

기계적합금화한 $(Al+12.5\%Cu)_3Zr$ 초미립 금속간화합물의 CIP 성형 및 소결 거동

문환균[†] · 홍경태* · 김선진

한양대학교 재료공학부

*한국과학기술연구원 합금설계연구부

Cold Isostatic Pressing and Sintering Behavior of $(Al+12.5\%Cu)_3Zr$ Nanocrystalline Intermetallic Compound Synthesized by Mechanical Alloying

H.G. Moon[†], K.T. Hong* and S.J. Kim

Division of materials science and engineering, Hanyang University, Seoul

*Alloy Design Research Center, Korea Institute of Science and Technology, Seoul

(2002년 5월 24일 받음, 2002년 8월 9일 최종수정본 받음)

Abstract To improve the ductility of $(Al+12.5\%Cu)_3Zr$ intermetallics, which are the potential high temperature structural materials, the mechanical alloying behavior, the effect of pressure and temperature on the $L1_2$ phase formation and the behavior of the cold isostatic press and sintering were investigated. However mechanically alloyed Al_3Zr alloy have been known to have high mechanical strength even at high temperature, its workability was poor. A method of solution is refined grain size and phase transformation from DO_{23} to $L1_2$. $L1_2$ structure $(Al+12.5\%Cu)_3Zr$ with nanocrystalline microstructure intermetallic powders were prepared by mechanical alloying of elemental powders. Grain sizes of the as milled powders were less than 10nm (from transmission electron microscopy, TEM). Thermal analyses showed that $L1_2$ structure was stable up to 800°C for 1hour $(Al+12.5\%Cu)_3Zr$. $(Al+12.5\%Cu)_3Zr$ has been consolidated by cold isostatic pressing (CIP 138, 207, 276, 414MPa) at room temperature and subsequent heat treatment at high temperatures where $L1_2$ structure was stable under vacuum atmosphere. The results showed that 94.2% density of $L1_2$ compacts was obtained for the $(Al+12.5\%Cu)_3Zr$ by sintering at 800°C for 1hour (under CIPed 207MPa). This compact of the grain size was 40nm.

Key words : intermetallics, nanocrystalline, $L1_2$ structure, cold isostatic pressing

1. 서 론

고온에서 우수한 기계적 성질을 가져 항공기의 구조재와 제트엔진 등에 사용되는 재료를 개발하려는 일환으로 낮은 밀도를 갖고 고온강도, 인성, 열적 안정성이 우수한 Al-X 계 합금에 대한 연구가 많이 진행되었다.^{1~3)} Al_3X 금속간 화합물은 미세한 분산 입자들의 강화 효과로 높은 비강도를 가지지만 10% 미만의 낮은 연신률 때문에 합금의 가공성이 문제된다.⁴⁾ 이를 해결하기 위한 연성 증가 방안으로 Cr, Mn, Cu, Fe, Ni 등의 제 3원소를 첨가하여 안정상인 tetragonal DO_{22} , DO_{23} 구조 보다 많은 slip system을 갖는 cubic $L1_2$ 구조로 안정화시키며, 결정립의 미세화를 통해 grain boundary sliding과 diffusional creep를 촉진시킴으로 연성 향상을 기대할 수 있다.^{5~7)} 특히 제 3의 원소인 원소를 7~12.5at.% 첨가 시 고부피 분율의 입방정 $L1_2$ 구조를 생성하며, $L1_2$ 상의 열적 안정성을 향상시킨다고 보고되어 있다.⁸⁾ Nanocrystalline 분말은 결정립 크기가 10

~20nm인 물질로서 미세한 결정립 크기에 의한 결정립계가 차지하는 부피가 전체 물질의 10~50%에 달하는 물질을 말한다.⁹⁾ 하지만 일반적인 방법으로 소결을 할 경우 결정립의 성장이 쉽게 일어나므로 nanocrystalline의 경우 상온에서 높은 정수압으로 성형을 할 수 있는 Cold Isostatic Press (CIP)를 사용할 경우 결정립 성장을 억제하면서 높은 치밀화를 통해 이론 밀도에 가까운 성형체를 만들 수 있을 것이 예상된다.¹⁰⁾ 특히 소결 공정에서는 치밀화 및 결정립 성장의 상대적 속도를 조절하는 것이 필요하며 이를 위해서는 가압 할 필요성이 있다.¹¹⁾ $(Al+12.5\%Cu)_3Zr$ 성형체의 소결시 입자의 크기는 작을 수록, 소결 온도와 소결 압력은 높을수록 치밀화 속도(소결 속도)는 증가한다.^{12,13)} 그러므로 cubic $L1_2$ 구조를 가지는 열적 안정성이 유지되는 온도, 시간에서 결정립의 성장을 최소화하는 소결 성형체를 형성할 경우 연성의 증가와 이론 밀도에 가까운 밀도를 얻을 수 있을 것으로 예상된다. 따라서 본 실험에서는 planetary ball mill을 사용하여 $(Al+12.5\%Cu)_3Zr$ 금속

[†] E-mail: wisdom94@hanmail.net

간화합물을 제조하고 cold isostatic press로 상온에서 각각 다른 정수압(138, 207, 276, 414MPa)을 주어서 만들어진 성형체의 압력에 따른 성형 거동과 그 후 행해지는 소결시간과 온도의 변화를 통해 소결 거동을 조사해 보았다.

