

Al-8wt.%Fe 분말의 기계적 합금화 거동과 열적안정성에 미치는 Ce의 영향

오광진 · 강계명* · 조권구** · 안인섭** · 김선진

한양대학교 재료공학과, *서울산업대학교 재료공학과

**경상대학교 금속재료공학과

Effects of Ce on the Mechanical Alloying Behavior and Thermal Stability of Al-8wt.%Fe Powder

Kwang-Jin Oh, Kae-Myung Kang*, Kwon-Koo Cho**, In-Shup Ahn** and Seon-Jin Kim

Department of Materials Engineering, Hanyang University, Seoul 133-791, Korea

*Department of Materials Engineering, Seoul National Polytechnic University, Seoul 139-743, Korea

**Department of Metallurgical & Materials Engineering, Gyeongsang National University,
Chinju 660-701, Korea

(Received December 21, 1993)

ABSTRACT The effects of Ce on the mechanical alloying behavior and the thermal stability of Al-8wt.%Fe were investigated. The steady states of Al-8wt.%Fe and Al-8wt.%Fe-4wt.%Ce powders with 1.5 wt.% stearic acid as a process control agent were reached after mechanical alloying for 1000 minutes and 1300 minutes respectively at the conditions of the impeller revolving velocity of 300 rpm and the ball to powder input ratio of 50:1. The hardness of Al-8wt.%Fe specimen hot extruded and isothermally aged at various temperatures for up to 1000 hours decreased rapidly at 500°C and its high temperature ultimate tensile strength began to decrease at 400°C with increasing aging time. The decrease in the hardness and ultimate tensile strength of the specimen were reduced substantially by addition of Ce. It was thought to be due to the formation of thermally stable Al_4Ce and $Al_{13}Fe_3Ce$ intermetallic compounds.

1. 서 론

항공기의 구조재와 제트엔진 등에 사용되는 Ti 합금을 저가의 Al 합금으로 대체하기 위한 목적으로 기존의 Al 합금보다 고온강도, 인성, 열적안정성이 우수한 Al 합금을 개발하려는 연구들이 많이 진행되어 왔다.¹⁾ 기존의 주조방법으로 제조된 Al 합금은 응고시 고상 용해도의 제한으로 발생하는 편석, 고온에서 일어나는 석출물의 조대화 및 기지와외의 정합성의 상실로 약 150°C 정도에서 급격한 강도의 저하가 일어나기 때문에 고온에서의 사용이 부적당한 것으로 알려져 있다.²⁻⁴⁾ 따라서 고온에서 안정적인 분산상을 미세하고 균일하게 분포시켜 사용온도를

500°C 까지 연장하려는 목적으로 Al 합금제조의 새로운 기술로써 급냉응고법, 기계적 합금화 방법이 이용되고 있다.^{2,5)} 기계적 합금화(Mechanical Alloying; MA) 방법은 1970년 Benjamin에 의하여 Ni기 초합금 제조에 최초로 응용된 기술로⁶⁾ attritor라 불리는 강력한 교반을 수반하는 고에너지 볼밀에서 에너지 전달 매체로 주입되는 강구들 사이에 성분 원소 분말들이 압접과 파괴를 반복하는 중에 균일하고 미세하게 분산된 합금상을 이루도록 하는 과정이다. 이러한 MA 방법은 급냉응고법에서와 같이 합금화되기 힘든 성분원소를 혼합하여 미세한 분산상을 얻을 수 있다는 점은 물론 Al_2O_3 와 Al_4C_3 의 미세분산, 냉간가공, 결정립 미세화 등 MA의 모든

강화기구가 증첩되어 급냉응고법보다 더 우수한 조직특성을 기대할 수 있다.

Al 기지내에 낮은 고용도와 작은 확산계수를 가져서 고온에서 안정한 금속간화합물상을 석출시키는 합금원소인 Fe 첨가에 근거를 두고 Mo, Si, V, Zr, Ce, Ni 등과 같은 제3원소를 첨가시켜 석출상의 열적안정성을 더욱 향상시키는 Al-Fe-X계의 급냉응고법(rapid solidification process; RSP)에 대한 연구는 그 우수성이 많이 보고되어 있다.^{3,7-9)} 그러나 급냉응고법의 경우보다 우수한 기계적 특성을 가지리라 기대되는 Al-Fe-X계의 기계적 합금화에 대한 체계적인 연구는 매우 부족한 실정이다. 따라서 본 연구에서는 Al-Fe 분말에 제3원소로써 Ce를 첨가하여 MA 시간에 따른 합금화 거동을 조사하고 열적안정성에 미치는 Ce의 영향을 조사하기 위하여 고온 압출 성형 후 등온열처리 온도와 시간에 따른 기계적 성질과 미세조직의 변화를 조사하였다.

2. 실험방법

2.1. 기계적 합금화

기계적 합금화 거동을 조사하기 위하여 -140 mesh +270 mesh 입도의 Al 분말과 -230 mesh +270 mesh 입도의 Fe 분말 및 -40 mesh 입도의 Ce 분말을 사용한 Al-8wt.%Fe와 Al-8wt.%Fe-4wt.%Ce 조성의 혼합분말을 자체 제작한 attritor를 이용하여 기계적 합금화를 수행하였다. MA 공정변수로 impeller의 회전속도는 300 rpm, 볼 대 분말의 중량비는 50:1로 고정시키고 합금화 과정 중에 과잉압접을 방지하기 위해 첨가되는 가공조질제로 stearic acid를 1.5 wt.% 첨가한 후, MA 시간에 따른 합금화 과정을 조사하기 위해 1500분까지 기계적 합금화하였으며, 이때 분말의 산화를 방지하기 위해 용기내를 Ar 분위기로 유지하였다.

2.2. 기계적 합금화한 분말의 특성 분석

기계적 합금화 진행과정에 있어서 시료분말의 압접과 파괴가 균형을 이루고 성분원소들이 균일하게 분포하며 합금화가 완료되는 시점으로 알려진 정상상태를¹⁰⁾ 찾기 위하여 MA 시간에 따른 분말의 형태와 경도변화를 조사하였다. MA 시간에 따른 분말 형태의 변화를 관찰하기 위하여 광학현미경과 SEM

을 이용하였다. MA 시간에 따른 경도변화의 조사는 일관성과 재연성을 위해¹¹⁾ 각 시간별로 MA한 +100 mesh의 분말을 채취하여 호마이카의 구멍속에 넣어 순간접착제로 경화시킨 후 단면을 연마하고 미소경도기를 이용하여 10회씩 측정된 후 평균값을 취하였다. 또한 Al 분말내에 Fe 및 Ce의 합금화 정도를 EDS 분석과 XRD 분석을 통하여 조사하였다.

