

비정질 $Al_{85}Ni_{10}Y_5$ 합금 리본의 벌크화와 어닐링에 따른 기계적 특성

고병철* · 김종현* · 유연철*
(1999년 9월 3일 접수)

Bulk Processing of an Amorphous $Al_{85}Ni_{10}Y_5$ Alloy Ribbon and Mechanical Properties by Annealing Treatment

Byung-Chul Ko, Jong-Hyun Kim and Yeon-Chul Yoo

Abstract

$Al_{85}Ni_{10}Y_5$ (at. %) amorphous alloy ribbons have been produced by rapidly solidification process and consolidated by the conventional powder metallurgy method. The grains with ~ 90 nm were obtained in the $Al_{85}Ni_{10}Y_5$ alloy extrudates by hot-pressing followed by hot-extrusion. To investigate the effect of heat treatment on microstructural change of the extrudates, heat treatment was carried out from 200 °C to 400 °C at the step of 50 °C. In addition, mechanical properties of the extrudates were analysed from torsion test at the temperature range or 400~500 °C under a strain rates of 0.2, 0.5, and 1.0/sec. The extrudates showed a flow stress of ~ 190 MPa and low elongation of ~ 150 % at 400 °C under a strain rate of 0.2/sec. Low ductility of the composites might be due to non-uniform and unstable grains having a high deformation energy. The grains became uniform and stable and the volume fraction of Al-rich phase with intermetallic compounds increased by annealing treatment at 400 °C, contributing to the enhancement of ductility and hardness for extrudates. Also, grain boundary sliding was occurred in the $Al_{85}Ni_{10}Y_5$ alloy during hot deformation.

Key Words : Amorphous Alloy, Hot Extrusion, Heat Treatment, Grain Boundary Sliding

1. 서 론

액체 급냉법에 의해 Pd-Si합금을 비정질화함으로써 결정질재료에 비해 현저하게 큰 인성과 고강도가 얻어진다. 이는 연구결과⁽¹⁾ 이후 Fe · Co · Ni 등의 3d 전이금속계에 서도 비정질상이 생성되고 고강인성 · 고내식성 · 우수한 연자성 등 기존에 보고되지 않은 주목할만한 재료 특성들

이 보고⁽²⁾되고 있다. 반면 고비강도가 기대되는 Al계 합금⁽³⁾은 비정질화가 어렵고 생성된 비정질 합금의 경우도 취약하여 구조재로서의 사용은 불가능하다고 여겨져왔으나, Inoue⁽⁴⁾등은 Al-Ln(Ln=Pr, Nd, Sm or Gd) 합금계를 이용하여 강도특성과 인성이 우수한 비정질 합금을 개발에 성공하였고 이어 Al-TM(전이금속)-RE(희토류금속)계⁽⁵⁾에서도 우수한 내식성과 함께 ~ 1000 MPa 이상의

* 인하대학교 공과대학 금속공학과

고강도 및 양호한 연성을 얻을 수 있다는 연구 결과⁽⁶⁾가 발표됨에 따라 최근에 비정질 재료에 대한 연구가 많이 진행되고 있다. 게다가 이러한 비정질 합금의 적절한 열처리를 통해 비정질 합금을 부분 결정화 시킴으로써 비정질 단상일 때 보다도 ~50 % 가량 향상된 강도(~1500 MPa)와 동시에 우수한 연성을 얻을 수 있다는 새로운 연구 결과⁽⁷⁾도 있다.

그러나 우수한 기계적 특성을 갖는 비정질 합금을 얻기 위해서는 10^6 °C/sec 이상의 냉각속도가 필요하므로 대부분 박대·세선·박막·분말 등의 형상으로 소량 제조되고 있으며 고강도 구조재료로서 실용화하기 위해서는 벌크재^(8, 9, 10)로의 전환이 반드시 필요하다. 기존의 분말야금법을 이용하여 비정질 재료를 벌크화 하려면 리본들끼리의 양호한 접합이 중요하며, 이때 성형밀도를 높이기 위해 결정화 온도(T_x : crystallization temperature) 이상의 높은 온도에서 가압·성형이 이루어진다. 그러므로, 급속응고에 의해 과포화되고 열적으로 불안정한 비정질 리본들은 성형화 공정 중 대부분 결정화 되어 매우 취약해 지거나 결정화에 따른 기계적 특성 저하 등 여러 난점을 가지고 있어 현재까지 비정질의 벌크화에 관한 연구는 부진한 편이다.

따라서 본 연구에서는 비정질 상의 생성이 가능한 $Al_{85}Ni_{10}Y_5$ (at. %)의 조성으로 멜트 스피닝법으로 비정질 리본을 제조한 후 이를 분말야금법으로 벌크화하였을 때의 벌크재의 열적특성과 이 재료를 어닐링하였을 경우에 미세조직 변화에 따른 기계적 특성 변화를 고찰하고자 하였다.

