

저온 기계적 합금화에 의한 Ti_3Al 금속간 화합물의 제조에 대한 연구
 A study on the synthesis of Ti_3Al intermetallic compounds
 by cryogenic mechanical alloying

하현승*, 최제훈, 오영민, 김선진
 한양대학교 재료공학과

I. 서론

기계적 합금화(mechanical alloying, MA) 방법으로 제조한 합금분말의 결정립 크기는 가공 경화와 동적 회복의 평형에 도달될 때까지 작아지며, 동적 회복현상을 억제하면 그에 따른 가공 경화량이 증가되어 결정립을 더욱 미세화 할 수 있다고 보고되고 있다. 동적 회복은 dislocation climb과 cross slip에 의해 전위가 소멸되는 현상으로서 원자의 확산과 관련된 열적 활성화 과정이므로, 밀링온도를 낮춰 동적 회복을 억제한다면 결정립 미세화가 가능하다. FCC 구조를 갖는 Al, Ag, Cu 등의 금속에서 저온 기계적 합금화에 의한 결정립 미세화 효과에 대해 보고되고 있으며, HCP 구조를 갖는 Ti 역시 온도가 감소할수록 연성이 감소하므로 밀링온도를 낮춤으로써 결정립 미세화 효과를 기대할 수 있으나, 이에 대한 연구는 부족한 실정이다. 따라서, 본 연구에서는 기계적 합금화 방법으로 제조한 Ti-25at.%Al 분말의 상변화 및 불순물량, 결정립 미세화, Ti_3Al 금속간 화합물로의 변태온도 등에 미치는 밀링온도의 영향을 조사하고자 하였다.

II. 실험방법

본 실험에서는 -325mesh Ti(99.9%)과 -325mesh Al(99.9%)을 원료분말로 사용하였다. 불순물을 줄이기 위해 공정제어제를 첨가하지 않고 1시간 동안 건식혼합하여 Ti-25at.%Al 조성의 균질한 혼합분말을 제조하였다. 이 분말을 Ar 가스 분위기에서 attritor를 사용하여 기계적 합금화하였다. 임펠러의 회전속도는 300rpm, 볼대 분말의 무게비는 65:1로 설정하였다. 밀링은 최대 300시간까지 하였고, 밀링온도는 상온과 $-80^{\circ}C$ 로 하였다. 저온 기계적 합금화를 위해서 $-100^{\circ}C$ 로 냉각된 메탄올을 용기 주위로 순환시켜 주었다.

이렇게 제조된 MA Ti-25at.%Al 분말은 입도분석기를 사용하여 분말 크기를 측정하였고, XRD를 사용하여 상과 결정립 크기의 변화를 조사하였다. 그리고, ICP-AES, 원소분석기를 사용하여 분말의 화학 조성을 분석하였으며, DSC를 이용하여 Ti_3Al 금속간 화합물로의 변태 온도를 조사하고 진공 열처리를 이용하여 확인하였다.

III. 결과 및 고찰

1. 저온에서 300시간동안 밀링한 후에는 상온에서 나타난 새로운 결정질상인 TiN이 관찰되지 않았다. 이는 밀링온도 감소에 의한 질소 흡착의 감소에 기인한다.
2. 밀링온도의 감소에 따른 결정립 미세화 효과는 거의 없었다. 이는 Ti의 녹는점($1670^{\circ}C$)이 높아 동적 회복이 억제되지 않았기 때문으로 생각된다.
3. Ti_3Al 금속간 화합물로의 변태는 저온에서 밀링한 경우가 상온에 비해 낮은 온도에서 일어났다. 이는 저온이 공정제어제 역할을 하여 불순물을 감소시켰기 때문으로 생각된다.