2.3. 고온 기계적 성질 및 열적안정성 실험

Al-Fe 합금의 열적안정성에 미치는 Ce 첨가의 영향을 조사하기 위하여 정상상태의 조건에서 제조된 Al-8wt.%Fe 분말과 Al-8wt.%Fe-4wt.%Ce 분말을 각각 Al can에 채운 후 72 MPa의 압력으로 이론밀도의 60%까지 냉간성형한 후 알루미늄 분말 표면에 존재하는 $Al_2O_3 \cdot xH_2O$ 와 PCA를 통해 생성되는 수소를 제거하고, 연성을 향상시키기 위하여^{5,12)} 550°C, 10^{-3} torr에서 1시간 동안 탈가스 과정을 거친 후 500°C의 압출온도에서 18:1의 압출비로 압출하였다.

열간압출 후 ASTM E8M의 표준시편에 비례하는 gage length 20 mm, 직경 4 mm, fillet의 반경 4 mm로 가공한 인장시편과 직경 8 mm, 높이 5 mm의 경도시편을 10^{-2} torr 진공의 석영관에 밀봉하여 300, 400, 500°C에서 300, 600, 1000시간까지 등온열처리하였다. 인장시험은 상온, 300, 400, 500°C에서 0.001 s⁻¹의 strain rate로 각 조건에서 3회씩 수행하였고 경도시험은 시편을 기계적 연마한 후 Rockwell Hardness Tester의 B-scale로 각 조건마다 3회 측정하였다.

등온열처리 후 각 시편을 약 50 μm까지 기계적으로 연마한 후 20% perchloric acid-80%CH₃OH 전해액으로 -30°C, 35 V에서 jet polishing하여 박막의 시편을 만들고 TEM을 이용하여 등온열처리에 따른 미세조직의 변화를 관찰하였고 석출물에 대한 EDAX 분석도 병행하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1. 기계적 합금화 과정

MA 시간에 따른 Al-8wt.%Fe와 Al-8wt.%Fe-4wt.%Ce 분말의 단면을 그림 1에 나타내었다. 두 분말의 MA 시간에 따른 분말형태의 변화는 Benjamin과

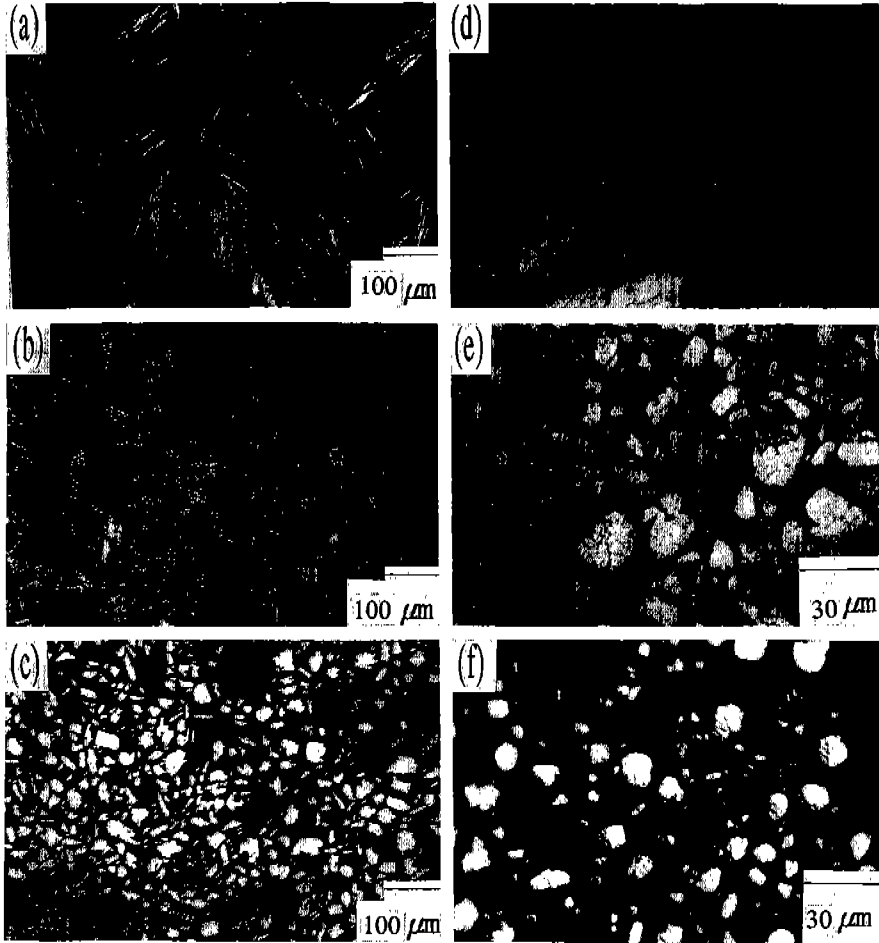


Fig. 1. Morphologies of mechanically alloyed Al-8wt.%Fe and Al-8wt.%Fe-4wt.%Ce powders for various times; (a) 180 min, Al-8wt.%Fe, (b) 600 min, Al-8wt.%Fe, (c) 1000 min, Al-8wt.%Fe, (d) 180 min, Al-8wt.%Fe-4wt.%Ce, (e) 800 min, Al-8wt.%Fe-4wt.%Ce, (f) 1300 min, Al-8wt.%Fe-4wt.%Ce.

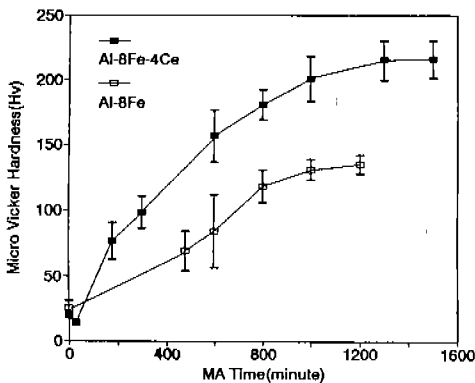


Fig. 2. Variation of microhardness as a function of milling time in mechanical alloying of the Al-8wt.%Fe and the Al-8wt.%Fe-4wt.%Ce.

