아르곤을 일정량 계속 주입하였다.

기계적 합금화된 Cu-C-X 복합금속분말의 MA 시간에 따른 분말의 형상 변화를 주사전자현미경(Scanning Electron Microscopy ; SEM, JSM-5200)으로 관찰하였으며, 입도분포와 평균입도 변화는 laser light scattering 방법의 입도분석기(Particle Size Analysis ; PSA, Master sizer)를 사용하였다. 또한 X-선 회절시험에서 기계적 합금화 시간이 증가함에 따라 회절피크의 폭이 넓어지는 현상을 관찰

Table 1. Chemical Composition of Raw Materials.

	Chemical Composition(wt%)					
Al	Al	Fe	Si	Pb	Zn	Cu
Powder	bal.	0.16	0.019	0.009	0.0025	0.002

	Chemical Composition(wt%)					
Fe	Fe	Mn	Mg	Ni	Cr	Zn
Powder	bal.	0.174	0.0003	0.0812	0.0399	0.002

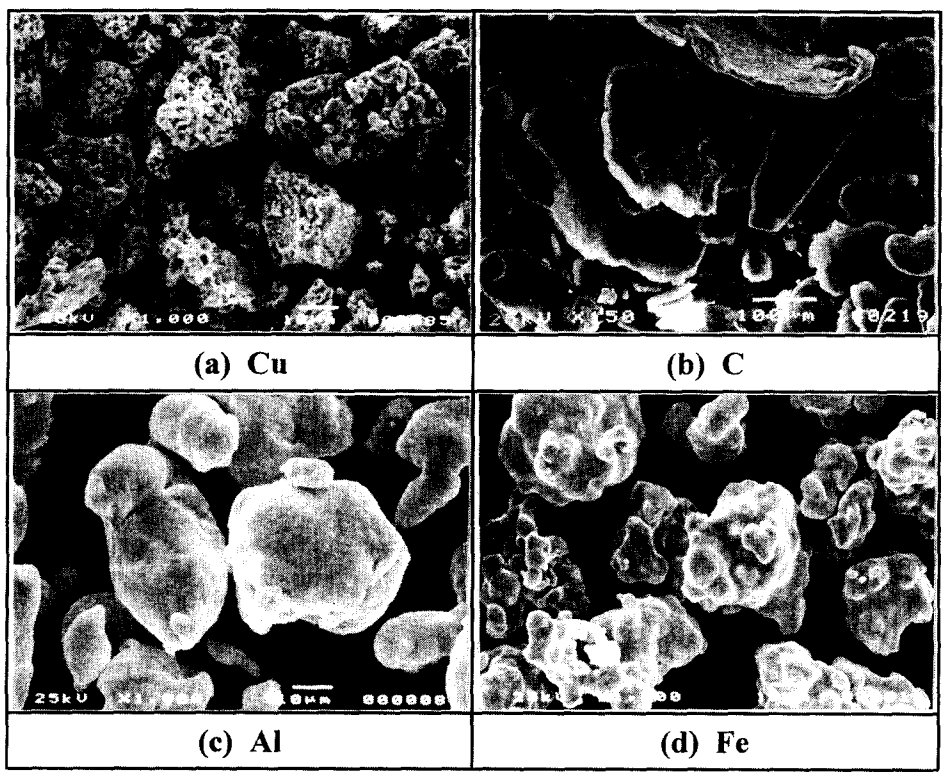

Fig. 1. SEM morphologies of elemental powders ; (a) Cu, (b) C, (c) Al and (d) Fe powder.

할 수 있는데, 이는 결정립 크기의 미세화와 내부의 불균일 변형량(internal strain)의 영향을 받는다. 따라서 X-선 회절시험의 결과로부터 합금화 시간에 따른 Cu의 결정립 크기는 Williamson-Hall 식을 이용하여 변형에 따른 영향을 배제하고 구하였다. 이때 X-선 회절시험에서 회절 반가폭(full width at half maximum)은 600℃에서 1시간 동안 열처리한 Si 분말로 보정하여 기계적인 오차를 줄였다. 기계적 합금화 시간의 변화에 따라 변화하는 Cu-C-X 복합금속분말의 복합화 및 미세구조는 MA된 복합금속분말을 아세톤에 분산시켜 카본 코팅된 메쉬 그리드(mesh grid)로 샘플링하여 투과전자현미경(Transmission Electron Microscopy ; TEM, JEM-2000FX II)으로 관찰하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1. MA 분말의 주사전자현미경 분석