2. 실험 방법

비정질 리본재료를 얻기 위해 $Al_{85}Ni_{10}Y_5$ 의 합금조성으로 각각 순도 99.9 % 이상의 원료재료를 사용하여 총 12 g을 ~3 mm 직경의 노즐을 갖는 석영관에 장입하여 $\sim 5.0 \times 10^5$ 의 진공과 Ar분위기 하에서 고주파유도로를 이용하여 용융한 뒤 분사압력 0.8~1 kg/cm², 선속도 46 m/sec(4000 rpm)으로 고속회전하는 단롤형 구리롤에 분사하여 비정질 리본을 제조하였다. 수 십차례 멜트스피닝 작업으로 얻어진 비정질 리본을 가지고 직경 50 mm×길이 80 mm의 Al 6063캔에 장입하여 400 °C에서 120 MPa의 압력으로 가압 성형 한 후 430 °C에서 압출비 25 : 1로 직접 압출하여 봉상의 압출재(10 ϕ × 30 cm)를 얻었다.

리본압출재의 열처리에 따른 미세조직 변화와 기계적 특성과의 상관관계를 구명하기 위해 200 °C ~ 400 °C 사이에서 50 °C 간격으로 1시간 열처리를 하고 난 후 300 g의 하중으로 비커스 경도를 측정 하였다.

벌크화된 압출재의 고온강도 특성은 압출재를 비틀림 시편으로 기계 가공한 후 400 °C에서 1시간 어닐링 처리하여 초기 결정립 크기를 ~200 nm로 균일하게 한 후 0.2, 0.5, 1.0/sec의 변형속도와 400, 450, 480, 500 °C의 변형온도에서 비틀림 시험하여 조사하였다. 리본 압출재의 미세조직과 비틀림 시험 후의 변형조직은 광학현미경(OM) 및 투과전자현미경(TEM)으로 관찰 하였으며, 급냉응고 된 리본의 어닐링에 따른 석출물의 정성적 분석은 X-선 분석(XRD)으로 하였다. TEM 관찰을 위한 시편은 ~80 μ m까지 기계적 연마후 딥플 그라인더(dimple grinder)를 이용하여 ~20 μ m까지 갈아 내고 이온 밀링기(ion miller)를 이용하여 TEM 관찰용 시료를 만들었다.

3. 실험결과 및 고찰

3.1 리본 압출재의 제조 및 특성

멜트스피닝법으로 제조된 비정질 리본을 구조재료로 이용하려면 반드시 벌크화 시켜야 하며, 분말법을 이용하는 경우에는 고온에서 가압 성형과 압출 공정이 필요하며, 이때 고온 가압성형의 경우 승온속도, 가압시의 압력 및 온도 등이 주요 공정변수로 작용하게 된다. 본 연구에서는 Al-Ni-Y계 비정질 합금의 벌크화를 위해 앞서 이루어진 시차 주사 열량 측정 결과^(11, 12)를 이용하여 승온속도 5 °C/min로 목적온도에 도달한 후 250 °C와 400 °C에서 고온 가압 성형하였다. 고온 가압 성형온도의 적절한 선정은 일반적으로 비정질 합금을 적절한 열처리를 통해 ~18 % 정도의 결정화가 이루어졌을 때 비정질 단상보다 향상된 물성치를 갖는다는 기존 연구 결과⁽⁷⁾에 따라 결정하였다. 특히 Al-Ni-Y계 합금의 경우 250 °C에서는 개개의 리본들이 부분 결정화되어 비정질 단상에 비해 향상된 강도특성을 나타내는 온도이고, 400 °C에서는 모든 리본들이 완전 결정화되는 온도⁽¹²⁾이므로 이 두 온도에서 어닐링 처리를 하였다.

따라서 비정질 리본이 부분 결정화 되는 온도인 250 °C에서 벌크화한 결과 리본들끼리의 접합이 용이하지 않았고 또한 압출시 압출압력이 매우 높게 걸리는 등 여러 가지 문제점을 나타내는 반면, 비정질 합금 리본이 완전 결정화되는 400 °C에서 벌크화한 결과 리본들끼리의 접합

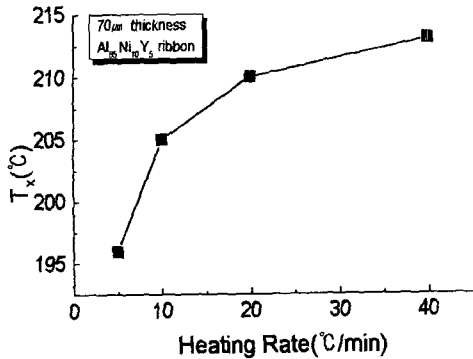


Fig. 1 Variation of crystallization temperature (Tx) of the Al₈₅Ni₁₀Y₅ alloy with heating rate

도 양호하고 압출도 성공적으로 이루어졌다. 또한, Fig. 1에 나타난 바와 같이 승온하는데 걸리는 시간에 따라라도 비정질 리본의 결정화 온도가 달라짐을 알 수 있었다. 즉, 승온속도의 변화에 따른 결정화 온도변화는 Fig. 1에서 알 수 있는 바와 같이 승온속도가 5 °C/min의 경우 결정화 온도는 ~196 °C였으며, 승온속도가 40 °C/min의 경우에는 결정화온도가 ~213 °C로써 승온속도가 빠를수록 결정화 온도도 높아짐을 알 수 있다. 이는 비정질 합금의 벌크화시에 승온속도를 빠르게 하는 것이 비정질 특성을 극대화시킬 수 있음을 알려주는 결과이다.

