

B6

기계적 합금화로 제조된 Ni20Cr20Fe5Nb합금에서 오염 방지를 위한 H₂O의 사용과 Al의 첨가효과

(The effect of addition of Al and using H₂O to prevent contamination in mechanically alloyed Ni20Cr20Fe5Nb alloy)

고려대학교 신소재공학과 김일호*, 권숙인
한국생산기술연구원 신소재공정팀 이원식

1. 서 론

기계적합금화에서는 분말의 압접과 파괴 공정의 평형상태를 유지하기 위해 적절한 PCA의 첨가가 요구된다. 그러나 합금화과정에서 PCA는 분해되어 오염원으로 작용하여 산화물이나 탄화물 그리고 수화물이 형성 되기도 한다. 본 연구에서 메탄올(CH₃OH)을 PCA로 사용하여 제조한 Ni20Cr20Fe5Nb 합금에서 NbC와 Cr₂O₃가 다량 관찰되었다. NbC는 많은 량의 Nb를 소모시키기 때문에 본 연구에서 주요한 석출상인 Ni₃Nb의 석출량을 현저히 떨어뜨리는 것으로 확인되었고 Cr₂O₃는 인장시험 후 파면관찰을 통하여 강도에 영향을 미치는 취약상으로 확인되었다. 이에 따라 탄소가 함유되어 있지 않는 H₂O를 PCA로 사용하여 NbC의 형성을 억제해 보고자 하였고 Cr보다 산소 친화력이 우수한 Al을 첨가하여 Cr₂O₃의 형성을 억제하고 대신 Al계 산화물을 형성시켜 미세조직과 기계적 특성을 평가하여 PCA로써 H₂O의 사용가능성과 Al의 첨가효과에 대하여 검토해 보고자 했다.

2. 실험방법

Ni20Cr20Fe5Nb합금과 Ni20Cr20Fe5Nb2Al합금을 고에너지 볼밀인 Attritor를 사용하여 제조하였다. Ni20Cr20Fe5Nb합금은 분말의 최대회수율을 고려하여 PCA로 메탄올(CH₃OH)을 분말량의 4wt% 첨가하였다. 또한 Ni20Cr20Fe5Nb2Al합금은 메탄올(CH₃OH)과 증류수(H₂O)를 각각 4wt.%와 2wt.%를 첨가하여 합금화를 실시하였다. 제조된 합금분말은 SPS(spark plasma sintering)법으로 소결을 진행하여 벌크를 제조하였다. 제조된 합금의 미세조직은 SEM과 TEM으로 관찰하였고 형성상을 확인하기 위하여 XRD를 측정하였다. 인장시험은 상온 및 400℃, 600℃ 그리고 800℃에서 변형속도 1 X 10⁻³/sec하에서 행하였다. 인장시험 후 파면은 FE-SEM으로 관찰하였고 격자상수는 XRD측정 후 기지 peak를 최소자승법을 이용하여 측정하였다.

3. 결과 및 고찰

Ni20Cr20Fe5Nb합금과 Al을 첨가한 Ni20Cr20Fe5Nb2Al합금에서의 XRD측정결과는 그림 1에서와 같이 나타난다. 그림 1(a)의 Ni20Cr20Fe5Nb합금에서의 결과와 비교했을 때 Al을 첨가함에 따라 Cr₂O₃는 사라졌고(그림 1(b)) 증류수(H₂O)를 PCA로 사용함에 따라 다량 형성되었던 NbC가 사라진 것을 그림 1(c)에서와 같이 확인할 수 있다. 이는 Cr보다 산소와의 반응성이 강한 Al을 첨가함에 따라 Cr₂O₃의 저지효과가 우수하게 나타난 결과이다. 또한 메탄올(CH₃OH)