그림 2는 200rpm의 회전속도로 시간을 달리하여 기계적 합금화한 Cu-C-X 복합금속분말의 형상을 주사전자현미경으로 관찰한 사진이다. 사진(a)는 기계적 합금화 전의 원료분말로 불규칙한 스폰지 형상의 Cu 기지금속과 판상의 흑연입자 및 제 3원소로 첨가한 구형의 Al과 불규칙한 각형의 Fe분말 입자 형태를 나타내고 있다. MA 초기 단계에는 볼 사이의 큰 압축응력으로 인하여 두 조성의 원료분말들은 판상(사진 (b))으로 변형된다. 이러한 판상의 분말들은 MA가 계속 진행되면서 냉간압접과 파괴의 과정이 반복됨에 따라 점점 미세화 되어진다(사진 (c)). 본 연구의 MA 공정에서 두 조성의 초기 분말들은 10시간 이상 기계적 합금화가 진행되면서 전체적으로 일정한 크기와 형태의 분말입자(사진 (d)~(e))를 형성하게 되는 정상상태(steady state)에 도달함을 알 수 있다. 이것은 그림 5의 입도분석 결과에서도 확인할 수 있다. 이와 같이 기계적 합금화 과정에 따른 분말의 형태변화는 초기단계에서 원료분말들이 볼 사이에서의 압축응력으로 판상의 형상으로 변형되며, 압접과 파괴의 합금화 과정이 반복됨에 따라 구형의 형상을 이루는 정상상태로 변하게 된다.[10~11] 이러한 MA 시간에 따른 Cu-C-X계 분말의 형성과정은 일반적인 금속-금속계의 MA 과정에서 얻어지는 결과와 유사함을 알 수 있다.

3.2. MA 분말의 입도 분석

그림 3과 4는 2시간, 5시간, 20시간 동안 기계적 합금화된 Cu-C-X 복합금속분말의 입자크기 및 입도분포를 laser light scattering 방법으로 측정하여 나타낸 것이다. 그림 3과 4의 (a)와 (b)는 분말들의 압접이 지배적으로 일어나는 MA 2시간의 단계로 입도분포는 전형적인 gaussian 분포를 나타내고 있다. 기계적 합금화가 계속해서 진행됨에 따라 조대한 분말입자들은 강구에 의한 압접과 파괴로 분말의 크기는 점점 작아져 20시간 MA한 복합금속분말은 그림 3과 4의 (c)에서 보듯이 두 조성의 입도분포는 약 2~11㎛ 범위의 넓은 분포를 나타내고 있다. 한편 누가빈도(cumulative frequency)로 측정한 2시간, 5시간, 20시간 동안 MA한 Cu-C-X 복합금속분말의 평균입자 크기는 Al를 첨가하였을 경우 각각 약 33㎛, 11㎛, 7㎛를 나타내었으며, Fe를 첨가한 복합금속분말은 각각 약 32㎛, 11㎛, 8㎛로 두 조성은 유사한 경향을 나타내었다.

그림 5는 기계적 합금화 시간을 1~20시간까지 변화시키면서 MA한 Cu-C-X 복합금속분말의 평균 입자크기를 MA 시간대별로 나타낸 결과이다. 기계적 합금화 전의 약 30㎛ 크기의 Cu-C-X 복합금속분말들은 1시간 동안 MA하였을 때 Al을 첨가하였을 경우 약 35㎛, Fe를 첨가하였을 경우 약 38㎛ 정도까지 조대해지는데 이는 MA 과정중 분말의 냉간압접이 지배적으로 진행되었기 때문이다. 이러한 초기 단계에서 입자크기가 증가하는 것은 입자의 냉간압접되는 속도가 파괴되는 속도보다 더 빠르기 때문이며, 합금화 시간이 증가하면서 입자크기의 감소는 입자의 파괴속도가 냉간압접 속도를 능가하기 때문으로 판단된다.[12] 또한 MA과정을 거치면서 Cu-C-X 복합금속분말은 10시간 이후의 공정에서부터 Al를 첨가하였을 경우 약 7㎛이며, Fe를 첨가하였을 때는 약 8㎛로 분말의 크기가 일정하게 유지되는 정상상태에 도달하게 된다.

3.3. MA 분말의 X-선 회절시험

그림 6과 7은 MA시간을 달리하여 제조된 Cu-C-X 복합금속분말의 X-선 회절시험 분석 결과이다. 두 조성에서 C와 Cu분말의 회절피크의 폭이 넓어지는 현상과 회절 강도의 감소는 기계적 합금화 시간이 증가함에 따라 결정립 미세화와 내부의 불균일 변형량의 증가에 기인한 것이다. MA가 진행됨에 따라 원료분말들은 볼사이에서 압접과 파괴를 반복하게 되며 그 결과 결정립은 점점 미세화되며, 볼에 의한 충격으로 국부적으로 격자면간의 거리가 작아지는 압축변형을 받는 영역과 격자면간의 거리가 커지는 인장변형을 받는 영역에 의한 분말 내부에는 불균일 변형이 생기게 된다. 여기서 특이한 점은 흑연분말의 주피크가 MA시간이 증가함에 따라 점점 감소하여 30시간 MA하였을 경우 거의 소멸하여 관찰 할 수 없다는 점이다. Lecaer와 Radlinski[12,13] 등은 가벼운 원소(즉, B, C, 또는 Si)와 무거운 원소를 함께 볼밀 하였을 때 가벼운 원소의 회절피크가 소멸되었다고 보고한 바 있으며, Liu[14] 등은 볼밀링에 의하여 성분원소가 미세하게 혼합되었을 때 원자량 차이에 의하여 원자량이 큰 원소가 X-ray을 흡수하여 상대적으로 가벼운 원소의 회절피크가 감소한다고 보고하였다.