본 실험재료인 Al₈₅Ni₁₀Y₅ 비정질 리본의 경우 ~210 °C에서 결정화가 시작되고 ~400 °C에서는 완전 결정화가 된다는 실험결과^(11,12)에서 ~250 °C의 온도가 개개의 비정질 리본에 있어서 부분결정화에 의한 최적의 물성치를 나타내는 영역이지만 벌크화 공정은 리본끼리의 접합이 양호해야 하므로 400 °C를 벌크화 온도로 선정하였으며 앞으로 이 성형온도를 낮추어 벌크화하는 것이 비정질 리본의 특성을 극대화시킬 수 있는 주요 변수가 될 것이다. 그리고, 압출공정에 있어서는 압출온도와 압출비가 중요시 되는데 본 재료의 경우 430 °C 이하에서의 압출 시에는 ~200 톤 이상의 높은 압출 하중으로 인해 압출 균열이 발생하였으며, 제조된 압출재의 내부는 비록 고온조건에서 성형화되었지만 높은 압출비(25 : 1)로 인해 심하게 변형을 받았을 뿐만 아니라 벌크화 공정 중 결정화가 발생하여 많은 결정립계를 갖게 되므로 소성변형 중 많은 변형 에너지를 갖으며 열역학적으로도 불안정한 조직을 갖게된다.

따라서 압출재의 연성향상 측면에서 본 실험에서는 압

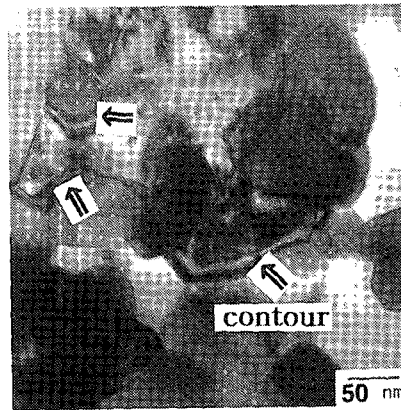


Fig. 2 TEM bright field image of the Al₈₅Ni₁₀Y₅ alloy extrudate showing contour at grain boundaries

출재를 어닐링하여 조직 및 기계적 특성 변화를 조사하였다. Fig. 2는 압출재의 TEM 사진으로써 압출재의 조직 불균일을 관찰할 수 있었다. 즉 그림에서 알 수 있는 바와 같이, 압출재는 여러 가지 형상과 크기가 균일하지 않은 결정립들이 혼재되어있는 불균일 조직을 가지고 있는데, 이러한 조직의 불균일은 벌크화 공정 중 비정질 모상으로부터 생성된 결정의 핵이 균일하게 성장하기 위한 시간 부족에서 기인한 것으로 여겨진다. 또한 벌크화 공정 중 상당한 소성변형에 의해 결정립계에서는 켄터(contour)들을 많이 관찰 할 수 있었는데 이는 조직적으로도 많은 변형 에너지를 갖는 비평형 상태의 결정립계가 형성됨을 보여주는 결과이다. Valiev 등은 서브마이크론 크기의 결정립을 갖는 Al-Cu-Zr 합금 재료에 심한 변형을 주었을 때 불안정한 결정립계가 형성됨을 TEM으로 관찰하여 제시한 바 있다.⁽¹³⁾

3.2 리본 압출재의 열처리 효과

리본 압출재를 어닐링하여 압출재의 기계적 특성 변화를 관찰하였다. 리본 압출재를 어닐링 하지 않은 경우와 이를 200, 250, 400 °C에서 1 시간 동안 어닐링 한 후의 광학현미경 사진을 Fig. 3에 나타내었다. Fig. 3(a)에서와 같이, 압출재에서는 리본들끼리의 접합도 양호하였으며 접합층도 무질서하게 나타났으나 어닐링 온도가 400 °C로 증가할수록 Al 상이 많이 존재하는 영역과 (Ni, Y) 상이 많이 존재하는 영역이 확장되어 초기 압출조직이 사라지고 점차로 상분리가 발생함을 알 수 있었다. 압출재에서 관찰되는 리본 층상조직은 전술한 바와 같이 조직의 균

