

# Al-Ni-Y 합금 비정질 리본의 열적 특성 및 리본 압출재의 고온변형 특성

고병철\* · 유연철\*

(1998년 2월 9일 접수)

## Thermal Properties of Al-Ni-Y Alloy Amorphous Ribbons and High Temperature Deformation Behavior of Al-Ni-Y Alloy Extrudates Fabricated with Amorphous Ribbons

Byung-Chul Ko and Yeon-Chul Yoo

### Abstract

Hot torsion tests were conducted to investigate the high temperature deformation behavior of  $Al_{85}Ni_{10}Y_5$  alloy extrudates fabricated with amorphous ribbons. The powder metallurgy routes, hot pressing and hot extrusion, were used to fabricate the extrudates. Thermal properties of amorphous ribbons with different thickness as a function of aging temperature were studied by thin film x-ray diffraction(XRD) and differential scanning calorimetry(DSC). The Al phase crystallite firstly formed in the amorphous ribbons and its crystallization temperature( $T_x$ ) was  $\sim 210$  °C. During the processings of consolidation and extrusion, nano-grained structure( $\sim 100$  nm) was formed in the  $Al_{85}Ni_{10}Y_5$  alloy extrudates. The as-extruded  $Al_{85}Ni_{10}Y_5$  alloy and the  $Al_{85}Ni_{10}Y_5$  alloy annealed at 250 °C for 1 hour showed a flow curve of DRV(dynamic recovery) during hot deformation at 400-550 °C. On the other hand, the  $Al_{85}Ni_{10}Y_5$  alloy annealed at 400 °C for 1 hour showed a flow curve of DRX(dynamic recrystallization) during hot deformation at 450-500 °C. Also, the flow stress and flow strain of the  $Al_{85}Ni_{10}Y_5$  alloy extrudate annealed at 400 °C were higher than those at 250 °C.

**Key Words** : Hot Torsion Tests, High Temperature Deformation, Amorphous ribbons, Nano-grained Structure, Dynamic Recovery, Dynamic Recrystallization

### 1. 서 론

나노재료(nanocrystalline materials)는 결정립 크기가 1~100 nm로써 기존의 금속재료의 것(>10  $\mu$ m, 10000 nm)보다는 훨씬 작아서 결정립계 면적이 결정립 크기에 비하여 50 %, 30 % 또는 10 %수준 등으로 큰 비중을

차지한다. 따라서 결정립의 개념이 기존의 것과는 상당히 달라질 뿐 아니라 나노재료가 되면 강도와 경도가 4~5배 증가하고 전기저항은 감소하고 연자성 특성은 월등히 좋아지는 긍정적인 연구결과가 나오고 있다.<sup>(1-3)</sup> 나노재료의 제조에는 기계적 혼합법 · 스퍼터링법 · 플라즈마법 · 금속용고법 등이 여러 가지 기술이 보고되고 있으나<sup>(4, 5)</sup>

\* 인하대학교 공과대학 금속공학과

대개 이들 제조법에서는 제조물량이 대단히 작거나 아니면 물질특성 연구수준으로 미량이었다. 그러나 급속응고법으로 비정질 재료를 만들고 이를 결정화 온도 근처에서 열처리하는 과정에서 나노크기의 결정립을 얻을 수 있음은 물론 이들의 기계적·물리적 특성이 비정질 단상재료 및 기존재료보다 우수하다는 연구결과<sup>(6, 7)</sup>가 발표된 후 나노재료의 벌크(bulk)화에 대한 연구가 새로운 관심거리로 등장하였다.

나노재료의 결정립 크기는 기존의 재료와는 근본적으로 차이가 나므로 변형거동 역시 차이가 날 것이며 또한 기존 결정립 재료에서와 같이 전위에 의한 강화기구가 동일하게 적용될 수 있는가는 대단히 중요한 문제이며, 이는 이 재료를 벌크화 시에 반드시 필요한 압연·압출·인발 등의 고온 소성가공 공정을 이해하는 데에도 반드시 필요한 부분이라 할 수 있다.