2. 실험 방법

2.1 (Al+12.5%Cu)₃Zr MA 분말 제조

Al 분말은 순도 99.5%, 입도 -325mesh 분말을 사용하였으며, Zr분말과 Cu분말은 각각 순도98.5%, 99.9%, 입도 -325mesh 분말을 사용하였다. 기계적합금화시 장입된 원료 분말의 조성은 (Al+12.5%Cu)에 대한 Zr 원자비가 3:1이 되도록 하였으며, 볼 대 분말의 장입 무게비는 10:1로 하였다. 이때 과잉 압접을 방지하기 위한 공정제어제로 1wt.%의 스테아린산을 첨가하였다. 혼합 분말의 기계적합금화는 Planetary Ball Mill (PBM)을 사용하여 수행하였다. 기계적합금화시 용기와 볼의 재질은 마모에 의한 오염을 최소화하기 위해 열처리강(SKD11)으로 제작하였으며 볼은 3/8inch 100개를 사용하였다. 기계적합금화 도중 분말이 공기 중의 산소와 반응하여 산화되는 것을 방지하기 위해 볼과 분말의 장입 과정은 Ar 분위기의 glove box 내에서 수행하였으며 기계적합금화 동안 밀봉 상태를 유지하여 3시간, 6시간, 12시간 밀링 하였다. 기계적합금화한 분말의 결정립 크기는 측정된 회절 peak의 반가폭으로부터 Hall-Williamson식을 적용하여 계산하였다.¹⁴⁾ 그리고 투과전자현미경을 통해서 결정립 크기를 확인하였다.

2.2 CIP 성형, 소결 및 분석

CIP 성형체 및 소결체의 제작에는 6시간 기계적합금화한 분말을 사용하였다. 기계적합금화한 분말의 성형체 제작을 위해 내경 12mm의 원통형 mold에서 L/D의 비가 1:2가 되도록 100MPa로 양단 압축하여 성형체를 제조한 후 상온에서 138, 207, 276, 414MPa의 압력으로 5분간 CIP 후, 700°C, 800°C, 900°C의 온도에서 1시간 동안 진공 소결을 통하여 소결체를 제조하였다. 예비 성형 시 Zinc stearate가 윤활제로 mold벽에 사용되었으며, 소결은 고진공 열처리로 (10⁻⁵ torr)에서 행하여 상변화와 결정립의 조대화가 발생되지 않는 최적의 성형 조건을 찾고자 하였다. 제조된 성형체의 상분석과 결정립의 크기는 monochromated Cu K 선(λ=0.1542nm)을 사용한 Rigaku사의 RAD-C X선 회절기를 사용하여 조사하였다. 그리고 투과전자현미경을 통해서 결정립 크기와 상변화를 관찰하고 확인하였다. 성형체의 미세구조는 JEOL사의 JSM-5410LV 주사전자현미경을 사용하여 관찰하였으며, 성형체의 밀도는 아르키메데스 원리를 이용하는 Mirage Trading사의 ED-120T 전자비중계(electronic densimeter)를 사용한 방법과 치수 측정 방법을 병행하여 측정하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1 (Al+12.5%Cu)₃Zr MA 분말의 L1₂ 상 형성

Fig. 1은 기계적합금화의 밀링 시간 변화에 따른 (Al+12.5%Cu)₃Zr 분말의 XRD 분석 결과이다. 3시간의 밀링

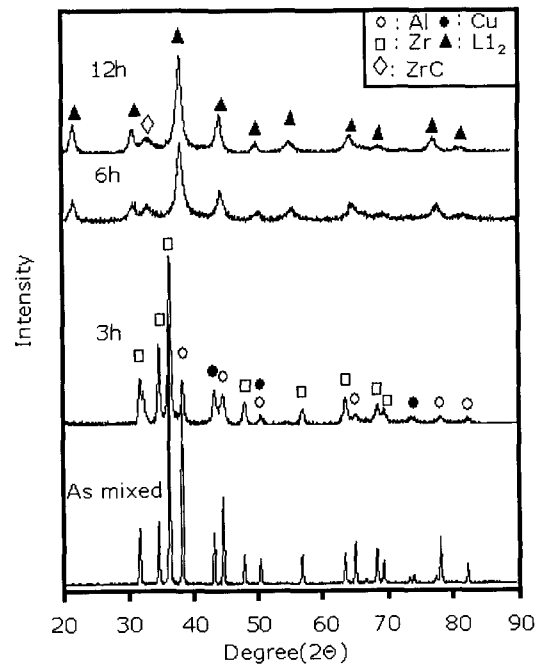


Fig. 1. XRD phase analysis for (Al+12.5at%Cu)₃Zr MA powder after various milling time.