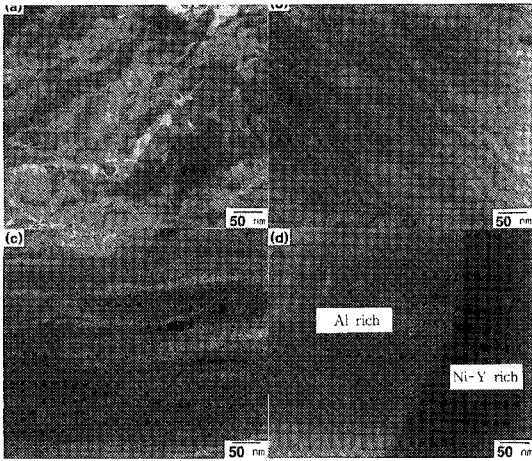


Fig. 3 Optical micrographs of the $Al_{85}Ni_{10}Y_5$ alloy extrudate (a) without annealing and annealed at (b) 200, (c) 250, and (d) 400 °C

질화를 위한 어닐링 시간이 부족하기 때문인 것으로 생각된다. 그리고 Fig. 3의 (d)에서 알 수 있는 것과 같이 400 °C 어닐링 시 Al 상이 많이 존재하는 영역이 넓게 나타남을 알 수 있는데, 이는 첨가 원소 중 상대적으로 원자량이 가장 작고 확산능이 큰 Al이 많은 결정립계를 통해 빠르게 확산해 나가기 때문이라고 생각된다. 그리고, 확장된 Al 상이 많은 층을 주사전자 현미경으로 관찰한 결과 미세한 Al-Ni계 금속간 화합물이 고르게 분산된 것을 관찰할 수 있었다.

주사전자 현미경으로 검출되는 금속간 화합물의 정성적 분석을 위해 압출재 및 어닐링재에 대한 XRD 분석 결과를 Fig. 4에 나타내었는데 Al_3Ni , Ni_2Y_3 , Al_3Y 가 공통적으로 검출되었으며 어닐링 온도가 높아짐에 따라 Al-Ni 및 Ni-Y계 금속간 화합물인 Ni_5Y , Al_3Ni_2 , Ni_5Y , Ni_3Y , Ni_4Y 등이 추가적으로 석출되는 등 복잡한 양상으로 결정화가 발생함을 알 수 있다. 이러한 금속간 화합물의 석출은 급냉응고에 의해 과포화되고 열역학적으로 소성변형시 불안정한 상태의 변형조직이 어닐링시 제 2 상이 석출됨으로 인해 변형 에너지가 발산되어 나타나는 것으로써 10 nm~400 nm 크기의 Al-Ni계 및 Ni-Y계 석출물들을 관찰할 수 있었다. 이 중 ~10 nm 크기의 미세한 석출물들은 주로 결정화 초기에 생성된 것으로써 비교적 큰 결정립 내에 분포하였고, 이보다 큰 크기의 석출물들은 주로 결정립계에 분포하였다. 그리고 이들의 크기가 열처리 온도가 증가하여도 크게 변화하지 않는 것은 이들의 확산계수가

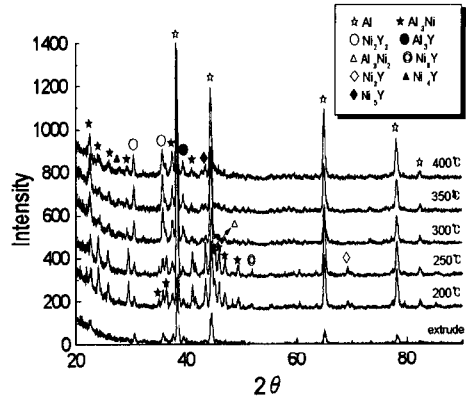


Fig. 4 X-ray results of the $Al_{85}Ni_{10}Y_5$ alloy extrudate with annealing temperature

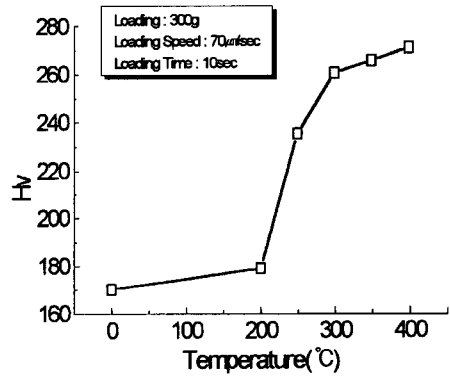


Fig. 5. Variation of Vickers hardness (Hv) of the $Al_{85}Ni_{10}Y_5$ alloy extrudate with annealing temperature

작고 열적으로도 안정하기 때문인 것으로 사료된다.