Al계 비정질 합금 중 Al-Ni-Y 비정질 합금은 ~980 MPa 이상의 높은 인장강도와 양호한 굽힘 연신율 등의 우수한 기계적 특성과 뛰어난 내식성을 갖는 재료로써, 명료한 유리전이(glass transition) 현상을 특징으로 한다.<sup>(8, 9)</sup> 따라서 본 연구에서는 고강도 경량합금 개발 차원에서 Al-Ni-Y의 3원계 조성 합금을 선정하여 멜트 스피닝(melt spinning)의 급냉법으로 비정질 리본 시료들을 만들고 이들의 열적특성으로부터 적정 성형조건을 밝힘은 물론 벌크화된 나노결정립 재료의 고온변형 특성이 기존 급속재료와 어떠한 차이가 있는지를 밝히고자 한 것이다. 즉, 비정질 시료를 결정화 온도(crystallization temperature,  $T_x$ ) 근처 혹은 적정온도 조건에서 압출하여 나노결정립의 벌크재료를 제조함은 물론 이의 고온변형 특성을 알아보려고 하였다. 또한, 비정질 리본으로 제조된 압출재의 동적재결정(dynamic recrystallization, DRX)과 동적회복(dynamic recovery, DRV) 등의 동적연화현상이 어떻게 나타나는지를 밝히고, 변형속도( $\dot{\epsilon}$ ) 및 변형온도( $T$ )에 따라 유동응력( $\sigma$ ) 수준이 기존재료와 어떻게 차이 나는지를 알아보려고 하였다.

## 2. 실험방법

나노결정립의  $Al_{85}Ni_{10}Y_5$  합금 압출재의 제조를 위해서 우선 단롤형(single roll) 멜트 스피닝(melt spinning)기를 이용하여 폭 1.5~2 mm, 두께 20~70  $\mu m$ 의 리본(ribbon) 시료를 얻었다. 이때 모든 원료 금속(Al, Ni, Y)의 순도는 99.9% 이상을 사용하여 2~4 mm인 노즐(no-

zzle)이 있는 투명 석영관 튜브에 전체 10 g이 되도록 장입하여  $\sim 4.5 \times 10^{-5}$  torr 진공 및 Ar 가스 분위기하에서 고주파 유도도로 용해한 후 물 선속도 46 m/sec(4000 rpm), 분사압력 0.8~1 kg/cm<sup>2</sup>의 조건하에서 비정질 리본 시료들을 제조하였다.

얻어진 비정질 리본들로부터 나노결정립의 벌크 압출재의 제조를 위한 적정 성형 및 압출온도 조건을 얻고자 박막X선과 시차열량분석기(differential scanning calorimetry, DSC)를 사용하여 멜트 스피닝시 얻어진 리본의 비정질화 정도와 어닐링 처리에 따른 결정화 정도를 분석하였다. 이때, 박막X선 및 DSC 분석을 위해 사용된 리본의 두께는 ~20, ~50, ~70  $\mu m$ 였으며, 250, 300, 350  $^{\circ}C$ 에서 60 sec 동안 어닐링한 후 Ar 분위기하에서 20  $^{\circ}C$ /min의 승온속도하에서 하였다.

$Al_{85}Ni_{10}Y_5$  합금의 비정질 리본으로부터 나노결정립으로의 벌크화는 얻어진 리본들을 직경 50 mm×길이 60 mm Al 6061 캔에 장입하여 400  $^{\circ}C$ 에서 120 MPa의 압력으로 가압성형하고 난 후 430  $^{\circ}C$ 에서 압출비 25:1로 직접 압출하여 봉상의 압출재(10 $\phi$ ×30 cm)를 얻었으며, 이를 250  $^{\circ}C$  및 400  $^{\circ}C$ 에서 1 시간 동안 어닐링처리한 후 고온변형하였다. 열처리조건에 따른 리본 압출재의 고온변형특성은 압출재를 직경 7 mm, 측정부위 10 mm의 고체형 비틀림 시편으로 기계가공하고 난 후 300, 350, 400, 450, 500, 550  $^{\circ}C$ 의 온도에서 0.5/sec의 변형속도로 비틀림 변형하여 평가하였으며, 이때 얻어진 유동응력 곡선 및 변형 후 미세조직으로부터  $Al_{85}Ni_{10}Y_5$  합금 압출재의 고온연화 및 고온유동응력 특성을 평가하였다.

