

가스분사 분말로부터 고온 압출된 Al-Ni-Mm-(Cu, Fe)합금들의 미세구조 및 기계적 성질

김혜성[†]

밀양대학교 신소재공학부

Microstructure and Mechanical Properties of Al-Ni-Mm-(Cu, Fe) Alloys Hot-Extruded from Gas-Atomized Powders

Hye-Sung Kim[†]

Dept. of Materials Engineering, Miryang National University, 50 Cheonhak-ri, Samnangjin-eup,
Miryang, Kyongnam 627-706, Korea

(2006년 1월 3일 접수, 2006년 2월 11일 최종수정문 발송)

Abstract The effects of Cu and Fe additions on the thermal stability, microstructure and mechanical properties of $Al_{85}Ni_{8.5}Mm_{6.5}$, $Al_{84}Ni_{8.5}Mm_{6.5}Cu_1$, $Al_{84}Ni_{8.5}Mm_{6.5}Fe_1$ alloys, manufactured by gas atomization, degassing and hot-extrusion were investigated. Gas atomization, with a wide super-cooled liquid region, allowed the alloy powders to exhibit varying microstructure depending primarily on the powder size and composition. Al hot-extruded alloys consisted of homogeneously-distributed fine-grained fcc-Al matrix and intermetallic compounds. A substitution of 1 at.% Al by Cu increased the thermal stability of the amorphous phase and produced alloy microstructure with smaller fcc-Al grains. On the other hand, the same substitution of 1 at.% Al by Fe decreased the stability of the amorphous phase and produced larger fcc-Al grains. The formation of intermetallic compounds such as Al_3Ni , $Al_{11}Ce_3$ and $Al_{11}La_3$ was suppressed by the addition of Cu or Fe. Among the three alloys examined, the highest Vickers hardness and compressive strength were obtained for $Al_{84}Ni_{8.5}Mm_{6.5}Cu_1$ alloy, and related to the finest fcc-Al grain size attained from increased thermal stability with Cu addition.

Key words Rapid solidification, nano-crystalline materials, Al-Ni-Mm, high strength, thermal stability.

1. 서 론

고성능 기능성 공학부문에 대한 요구가 높아짐에 따라 더욱 우수한 진보된 형태의 특성을 부여할 수 있는 소재들에 대한 개발 요구가 꾸준히 진행되어 왔다. 이러한 개발 소재 중에서 희귀금속 또는 친이금속들을 첨가한 미정질 혹은 나노 결정질 Al 합금들은 경량재료이면서도 우수한 기계적 특성을 부여 할 수 있는 가능성 때문에 주목을 끌어들였다. 예를 들면 알루미늄 기지 미정질 합금들은 1000 MPa 이상의 높은 인장강도를 갖는다고 보고되고 있다. 이런 특성은 기존의 결정질 알루미늄 기지 합금에 비해 2배 이상 높은 값이다.^{1,2)} 미정질상으로부터 결정화된 나노 결정합금들은 기존의 결정질 합금으로부터 얻을 수 없는 유용한 기계적 특성을 나타내며,^{3,4)} 이러한 합금들의 강화기구는 결함이 없는 구조를 형성시키거나,⁵⁾ 미정질 기지에 용질 혹은 석출물을 다량 분포시키는 방법(solute enrichment) 등이 제안되어 왔다.^{6,7)} 나노-

결정 합금의 강화는 미정질 기지와 알루미늄 용질 함량이 높은 입자들의 부피 분율을 기초로 하여 정량적으로 설명되었다.⁸⁾ 그러나 알루미늄 기지 미정질 합금들의 대부분의 연구는 대량 생산의 어려운 때문에 공정인자와 시편형상의 제어가 쉬운 펄트스피닝 공정으로 제조된 시편에 의한 연구가 수행되어 왔다.

반면에 가스분사공정은 대량의 급냉 응고된 미정질 혹은 나노 구조의 합금 분말들을 제조하는데 있어 가장 신뢰성이 있고 적합한 방법이다. 이들 합금 분말들의 공학적 응용을 위해서는 펄크화가 요구되므로 제조된 분말들의 열안정성 및 기계적 성질이 변화하지 않는 조건에서 성형이 이루어져야 하며 여러 가지 성형법 중에서 고온 압출공정은 소성변형능이 큰 우수한 분말 성형법으로 알려져 있다. 따라서 가스분사공정과 고온압출법을 이용하여 합금분말을 제조하고 그의 특성 평가 연구 및 많은 자료들이 제시되고 있는 실정이다.¹¹⁾ 일례로서 가스 분사법에 의한 미정질, 나노 구조의 Al-Ni-Mm 분말, 부분적으로 결정화된 나노구조 Al-Ni 기지 합금의 제조 조건, 미세구조 및 열 안정성에 대한 연구가 매우 심도 있

[†]E-Mail : hsk4385@mnu.ac.kr

계 연구된다 있으며,^{9,10)} 또한 분말크기 변화에 따라 완전히 결정화되거나 부분적으로 결정화된 나노 구조의 Al-Ni-M_m 합금의 압출거동에 대한 연구가 수행되었다.

본 연구에서는 기존 연구의 인상선상에서 Cu나 Fe가 첨가된 미정질 혹은 나노 구조의 Al-Ni-M_m 합금 분말의 대량 생산 가능성과 Cu나 Fe의 첨가가 이들 합금의 미세구조 및 기계적 특성, 열안정성에 미치는 영향이 제시되었다.