압출재의 어닐링시 Al-Ni계 금속간 화합물이 우선적으로 검출되는 것은 Al과 Ni의 결정구조가 모두 면심입방 구조로서 동일한 결정구조를 갖기 때문이며, Al 상이 많은 영역에 존재하는 미세한 Al-Ni계 금속간 화합물은 이 재료의 경도값에도 영향을 크게 미치는 것을 알 수 있었다. Fig. 5에 어닐링 온도에 따른 압출재의 경도변화를 나타내었다. 그림에 나타난 바와 같이, 어닐링 온도가 200 °C 이하에서는 낮은 경도값을 나타내었으나 이 이상의 온도에서는 급격한 경도증가를 나타내었다. 특히, 400 °C에서 어닐링 한 경우가 가장 큰 경도값을 나타내는 것으로 봐서 Al-Ni계 금속간 화합물이 경도증가에 기여한 것으로 생각된다. 그리고, 어닐링에 의한 압출재의 조직 변화를

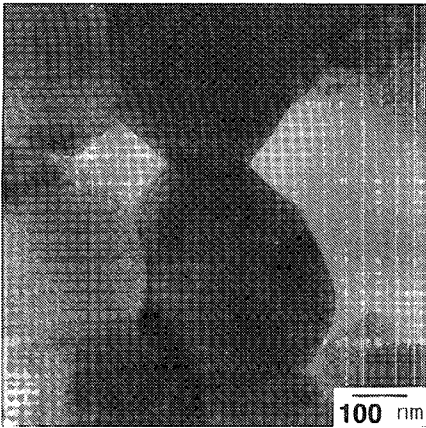


Fig. 6 TEM bright field images of the $Al_{85}Ni_{10}Y_5$ alloy extrudate annealed at 400 °C

관찰하기 위하여 400 °C에서 어닐링 한 후 TEM으로 관찰한 조직을 Fig. 6에 나타내었다. 그림에서와 같이 400 °C 어닐링에 의해 압출재에서 보이던 불균일 형상의 결정립(Fig. 2)들은 대부분 균일한 형상으로 바뀌었음을 알 수 있었고 어닐링 전 압출재의 결정립계에서 관찰되었던 퀴터도 상당량 소멸되어 조직적으로도 안정화되었음을 알 수 있었다. 또한, 어닐링재의 평균 결정립 크기는 ~200 nm 크기로 초기 압출재에 비해 큼을 알 수 있었는데 이는 존재하는 일부 석출물들이 열처리 온도 증가에 따른 석출물 생성분율이 증가함은 물론 ~300 nm 크기의 석출물들은 결정립계에 존재하여 결정립 성장을 효과적으로 방해하지 못하였기 때문인 것으로 생각된다.

3.3 어닐링한 리본 압출재의 고온 변형 특성

400 °C에서 어닐링한 압출재의 고온 강도특성을 평가하기 위하여 비틀림 시험하여 얻은 유동응력-변형률 곡선을 Fig. 7에 도시하였다. 비틀림 시험은 400, 450, 480, 500 °C의 변형온도에서 0.2, 0.5, 1.0/sec의 변형속도로 하였다. 그림에 나타난 바와 같이, 유동곡선의 형태는 초기 변형률에서 급격한 가공경화가 발생하여 5~20 %의 변형률에서 피크 응력(peak stress)을 보인 후 동적연화(dynamic softening)로 인해 연화되어 응력감소가 발생하고 난 후 파괴되는 특성을 나타내었다. 그리고 변형온도와 변형속도의 조합에 따라 응력값 및 유동응력 곡선의 형태가 달라졌으며, 피크응력의 경우에는 변형온도가 높고 변형속도가 작을수록 낮았으며, 연신율은 변형온도 및 변형속도가 높을수록 증가하는 경향을 나타내었다. 변형조

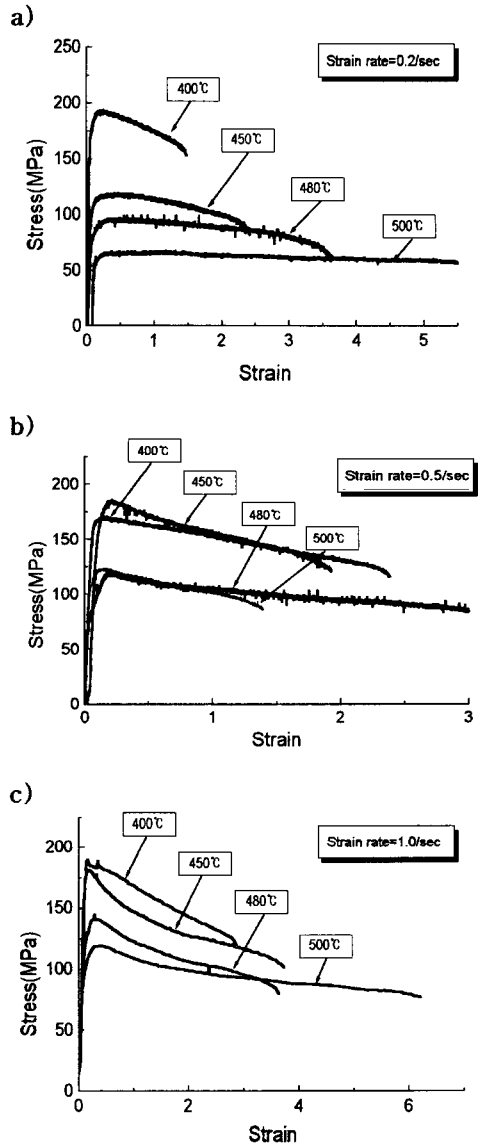


Fig. 7 Flow stress (σ)- flow strain (ϵ) curves of the $Al_{85}Ni_{10}Y_5$ alloy extrudate deformed at various temperature under strain rates of (a) 0.2/sec, (b) 0.5/sec, and (c) 1.0/sec.