리본 압출재의 미세조직은 주사전자 현미경(SEM)으로 관찰하였고 변형후 조직은 투과 전자현미경(TEM: Hitachi H900)으로 관찰하였다. 투과전자현미경 관찰을 위한 시편은 리본 압출재를 압출방향에 수직인 방향으로 절단하여 ~70  $\mu m$ 까지 그라인딩(grinding)하였으며, ~15  $\mu m$ 까지 딴플링(dimpling) 한 후에 Gatan社의 PIPS(precision ion polishing system)를 이용하여 제작하였다.

## 3. 실험결과 및 고찰

### 3.1 급냉응고로 제조된 리본의 열적특성

Fig. 1(a), (b), (c)는 각각 ~20, ~50, ~70  $\mu m$  두께의 급냉응고된  $Al_{85}Ni_{10}Y_5$  리본재의 어닐링 온도에 따른 박막 X-선 회절결과를 보여주고 있다. Fig. 1에서와 같

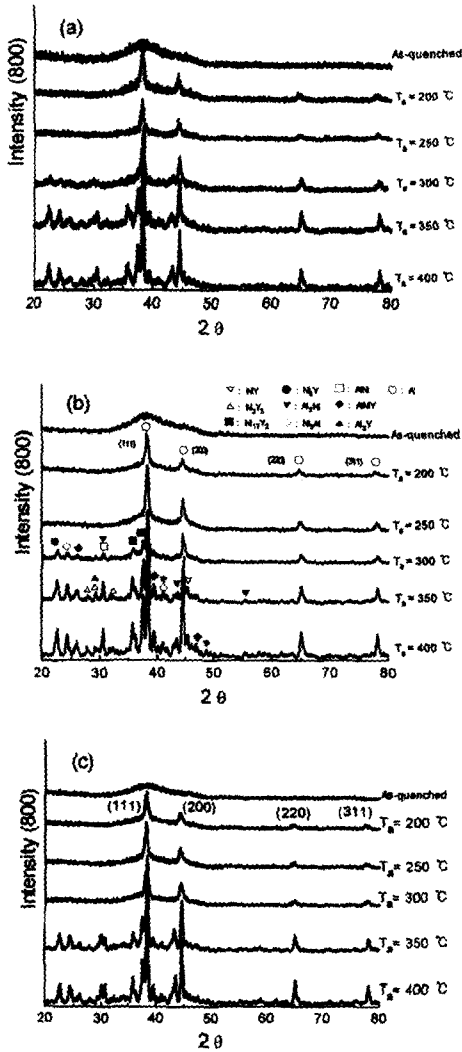


Fig. 1 Thin film x-ray diffraction patterns of amorphous  $Al_{85}Ni_{10}Y_5$  alloy ribbons with (a)  $\sim 20$ , (b)  $\sim 50$ , and (c)  $\sim 70 \mu m$  thicknesses annealed at different temperatures for 60 sec

이 급냉응고된 리본재에서는 결정질에 의한 날카롭고 강한 피크는 보이지 않고 넓고 약한 피크만이 나타나는 것으로 보아, 20~70  $\mu m$ 의 리본 두께에서 전형적인 비정질 상을 얻을 수 있음을 알 수 있었다. 한편,  $\sim 20 \mu m$  두께의 비정질 리본을 200, 250  $^{\circ}C$ 에서 어닐링할 경우에는 비정질화에 따른 넓은 피크 대신에 Al 상의 결정면에 해당하는 (111) (200) (220) (311) 피크가 뚜렷하게 나타나는 것으로 보아 Al 상이 비정질 모상에서 우선적으로 석출됨을 알 수 있고, 어닐링 온도가 300 $\rightarrow$ 400  $^{\circ}C$ 로 높아짐에