그리고 육방정의 결정구조를 가지는 취약한 흑연분말의 회절피크가 MA시간에 따라 점점 소멸해 가는 현상은 흑연의 결정면 파괴, 즉 육방정 결정구조의 방향성의 상실에 의한 Bragg 법칙을 만족시키지 못하는 것과 복합금속분말 내부의 불균일 변형량의 증가 및 결정립 크기의 감소로 인한 것으로 생각할 수 있다. 그러나 그림 9과 10의 제한시야 회절패턴의 결과로 볼 때 흑연의 비정질화에 따른 링패턴은 보이지 않고 대신 다결정질의 흑연패턴을 확인하였다. 따라서 이러한 흑연의 회절피크 소멸은 앞서 Lecaer 등이 주장한 바와 같이 원자산란인자(atomic scattering factor)[15]

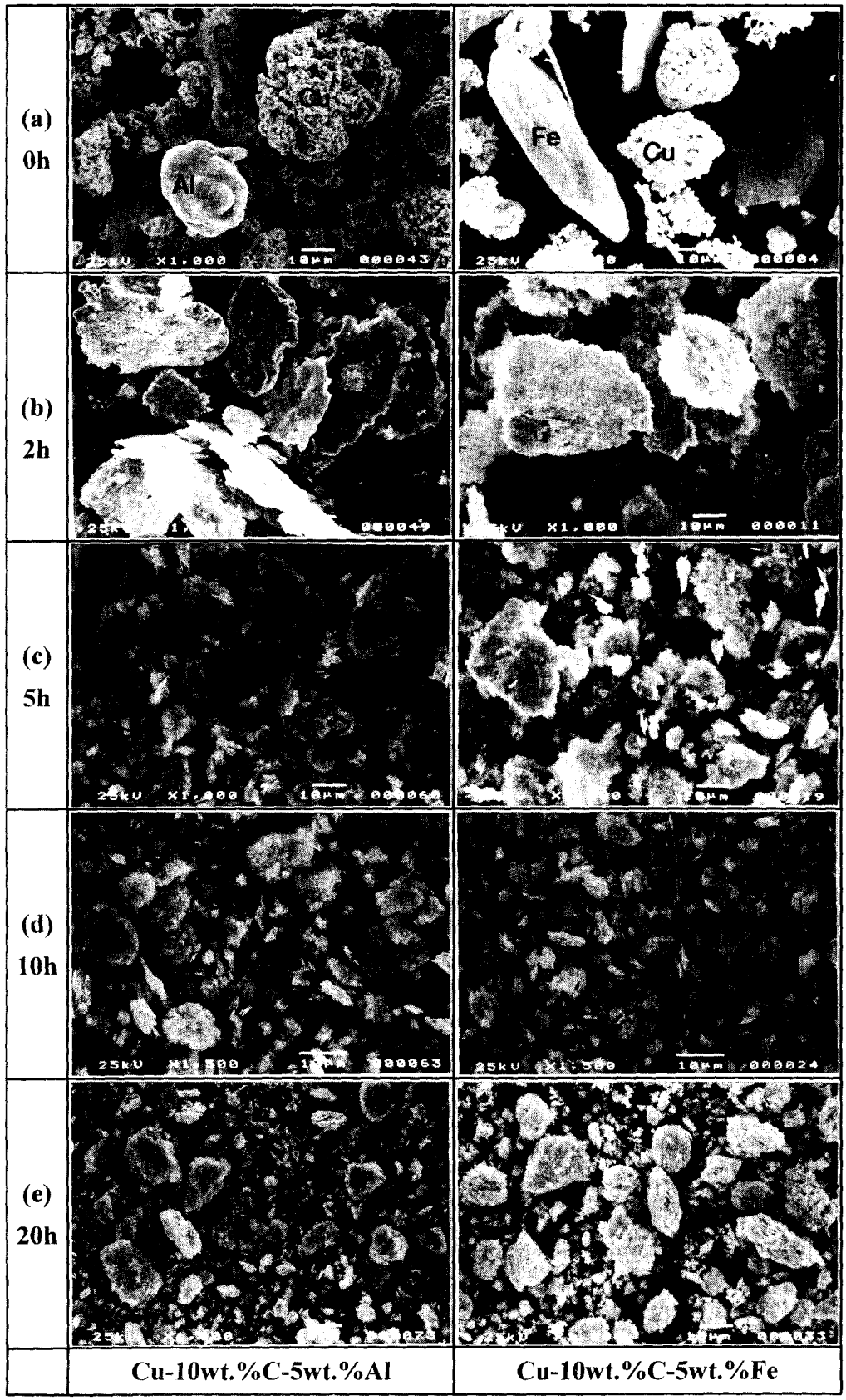

Fig. 2. SEM morphologies of mechanically alloyed Cu-10wt.%C-5wt.%Al and Cu-10wt.%C-5wt.%Fe powder processed for various times ; (a) 0 h, (b) 2 h, (c) 5 h, (d) 10 h and (e) 20 h.