Volin¹⁰이 제시한 바와같이 압접지배단계, 구형입자 형성단계를 거쳐 정상상태에 다다른 것을 확인할 수 있었다. 정상상태에 도달한 시간은 Al-8wt.%Fe는 1000분, Al-8wt.%Fe-4wt.%Ce는 1300분으로 Ce를 첨가함에 따라 300분 더 증가하였다. 그림 2에 Al-8wt.%Fe 분말과 Al-8wt.%Fe-4wt.%Ce 분말의 MA 시간에 따른 분말의 미소경도변화를 나타내었다. 그림 2에서 알 수 있는 바와같이 Al-8wt.%Fe 분말은 1000분에서 133 kg/mm²의 포화경도값을 나타내고 있고 Al-8wt.%Fe-4wt.%Ce는 1300분에서 215 kg/mm²으로 포화경도값을 나타내고 있다. Ce이 첨가된 경우가 높은 경도값을 나타내는 것은 MA 과정 중에 강제로 분산되는 Ce의 영향 때문으로 생각된다.

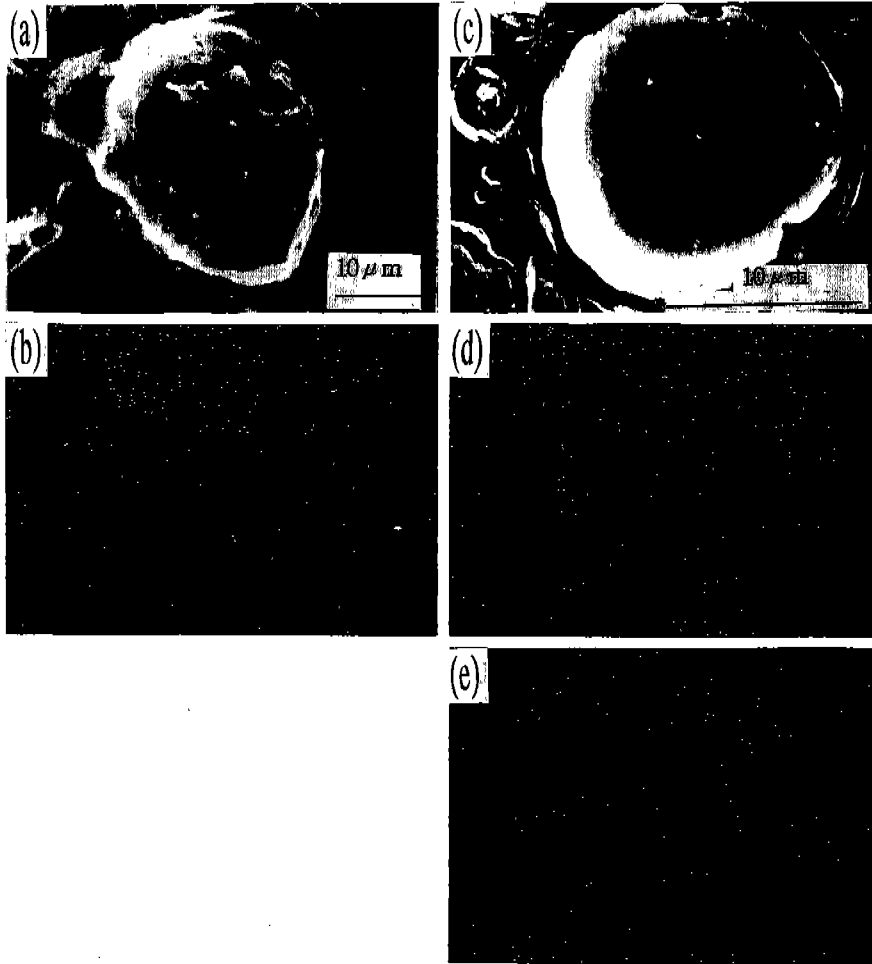


Fig. 3. SEM morphologies and EDS analyses of MA powders; (a) morphology of 1000 min. MA Al-8wt.%Fe powder, (b) X-ray image of Fe element on the powder in photo (a), (c) morphology of 1300 min. MA Al-8wt.%Fe-4wt.%Ce powder, (d) X-ray image of Fe element on the powder in photo (c), (e) X-ray image of Ce element on the powder in photo (c).

Benjamin¹⁰⁾에 의하면 기계적 합금화 과정의 압접지 배단계에서 층상구조의 미세화는 기계적 합금화시 투입되는 에너지양이 시간에 따라 일정하고, 일정한 변형을 일으키는데 필요한 에너지가 분말의 경도값에 비례한다는 가정하에 분말의 경도값이 증가할수록 늦어지는 것으로 생각하고 있다. 또한 강구와의 충돌로 분말내부에 변형에너지가 계속 축적되어 어느 이상에서는 더 이상의 변형을 일으키지 못하고 동적회복현상¹³⁾ 일어나는 정상상태도 그림 2에서 알 수 있는 바와같이 Ce의 첨가로 분말의 미소경도값이 증가하여 분말내부의 변형에너지 축적속도가

늦어지기 때문에 늦게 이루어지는 것으로 생각된다. 따라서 Al-8wt.%Fe에 4wt.%Ce을 첨가함에 따라 정상상태에 이르는 시간이 300분 정도 늦어지는 것은 Ce 첨가에 따른 분말의 미소경도 증가 때문으로 생각된다.

그림 3은 정상상태에 도달한 것으로 판단되는 분말의 화학적 균일성을 보기 위해 각 성분에 대한 X-ray image 분석결과를 나타내었다. Al 기지내에 Fe와 Ce 원소가 균일하게 분포함을 확인할 수 있었다. 그림 4와 그림 5에 Al-8wt.%Fe 분말과 Al-8wt.%Fe-4wt.%Ce 분말의 초기혼합분말과 정상상태에

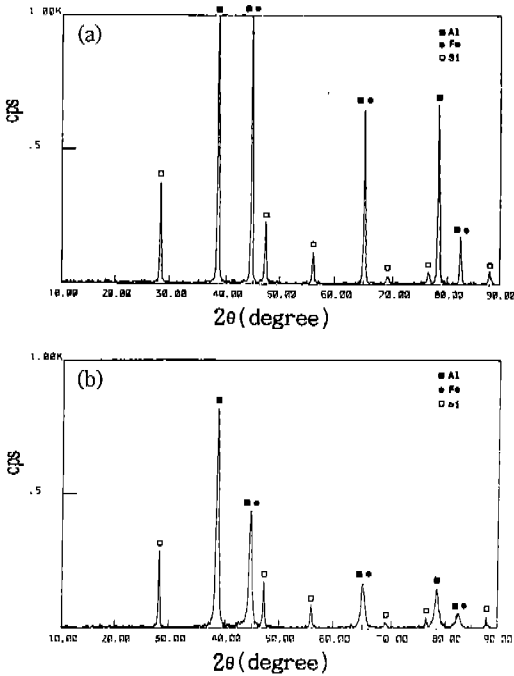


Fig. 4. X-ray diffraction patterns of Al-8wt.%Fe powder after mechanical alloying; (a) 0 min MA, (b) 1000 min MA.