2. 실험 방법

2.1 분말준비

Al₈₅-Ni_{8.5}-M_m6.5, Al₈₄-Ni_{8.5}-M_m6.5Cu₁, Al₈₄-Ni_{8.5}-M_m6.5Fe₁ 등 3종류의 합금을 흑연 도가니를 이용하여 대기 분위기에서 상염점 순도의 순 금속을 고주파유도 용해함으로써 제조하였다. 합금조성에서 M_m은 51 wt.% Ce, 26 wt.% La, 14.25 wt.% Nd, 5.33 wt.% Pr, 1.43 wt.% Fe와 0.12 wt.% Ba으로 이루어져 있다. 흑연 도가니에서 액상선 온도보다 200°C 높은 온도로 용융된 합금들은 3 mm 직경의 보론 나이프라이프 노즐을 통하여 가스분사에 의하여 분말을 제조하였다. 분사가스로는 질소가스를 사용하였으며, 공정 인자는 전보에 자세히 보고하였다.¹²⁾ 분말의 크기 및 분포는 전통적인 기계적 체질로부터 측정되었고, 26 μm 이하의 재질된 분말들이 고온압출성형을 위하여 이용되었다. 제조된 분말의 양은 90% 이상의 수율로 1회에 3~4 kg의 분말을 얻을 수 있었다. 0.5~1 g의 매우 적은 시료양만이 얻을 수 있는 스피넬 쿨링법 등과 비교해 보면 본 연구에서 사용된 가스 분사법은 대량의 분말생산에 유리하다고 판단된다.

2.2 분말성형

각 합금 분말들은 먼저 Al 캔 속에서 이온밀도의 70% 수준으로 상온 성형된 후 400°C 온도에서 10⁻³ Torr 이하로 1시간 동안 탈가스 후 봉입하였다. 고온압출 조건은 2.5 mm/s의 펄 속도에서 25:1의 압출비로 행해졌다. 압출공정 인자는 전보에 자세히 보고하였다.¹²⁾ 압출 압출물은 직경이 10 mm로 압출하였으며, 표면에 어떠한 균열이나 부풀음 등은 관찰되지 않았다.

2.3 분말 미세구조 및 특성 분석

금속용고분말 및 압출체의 미세구조 분석은 주사전자현미경(SEM)과 투과전자현미경(TEM), X-선 에너지 분산 스펙트로메트리(XEDS)를 이용하여 수행하였다. 전자현미경 관찰을 위한 시편은 전형적인 미세구조 관찰법으로 준비되었고, 미세구조 관찰을 위해 Keller 시약이 이용되었다. 투과현미경 관찰을 위해서 시편들은 압출체의 얇은 부위를 기계적으로 연마 후 이온밀링에 의해 준비되었다. 시편

의 미세구조는 200 kV로 작동되는 투과전자현미경을 이용하여 관찰하였다. 가스분말과 압출물의 구성상들은 30 kV, 40 mA로 단색광 CuKα선(λ=0.1542 nm)을 이용하여 X-선 회절에 의해 조사되었다. 금속 용고분말의 결정거동은 분당 20°C의 가열속도로 가열동안 용고분말의 결정거동 등이 시차열분석기(DSC)에 의해 조사되었다. 압출체들은 직경 5.5 mm, 길이 9.35 mm로 기계가공 하였다. 압축강도는 Instron 4206을 이용하여 분당 0.001 mm의 크로스헤드 스피드로 측정하였다. 압출체의 강도값은 Shimadzu사의 미커스 강도계를 이용하여 1 kg의 하중으로 측정하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1 가스 분사법으로 제조된 분말의 미세구조 및 구성상

Fig. 1은 가스분사법으로 제조한 분말의 주사전자현미경(SEM) 사진이다. (a)는 Al₈₅-Ni_{8.5}-M_m6.5, (b)는 Al₈₄-Ni_{8.5}-M_m6.5Cu₁, 그리고 (c)는 Al₈₄-Ni_{8.5}-M_m6.5Fe₁ 분말의 미세구조이다. Fig. 1의 (a)와 (b)는 주사전자현미경 분해능으로는 조직관찰이 어려운 미세조직을 나타내고 있다. Jones의 연구에 따르면,¹³⁾ 용고속도에 의존하는 두 개의 뚜렷한 미세구조 영역, 영역 A, B가 스피넬 쿨링법에 의해 제조된 Al-8wt.%Fe 합금에서 형성됨을 보고하였다.¹³⁾ 영역 A는 온도가 낮은(chill) 중 근처의 높은 냉각속도에서 관찰되며, Keller's 시약에 어떤 반응도 보이지 않지만, 영역 B는 온도가 낮은 층에서 멀리 떨어진 영역에서 느린 냉각속도로 용고된 경우 관찰되며, 같은 Keller's 시약에 반응하여 미세조직이 관찰된다. 미세한 분말에서는 냉각속도가 증가하면 나노 결정상 혹은 미정질상이 에칭 후 주사전자현미경으로 관찰되지 않는다. Fig. 1(c)는 에칭 후 본 합금의 미정질화가 완전하지 이루어지지 못한 미세구조를 보여준다. 액상으로부터 급속한 화학합의 1차 결정화가 비교적 큰 분말의 용고 시 발생할 수 있다. Fig. 2는 비교적 조대한 Al₈₄-Ni_{8.5}-M_m6.5Cu₁ 분말의 대표적인 미세구조를 보여주는 것으로 10 μm 이하의 침상 조직의 특성을 갖는다.

Fig. 1과 2에서 관찰된 분말크기에 따른 가스 분사 분말의 미세구조 변화는 분사 동안 서로 다른 용고속도에서 기인된다. 급냉 용고이론에 따르면,¹⁴⁾ 분말크기와 냉각속도 사이에 아래와 같은 관계가 성립된다고 알려져 있다. 가스분사법을 이용하여 제조된 AlSi 합금의 용고속도는 10²~10⁴ K/sec 범위라고 보고되고 있다.¹⁵⁾

$$\rho \frac{4}{3} \pi R^3 C \frac{dT}{dt} = h 4 \pi R^2 (T_{\infty} - T) + \rho \frac{4}{3} \pi R^3 L \quad (1)$$