을 PCA로 사용한 합금에서 탄소의 오염에 의해 형성된 NbC는 탄소가 함유되지 않은 H₂O을 PCA로 사용함에 따라 형성이 억제된 것을 명확히 확인할 수 있다. 메탄올을 PCA로 사용해 제조된 Ni₂₀Cr₂₀Fe₅Nb합금과 Ni₂₀Cr₂₀Fe₅Nb₂Al합금 그리고 증류수를 PCA로 사용해 제조한 Ni₂₀Cr₂₀Fe₅Nb₂Al합금의 인장시험결과는 그림 2에서와 같이 나타났다. PCA의 종류에 상관없이 상온에서 600℃까지의 온도에서 Ni₂₀Cr₂₀Fe₅Nb₂Al합금의 인장강도는 Ni₂₀Cr₂₀Fe₅Nb합금에 비해 300Mpa이상 우수한 특성을 나타내었다. 그리고 H₂O를 PCA로 상용해 제조된 Ni₂₀Cr₂₀Fe₅Nb₂Al합금의 인장강도는 상온과 400℃인장시험에서 메탄올을 PCA로 사용해 제조한 합금에서 보다 각각 455Mpa와 295Mpa정도 우수한 인장강도를 나타내었다. 600℃와 800℃에서는 거의 유사한 인장강도를 나타내고 있었다. Al의 첨가에 따라 Cr₂O₃ 대신에 Al_{1.54}Cr_{0.46}O₃가 형성된 것이 미세조직을 통해 관찰되었다. 표면관찰 결과에서는 취약상인 Cr₂O₃가 표면에서 관찰되지 않았고 Al_{1.54}Cr_{0.46}O₃가 강도의 증가에 영향을 미치는 강화상으로 작용해 Al이 첨가된 합금에서의 강도가 더욱 높게 나타난 것으로 평가된다. H₂O를 PCA로 사용한 합금에서는 NbC의 형성이 효과적으로 억제되었고 기지의 격자상수를 평가한 결과에서 Nb의 고용에 의해 격자상수가 증가한 것을 관찰 할 수 있었다. 이에 따라 H₂O를 PCA로 사용함에 따라 고용강화 효과와 형성된 Al_{1.54}Cr_{0.46}O₃가 분산물로 작용해 강도의 증가에 영향을 미친 것으로 평가되었다. 또한 600℃에서 10시간동안 열처리를 통하여 입내 γ'' (Ni₃Nb)이 형성되었고 이에 따라 경도값은 증가하였다.

4. 결 론

H₂O를 PCA로 사용함에 따라 NbC의 생성은 효과적으로 억제되었고 기지내에 Nb의 고용량은 더욱 증가하였다. Al을 첨가하면서 Cr₂O₃의 형성은 억제되며 대신에 Al_{1.54}Cr_{0.46}O₃를 결정립계에 형성되었다. 상온과 400℃에서 H₂O를 PCA로 Ni₂₀Cr₂₀Fe₅Nb₂Al합금의 인장강도가 가장 높게 나타났다. Al이 첨가된 Ni₂₀Cr₂₀Fe₅Nb₂Al합금의 상온에서 600℃까지의 인장강도는 NCFN합금에 비해 300Mpa이상 높게 나타났다. 600℃에서 10시간 동안의 시효처리를 통해 입내 γ'' (Ni₃Nb)이 형성되었고 이에 따라 경도값은 증가하였다.

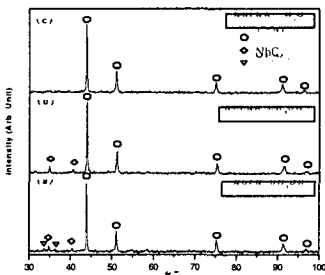


Fig.1 X-ray results of NCFN and NCFNA alloy bulks which are manufactured by use of CH₃OH and H₂O.

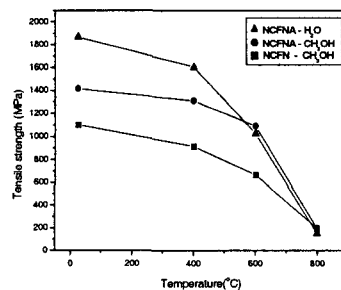


Fig.2 Results of tensile test in NCFN and NCFNA alloys.