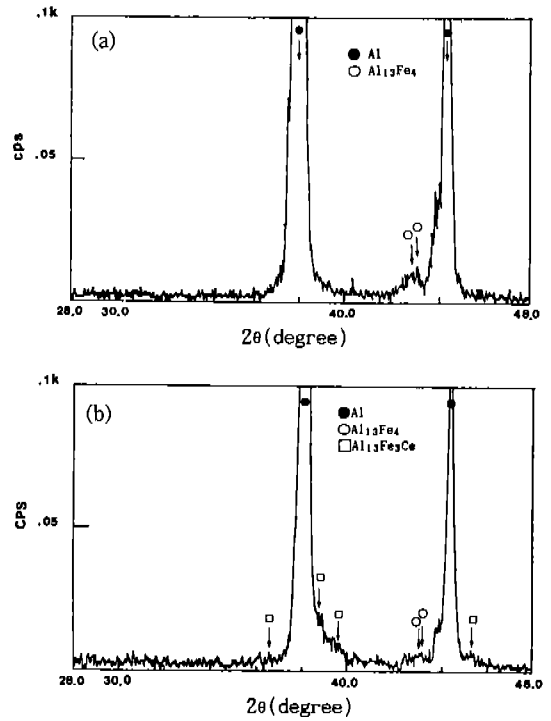


Fig. 6. X-ray diffraction patterns of as extruded (a) Al-8wt.%Fe and (b) Al-8wt.%Fe-4wt.%Ce after degassing at 550°C for 1 hr.

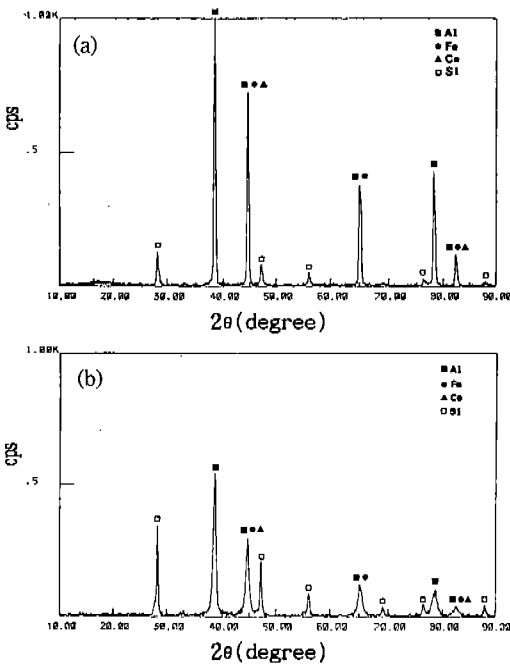


Fig. 5. X-ray diffraction patterns of Al-8wt.%Fe-4wt.%Ce powder after mechanical alloying; (a) 0 min MA, (b) 1300 min MA.

도달한 분말에 대한 XRD 결과를 각각 나타내었다. MA 시간이 증가함에 따라 Al 회절강도가 작아지고 회절피크의 폭이 넓어지는 현상을 알 수 있다. Al peak의 이러한 현상은 결정립 미세화와 분말내부의 불균일 스트레인에 의한 것으로 생각된다.¹⁴⁾ Zbiral 등이 보고했듯이¹⁵⁾ Al-Fe, Al-Fe-Ce계에서와 같이 Al에서 Fe, Ce의 고용도가 없고 Fe 또는 Ce에서 Al의 고용도가 있는 경우¹⁶⁾ 기계적 합금화 과정은 Al이 Fe나 Ce에 고용되는 방법으로 합금화가 이루어지고 Al 쪽으로 Fe나 Ce의 고용이 쉽지 않아 Fe와 Ce는 Al에 완전히 고용되지 않고 미세한 입자로 존재하는 것으로 생각된다.

3.2. 압출재의 X-선 회절 분석

그림 6은 정상상태에 도달한 분말을 550°C에서 1시간 동안 탈가스처리 후 압출한 성형체의 X-ray diffraction 결과이다. peak의 강도는 작았으나 금속간 화합물인 $Al_{13}Fe_4$, $Al_{13}Fe_3Ce$ 상을 확인할 수 있었고, 예상된 Al_4Ce 상은 회절강도가 너무 작아 확

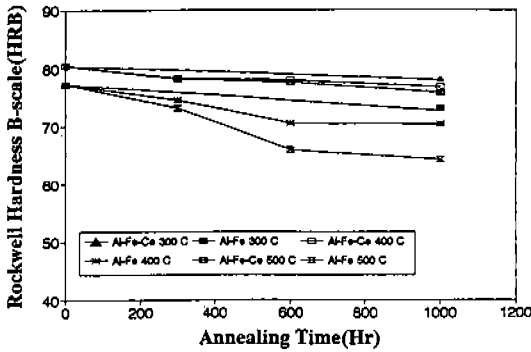


Fig. 7. Effects of exposure temperature and time on the hardness of Al-8wt.%Fe and Al-8wt.%Fe-4wt.%Ce.

인할 수 없었다. 이러한 결과는 후에 기술할 TEM 분석과 일치할 뿐 아니라 Raghavan ayer¹⁷⁾가 분석한 평형상과 일치하고 있다. 한편 Yaney¹⁸⁾와 Övecoglu¹⁹⁾는 Al_6Fe 상과 $Al_{10}Fe_2Ce$ 상을 확인하였다고 보고하였지만 본 실험에서는 확인하지 못하였다. Tonejc은 준안정상인 Al_6Fe 상은 $550^{\circ}C$ 에서 10분 동안 유지시키면 $Al_3Fe(Al_{13}Fe_4)$ 상으로 바뀐다고 보고하였다.²⁰⁾ 본 연구에서는 탈가스처리를 $550^{\circ}C$ 에서 1시간 하였기 때문에 준안정상인 Al_6Fe 상을 확인할 수 없었던 것으로 생각된다. 또한 $Al_{10}Fe_2Ce$ 상에 대해서는 평형상인가 비평형상인가에 대한 이견이 있어¹⁷⁻¹⁹⁾ 더 연구가 필요하다.