건에 따른 유동곡선의 형태는 크게 변형속도가 0.2/sec로 느린 경우와 1.0/sec로 빠른 경우로 대별할 수 있는데 변형속도가 0.2/sec인 경우에는 피크응력에서부터 파괴응력까지의 차이(~20 %)가 크지 않은, 즉 동적회복(dynamic recovery)의 유동응력 곡선과 유사한 형태를 나타내었고, 1.0/sec의 변형속도 하에서는 피크응력과

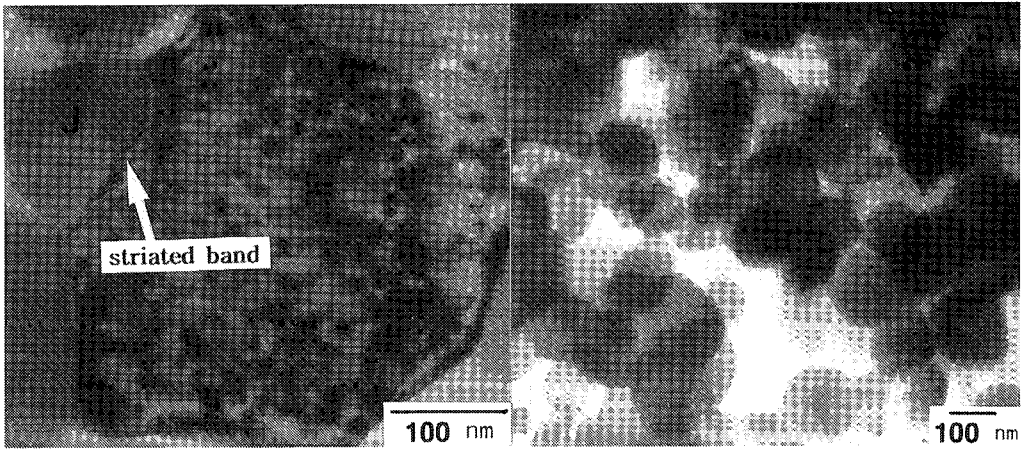


Fig. 8 TEM bright field images of the $Al_{85}Ni_{10}Y_5$ alloy extrudate annealed at 400 °C and deformed at 450 °C under the strain rate of 0.5/sec.

파괴응력간의 응력 차이(~40 %)가 큰 형태의 유동곡선을 나타내었다. 반면, 두 조건에서 모두 일반적인 동적재결정(dynamic recrystallization) 곡선에서 보이는 정상 상태 응력은 보이지 않고 가공경화 단계를 지나 피크응력에 이른 후 변형량이 증가할수록 응력값이 계속 감소하다 파괴되는 형태를 나타내었다.

이와같이 변형조건 차이에 따른 유동곡선의 형태차이는 조직변화와 밀접한 관련을 갖는데 느린 변형속도에서는 결정립 크기가 변형에 의해 크게 감소하지 않음을 알 수 있었다. 그리고 느린 변형속도로 고온변형하는 경우에는 입계 미끄러짐에 의한 변형이 주된 변형기구로 작용하므로 피크응력 이후의 응력값의 변화폭이 작게 나타났으며, ~300 nm 크기의 결정립은 전위에 의해 작은 결정립으로 분할되는 것도 관찰 할 수 있었다. 반면, 빠른 변형속도하에서는 고온에서도 변형에 의해 결정립 크기가 초기 결정립 크기보다 감소하였으며, ~300 nm 이상의 큰 결정립으로부터는 새로운 결정립 생성되고 성장함으로써 최종 결정립 크기가 미세해짐을 알 수 있다. 이러한 과정은 파괴될 때까지 지속적으로 발생하므로 기존 동적재결정의 유동곡선에서 나타나는 정상 상태 응력은 나타나지 않고 피크응력 이후 파괴응력까지의 응력변화폭이 크게 나타났음을 알 수 있다. 즉 정상 상태 응력은 전위의 생성과 집적에 의한 가공경화 효과와 동적 재결정에 의한 동적 연화간의 균형에 의해 발생하는데 반해 $Al_{85}Ni_{10}Y_5$ 합금의 경우에는 전술한 바와 같이 ~300 nm 이상의 결정립에서 ~100 nm 크기의 새로운 결정립이 생성되고 여기에

관찰되는 전위도 거의 없으므로 전위의 축적에 의한 가공경화가 발생하기 어려워 피크응력과 파괴응력간의 차이만큼을 알 수 있었다.