의 계수값으로 설명될 수 있다. 즉 Cu와 C의 원자산란인자 계수값을 서로 비교해 볼 때 5배 정도 더 낮은 값을 갖는 흑연의 영향이 X-선 흡수에 따른 피크의 소멸을 가져왔다. 한편 회절피크 소멸에 따른 C의 강제 고용효과는 Cu 피크

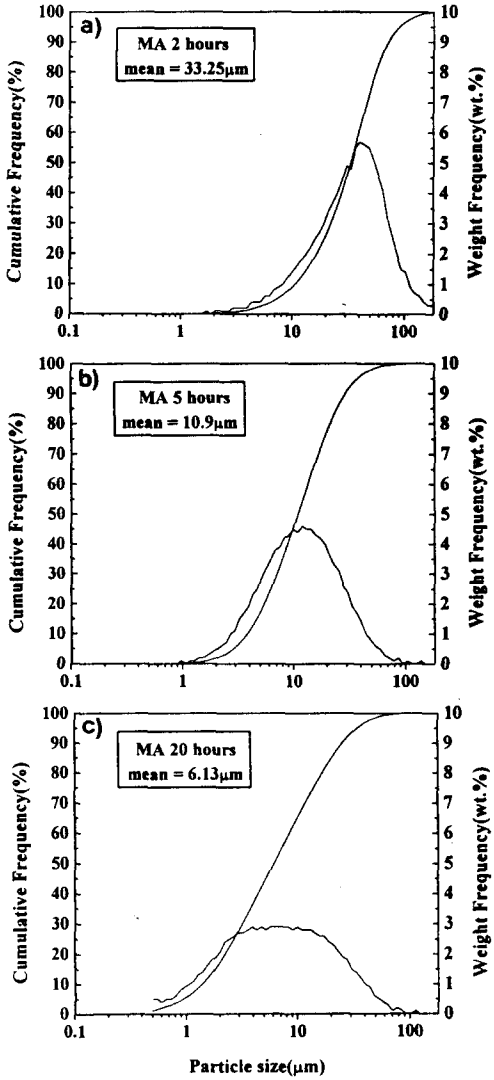

Fig. 3. Cumulative and weight frequency plot of particle size distribution of mechanically alloyed Cu-10wt.%C-5wt.%Al powder processed for (a) 2 h, (b) 5 h and (c) 20 h.

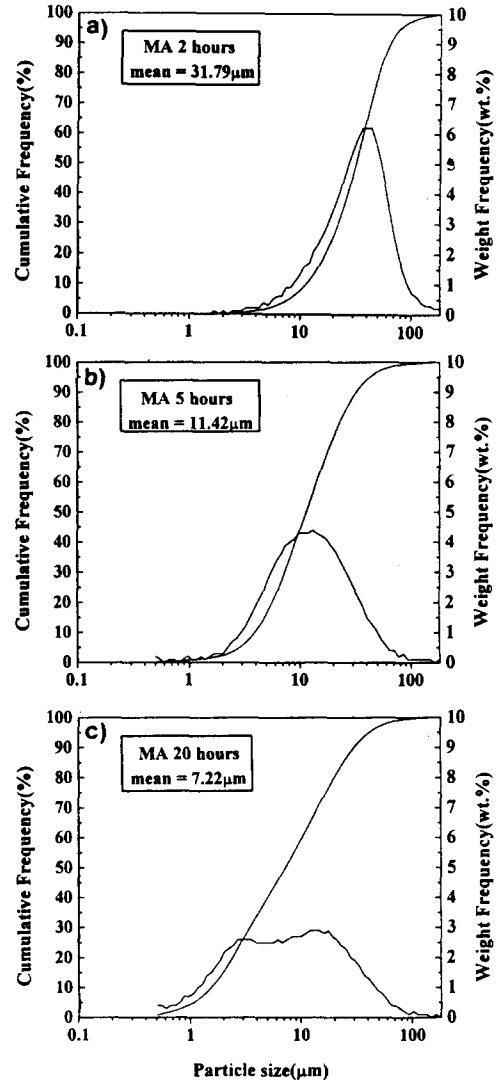

Fig. 4. Cumulative and weight frequency plot of particle size distribution of mechanically alloyed Cu-10wt.%C-5wt.%Fe powder processed for (a) 2 h, (b) 5 h and (c) 20 h.

의 2θ값의 무변화로 보아 나타나지 않았다.

그림 6과 7에 있어 2θ값이 38° 부근에서 Cu_2O 산화물이 생성되는 것을 관찰할 수 있었는데 이는 기계적 합금화가 연속적으로 진행됨에 따라 분말이 미세화 되면서 표면적이 증가되어 MA된 분말을 분석하기 위해 attritor 용기 내에서 대기중으로 꺼낼 때 쉽게 산화된 것으로 판단된다.

그림 6과 7에서 MA시간에 따라 변화하는 X-선 회절피크의 반가폭 변화로부터 아래에 표시된 (1)식과 같은 Williamson-Hall[16]식을 이용하여 MA시간의 증가에 따른 Cu분말의 결정립크기를 조사하였다.

$$\beta\cos\theta = \frac{K\lambda}{\delta} + 2\varepsilon\sin\theta \qquad (1)$$

K = Scherrer constant (value ≈ 1)
β = 회절피크의 반가폭
λ = X-선 파장
δ = 결정립 크기
θ = Bragg angle
ε = 내부 변형량

여기서 Cu의 결정립 크기를 조사하기 위해서 회절피크의 회절반가폭을 측정하였다. 이때 X-선 회절기의 기계 장치에서 오는 broadening (β_{instr}) 오차를 제거하기 위해 다음과 같은 (2)식을 이용하여 측정된 회절피크의 반가폭에서 단결정인 Si분말의 회절피크 폭 (β_{instr})을 빼주었다.