시에는 Al와 Cu, Zr의 peak이 독립적으로 존재하는 결과로부터 (Al+12.5%Cu)₃Zr 분말은 3시간에서는 밀링 시간이 너무 짧아서 합금화와 균일화가 전혀 이루어지지 않았음을 확인 할 수 있다. 한편 6시간 이상의 밀링 시에는 L1₂상의 (Al+12.5%Cu)₃Zr으로 합금화되었음을 알 수 있다. 기계적합금화에 의한 금속간화합물 제조시, 합금화 거동은 결정립이 임계 크기 이하가 될 때 합금화가 급격하게 진행된다고 알려져 있다.^{15,16)} 본 연구의 경우, 6시간 이상 기계적합금화를 한 경우 TEM을 통하여 결정립의 크기가 10nm이하인 것을 확인 할 수 있었으므로 이러한 조건에서 합금화가 급격히 진행된 것으로 볼 수 있다. 밀링 시간이 12시간일 경우 6시간과 비슷한 결과를 보였다. 이러한 결과는 Fig. 2의 EDS 분석한 결과로부터 확인 할 수 있다. 3시간 밀링 한 경우 Al, Zr, Cu의 분말이 불균일하게 존재하지만 6시간 밀링 시부터 합금화에 의한 각 성분의 균일한 분포 특성을 볼 수 있다. 이러한 결과에 근거하여 본 연구의 성형용 분말로서 6시간 밀링 한 (Al+12.5%Cu)₃Zr MA 분말이 사용되었다.

3.2 (Al+12.5%Cu)₃Zr 분말 L1₂ 상의 열적 안정성 평가

Fig. 3에서 (Al+12.5%Cu)₃Zr 분말의 DTA 분석을 통해서 약 883.6에서 발열 peak이 관찰되었다. 이 발열 peak을 확인하기 위해 열처리 후 XRD 분석을 통하여, L1₂에서 D0₂₃로의 변태에 따른 발열 peak인 것을 확인하였다. 또한 488.3°C 발열 peak은 기계적합금화의 과정에서 생긴 변형 에너지가 온도의 증가에 따라 발열함으로써 생기는 peak이라 생각된다.¹⁵⁾ 이러한 온도에 따른 상변화를 정확히 분석하기 위해서 Fig. 4에 그 결과를 나타내었다. 온도와 시간의 변화에 따른 (Al+12.5%Cu)₃Zr 분말의 상변화를 XRD로 조사하였다. Fig. 4에서 볼 수 있는 바와 같이, 정

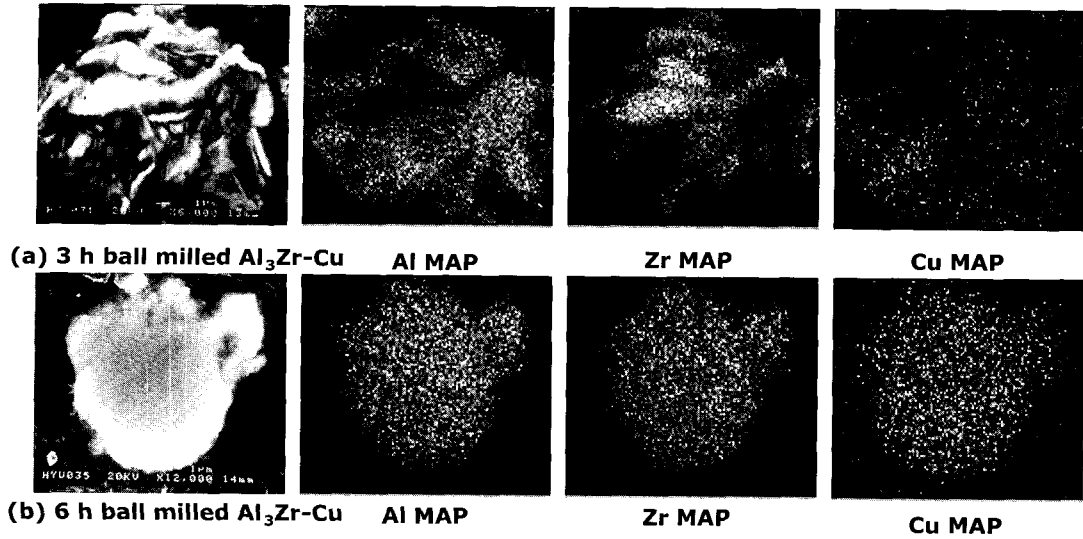


Fig. 2. SEM micrographs of (Al+ 12.5at%Cu)₃Zr MA powder after various milling time.

해진 열처리 시간에서 온도가 높을수록 L₁₂→L₁₂+D₀₂₃→D₀₂₃로의 상변화가 이루어짐을 알 수 있다. 즉, 10분의 경우 900℃까지 안정했고 950℃에서 D₀₂₃상으로 변화되었다. 1시간 경우 850℃까지 L₁₂구조가 안정하였으며, 10시간 경우 800℃까지 안정했다. Fig. 3과 Fig. 4에서 상변화 온도의 약간의 차이를 보이는 것은 승온 분위기의 차이 때문이라 생각되어진다.¹⁶⁾ DTA의 경우 Argon gas 분위기에서 승온 속도 10℃/min으로 실험을 하였는데 XRD를 분석을 위한 열처리 경우 고진공 소결로(10⁻⁵ torr)를 사용하여 승온 속도 10℃/min으로 실험했기 때문이라 생각된다.