3.3. 경도 및 인장 시험

그림 7에 MA 후 압출성형한 Al-8wt.%Fe와 Al-8wt.%Fe-4wt.%Ce 합금의 등온열처리 온도와 시간에 따른 경도의 변화를 나타내었다. $300^{\circ}C$ 에서 등온열처리하였을 때는 경도의 변화가 거의 없었으나, $400^{\circ}C$ 이상의 온도에서 등온열처리 시간이 증가함에 따라 Ce이 첨가된 시편이 Al-8wt.%Fe 시편보다 경도의 감소가 억제됨을 알 수 있었다. 그림 8은 Al-8wt.%Fe와 Al-8wt.%Fe-4wt.%Ce 압출재의 등온열처리 온도와 시간의 변화에 따른 인장시험의 결과를 각각 나타내고 있다. $300^{\circ}C$ 에서 1000시간까지 등온열처리에 따라 as-extruded 시편에 비해 Al-8wt.%Fe 시편은 5.2%, Al-8wt.%Fe-4wt.%Ce 시편은 3.2%로 비교적 작은 인장강도 감소를 나타내었으나 $400^{\circ}C$ 에서 1000시간 동안 등온열처리하였을 때 Al-

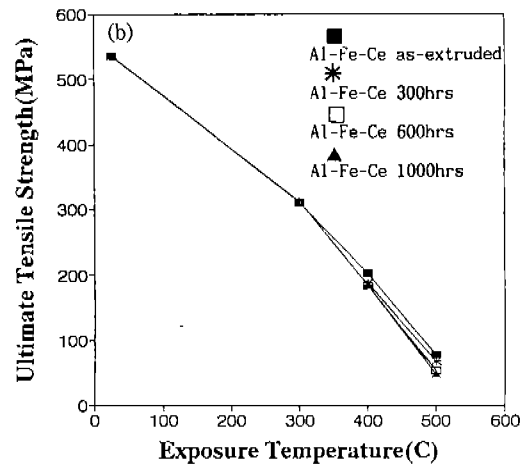
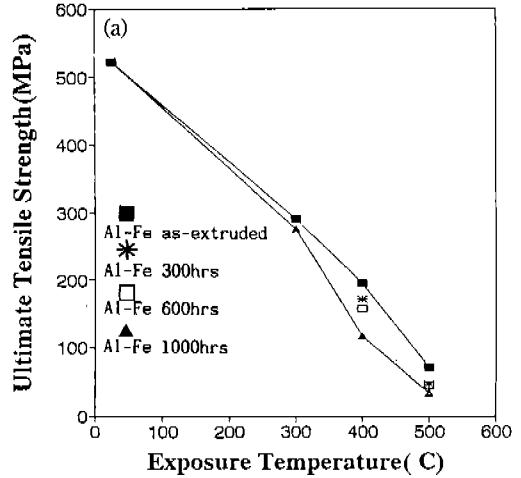


Fig. 8. Effects of exposure temperature and time on the ultimate tensile strength measured at each exposure temperature; (a) Al-8wt.%Fe and (b) Al-8wt.%Fe-4wt.%Ce.

8wt.%Fe 시편은 40.5%, Al-8wt.%Fe-4wt.%Ce 시편은 8.37%의 감소를 나타내어 Ce이 첨가된 시편은 $400^{\circ}C$ 에서 열적안정성이 높은 반면, Ce이 첨가되지 않은 시편은 열적안정성이 떨어지는 것으로 판단되었다. 한편, $500^{\circ}C$ 에서 1000시간까지 등온열처리 시간에 따라 Al-8wt.%Fe 시편은 52.8%, Al-8wt.%Fe-4wt.%Ce 시편은 38.9%의 감소를 나타내었다. 위와 같이 등온열처리 온도와 시간이 증가함에 따라 Ce이 첨가됨으로 기계적 성질의 저하가 억제된 것은 Ce이 첨가됨으로써 Al 기지내에 형성된 $Al_{13}Fe_4$ 상의 조대화를 억제하고 고온에서 안정한 Al_4Ce 상과

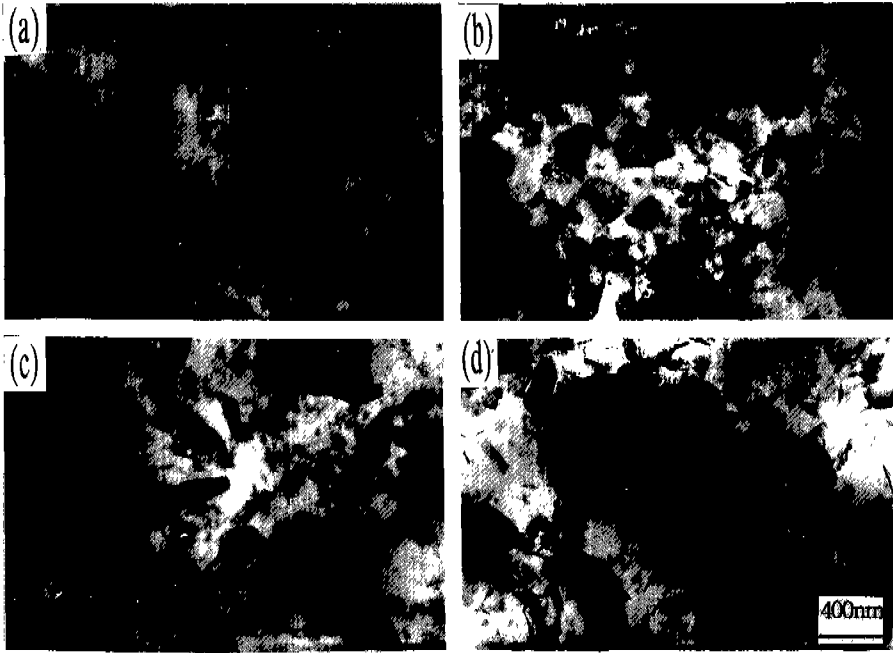


Fig. 9. Bright field transmission electron micrographs of mechanically alloyed Al-8wt.%Fe after isothermal annealing for 1000 hrs; (a) as extruded, (b) 300°C, (c) 400°C and (d) 500°C.