$$\beta^2_{sample} = \beta^2_{exp} - \beta^2_{instr} \qquad (2)$$

β_{sample} = 분말시편 자체의 회절반가폭
β_{instr} = 기계장치에 의한 회절반가폭
β_{exp} = 회절분석 피크에서 직접측정한 회절반가폭

그림 8은 식 (1)과 (2)를 이용하여 Cu-C-X 복합금속분말에서 MA시간의 증가에 따른 Cu 분말의 결정립 크기를 구한 결과를 나타낸 것이다. 1시간 MA한 Cu-C-X 복합금속분말은 Al과 Fe를 첨가하였을 경우 약 20nm의 결정립 크기를 나타낸 후, 기계적 합금화가 계속 진행됨에 따라 15시간 이후의 공정에서부터 약 10nm의 크기로 일정하게 유지되었다. 이는 미세한 결정립 자체가 결정립 미세화

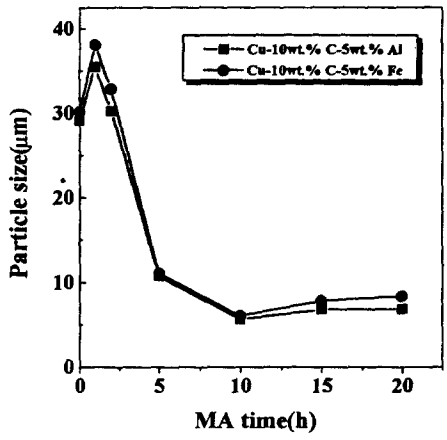

Fig. 5. The change of particle size with MA times for Cu-10wt.%C-5wt.%Al and Cu-10wt.%C-5wt.%Fe powder.

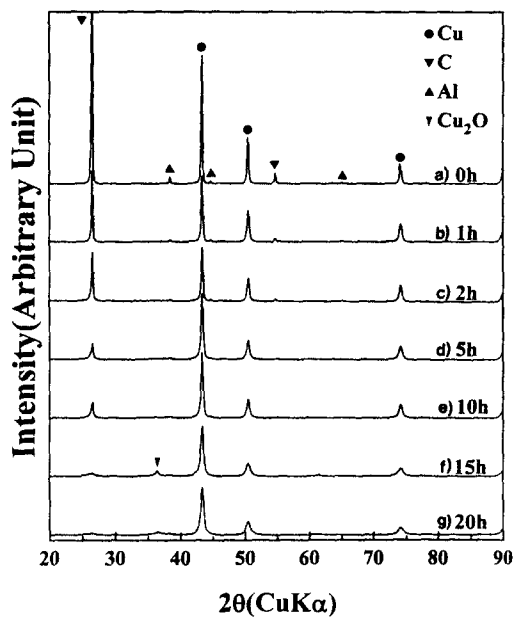

Fig. 6. X-ray diffraction patterns of Cu-10wt.%C-5wt.%Al powder after mechanical alloying for (a) 0 h, (b) 1 h, (c) 2 h, (d) 5 h, (e) 10 h, (f) 15 h and (g) 20 h.

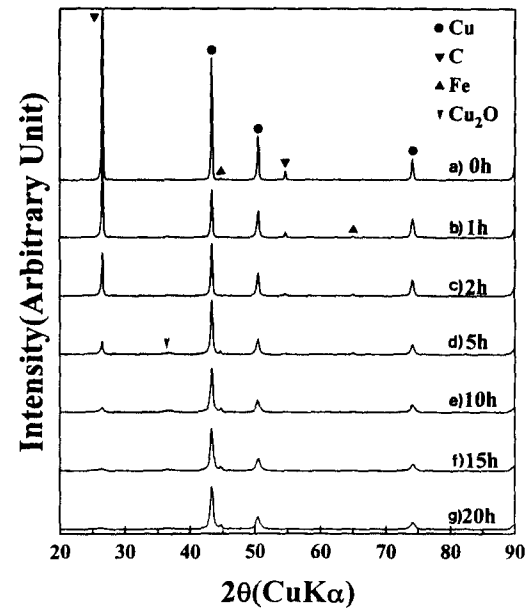

Fig. 7. X-ray diffraction patterns of Cu-10wt.%C-5wt.%Fe powder after mechanical alloying for (a) 0 h, (b) 1 h, (c) 2 h, (d) 5 h, (e) 10 h, (f) 15 h and (g) 20 h.

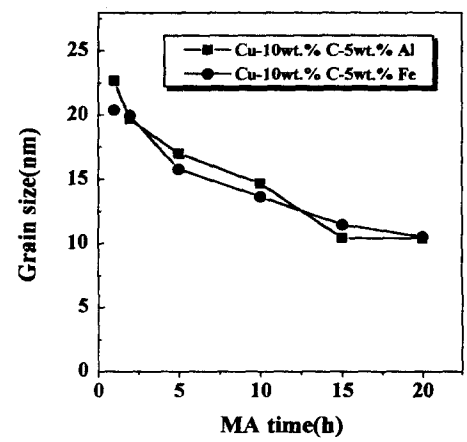

Fig. 8. Crystallite size of Cu for Cu-10wt.%C-5wt.%Al and Cu-10wt.%C-5wt.%Fe powder as a function of milling time.