3.3 성형/소결 조건과 상변화

CIP 성형은 무한 다축적으로 가압하기 때문에 분체 서로 간의 bridge 현상이 작고 배향성이 없어 압분체 내부의 밀도가 균일하게 된다. 일반적으로 성형 밀도가 낮으면 치밀화나 결정립 성장의 속도를 조절하는 것이 어렵고, 치밀화 속도를 결정짓는 것은 성형체의 구조와 소결 온도라는 것이 알려져 있다.^{17,18)} 그러므로 CIP의 성형체 형성의 성형 밀도는 소결시 이론 밀도와 직결된다. 따라서 소결 결과에서 L₁₂상이 유지되며 결정립 성장이 최소로 일어나는 CIP 최적 성형 조건을 알아보기 위하여, CIP 성형 압력을 138, 207, 276, 414MPa로 변화시켜 800℃에서 소결한 (Al+12.5%Cu)₃Zr의 상분석 결과를 Fig. 5에서 나타내었다.

Fig. 5에서 알 수 있는 바와 같이, 성형 압력 138, 207MPa는 L₁₂상이 유지되나, 그 이상의 압력에서는 L₁₂상이 D₀₂₃상으로 변화하는 것을 알 수 있다. 이러한 결과는 높은 압력이 diffusion rate를 감소시키는 반면에 안정상의 핵성장 rate를 증가시키는데 기인하는 것으로 볼 수 있다.¹⁹⁾ 이러한 결과를 토대로 성형 압력 207MPa 조건에서 소결 온도를 변화시켰을 때의 결과를 고찰 할 필요가 있겠다. Fig. 6은 성형 압력을 207MPa로 일정하게 하고 소결 온도를 25, 700, 800, 900℃로 변화시켰을 때의 상분석 결과를 나타낸 것이다.

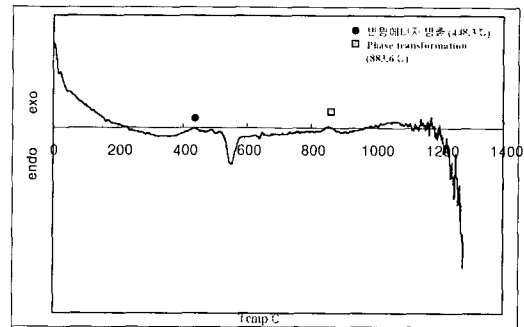


Fig. 3. DTA curve of (Al+12.5%Cu)₃Zr powder planetary ball milled for 6hrs.

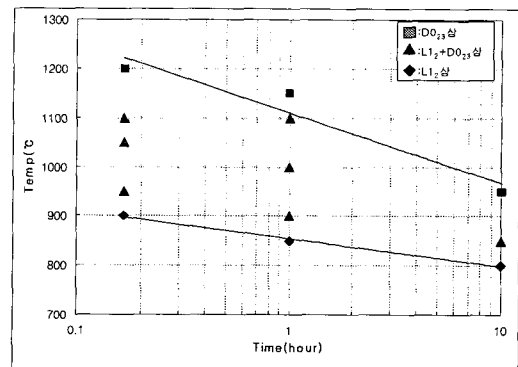


Fig. 4. TTT diagram of the ternary (Al+12.5%Cu)₃Zr intermetallic compound powder.

이 결과로부터 준안정상 L₁₂의 유지 온도는 800℃까지임을 알 수 있고 그 보다 높은 900℃에서는 D₀₂₃상으로 변태가 일어남을 알 수 있다. 이는 기계적합금화 분말의 열적 안정성 분석에서 얻은 결과와 동일한 것이다. 따라서 본 실험으로부터, L₁₂상이 안정한 조건을 소결 온도 800℃, 1시간 조건임을 알 수 있었다. 즉 Fig. 5와 Fig. 6의 결과에서 볼 수 있듯이 nanocrystalline 금속간화합물의 상변화는 압

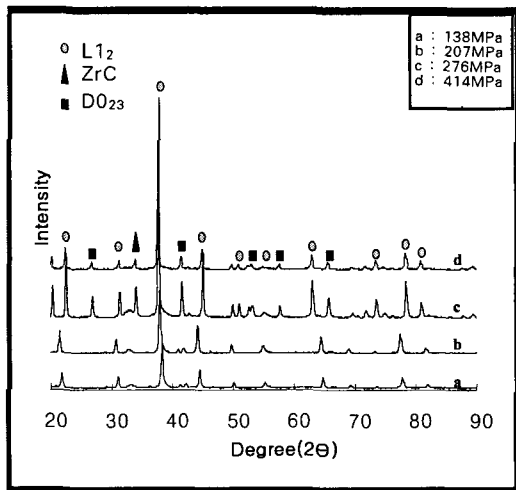


Fig. 5. XRD patterns of (Al+12.5%Cu)₃Zr intermetallic compounds under 800°C at various CIPed pressures.