여기서 T는 가스온도, t는 시간, C는 열용량, R은 분

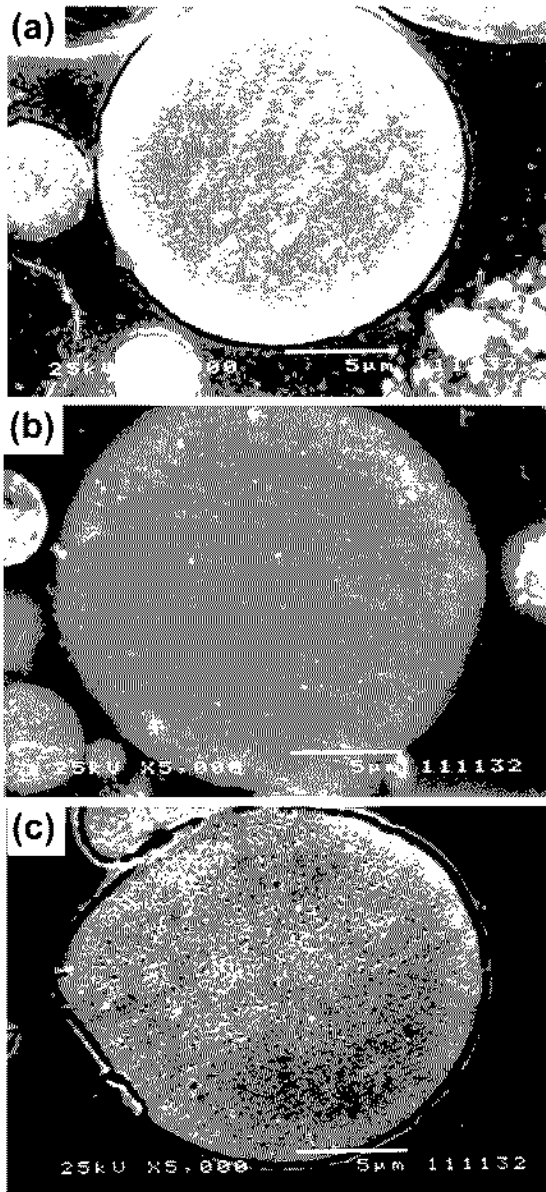


Fig. 1. Cross-sectional secondary electron micrographs of as gas-atomized alloy powders smaller than 26 μm : (a) $\text{Al}_{85}\text{-Ni}_{8.5}\text{-M}_{m6.5}$, (b) $\text{Al}_{84}\text{-Ni}_{8.5}\text{-M}_{m6.5}\text{Cu}_1$, and (c) $\text{Al}_{84}\text{-Ni}_{8.5}\text{-M}_{m6.5}\text{Fe}_1$.

말 반경, h 는 열전달계수, ρ 는 분말밀도이고, L 은 용고 잠열을 나타낸다. 가스분사 공정에서는 열전달속도가 매우 높고 용고 잠열이 작으므로 식 (1)의 오른쪽 2차 항은 무시될 수 있다. 따라서 용고속도는 분말크기(R)에 역비례하며, 비정질화 또한 분말크기가 감소함에 따라 증가한다고 보고되고 있다.¹⁵⁾

가스분사 분말의 열처리 동안 열안정성과 상변화 과정을 관찰하기 위해 시차열분석기(DSC)가 이용되었다. Fig. 3은 각각 가스 분사법으로 제조된 분말들의 DSC 측정 결과를 보여주는 것이다. (a)는 $\text{Al}_{85}\text{-Ni}_{8.5}\text{-M}_{m6.5}$, (b)는 $\text{Al}_{84}\text{-Ni}_{8.5}\text{-M}_{m6.5}\text{Cu}_1$, 그리고 (c)는 $\text{Al}_{84}\text{-Ni}_{8.5}\text{-M}_{m6.5}\text{Fe}_1$ 에

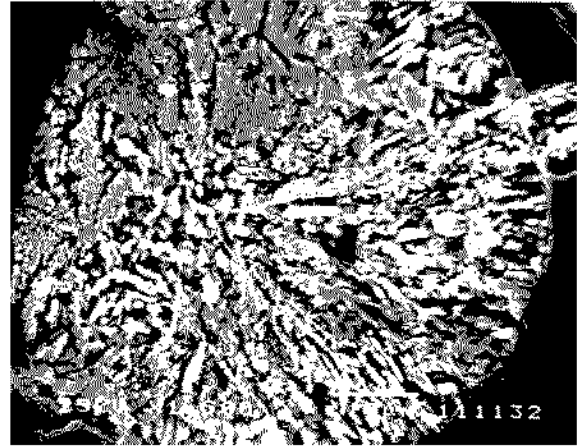


Fig. 2. Cross-sectional secondary electron micrograph of as gas-atomized $\text{Al}_{84}\text{-Ni}_{8.5}\text{-M}_{m6.5}\text{Cu}_1$ alloy powder larger than 100 μm .

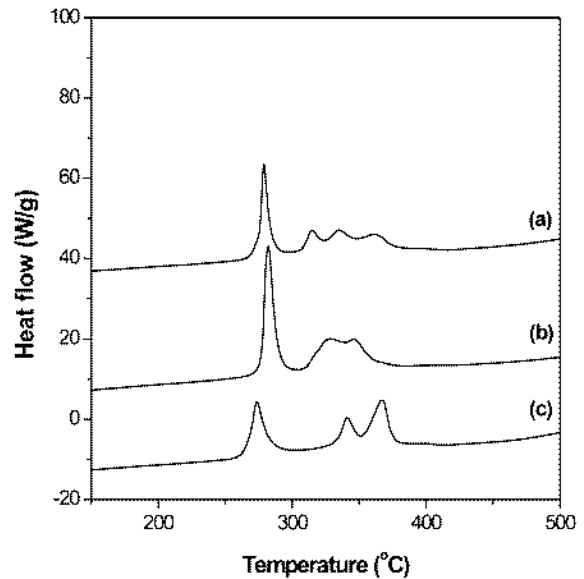


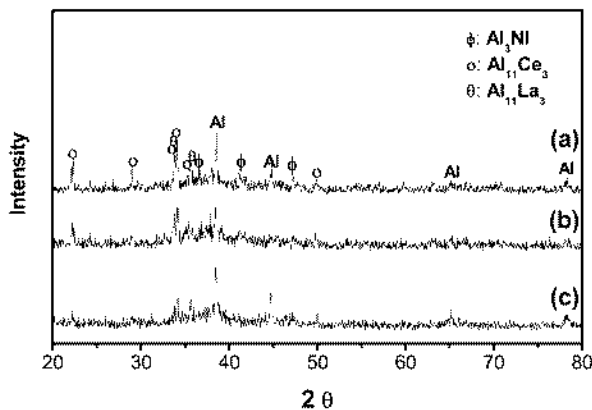
Fig. 3. Differential scanning calorimetric data obtained for as gas-atomized powders during heating at 20°C/min: (a) $\text{Al}_{85}\text{-Ni}_{8.5}\text{-M}_{m6.5}$; (b) $\text{Al}_{84}\text{-Ni}_{8.5}\text{-M}_{m6.5}\text{Cu}_1$; (c) $\text{Al}_{84}\text{-Ni}_{8.5}\text{-M}_{m6.5}\text{Fe}_1$.