에 필요한 전위이동을 억제하고, 결정립이 미세화 됨에 따라 전위이동을 통한 소성변형에 필요한 에너지는 매우 커야 하기 때문으로 판단된다.[17]

3.4. MA 분말의 투과전자현미경 분석

그림 9와 10은 2시간 MA한 Cu-C-Al과 Cu-C-Fe 조성의 나노복합금속분말을 투과전자현미경으로 관찰한 것으로 명시야상(bright field image) 및 암시야상(dark field image)을 나타낸 것이다. 초기단계인 2시간 MA한 Cu-C-X 복합금속분말내의 미세조직은 조대한 결정립 분포를 이루고 있는 것을 알 수 있다. 이러한 조대한 결정립 분포는 기계적 합금화가 계속 진행됨에 따라 냉간압접과 파괴를 반복하게 되어 결정립 크기가 점점 감소하여 정상상태인 20시간에는 불규칙한 형상으로 약 10~30nm의 Cu 결정립이 탄소기지내에 복합화되었음을 그림 9와 10의 암시야상 조직에서 확인할 수 있다. 앞선 3.3절의 X-선 회절피크의 반가폭으로부터 계산되어지는 Cu의 결정립 크기를 TEM으로 관찰한 크기와 비교하여 보면 MA 초기에는 상당한 결정립 크기 차이를 보이고 있는 반면 MA 후기에는 두가지 분석 방법에 의해 얻어진 값들이 근사해짐을 알 수 있다. 이는 결국 MA 진행 과정중의 Cu의 결정립이 일반적으로 잘 알려진 바와 같이 초기에는 층상구조를 갖고 후기에는 등방성의 조직을 갖기 때문인 것으로 생각된다. 그리고 투과전자현미경 관찰에서도 알 수 있는 바와 같이 Cu-C-X 나노복합금속분말의 미세구조의 형성은 MA에 의한 원료분말의 강제 고용효과 보다는 미세분산에 의한 것으로 판단된다.

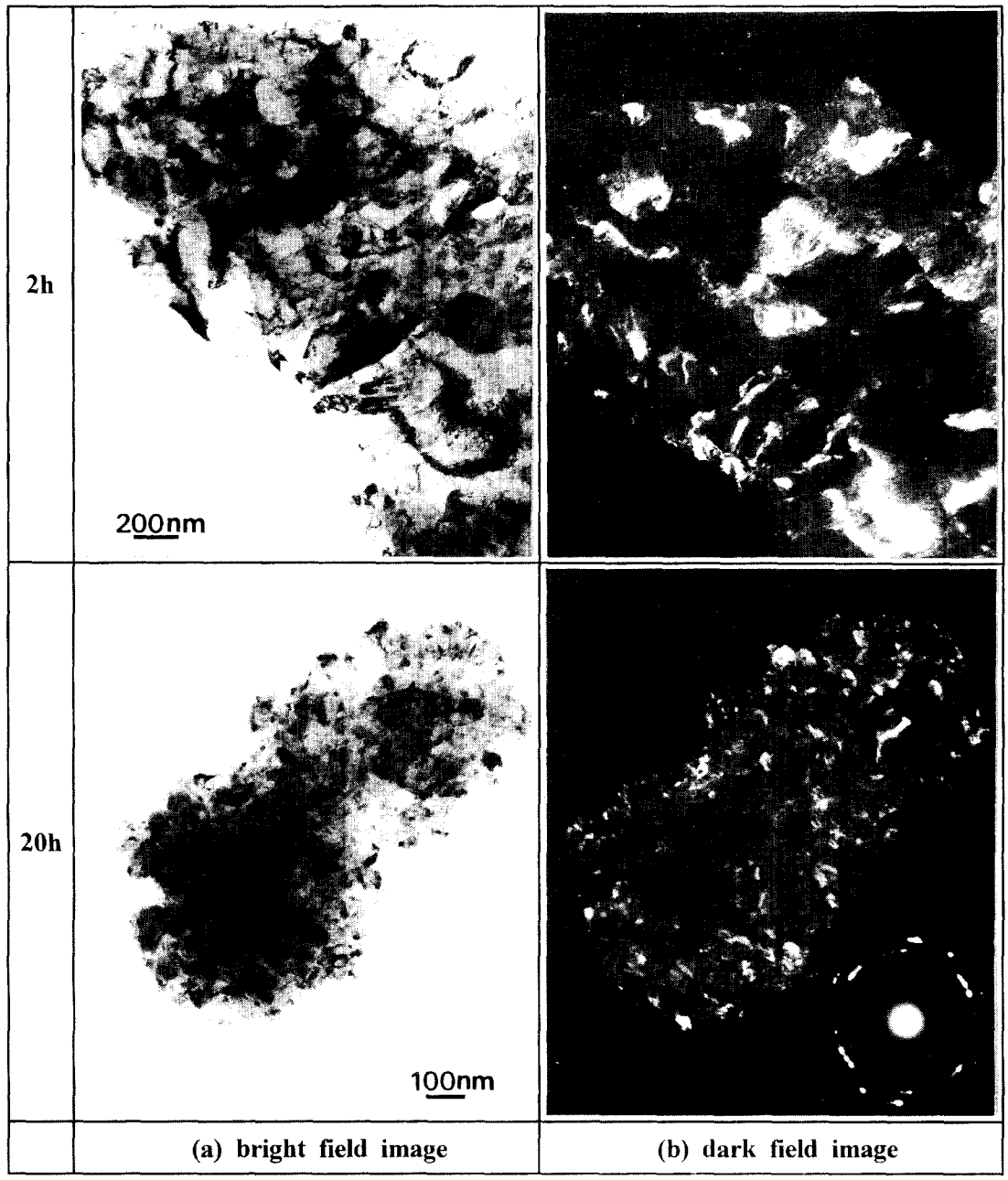

Fig. 9. Transmission electron micrographs of Cu-10wt.%C-5wt.%Al powder after mechanical alloying for 2 h and 20 h showing (a) bright field, (b) dark field image and SAD pattern of matrix.