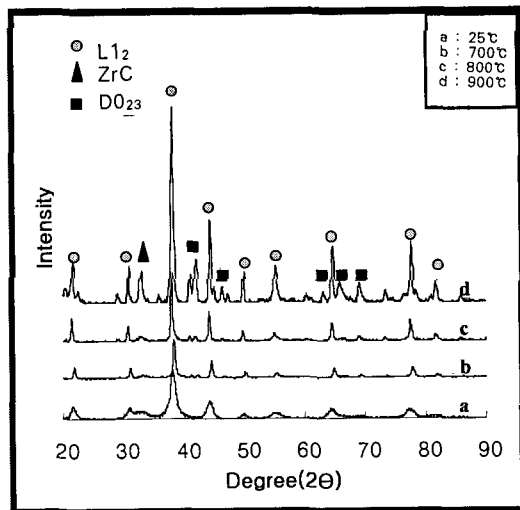


Fig. 6. XRD patterns of (Al+12.5%Cu)₃Zr intermetallic compounds under 207MPa at various temperatures.

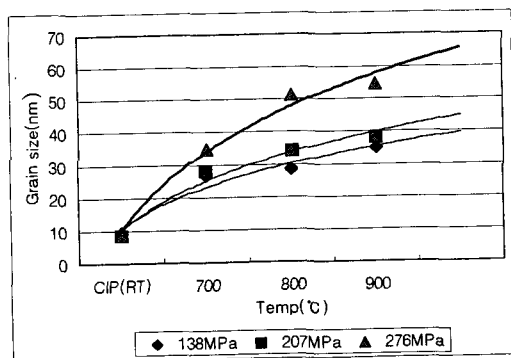


Fig. 7. Grain size variations of 1hour sintered (Al+12.5%Cu)₃Zr as a function of sintering temperature.

력과 온도에 의존성이 있음을 관찰 할 수 있다.¹⁸⁾ Fig. 6에서 열처리 온도가 증가함에 따라 XRD peak이 sharp해지는 것을 볼 수 있다. 이로부터 결정립이 성장한 것을 알 수 있는데, Hall-Williamson 식을 적용하여 결정립의 크기를

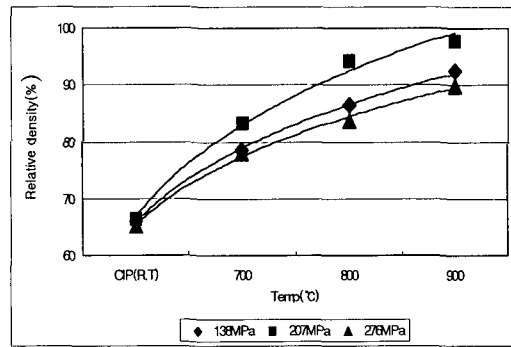


Fig. 8. Relative density of (Al+12.5%Cu)₃Zr compacts by CIPed at various consolidation pressure and sintered at various temperatures for 1 hour.

계산한 결과를 Fig. 7에 나타내었다. (Al+12.5%Cu)₃Zr의 결정립 크기는 성형 압력과 소결 온도가 높아질수록 증가하는 경향을 보였으며, 성형 압력 207MPa, 소결 온도 800°C에서 약 40nm로 조대화 되었다.

3.4 성형 및 소결 거동

Fig. 8은 CIP 성형 압력을 달리한 성형체를 700~900°C에서 소결한 소결체의 비이론 밀도 변화를 나타낸 것이다.

CIP압력 138, 207, 276MPa의 각각의 조건에서 얻어진 성형체의 밀도는 65.2%, 66.3%, 66.1%로 나타났다. 이 값들은 CIP 성형 전의 green density보다 각각 약 7% 정도 증가한 값이다. 성형 밀도가 높아질수록 초기 입자들 간의 접촉점 수는 증가하며 초기 기공 크기는 더욱 작아지나 최종 밀도를 얻기 위한 치밀화는 덜 일어나게 된다.²⁰⁾ 더욱이 성형 밀도 기울기가 최소가 되도록 성형된다면 소결에 앞서 거대한 기공은 선택적으로 제거되며 소결이 촉진된다. 즉 충전 밀도가 증가함에 따라 소결 사이클에서 필요로 하는 일(소결시간, 소결 온도)은 작아진다.²¹⁾

성형 CIP 압력 207MPa, 소결 온도 900 로 소결 후 비이론 밀도를 측정된 결과 97.8%의 비이론 밀도를 얻었다. 일반적으로 원자 충전 밀도가 낮아질수록 확산 속도는 더욱 빨라진다. 따라서 동질 다상 재료가 소결 되는 경우에는 원자 충전 밀도가 낮은 결정 구조가 우선적으로 안정화된다. 본 실험에서 압력이 276MPa 경우 상대 이론 밀도가 높아야 함에도 불구하고 138, 207MPa보다 낮은 밀도를 보였다. 이것은 Fig. 5에서 CIP 압력이 276MPa 경우 L1₂에서 DO₂₃구조로 상 변화로 인한 내부 응력으로 인해 소결 구동력을 감소시키기 때문이라 생각되어진다.^{22, 23)}

성형체의 밀도가 낮은 경우 결정립 성장은 S자 곡선 형태인 Lay모형을 거쳐 치밀화 되며 성형 밀도가 높은 경우는 고르게 분포된 기공에 의해 입계 이동이 현저히 억제되어 결정립 성장이 느리게 진행되는 로그 형태인 Core의 모델을 보인다.^{24, 25)} Fig. 7의 경우 전형적인 로그 형태를 취하고 있음을 관찰할 수 있으며 이를 통해 CIP 성형체의 성형 밀도가 높은 로그 형태와 일치한다는 것을 알 수 있다.