$\text{Al}_{13}\text{Fe}_3\text{Ce}$ 상을 형성하기 때문으로 생각된다. 한편 Ce이 첨가되지 않은 시편에서 형성되는 $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ 상은 350°C까지는 열적으로 안정하다고 보고되었지만²⁾ 400°C에서 조대화현상이 두드러졌으며 이는 후에 기술될 TEM 관찰과도 일치하고 있다. 한편, Millan 등은 RSP Al-Fe-Ce 합금을 1000시간 등온열처리 하였을 때 340°C부터 미세구조가 취약해지고 상의 조대화가 뚜렷하다고 보고하였다.²¹⁾ 본 실험에서 Al-8wt.%Fe-4wt.%Ce 합금이 400°C에서 1000시간까지 등온열처리하였을 때 열적으로 안정함을 나타낸 것은 가공조절제나 원료분말의 표면에 존재하는 산소나 탄소에 의해 MA 과정에서 미세하게 분포된 Al_2O_3 와 Al_4C_3 등의 영향으로 생각된다.⁵⁾

3.4. 미세조직 관찰

그림 9는 Al-8wt.%Fe 합금의 압출재 및 300, 400, 500°C에서 1000시간 동안 등온열처리한 시편의 TEM 미세조직 사진이다. 압출재의 미세조직 사진(그림 9(a))에서 100~200 nm 크기의 침상 석출물과 약 300 nm 크기의 결정립을 관찰할 수 있었으며 이 침상 석출물은 $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ 상으로 확인되었다(그림 10

(a)~(c)). 300°C에서 등온열처리한 시편의 미세조직(그림 9(b))은 압출재와 비교하여 큰 변화는 관찰할 수 없었으나 400°C에서 등온열처리한 시편의 미세조직(그림 9(c))은 침상인 $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ 상이 약 400~800 nm의 크기로 조대화되었고 결정립도 약 500 nm까지 성장하였다. 한편 500°C에서 등온열처리한 시편의 미세조직(그림 9(d))에서는 결정립이 600~800 nm까지 성장하였고, 이전까지 관찰되지 않은 약 100 nm 크기의 예리한 침상을 관찰할 수 있었고 EDAX 분석결과와 Al과 C의 화합물임을 알 수 있었고 그림 8의 결과로 보아 이 석출물은 고온강화기구에 큰 기여를 하지 못하는 것으로 생각된다.

그림 11은 Al-8wt.%Fe-4wt.%Ce 합금의 압출재 및 300, 400, 500°C에서 1000시간 동안 등온열처리한 시편의 미세조직을 나타내는 사진이다. 압출재(그림 11(a))와 300°C에서 등온열처리한 시편(그림 11(b))은 Al-8wt.%Fe 시편의 미세조직과 유사한 경향을 나타내었으며, $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ 상 외에 $\text{Al}_{13}\text{Fe}_3\text{Ce}$ 상(그림 10(d), (e), (f))과 Al_4Ce 상(그림 12)을 확인할 수 있었다. 400°C에서 등온열처리한 시편(그림 11(c))에서 $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ 상은 약 400 nm의 크기로, $\text{Al}_{13}\text{Fe}_3\text{Ce}$ 상은 약 300

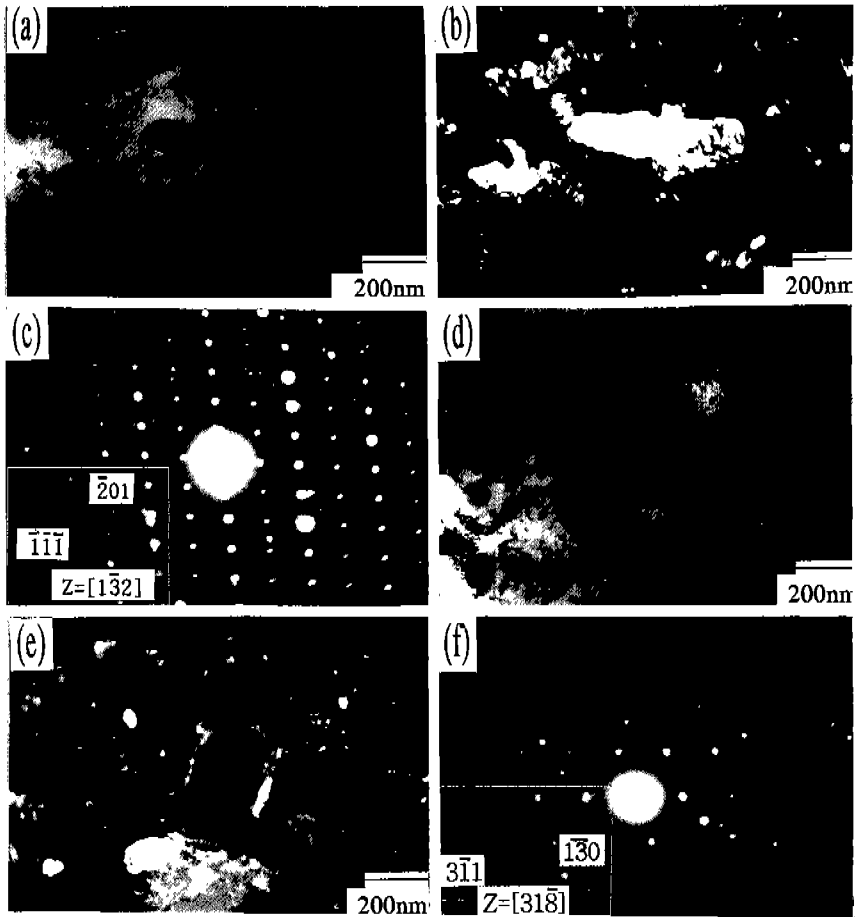


Fig. 10. Transmission electron micrographs and selected area diffraction (SAD) patterns of as-extruded specimens; (a) bright field image of $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$, (b) dark field image of $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$, (c) SAD pattern of $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$, (d) bright field image of $\text{Al}_{13}\text{Fe}_3\text{Ce}$, (e) dark field of $\text{Al}_{13}\text{Fe}_3\text{Ce}$ and (f) SAD pattern of $\text{Al}_{13}\text{Fe}_3\text{Ce}$.

nm의 크기로 분포하여 같은 조건의 Al-8wt.%Fe 시편보다 조대화 속도가 느린 것을 알 수 있었다. 500°C에서 등온열처리한 시편(그림 11(d))의 결정립 크기는 400~800 nm였고 Al-8wt.%Fe 시편의 경우와 같이 Al과 C의 화합물로 판단되는 침상을 관찰할 수 있었다(그림 13).