대한 측정결과이다. 이때, 승온속도는 분당 20°C이다. Al-Ni-Mm-X 합금들의 발열피크 온도를 Table 1에 나타내었다. Fig. 3에서 보는 바와 같이 $\text{Al}_{85}\text{-Ni}_{8.5}\text{-M}_{m6.5}$ 분말의 경우 281°C에서 날카로운 1차 피크를 보여주고, 각각 2, 3, 4차 피크가 316°C, 355°C 그리고 367°C에서 관찰되었다. $\text{Al}_{84}\text{-Ni}_{8.5}\text{-M}_{m6.5}\text{Cu}_1$ 분말의 경우 284°C 근처에서 관찰되는 날카로운 1차 피크는 3가지 합금 중에서 가장 높은 온도이며, 그림에서 보는 것처럼 328°C와 345°C에서 또 다른 피크가 관찰된다. $\text{Al}_{84}\text{-Ni}_{8.5}\text{-M}_{m6.5}\text{Fe}_1$ 분말의 경우는 Fig. 3의 (c)에서 보는 바와 같이 274°C에서 1차 피크가 341°C와 367°C에서 그 다음 피크가 관찰된다.

Table 1. Exothermic peaks identified during differential scanning calorimetry of $Al_{85}-Ni_{8.5}-M_{m6.5}$, $Al_{84}-Ni_{8.5}-M_{m6.5}Cu_1$, and $Al_{84}-Ni_{8.5}-M_{m6.5}Fe_1$ alloy powders.

Composition	T_{p1} (°C)	T_{p2} (°C)	T_{p3} (°C)	T_{p4} (°C)
$Al_{85}-Ni_{8.5}-M_{m6.5}$	281	316	335	367
$Al_{84}-Ni_{8.5}-M_{m6.5}-Cu_1$	284	328	344.N.A.	
$Al_{84}-Ni_{8.5}-M_{m6.5}-Fe_1$	274	341	367	N.A.

250°C와 300°C 사이의 1차 반응 피크들은 비정질 기지로부터 석출되는 fcc-Al 입자들의 석출에 해당하며, 다른 2개의 발열 피크는 전 연구에서 얻어진 결과에 의하면 금속간 화합물의 형성 및 완전 결정화에 의한 피크로 해석된다.⁹⁾ 1차 피크 온도를 비교해보면 1 at.% Al을 Cu로 치환했을 때 비정질상의 열안정성이 미미한 수준으로 증가함을 암시한다. 반면에 1 at.% Al을 Fe로 치환했을 경우에는 열안정성이 감소함을 보여준다. $Al_{84}-Ni_{8.5}-M_{m6.5}Cu_1$ 합금의 1차 발열피크는 Cu에 의하여 Al이 치환되면 비정질 기지로부터 fcc-Al의 결정화가 방해되고, $Al_{85}-Ni_{8.5}-M_{m6.5}$ 합금의 1차 발열피크보다 더 큰 강도를 나타낸다. 반면에 $Al_{84}-Ni_{8.5}-M_{m6.5}Fe_1$ 합금의 1차 발열피크는 Al-Ni-M_m 합금의 1차 발열피크보다 작은 강도가 관찰되지만, 2, 3차 피크는 오히려 높은 강도를 보여준다. 이것은 Fe에 의해서 Al이 치환되면 비정질 기지로부터 금속간 화합물의 결정화가 억제됨을 암시한다. Fig. 4는 가스분사법으로 제조된 분말들의 XRD 회절패턴을 보여주는 것으로 (a)는 $Al_{85}-Ni_{8.5}-M_{m6.5}$, (b)는 $Al_{84}-Ni_{8.5}-M_{m6.5}Cu_1$, 그리고 (c)는 $Al_{84}-Ni_{8.5}-M_{m6.5}Fe_1$ 분말의 회절분석 결과이다. 각 분말들의 회절패턴은 $2\theta=32\sim 42^\circ$ 근처에서 비정질상의 회절강도가 낮고 넓은 피크가 관찰된다. Fig. 4의 (a)에서 관찰되는 $Al_{85}-Ni_{8.5}-M_{m6.5}$ 분말의 X선 회절패턴은 fcc-Al와 orthorhombic $Al_{11}Ce_3$ ($a=0.4389$, $b=1.305$, $c=1.009$ nm), 그리고 orthorhombic Al_3Ni ($a=0.6598$, $b=0.7332$, $c=0.4862$ nm)상으로 확인되었다. Fig. 4의 (b)

**Fig. 4.** XRD patterns from as gas-atomized alloy powders smaller than $26 \mu m$: (a) $Al_{85}-Ni_{8.5}-M_{m6.5}$, (b) $Al_{84}-Ni_{8.5}-M_{m6.5}Cu_1$, and (c) $Al_{84}-Ni_{8.5}-M_{m6.5}Fe_1$.