Fig. 9는 207MPa의 같은 CIP 성형 압력에서 각각의 온도에 따른 성형 거동을 나타내는 SEM 사진이다.

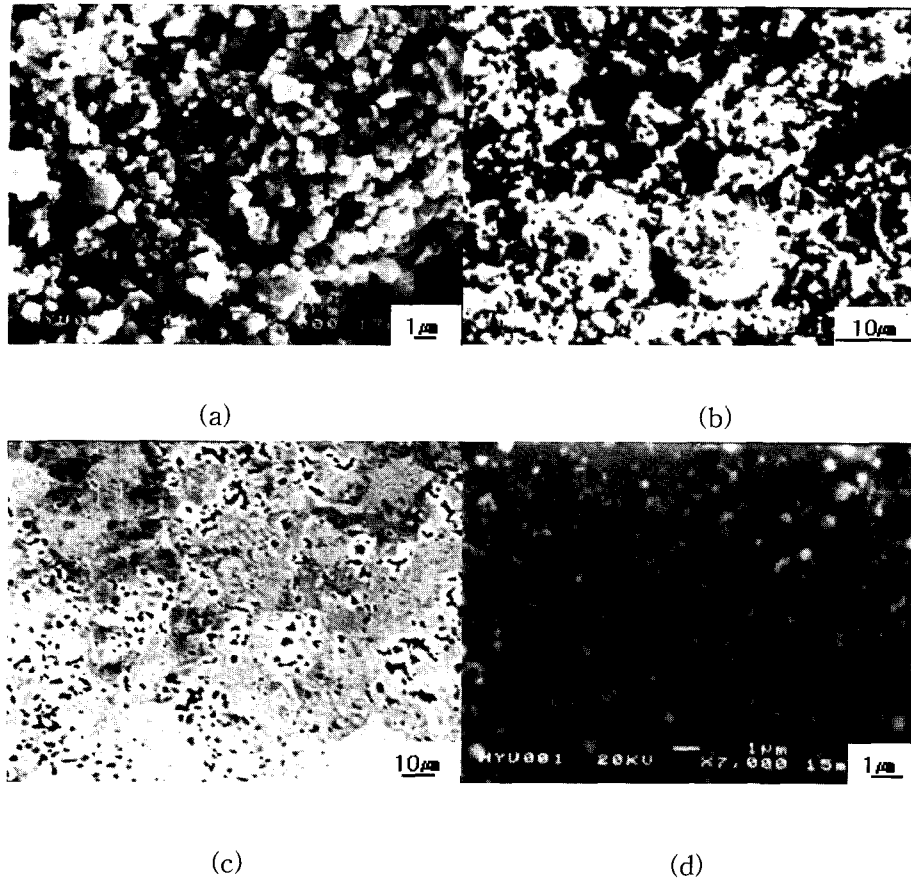


Fig. 9. SEM images of $(Al+12.5\%Cu)_3Zr$ intermetallic compound under 207MPa at various temperatures. (a) room temperature, (b) 700°C, (c) 800°C, (d) 900°C.

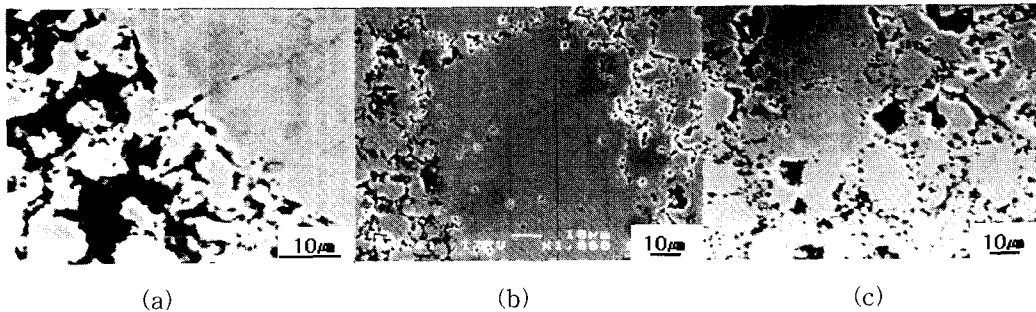


Fig. 10. SEM images of $(Al+12.5\%Cu)_3Zr$ intermetallic compound at 800°C under various CIPed pressures. (a) 138MPa, (b) 207MPa, (c) 276MPa.

Fig. 9 (b)에서 보는 바와 같이 분말이 700°C의 온도에서도 소결이 되지 않은 상태로 남아 있는 것을 볼 수 있다. 그림과 같이 응집체는 작은 입자들의 집합체와 같이 형성되며 이는 소결 되어 국부적으로 치밀한 영역을 형성하고 집합체들 사이에 수축되기 어려운 큰 기공을 남기게 되며 동시에 응집체들 사이의 기공은 수축된다. 따라서 응집화는 미세구조 내에 이중 기공(응집체들 사이의 큰 기공과 응집체 내의 작은 기공) 크기 분포를 생성하며 소결을 방해한다.²⁶⁾ Fig. 9(c)에서 볼 수 있는 것 같이 800°C에서 급속도로 소결이 진행되어 가는 것을 볼 수 있다. 소결 온도가 900°C로 높아질수록 pore의 양과 크기가 현저하게 줄어들었음을 볼 수 있다. 또한 Fig. 10(a), (b), (c)에서 볼 수 있는 것과 같이 성형 압력이 138MPa에서 207MPa로 높