한편, 등온열처리 온도와 시간에 따른 석출상 조대화의 율속단계를 부피확산으로 보고 석출물의 변형에너지는 무시하며 석출물의 양이 적고 형태가 구형이라 가정하면, LSW(Lifshitz, Slyozov and Wagner) 이론²²⁾을 적용하여 일정온도에서 시간에 따른 평균입자의 크기를 다음과 같은 식으로 표현할 수 있다.

$$r^3 - r_0^3 = k(t - t_0) \quad (1)$$

$$k = 8\sigma DC_0 V_m^2 / (9vRT) \quad (2)$$

r : 평균입자의 반경

D : 기지에서 율속단계성분의 부피확산계수

C_0 : 절대온도 T에서 율속단계성분의 기지에서 고용도

V_m : 본상상의 몰부피

v : 화학양론적인 항

σ : 분산상과 기지와의 계면에너지

R : 기체상수

분산상의 조대화속도를 낮추어 합금의 열적안정성을 높이기 위해서는 식 (2)의 σDC_0 항의 값이 작

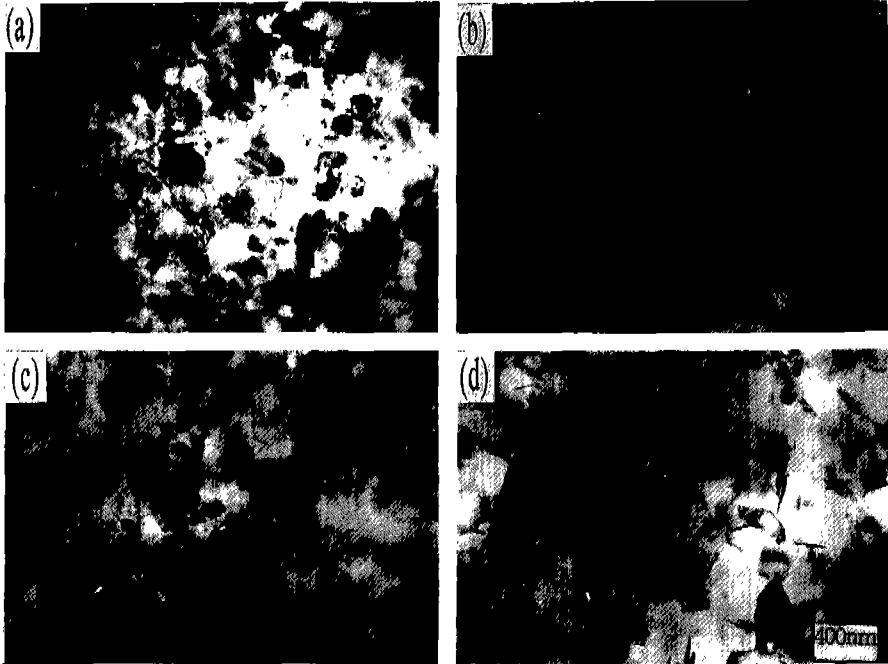


Fig. 11. Bright field transmission electron micrographs of mechanically alloyed Al-8wt.%Fe-4wt.%Ce after isothermal annealing for 1000 hrs; (a) as-extruded, (b) 300°C, (c) 400°C and (d) 500°C.

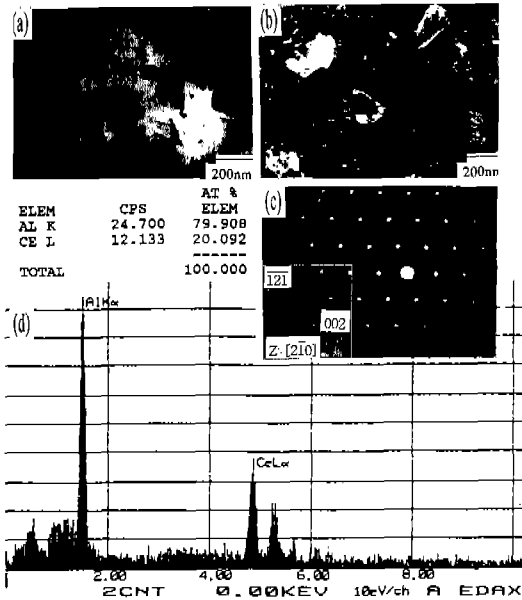


Fig. 12. Transmission electron micrographs, selected area diffraction pattern and EDAX analysis of as-extruded Al-8wt.%Fe-4wt.%Ce; (a) bright field image of Al₄Ce, (b) dark field image of Al₄Ce, (c) selected area diffraction pattern of Al₄Ce and (d) energy dispersive X-ray spectroscopy analysis of Al₄Ce.

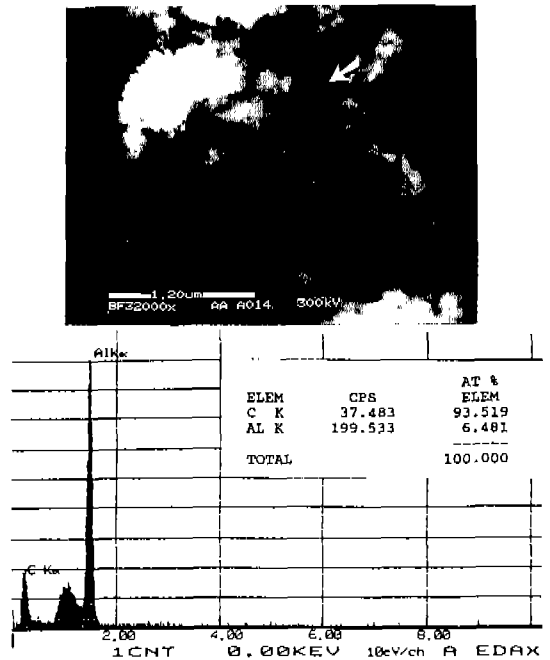


Fig. 13. Energy dispersive spectra and quantitative X-ray microanalysis from the Al-8wt.%Fe-4wt.%Ce aged at 500°C for 1000 hrs.

