Reactive Ball Milling 방법에 의한 Al-Ti계 Nanocrystalline 분말 제조
(A study on the development of Nanocrystalline Al-Ti alloy by Reactive Ball Milling)

한양대학교 문경일*, 이경섭

1. 서론

Reactive ball milling이란 milling에 의해 화학반응이 촉진되는 공정을 말하는 것으로 milling 과정에서 표면 산화 방지 목적으로 사용하는 불활성 가스 분위기 대신에 금속과 반응할 수 있는 가스를 불어넣어 상온 MA과정중 metal-gas 반응을 유도하는 milling 과정을 말한다. 이 방법을 통해 상온 milling중 metal nitride 및 metal hydride 등의 생성이 가능하다. 이러한 brittle한 상의 형성에 의해 아주 미세한 분말을 얻을 수 있으며, 더불어 내부 결정의 nano화를 촉진할 수 있다. 따라서 본 연구에서는 분말의 화학 반응을 유도할 수 있는 수소 가스 분위기하에서 milling을 행하여 분말 size의 감소 및 nano-size로 결정의 미세화를 행하였고, 열처리시의 내부 상변화 및 결정의 nano-size 유지 여부를 조사하였다.

2. 실험 방법

Nano화에 필요한 제반 실험 변수로서 장입량, 회전속도, milling시간 등을 조정하였다. Ti의 함량을 변화시키면서 수소 가스 분위기하에서 ball milling을 행하여 Ti를 hydride화하였고 brittle한 TiH_2 형성 과정을 통해 전체 합금 분말 크기를 감소시켰다. 이렇게 제조된 분말은 -200# sieve로 거른 후, 입도 분석기로 particle size를, XRD와 TEM을 통해 결정 구조 및 결정립 크기를, SEM과 광학 현미경을 통해 morphology 변화를, DSC를 통해 TiH_2 생성과 분해 온도 및 열적 안정성을 조사하였다.

3. 결과 및 고찰

XRD관찰을 통해 TiH_2가 형성됨을 확인할 수 있었으며 Ti mapping을 통해 이들이 분말 내에 고르게 분포되었음을 알 수 있었다. Particle size는 milling시간과 Ti 함량이 증가함에 따라 감소하였다. Grain size는 XRD결과에 의하면 matrix 결정인 Al이 11~14nm정도로서 시간에 따라서는 어느 정도 감소하였으나 Ti함량에 의한 영향은 보이지 않았다. TEM 관찰시 matrix 결정인 Al이 50nm정도, 석출물인 Al_3Ti가 15~20nm 의 크기를 보였다. 두 분석에서 Al 결정립 크기의 차는 MA에 의한 strain effect에 의한 것으로 사료된다. DSC와 XRD의 분석 결과 TiH_2의 분리에 따른 Al_3Ti의 형성 온도는 450~460℃정도였고 600℃까지 열처리시에도 matrix인 Al 결정입도는 nano화를 유지한 것으로 보였다.

4. 참고문헌

① H. Gleiter, Nanostructured Mater. Vol. 1, 1991, p1
② Y. Chen, J. S. Williams, J. Alloys Coms 217, 1995, p181
③ K. Aoki, Y. Itoh & T. Masumoto, Scr. Metall. Mater., Vol. 31, No.9, 1994,p1271