한편 연신율에 있어서는 변형 온도가 500 °C, 변형속도 0.2/sec, 1.0/sec 하에서 각각 ~500 %, ~600 % 이상의 연신율을 얻을 수 있었는데 이는 기존 초소성 재료의 변형 조건이 $10^{-3} \sim 10^{-4}$ /sec의 느린 변형속도에서 얻은 연신율과 비교해 볼 때 빠른 변형 속도 하에서도 초소성 특성과 유사하게 많은 변형량을 얻을 수 있음을 보여주는 결과이다. 그리고, 400 °C에서 변형한 유동응력 곡선으로부터 가공경화지수(n)값을 구해보면 0.2/sec의 변형 시 ~0.23, 0.5/sec의 경우 ~0.33, 1.0/sec의 변형 시 ~0.38로 나타났는데 변형속도가 증가할수록 n값이 커지는 것을 알 수 있다. 이러한 급격한 가공경화는 기존의 재료가 전위의 상호작용 및 증식에 의해 가공경화를 보이는 반면 벌크 $Al_{85}Ni_{10}Y_5$ 합금은 각 첨가원소의 결합 에너지가 Al의 경우 598.6, Ni의 경우 763.5, Y의 경우 638 kJ/mol로써 매우 큰 값을 갖고 이로 인해 강한 원자간의 결합이 변형을 어렵게 하므로 급격한 가공경화를 나타낸다고 생각된다.

게다가, 어닐링한 압출재에서 얻은 유동응력 곡선을 어닐링 하지 않은 경우와 비교해보면 유동응력 곡선의 형태는 급격한 가공경화 후 점차 연화되는 공통점을 보인 반면 어닐링 하지 않은 압출재의 경우는 피크 응력 이후 파괴 응력까지의 응력감소가 작게 나타났으며, 어닐링한 압출재에서는 응력 감소가 크게 나타나는 차이를 보였

다. 그리고, 어닐링 하지 않은 압출재의 초기 결정립 크기가 평균 ~90 nm로 작음에도 불구하고 낮은 연성을 나타내었는데, 이는 결정립도가 10 μm 이하의 결정립 크기를 갖는 경우에는 결정립 미끄럼짐에 의해 소성변형이 되는데 반해 나노크기의 결정립을 갖는 재료에서는 Fig. 2에서 알 수 있듯이 결정립의 형상이 균일하지 않으므로 입계 미끄럼 발생이 어려워 연성이 저하가 나타난 것으로 생각된다.

Fig. 6에 나타낸 바와 같이, 압출재를 400 $^{\circ}\text{C}$ 에서 어닐링하면 결정립 형상이 균일하게 됨으로 어닐링 재료가 어닐링 하지 않은 재료보다 고온변형시 ~60 % 연성이 향상됨을 알 수 있었다. 이러한 연성의 향상이 입계 미끄럼에 의하여 발생하였음은 Fig. 8의 변형조직에서 입계 미끄럼짐을 나타내는 입계줄무늬⁽¹⁴⁾(striated band)가 나타나는 것으로부터 알 수 있으며, 입계 줄무늬는 석출물을 포함한 ~300 nm의 큰 결정립(K로 표시)에서 주로 관찰되었다. 석출물을 포함한 큰 결정립은 Al상 결정립 보다 강하기 때문에 입계 미끄럼 시 큰 결정립이 Al 결정립 모양을 변화시킬 것이며, 고온변형 후 100~170 nm 크기의 결정립을 얻게 된다. Al상 결정립들은 그 크기가 매우 작고 균일한 형상을 이루고 있어 서로 간에 미끄럼 변형을 하는 데는 큰 저항력이 작용하지 않으므로 Al-Al 결정립들 간에는 입계 줄무늬가 관찰되지 않았다. 그리고, 입계 미끄럼 변형 시 마이크론 결정립 크기를 갖는 재료에서는 상당량의 소성변형 후에 공공이 성장하여 재료의 파괴를 초래하나 나노결정립 재료에서는 파단면 관찰 결과 이러한 공공발생의 증거는 관찰 할 수 없었으며 이는 결정립이 매우 작아 입계 삼중점에 응력 집중이 크지 않기 때문이라 생각된다.

4. 결 론

멜트 스피닝법으로 제조된 $\text{Al}_{85}\text{Ni}_{10}\text{Y}_5$ 비정질 리본 합금으로부터 미세 결정립을 갖는 압출재와 이를 어닐링 한 재료의 조직변화 및 기계적 특성을 연구하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

(1) 고온 가압성형(성형온도-400 $^{\circ}\text{C}$, 승온속도-5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$)과 열간압출(압출온도-430 $^{\circ}\text{C}$, 압출비-25 : 1)로 ~90 nm 크기의 미세 결정립을 갖는 벌크재를 제조하였으며, 고온변형시에는 초기 결정립이 ~90 nm 로 매우 미세함에도 불구하고 낮은 연성을 나타내었는데 이는 결정립 크기가 불균일하기 때문이었다.