3.5. 3원소 첨가의 기대효과

분말야금에 적합한 MA 분말의 유동성 향상을 위하여 Cu-C 복합분말에 제 3원소로 Al과 Fe 분말을 첨가하였을 때, Cu-C-X 나노복합분말의 형상조절(shape control) 수단으로 다음과 같은 MA 중의 화학반응을 기대해 볼 수 있다.

i) Al의 첨가시

$$(xCu \cdot yC)_{n.p} + 4Al \rightarrow (Al_4C_3)_{i.p} + (Cu_x \cdot C_{y-3})_{n.p} \quad (4)$$

$$(xCu \cdot yC)_{n.p} + zAl \rightarrow (Cu_mAl_z)_{i.p} + (Cu_{x-m} \cdot C_y)_{n.p} \quad (5)$$

ii) Fe의 첨가시

$$(xCu \cdot yC)_{n.p} + 3Fe \rightarrow (Fe_3C)_{i.p} + (Cu_x \cdot C_{y-1})_{n.p} \quad (6)$$

의 반응이 가능하다. 여기서 n.p; nanocomposite powder, i.p ; intermediate phase이다.

윗 식 (4)와 (5)에서 볼 수 있듯이 Al 분말을 제3원소로 첨가한 경우에는 Al_4C_3와 Cu-Al 합금의 중간상의 형성을, Fe를 첨가한 (6) 식에서는 Cu에 대한 Fe의 고용도가 거의 없기 때문에 Fe_3C의 중간상의 형성만을 고려할 수 있다.