에서 관찰되는 $Al_{84}-Ni_{8.5}-M_{m6.5}Cu_1$ 분말 또한 Al, Al_3Ni 와 $Al_{11}Ce_3$ 상이 확인되었다. 그러나 Al 피크의 강도는 $Al_{85}-Ni_{8.5}-M_{m6.5}$ 분말에서 관찰된 것보다 약하였다. 이 결과를 DSC 데이터와 함께 해석하여 보면 fcc-Al의 결정화가 Cu를 첨가함으로써 억제될 수 있음을 보여준다. 더군다나 Al_3Ni , $Al_{11}Ce_3$ 와 같은 금속간 화합물의 형성 또한 Fig. 4의 XRD 결과에서 보는 바와 같이 Cu 첨가에 의해 억제될 수 있음이 관찰된다. $Al_{84}-Ni_{8.5}-M_{m6.5}Fe_1$ 합금분말들의 X선 회절패턴은 fcc-Al, Al_3Ni , $Al_{11}Ce_3$ 와 $Al_{11}La_3$ 상들이 존재함을 보여준다. 다른 조성과 비교할 때 fcc-Al 상으로부터의 회절강도는 매우 강한 반면 금속간 화합물로부터의 회절강도는 낮다. $Al_{84}-Ni_{8.5}-M_{m6.5}Fe_1$ 합금분말의 XRD 결과는 1차 발열피크의 강도가 적고, 2, 3차 발열 피크의 경우 더 큰 강도를 보여주는 DSC 결과와 일치한다. 따라서 Fe에 의한 Al (1 at.%)의 치환은 α -Al의 핵생성을 유도하지만 금속간 화합물의 핵생성은 억제함을 보여주는 결과로 해석된다.

3.2 고온압출재의 미세구조 및 생성상

Fig. 5는 과부식된 $Al_{85}-Ni_{8.5}-M_{m6.5}$, $Al_{84}-Ni_{8.5}-M_{m6.5}Cu_1$ 와 $Al_{84}-Ni_{8.5}-M_{m6.5}Fe_1$ 합금 압출재의 주사전자현미경 조직사진을 보여주고 있다. Fig. 5(a)는 부분적으로 부식에 반응하여 조직을 관찰할 수 있으나 대부분 조직이 미세하여 특이한 현상을 관찰하기 어려웠다. Fig. 5(b)의 $Al_{84}-Ni_{8.5}-M_{m6.5}Cu_1$ 합금에서 매우 미세한 미세조직의 균일한 에칭 반응으로부터 미세한 조직을 형성하고 있음을 알 수 있다. $Al_{84}-Ni_{8.5}-M_{m6.5}Fe_1$ 합금의 과부식된 미세구조가 Fig. 5(c)에 제시되었다. 이들 합금의 미세구조는 비록 압출이 결정화 온도 이상에서 수행되었지만 모든 고온 압출재의 미세구조가 매우 미세하게 유지될 수 있음을 나타내는 것이다. Fig. 6은 고온 압출된 (a) $Al_{85}-Ni_{8.5}-M_{m6.5}$, (b) $Al_{84}-Ni_{8.5}-M_{m6.5}Cu_1$, (c) $Al_{84}-Ni_{8.5}-M_{m6.5}Fe_1$ 합금의 X선 회절분석 결과를 보여주는 것이다. 400°C에서 압출 후 $Al_{85}-Ni_{8.5}-M_{m6.5}$ 합금은 완전 결정화에 의해 Fig. 6(a)에서 보는 바와 같이 fcc-Al, orthorhombic Al_3Ni , $Al_{11}Ce_3$ and $Al_{11}La_3$ 상들로 구성되어 있다. 결정상에 해당하는 X선 회절피크는 가스분사된 분말에서 관찰된 것보다 날카롭고 높은 강도를 나타냈다. $Al_{84}-Ni_{8.5}-M_{m6.5}Cu_1$ 와 $Al_{84}-Ni_{8.5}-M_{m6.5}Fe_1$ 합금들로부터 얻어진 X선 회절패턴은 $Al_{84}-Ni_{8.5}-M_{m6.5}Fe_1$ 의 경우 $2\theta=40^\circ$ 근처에서 몇 개의 미

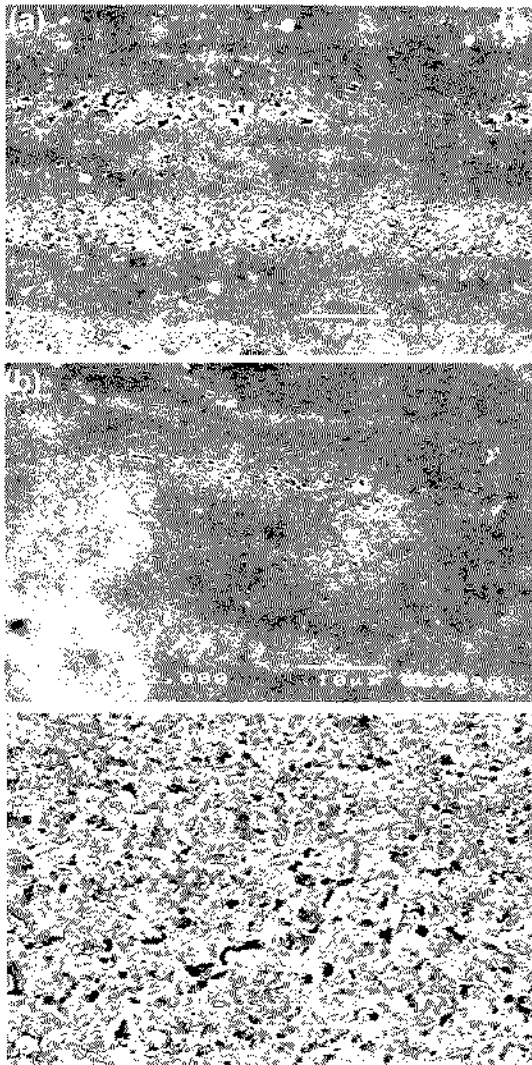


Fig. 5. Secondary electron micrographs from longitudinal specimens of (a) $Al_{85}-Ni_{8.5}-M_{m6.5}$, (b) $Al_{84}-Ni_{8.5}-M_{m6.5}Cu_1$, and (c) $Al_{84}-Ni_{8.5}-M_{m6.5}Fe_1$ alloys hot-extruded from the powders smaller than $\sim 26 \mu m$.