아짐에 따라 pore의 크기와 양이 현저하게 줄어들지만 207MPa에서 276MPa로 높아짐에 따라 pore의 크기와 양이 증가함을 관찰 할 수 있다. 그 결과 비이론 밀도가 full density에는 미치지 못한 것을 볼 수 있다. 기공 모양 또한 소결에 영향을 미친다. 길고 폭이 좁은 기공과 불규칙한 기공은 온도가 증가함에 따라 구형화 된다. 이런 이방성 기공 모양은 일방성 성형 압축으로 인해 기공이 납작해진다. 특히 가열시 기공은 압축한 방향에 수직인 방향으로 수축되지만 한편으로 압축 방향을 따라 팽창된다. 결과적으로 소결 수축률 차이로 인해 변형이 초래된다. Fig. 10에서 보는 것과 같이 성형 압력이 증가할수록 기공의 모양은 구형화 되었음을 관찰 할 수 있다. 즉 성형 CIP 압력 138MPa 경우 정수압의 차이와 예비 성형에서 cold press로 1차 성형체

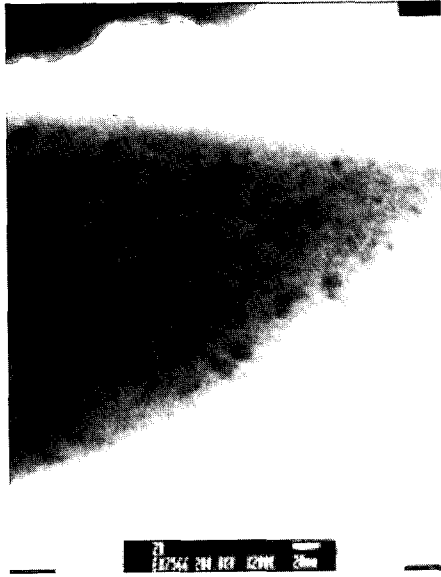


Fig. 11. TEM micrograph of (Al+12.5%Cu)₃Zr powder at room temperature.

를 일축 방향으로 100MPa 압력을 가하여 만들 때 생기는 압력의 차이가 작음으로 인해 완전하게 일축 압력의 잔류 압력 영향을 극복하지 못한 것이라 생각된다.

Fig. 11은 6시간 동안 기계적합금화한 (Al+12.5%Cu)₃Zr분말을 TEM으로 분석한 것으로 그 결과 상온에서의 분말의 결정립의 크기가 약 10nm이하인 것을 확인 할 수 있었다. Fig. 12는 성형 CIP 압력 207MPa, 소결 온도 800°C

로 소결 한 소결체의 결정립 크기와 L1₂상을 TEM을 이용하여 확인한 결과이다. CIP 성형 압력 207MPa, 소결 온도 800°C의 성형체를 XRD의 분석으로 반가폭을 측정하여 Hall-Williamson 식으로 결정립의 크기를 계산한 결과인 34.2nm와 Fig. 12(a)에서 관찰한 결과와 비슷한 결과를 얻었다. Fig. 12(b)에서 제한시야회절도형(SAD)은 초미립 결정 구조에서 나타나는 환도형 형태를 보였으며, 이를 분석한 결과 L1₂상임을 알 수 있었다. 이는 (Al+12.5%Cu)₃Zr 성형체의 경우 L1₂상을 유지하며 결정립의 크기가 약 35nm이하로 제한되는 최적의 조건은 성형 CIP 압력 207MPa, 소결 온도 800°C임을 관찰 할 수 있었다.

4. 결 론

1) 3원계 (Al+12.5%Cu)₃Zr의 혼합 분말을 planetary ball mill을 이용하여 기계적 합금화한 결과 6시간부터 L1₂ (Al+12.5%Cu)₃Zr 금속간화합물이 생성되었고, 이때 결정립 크기가 10nm 정도인 nanocrystalline이 형성되었다.

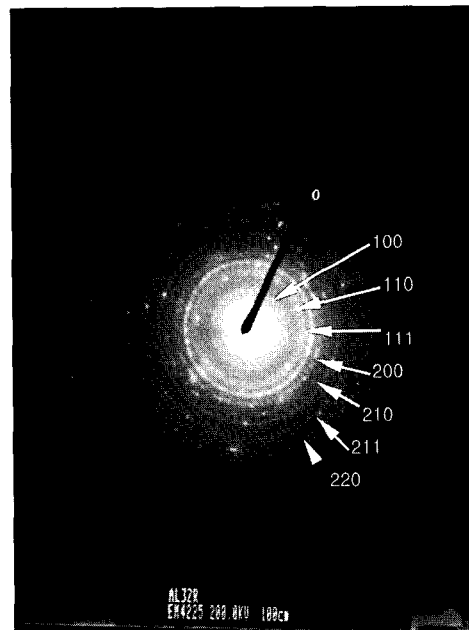
2) 분말의 열적 안정성 평가 결과 10min에서 900°C, 1hr에서 850°C, 10hrs에서 800°C까지 L1₂상을 유지했으며, 그 이상의 온도에서 D0₂₃상이 생성되기 시작하였다.