이와 같이 Cu-C계의 나노복합분말에 중간상이 형성되거나 중간상이 기지조직내에 분산됨에 따른 형상변화 혹은

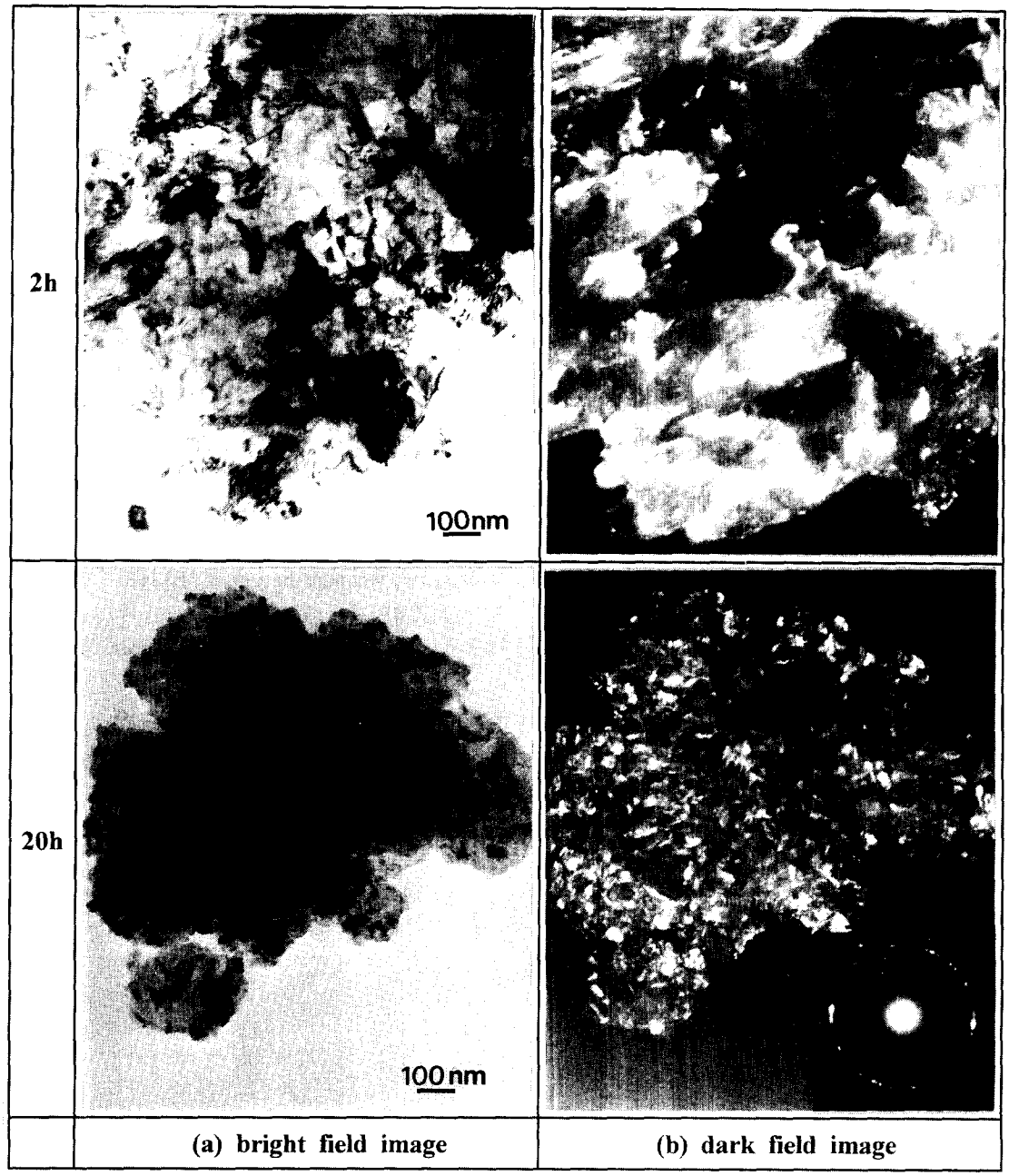

Fig. 10. Transmission electron micrographs of Cu-10wt.%C-5wt.%Fe powder after mechanical alloying for 2 h and 20 h showing (a) bright field, (b) dark field image and SAD pattern of matrix.

결정립 크기 변화는 본 그룹의 앞선 Cu-C 2원계 MA 연구결과[9] 그리고 그림 2, 그림 5, 그림 8의 결과로부터도 알 수 있듯이 3원소 첨가에 따른 효과를 크게 나타내고 있지 않다. 그러나 이러한 중간상들은 극미세구조의 크기로 기지 조직내에 형성되었으리라 예상되기 때문에 나노화합물을 분석할 수 있는 고분해능의 분석 및 연구가 더욱 필요하리라 사료된다.

4. 결 론

1) 본 연구의 MA 조건에서 Al, Fe를 첨가하였을 때 10시간 이상의 공정에서부터 약 10㎛ 이하의 미세하고 Cu-C-X 복합금속분말을 얻을 수 있었으며, MA 시간에 따른 분말의 형상과 미세구조 변화는 금속-금속계의 MA 과정과 유사하게 진행되는 것을 알 수 있었다.

2) Cu-C-X 나노복합금속분말의 X-선 회절시험 결과, MA 시간이 증가함에 따라 Cu와 C분말의 회절피크의 폭이 넓어지고 회절강도가 감소하였으며, 특히 흑연피크의 MA 시간에 따른 소멸은 흑연의 낮은 원자산란계수 때문에 의한 X-선 흡수 영향으로 고찰하였다.

3) Williamson-Hall식으로 계산된 Cu-C-X 복합금속분말내의 Cu의 결정립은 은 15시간 이상의 MA 공정에서부터 약 10nm 이하의 크기를 가졌으며, TEM 분석결과로는 불규칙한 형상의 약 10~30nm 크기로 복합화된 Cu 결정립을 확인할 수 있었다.

4) Cu-C계의 나노복합분말에 제3원소 첨가로 예상되는 Fe_3C나 Al_4C_3 등의 중간상의 형성 및 기지조직내에 분산효과가 결정립 크기나 분말크기 변화에 큰 영향을 끼치지는 못하였으나 이들 상의 정확한 분석이 필요하리라 사료된다.

감사의 글

이 논문은 "1996년도 한국학술진흥재단의 공모과제 연구비"에 의하여 연구되었으며 이에 감사드립니다.

참 고 문 헌

1. H. Chiyoda and T. Yamamoto : Nisseki Rebyu, **29** (1987) 5
2. J. S. Benjamin : Metall. Trans., **1** (1970) 2943
3. C. C. Koch : Annu. Rev. Mater. Sci., **19** (1989) 121
4. T. Tanaka, M. Motoyama, K. N. Ishihara and P. H. Shingu : Mater. Trans. JIM, **36** (1995) 276
5. T. Tanaka, K. N. Ishihara and P. H. Shingu : Metall. Trans. A, **23A** (1992) 2431
6. K. Omuro, H. Miura and H. Ogawa, Mater. Sci. & Eng. A, **A182** (1994) 1281
7. K. Omuro and U. Miura : Appl. Phys. Lett., **64** (1994) 2961
8. P. K. Rohatgi, Y. Liu, M. Yin and T. L. Barr : Mater. Sci. & Eng. A, **A123** (1990) 213
9. 이광민, 김현승 : 한국분말야금학회지, **4** (1997) 42
10. 이광민, 김진천, 문인형 : 대한금속학회지, **29** (1991) 158
11. A. Calka and A. P. Radlinski : Appl. Phys. Lett., **58** (1991) 119
12. G. Lecaer and P. Matteazzi : Hyperfine Interactions, **90** (1994) 229
13. A. P. Radlinski and A. Calka : Mater. Sci. & Eng. A, **A134** (1991) 1376
14. Z. G. Liu, J. T. Guo, L. L. Ye, G. S. Li, and Z. Q. Hu : Appl. Phys. Lett., **65** (1994) 2666-2668
15. B. D. Cullity : Elements of X-ray Diffraction (2nd ed.), Addison-Wesley Pub. Co. Inc., New York (1978) 111
16. G. K. Williamson and W. H. Hall : Acta metall., **1** (1953) 22
17. D. A. Rigney : Ann. Rev. Mater. Sci., **18** (1988) 141