아야 한다. 계면에너지 σ 의 값을 낮추기 위해서는 Al 기지와 석출상이 정합성을 가져야 하지만 Al은 FCC, $Al_{13}Fe_4$ 은 monoclinic, Al_4Ce 와 $Al_{13}Fe_3Ce$ 은 orthorhombic 구조로 $Al_{13}Fe_4$ 은 격자상수중 c축으로 Al과 정합이 이루어지지 않고 Al_4Ce 는 10.75%, $Al_{13}Fe_3Ce$ 는 12.85%의 불일치도(δ)를 가져 $Al_{13}Fe_4$ 는 Al_4Ce 와 $Al_{13}Fe_3Ce$ 보다 정합성이 떨어질 것으로 생각된다. Al 기지에서 Fe와 Ce의 확산계수²³⁾를 보면, 482°C에서 각각 $D_{Fe}=5.66 \times 10^{-11}$, $D_{Ce}=3.79 \times 10^{-14}$ cm²/sec으로 Ce의 확산계수가 Fe보다 약 1000배 낮다. 또한, 같은 온도에서 Fe와 Ce의 Al 기지에서 고용도²³⁾를 살펴보면 Fe는 1.20×10^{18} atom/cm³이고, Ce은 6.02×10^{17} atom/cm³으로 같은 온도에서 Ce의 고용도가 Fe보다 낮다. 따라서 Ce이 첨가된 경우 σD_{Ce} 값이 Al-Fe 합금보다 낮아 Ce을 포함하는 석출물인 Al_4Ce 와 $Al_{13}Fe_3Ce$ 의 조대화를 억제하였다고 생각한다.

4. 결 론

1) MA 정상상태 도달시간은 가공조절제로 스테아린산을 1.5 wt% 첨가하고, 임펠러의 회전속도는 300 rpm, 볼 대 분말의 장입비 50 : 1인 조건에서 Al-8wt.%Fe에 Ce을 4 wt.% 첨가함에 따라 1000분에서 1300분으로 증가하였다.

2) 550°C에서 1시간 탈가스처리 후 500°C에서 압출한 시편을 XRD와 TEM 분석결과, Al-8wt.%Fe 시편에서는 $Al_{13}Fe_4$ 상을, Al-8wt.%Fe-4wt.%Ce 시편에서는 $Al_{13}Fe_4$, Al_4Ce , $Al_{13}Fe_3Ce$ 상을 확인하였다.

3) 1000시간 등온열처리에 따른 Al-8wt.%Fe 합금의 경도는 500°C에서부터 급격히 감소하기 시작하였으나 Ce을 첨가함에 따라 경도의 감소가 억제되어 500°C에서도 초기경도값을 유지하였다.

4) 1000시간 등온열처리 후 고온인장시험을 한 결과 Al-8wt.%Fe 합금의 UTS값은 400°C에서부터 등온열처리 시간이 증가함에 따라 현저히 감소하였다. 이는 $Al_{13}Fe_4$ 상의 급격한 조대화와 결정립의 성장 때문인 것으로 생각되며 Ce을 첨가함에 따라 500°C에서도 등온열처리에 따른 UTS값의 감소는 작았다. 이것은 Ce을 첨가함에 따라 열적으로 안정한 Al_4Ce 와 $Al_{13}Fe_3Ce$ 상의 석출되어 Al 기지내의 석출물의 조대화가 억제되었기 때문으로 생각된다.

5) Al-8wt.%Fe, Al-8wt.%Fe-4wt.%Ce 합금을 500°C에서 1000시간 등온열처리한 결과, 평형상인 $Al_{13}Fe_4$, Al_4Ce , $Al_{13}Fe_3Ce$ 와는 다른 침상의 석출물이 관찰되었고 EDAX 분석결과 Al과 C의 화합물로 생각되며 500°C에서의 UTS값에 큰 영향을 주지 않는 것으로 생각된다.

감사의 글

본 연구는 92년도 한국과학재단의 재정지원으로 수행되었으며, 이에 심심한 감사를 드립니다.

참 고 문 헌

1. F. H. Froes: Metal Powder Reports, January (1989) 59
2. F. H. Froes: Metal Powder Reports, May (1988) 342
3. F. H. Froes: Metal Powder Reports, January (1989) 59
4. F. H. Froes and J. R. Pickens: J. Met., January (1989) 14
5. J. Kumpfert, G. Staniek, W. Kleinekathöfer and M. Thumann: *Structural Application of Mechanical Alloying*, ASM International Conference, Myrtle Beach South Carolina, 27-29, March (1990) 163
6. J. S. Benjamin: Metall. Trans., **1** (1970) 2943
7. J. S. Benjamin and R. D. Schelleng: Metall. Trans., **12A** (1981) 1827
8. Y. W. Kim and L. R. Bidwell: Scr. Metall., **15** (1981) 483
9. R. D. Schelleng: J. Met., January (1989) 32
10. J. S. Benjamin and J. E. Volin: Met. Trans., **5A** (1974) 1929
11. P. S. Gilman and W. D. Nix: Metall. Trans., **12A** (1981) 813
12. 임유섭, 이정섭: 대한금속학회지, **29** (1991) 749
13. R. E. Reed-Hill: *Physical Metallurgy Principles*, 2nd Ed., D. Van, Nostrand Co, New York (1973) 282
14. B. D. Cullity: *Elements of X-ray Diffraction*, Addison-Wesley Pub. Co., New York (1978) 281
15. J. Zbiral, G. Jangg and G. Korb: Materials Science Forum, Vols. 88-90, P. H. Shingu (Ed.), Trans Tech Publications, Switzerland (1992) 19
16. T. B. Massalski et al.: *Binary Phase Diagrams*, 2nd Eds., Vol. 1, ASM International, Materials Park,

- OH 44073, USA (1992) 135, 148
17. Raghavan ayer, L. M. Angers, R. R. Mueller, J. C. Scanlon and C. F. Klein: *Metall. Trans.*, **19A** (1988) 1645
18. D. L. Yaney and W. D. Nix: *Metall. Trans.*, **18A** (1987) 893
19. M. L. Vecoglue and W. D. Nix: *New Materials by Mechanical Alloying Techniques*, E. Arzt and L. Schulz (Eds.), DGM Informationsgesellschaft, Oberursel (1989) 287
20. A. Jonejc: *Metall. Trans.*, **2** (1971) 437
21. P. P. Millan, Jr: *J. Metals*, **35**(3) (1983) 76
22. C. Wagner: *Z. Elektrochem.*, **65** (1961) 581
23. J. A. Hawk, L. M. Angers and H. G. F. Wilsdorf: *Dispersion Strengthened Aluminum Alloys*, Y. W. Kim and W. M. Griffith (Eds.), TMS (1988) 337