3) 성형체 형성 시 CIP압력 276, 207MPa를 800°C 같은 온도에서 소결 했을 경우 CIP 압력 276MPa으로 성형한 시편이 D0₂₃로 상변화 되었다. 그 결과 L1₂상을 유지하는 최적의 조건은 성형 CIP 압력 207MPa, 소결 온도 800°C임을 얻었다.

4) 소결체의 결정립 크기는 소결 온도 800°C에서 성형 압력이 증가함에 따라 138MPa는 28.5nm, 207MPa는



(a)



(b)

Fig. 12. TEM micrograph of L1₂ (Al+12.5%Cu)₃Zr under 207MPa for 1hr sintering at 800°C. (a) bright field image, (b) SAD patterns.

34.2nm, 276MPa는 51.46nm로 증가하였고, 소결 온도 증가에 따라 상온에서 8.8nm인 결정립 크기가 $L1_2$ 상이 유지되는 조건인 성형 압력 207MPa, 소결 온도 800°C에서 34.2nm로 증가하였다. 그 이유는 성형 CIP 압력의 증가에 따라 성형체를 치밀화하여 소결시 결정립의 성장을 촉진했기 때문이라 생각된다.

5) 소결체의 상대 이론 밀도는 성형 압력 207MPa, 소결 온도 900°C에서 최대 상대 이론 밀도 값인 97.8%을 얻었고, $L1_2$ 구조를 유지하는 성형 압력 207MPa, 소결 온도 800°C에서 94.2% 상대 이론 밀도를 얻었다.

6) 성형 CIP 207MPa로 성형체를 형성하여 소결 한 것은 276MPa로 성형하여 같은 온도에서 소결 한 시편보다 더 큰 상대 이론 밀도를 얻었다. 이러한 원인은 성형 CIP 압력 276MPa로 소결 한 소결체가 성형 압력에 의해 $L1_2 \rightarrow L1_2 + D0_{23}$ 구조로 상 변태 되었기 때문이라 생각된다.

감사의 글

본 연구는 과학재단 목적기초연구(98-0300-03-01-5) 지원으로 수행되었으며, 이에 감사를 드립니다.

참 고 문 헌

1. F.H. Froes, Metal Power Reports, January, 59, (1989).
2. L. Lu and M.O. Lai; Mechanical Alloying, Kluwer academic publishers, p.84-108, (1998).
3. C.T. Liu; Intermetallic Compounds, 2, p.17, (1994).
4. W.E. Frazier and M.J. Koczak, in Dispersion Strengthened Aluminum alloys, Y.W. Kim and W. M.W. Griffith, eds., p.573, (1988).
5. R. Bringer; Mater. Sci. Eng. A117, p.33, (1989).
6. J. Kerek et al.; Nature, 330, p.556 (1987).
7. Z.G. Li and D.J. Smith; Appl. phys. lett. 55, p.919, (1989).
8. A. Raman and K. Schubert, Z. Metallkunde, 56, p.40, (1965).
9. Richard W. Siegel and Gretchen E. Fouger, "Grain Size Dependent Mechanical Properties in Nanophase Materials" Mat. Res. Soc. Symp. Proc., 362, (1995).
10. M.W. Weiser and L.C. De Jomghe, J. Am. Ceram. Soc., 71, C125-27, (1995).
11. C.S. Nordahl and G.L. Messing, J. Am. Ceram. Soc. 79 (12), 3149 (1996).
12. M.F. Ashby, Acta Metall, 22, 275 (1974).
13. F.B. Swinkels and M.F. Ashby, Act Metall., 29, 259 (1981).
14. G.K. Williamson, W.H. Hall, Acta Metall., 3, 473 (1953).
15. M. Yamaguchi and T. Yamane, Mat. Res. Soc. Symp. Proc., 81, 275, (1987).
16. K. Hayashi and T. W. Lin, Advances in Powder Metallurgy and particulate Materials, Vol. 3, J. Capus and R. M German (eds.), Metal Power Industries Federation, Princeton, NJ, p. 219 (1990).
17. S. K. Pabi, B. S. Murty, Mater. Sci.Eng, A214, 146, (1996).
18. M. Atzmon, Physical review letters, 64 (9), 487, (1990).
19. S.C. Liao, Y.J. Chen, B.H. Kear and W.E. Mayo 10, No. 6, pp.1063 (1998).
20. H. Palmour, M. Geho, R. L. Russell, and T. M. Hare, Sintering 91, A.C.D. Chaklader and J.A. Lund, Trans Tech, Brookfield, VT, p.37 (1992).
21. N.A.L. Mansour and J. White, Powder Met., 6, p.108 (1963).
22. G. Matsumura and W.S. Tuan, Powder Met. Intern., 15, p.188 (1983).
23. H.S. Choi, Y.K. Yoon, and W.K. Park, Intern. J. Powder Met., 9, p.23 (1973).
24. C. Greskovich and K.W. Lay, J. Am. Ceram. Soc., 55 (1), p.142 (1972).
25. R.L. Coble, J. Appl. Phy., 32, p.787 (1961).
26. W.H. Rhodes, J. Amer. Ceram. Soc., 64, p.19 (1981).