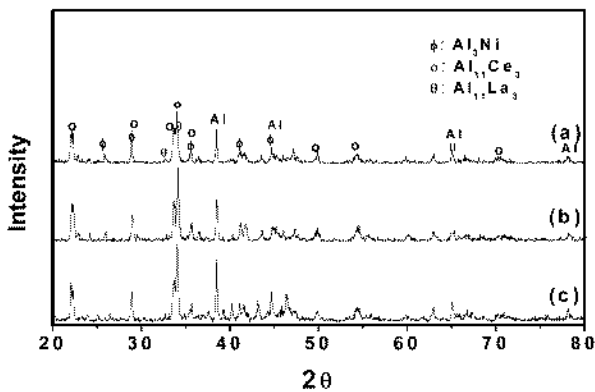


Fig. 6. XRD patterns from (a) $Al_{85}-Ni_{8.5}-M_{m6.5}$, (b) $Al_{84}-Ni_{8.5}-M_{m6.5}Cu_1$, and (c) $Al_{84}-Ni_{8.5}-M_{m6.5}Fe_1$ alloys hot-extruded from the powders smaller than $\sim 26 \mu m$.

확인 피크를 제외하면 $Al_{85}-Ni_{8.5}-M_{m6.5}$ 합금의 것과 유사하다.

탈 가스 및 고온압출 공정 동안, 가스분사 분말의 DSC로부터 기대된 것처럼 나노구조와 부분적으로 비정질상으로 구성된 모든 분말들은 여러 가지 결정상의 혼합물로 결정화가 일어났음을 알 수 있다. 탈가스 및 압출온도가 결정화 온도보다 높아서 비정질상이 유지될 수 없다. 최대 압출하중의 제한 때문에 압출온도는 $400^{\circ}C$ 이하로 내릴 수 없다. 압출재에서 fcc-Al의 격자상수는 순 Al과 유사한 대략 $0.4055 nm$ 로서 과포화 고용체 Al로부터 석출을 암시한다. Fig. 7은 고온압출된 $Al_{85}-Ni_{8.5}-M_{m6.5}$, $Al_{84}-Ni_{8.5}-M_{m6.5}Cu_1$ 과 $Al_{84}-Ni_{8.5}-M_{m6.5}Fe_1$ 합금들의

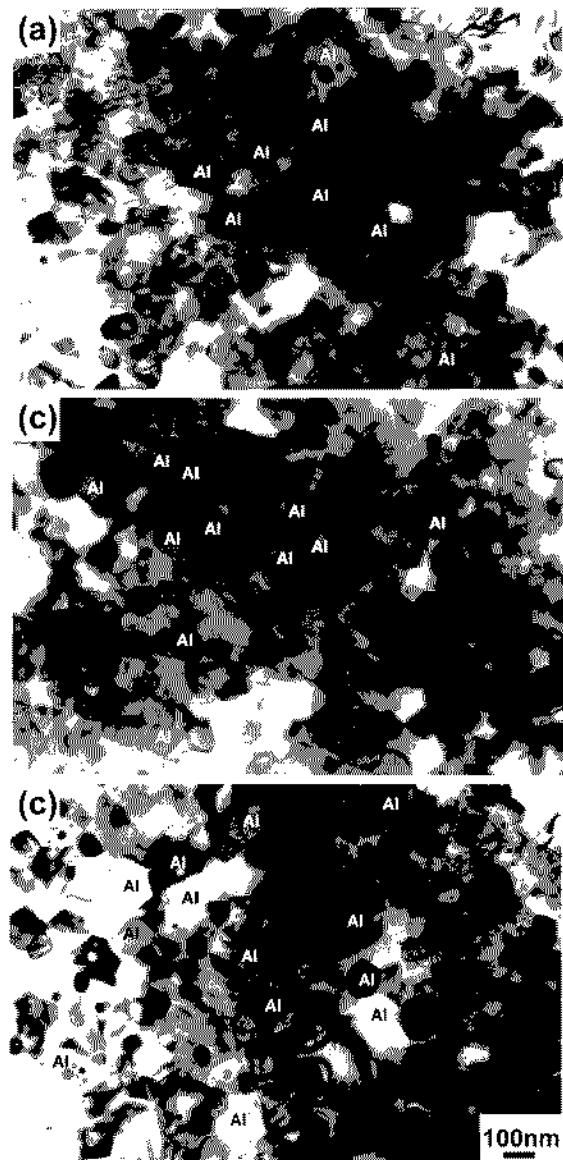


Fig. 7. Bright field TEM images from (a) $Al_{85}-Ni_{8.5}-M_{m6.5}$, (b) $Al_{84}-Ni_{8.5}-M_{m6.5}Cu_1$, and (c) $Al_{84}-Ni_{8.5}-M_{m6.5}Fe_1$ alloys hot-extruded from the powders smaller than $\sim 26 \mu m$.

명시야상을 보여주는 것이다. 미세구조는 일반적으로 불균일하게 분포된 fcc-Al과 그 내부에 존재하는 금속간화합물로 이루어져 있다. TEM-EDS를 기초로 하여 볼 때 많은 작은 구형 입자들은 Al_3Ni , $Al_{11}Ce_3$, $Al_{11}La_3$ 상과 같은 금속간화합물로 확인되었다. $1200 \times 1,800$ nm 영역 내에서 결정된 3가지 합금에 대한 fcc-Al과 금속간화합물상들의 결정크기 분포가 Fig. 8과 9에 각각 제시되었

다. 넓은 분포범위에도 불구하고, $Al_{85}Ni_{8.5}Mm_{6.5}$, $Al_{84}Ni_{8.5}Mm_{6.5}Cu_1$, $Al_{84}Ni_{8.5}Mm_{6.5}Fe_1$ 합금에서 fcc-Al의 평균 결정크기는 각각 130, 111, 145 nm로 측정되었다. Fig. 8(b)에 의하면 120 nm 보다 작은 다수의 결정이 $Al_{84}Ni_{8.5}Mm_{6.5}Cu_1$ 합금에서 관찰되었다. $Al_{84}Ni_{8.5}Mm_{6.5}Fe_1$ 합금에서 더 조대한 결정들이 관찰되었는데 이는 고온압출공정 동안 이미 결정화된 결정들의 성장으로 인한 것으로 해석된다. 분명히 Cu는 조직의 미세화에 중요한 역할을 한다고 여겨진다.