(2) 리본 압출재는 결정립의 형상이 균일하지 못하였고 TEM 관찰시 결정립계에서 쿼터가 많이 관찰되는 것으로 보아 조직 내에 많은 변형 에너지가 축적되었음을 알 수 있었다.

(3) 어닐링 온도가 증가할수록 상대적으로 확산능이 크고 원자량이 작은 Al이 우선적으로 결정립계를 통해 빠르게 확산하여 Al상이 많은 영역을 만들었으며, 압출재에서 보이던 리본들끼리 불균일하게 접합된 층이 소멸하였으며 여기에 미세하고 고르게 분산된 Al-Ni계 금속간 화합물은 경도증가에 기여하였다.

(4) 압출재의 고온연성은 어닐링 처리에 의해 증가하였으며 이는 결정립이 균일한 형상으로 변환됨에 따라 입계 미끄럼 발생을 쉽게 하였기 때문이며 조직관찰 시 나타나는 입계줄무늬(striated band)로부터 이를 확인할 수 있었다.

(5) 압출재 및 어닐링재는 비틀림 시험 결과 결정립이 매우 작아 높은 변형저항을 나타내었으며 서로 다른 유동곡선의 형태를 나타내었다. 압출재는 급격한 가공경화에 의한 피크응력 후 파괴가 일어날 때까지의 응력 변화 폭이 작은 반면 어닐링재에서는 이러한 응력 변화의 폭이 크게 나타났다.

후 기

본 연구는 1999년도 인하대학교 박사후 연구원(Post Doc.) 연구비 지원으로 수행되었으며 이에 감사드립니다.

참 고 문 헌

- (1) T. Masumoto and R. Maddin (1971), The Mechanical Properties of Palladium 20a/o Quenched from the Liquid State, *Acta Metall.*, 19, 725.
- (2) 김영환, 정병호, 김창주, 조형호 (1992), 강력 비정질 경합금 개발, *Bull. of the Kor. Inst. of Met. & Mater.*, 5, 413.
- (3) R. O. Suzuki, Y. Komatsu, K. E. Kobayashi and P. H. Singu (1983), Formation and Crystallization of Al-Fe-Si Amorphous Alloys, *J. Mater. Sci.*, 18, 1195.
- (4) A. Inoue, K. Ohtera, Z. Tao and T. Masumoto (1988), New Amorphous Al-Ln (Ln=Pr, Nd, Sm or Gd) Alloys Prepared by Melt Spinning, *Jpn. J. of Appl. Phys.*, 27, L1583.

- (5) A. Inoue, K. Ohtera, A.P. Tsai, H. M. Kimura and T. Masumoto (1988), Glass Transition Behavior of Al-Y-Ni and Al-Ce-Ni Amorphous Alloys, *Jpn. J. Appl. Phys.*, 27, L1579.
- (6) Y. H. Kim, A. Inoue, and T. Masumoto (1991), Increase in Mechanical Strength of Al-Y-Ni Amorphous Alloys by Dispersion of Nanoscale FCC-Al Particles, *Mater. Trans., JIM*, 32, 331.
- (7) 윤광민, 김영환, 정병호, 김인배 (1996), 알루미늄 나노입자 분산형 알루미늄-천이금속(또는 천이금속)계 비정질 합금의 기계적 특성, *J. of the Korean Inst. of Met. & Mater.* 34, 696.
- (8) D. G. Morris (1985) : *Rapidly Quenched Metals*, S. Steeb and H. Warlimont(Eds), North Holland, Amsterdam, 1667.
- (9) R. Hasegawa and C. F. Cline (1985): *Rapidly Quenched Metals*, S. Steeb and H. Warlimont(Eds), North Holland, Amsterdam, 1667.
- (10) Y. Kawamura, H. Kato, A. Inoue, and T. Masumoto (1997), Fabrication of Bulk Amorphous Alloys by Powder Consolidation, *The Inter, J. of Powder Metall.*, 33, 50.
- (11) 고병철, 유연철 (1998), 나노결정립 크기의 $Al_{85}Ni_{10}Y_5$ 합금 압출재의 제조 및 고온변형 특성에 관한 연구, *대한금속학회지*, 36, 575.
- (12) 고병철, 유연철 (1998), Al-Ni-Y 합금 비정질 리본의 열적 특성 및 리본 압출재의 고온변형 특성, *한국소성가공학회지*, 7, 333.
- (13) R. Z. Valiev, N. A. Krasilnikov and N. K (1991). Tsenev, Plastic Deformation of Alloys with Sub-micron-grained Structure, *Mater. Sci. and Eng.*, A137, 35.
- (14) I. I. Novikov, V. K. Portnoy and V. S. (1981) Levchenko, Investigation of Structural Changes during Superplastic Deformation of Zn-22 % Al Alloy by Replica Locating Technique, *Acta Metall.*, 29, 1077.