

금속간화합물의 나노결정화 및 분해거동

(Nano crystallization and decomposition behavior of the intermetallics)

최근섭, 김도향, 홍경태*

연세대학교 금속공학과, 한국과학기술연구원 금속연구부*

나노결정립 합금은 수~수십 정도의 나노 크기의 결정립을 가지므로 내산화성 및 내부식성이 뛰어나며 특히 강도가 우수하면서도 연성이 뛰어난 것이 특징이다. 이러한 나노결정립 및 비정질 합금을 제조하기 위하여 급냉응고법, 플라즈마법, 기계적합금화법 등이 이용되고 있다. 최근 10년간 기계적합금화 방법을 통한 금속간화합물의 나노결정립 및 비정질제조에 관한 기초연구와 분해과정에 대하여 많은 보고가 이루어 졌으나 기계적합금화 후 결정구조와 열처리에 따른 분해거동의 기구에 대하여 명확하게 밝혀지지 않고 있다. 나노결정립이 많은 특징을 갖고있음에도 불구하고 금속간화합물의 종류, 사용분말의 혼합 엔탈피의 차이, 확산속도 그리고 밀링된 상태에 따라 다양한 열적 거동 보이고 있는 것이 사실이다. 따라서 본 연구에서는 Ni-50at.%Ti 분말과 Fe-50at.%Al 분말을 각각 다른 기계적합금화법을 통해 나노결정립 및 비정질상을 제조하였으며 투과전자현미경으로 기계적합금화된 상태의 미세결정립을 분석하고 열분석기를 통해 열처리에 따른 분해과정을 상호 비교 고찰해 보고자 한다.

본 연구에서는 Ni, Ti 분말과 Fe, Al분말을 각각 원자비 50:50 으로 섞은 후 2wt.% stearic acid를 공정제어제로 첨가하여 기계적합금화를 시행하였다. 두 실험 모두 아르곤 분위기에서 행하였으며 Ni-Ti계는 15시간동안 Fe-Al계는 90 시간동안 기계적합금화를 시행하였다. 기계적합금화과정중 형상 변화를 주사전자현미경(SEM)으로 관찰하였으며, X-선 회절기를 이용하여 나노결정립 및 비정질을 확인한 후 투과전자현미경(TEM)을 통해 미세결정립의 결정구조를 조사하였다. 열처리에 따른 분해 거동을 살펴 보기 위해 열분석기(DSC)를 이용하여 분해반응의 온도와 ΔH 를 측정하고 반응온도에서 열처리 실험을 행한 후 X-선 회절기와 투과전자현미경을 통해 생성상을 확인하였다. XRD 분석 결과 두 합금계 모두 $2\theta = 35^\circ \sim 50^\circ$ 에서 나노결정립 및 비정질에서 발생하는 브로드한 피크가 나타났으며 투과전자현미경으로 얻어진 명시야상, 암시아상 결과로부터 밀링상태의 결정구조가 5~15 nm 의 나노결정립의 구조를 갖고 있음을 확인하였다. 또한 제한시야 회절도형은 연속적인 링의 형태로 관찰되었으며 패턴 분석 결과 NiTi 고용체와 불규칙 FeAl 고용체가 형성되었음을 알 수 있었다. 열분석(DSC)을 행한 결과 Ni-Ti계에서는 T.Itsukaichi(1993), L.Battezzati(1988)등이 보고한 결과와는 달리 470°C 부근에서 $\Delta H=201.29\text{J/g}$ 의 흡열반응이 나타났으며 XRD 분석결과 이 반응은 Ti_2Ni , TiNi_3 상 형성에 관련된 반응임을 확인할 수 있었다. Fe-Al계에서는 300°C 부근에서 불규칙-규칙 반응으로 보이는 발열반응이 나타났다. 이렇듯 합금계에 따라 열적거동에 있어서 상당히 다른 반응을 보이고 있음을 알 수 있다.

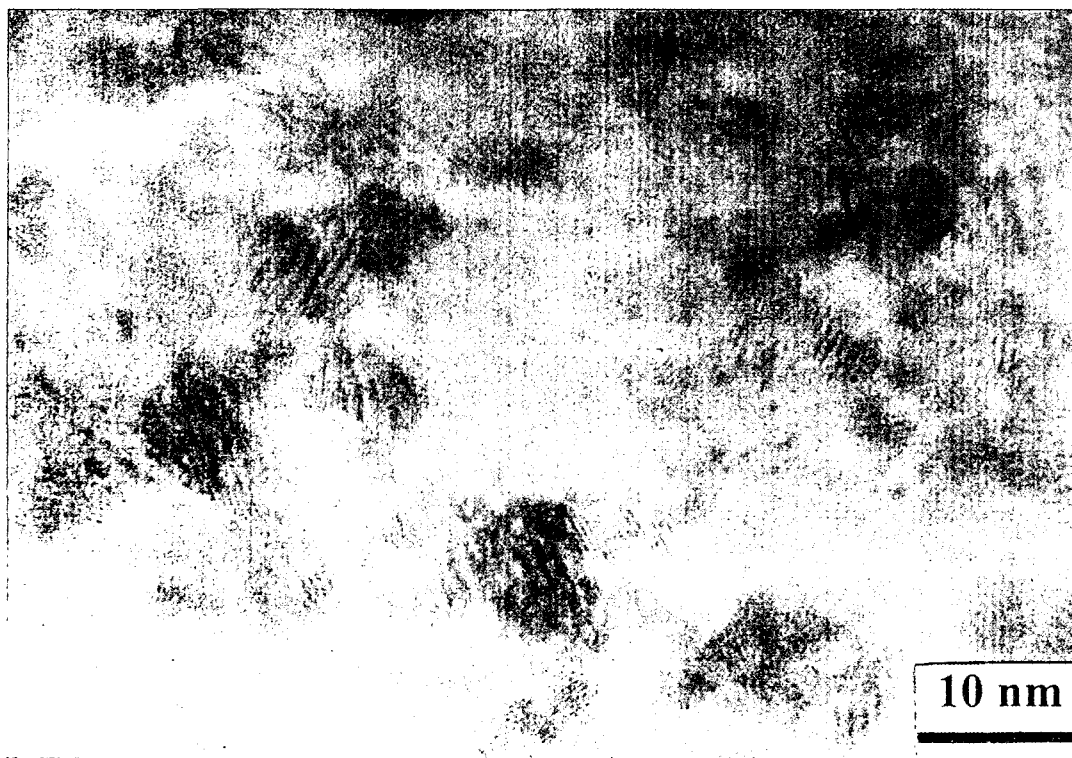


Fig. 1 HREM images obtained from the Fe-50at.%Al powder after mechanical alloying for 90 hours.