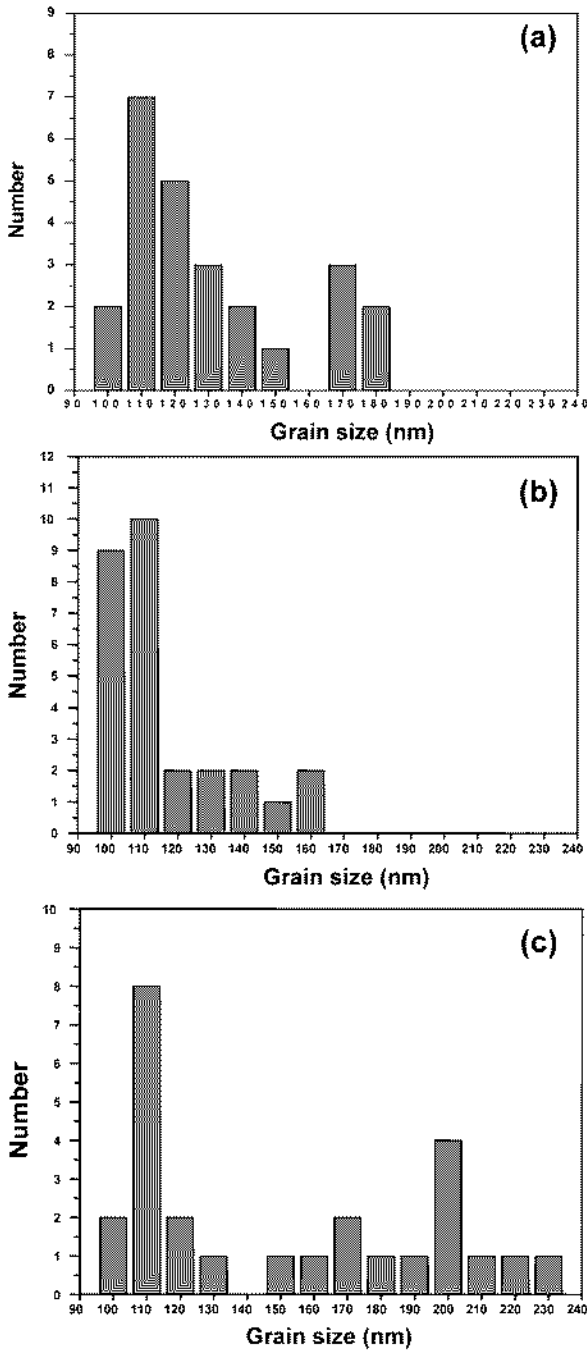


Fig. 8. Distribution of grain size for fcc-Al in (a) $Al_{85}Ni_{8.5}Mm_{6.5}$, (b) $Al_{84}Ni_{8.5}Mm_{6.5}Cu_1$, and (c) $Al_{84}Ni_{8.5}Mm_{6.5}Fe_1$ alloys hot-extruded from the powders smaller than $\sim 26 \mu m$.

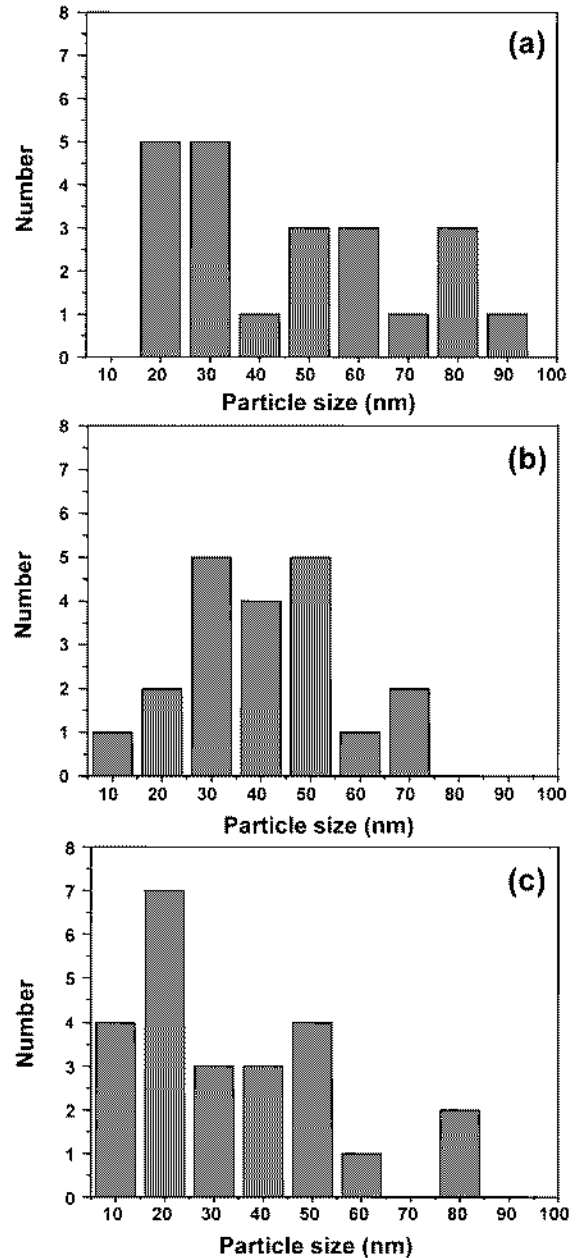


Fig. 9. Distribution of particle size for intermetallic compound in (a) $Al_{85}Ni_{8.5}Mm_{6.5}$, (b) $Al_{84}Ni_{8.5}Mm_{6.5}Cu_1$, and (c) $Al_{84}Ni_{8.5}Mm_{6.5}Fe_1$ alloys hot-extruded from the powders smaller than $\sim 26 \mu m$.

Al₈₄Ni_{8.5}M_{m6.5}Fe₁합금에서 급속간 화합물의 입자크기는 Fig. 9에 제시한 것처럼 압출재들 중에서 가장 작다. 이것은 이들 입자들이 고온압출과정에서 미정질 기지로부터 핵 생성했음을 나타낸다. 그러나 다른 2가지 합금에서 같은 급속간 상들은 DSC에서 전술한 이미 결정화된 입자들의 성장으로 인해 더 큰 결정입자를 갖는 것으로 판단된다. Cu 첨가에 따른 Al₈₄Ni_{8.5}M_{m6.5}Cu₁ 합금에서 더 미세한 결정구조를 나타내는 것은 미정질 재료에서 결정화되면서 Cu의 재배열에 의한 결정입자의 성장을 억제한다는 다른 연구 결과와 유사한 결과를 나타냈다.¹⁶⁻¹⁸⁾

3.3 고온압출 된 합금들의 기계적 특성

압출재의 미커스 강도와 압축강도가 Table 2에 조성의 함수로 제시되었다. Al₈₄Ni_{8.5}M_{m6.5}Cu₁ 합금의 경우 높은 미커스강도와 압축강도는 Cu의 첨가에 따른 Al 결정의 미세화에 기초하여 설명될 수 있다. 더 큰 Al 결정크기를 갖는 Al₈₄Ni_{8.5}M_{m6.5}Fe₁ 합금은 미커스 Al₈₅Ni_{8.5}M_{m6.5} 합금의 경우보다 급속간 화합물의 크기가 더 작을지라도 더 작은 Al 결정크기를 갖는 Al₈₅Ni_{8.5}M_{m6.5} 합금보다 낮은 압축강도를 갖는다. 그러므로 본 연구에서 Al 기지의 결정크기는 급속간화합물의 크기보다 압축강도에 더 큰 영향을 미친다는 것을 알 수 있다.

Table 2. Vickers hardness and compressive strength of Al₈₅Ni_{8.5}M_{m6.5}, Al₈₄Ni_{8.5}M_{m6.5}Cu₁, and Al₈₄Ni_{8.5}M_{m6.5}Fe₁ alloys hot-extruded from gas-atomized powder with an initial diameter of ~26 μm.

Alloys	Vickers hardness (Hv)	Compressive strength (MPa)
Al ₈₅ Ni _{8.5} M _{m6.5}	301	956
Al ₈₄ Ni _{8.5} M _{m6.5} Cu ₁	319	1152
Al ₈₄ Ni _{8.5} M _{m6.5} Fe ₁	278	856

4. 결 론

가스 분사법이 미정질 및 나노구조의 Al-Ni-M_m과 Al-Ni-M_m-X 분말들을 제조하는데 사용되었고, 이들 분말들은 고온압출을 통해 압출 성형체가 얻어졌다. 가스 분사된 Al-Ni-M_m-X 합금 분말은 분말크기 및 조성에 따라 다른 미세구조를 보여주었다. 분말크기가 감소함에 따라 Al₃Ni, Al₁₁Ce₃, 그리고 Al₁₁La₃과 같은 급속간화합물의 형성이 억제되었다. 직경이 26 μm 이하인 분말의 경우 미정질 기지 내에 나노 결정 fcc-Al 결정과 급속간 화

합물이 분포되어 있었다. 압출된 3개 합금의 압출재는 미세한 fcc-Al 결정과 모재에 분포된 급속간 화합물로 이루어져 있었다. Cu에 의한 1 at.% Al의 치환은 미정질상의 안정성을 증가시킨 반면 Fe에 의한 동량의 Al의 치환은 미정질상의 안정성을 감소시켰다. Al₈₄Ni_{8.5}M_{m6.5}Cu₁ 합금에서 fcc-Al와 급속간화합물의 미세구조는 미정질상으로부터 핵생성과 핵성장에 기인한다고 생각된다. 반면에 Al₈₄Ni_{8.5}M_{m6.5}Fe₁합금에서 관찰된 더 큰 Al 결정크기는 고온압출과정에서 존재하는 입자의 성장에 기인한 것으로 판단된다. Al₈₄Ni_{8.5}M_{m6.5}Cu₁ 합금에서 가장 높은 압축강도(1152 MPa)와 미커스 강도값(319 Hv)을 나타냈는데 이는 급속간 화합물의 미세화보다는 알루미늄 입자 미세화에 의한 것으로 규명되었다.

참 고 문 헌

1. A. Inoue, H. Kimura, and S. I. Yamaura, Metals and Materials International, **9**, 527 (2003).
2. A. Inoue, M. Yamamoto, H. M. Kimura and T. Masumoto, J. Mater. Sci. Lett., **6**, 194 (1987).
3. Y. Yoshizawa, S. Oguma and K. Yamauchi, J. Appl. Phys., **64**, 6044 (1988).
4. K. Suzuki, N. Kataoka, A. Inoue and T. Masumoto, Mater. Trans. JIM, **31**, 743 (1990).
5. Y. H. Kim, A. Inoue and T. Masumoto, Mater. Trans. JIM, **32**, 331 (1991).
6. Z. C. Zhong, X. Y. Jiang and A. L. Greer, Mater. Sci. Eng., **A226-228**, 531 (1997).
7. H. S. Kim and S. I. Hong, Acta Mater., **47**, 2059 (1999).
8. S. J. Hong, H. S. Kim, C. Suryanarayana and B. S. Chun, Mater. Tran. Tech., **19**, 966 (2003).
9. S. J. Hong, C. Suryanarayana and B. S. Chun, Scr. Mater., **45** 1341 (2001).
10. K. R. Cardoso, A. Garcia Escorial, M. Lieblich and W. J. Botta F, Mater. Sci. Eng., **A315**, 89 (2001).
11. S. J. Hong and B. S. Chun, Mater. Sci. Eng., **A348**, 262 (2003).
12. S. J. Hong, Ph.D. Thesis, Chungnam National University (2001).
13. H. Jones, Mater. Sci. Eng., **5**, 1 (1969).
14. J. C. Foley, Ph.D. Thesis, University of Wisconsin-Madison (1980).
15. J. L. Esttada, J. Duszczyk, J. Mater. Sci., **25**, 1381 (1990).
16. Z. C. Xhong, A. L. Greer, Int. J. Non-equilibrium Process, **11**, 35 (1998).
17. A. Inoue, K. nakazato, Y. Kawamura, A. P. Tsai and T. Masumoto, Mater. Trans. JIM, **35**, 95 (1994).
18. K. Hono, Y. Zhang, A. P. Tsai, A. Inoue and T. Sakurai, Scripta Metall. Mater., **32**, 191 (1995).