따라 Al 상에 해당하는 결정피크 강도값이 더욱 커지는 것으로 보아 Al 결정화에 따른 석출량이 증가함은 물론 Al 피크외에 금속간화합물에 해당하는 다른 석출상도 나타났다. 이와같은 결과는 리본 두께가  $\sim 50 \mu m$  일 때에도 거의 같은 경향으로 나타났으나, 리본 두께가  $\sim 70 \mu m$  일 때에는 어닐링 온도가 300  $^{\circ}C$ 일때 Al 상에 해당하는 피크만이 나타났으며, 이 이상의 온도에서 Al 상에 해당하는 피크와 금속간 화합물에 해당하는 피크가 같이 나타났다. 금속간 화합물에 해당하는 피크를 분석해본 결과 어닐링 온도에 따라 Al 기지금속에서 우선적으로 석출되는 금속간 화합물의 종류가 다르게 나타나는 결과를 얻을 수 있었다. 즉, 어닐링 온도가 낮은 경우에는  $Ni_3Al$ ,  $Ni_5Y$ ,  $AlNiY$ ,  $AlNi$  상들이 Al 기지모상에서 먼저 석출하였고 어닐링 온도가 더 높아지게 되면  $Ni_2Y_3$ ,  $Al_3Y_3$  상들이 석출하였다.

Fig. 2는  $\sim 70 \mu m$ 의  $Al_{85}Ni_{10}Y_5$  리본재의 어닐링 온도에 따른 시차주사열량(DSC) 곡선이다. 급냉응고된 리본재의 경우  $\sim 210 \text{ }^{\circ}C$ (결정화 시작온도 :  $T_c$ )에서 시작되는 비교적 넓고 약한 강도를 가지는 첫 번째 발열 피크와  $\sim 334 \text{ }^{\circ}C$ 에서 최대치를 갖는 좁고 예리한 강도의 두 번째 발열 피크 및  $\sim 364 \text{ }^{\circ}C$ 에서의 세 번째 발열 피크 3 개로 이루어져 있다. 이러한 리본재를 250  $^{\circ}C$ 에서 어닐링한 경우는 어닐링처리를 하지 않은 리본재와는 달리  $\sim 210 \text{ }^{\circ}C$ 에서의 첫 번째 발열 피크는 사라지고  $\sim 334 \text{ }^{\circ}C$ 의 두 번째 발열피크와  $\sim 364 \text{ }^{\circ}C$ 의 세 번째 발열 피크만이 나타났으며, 어닐링 온도가 300  $^{\circ}C$ 인 경우에는 세 번째 발열피크만이 나타났다. 또한, 어닐링 온도가 350  $^{\circ}C$ 인 경우에는 비정질 상에서 나타났던 모든 발열 피크가 나타나지 않는 것으로 보아  $\sim 350 \text{ }^{\circ}C$  이상에서는 비정질 리본의 완전

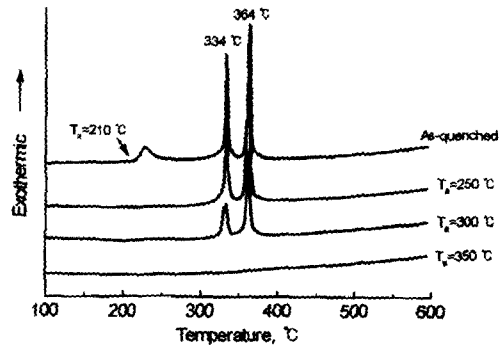


Fig. 2 Differential scanning calorimetric curve of an amorphous  $Al_{85}Ni_{10}Y_5$  alloy ribbon with  $70 \mu m$  thickness annealed at different temperatures for 60 sec

결정화가 일어남을 알 수 있다. 또한, 각각의 발열피크의 세기는 어닐링 온도 증가에 따라 감소하는 것으로 보아 온도증가에 따라서 열역학적으로 준안정 상태에 있는 비정질상으로부터 Al 상 및 화합물상의 분율이 점차 증가함을 알 수 있으며, 350 °C에서는 비정질상 모두가 결정화됨을 DSC 분석 결과로부터 확인할 수 있었다.

이와같이, Al-Ni-Y 비정질합금의 어닐링에 따른 결정화 거동에 대해 보고된 연구 결과<sup>18, 19)</sup>에 의하면 첫 번째 발열 피크는 비정질상에서 Al 상의 석출에 의한 것이고, 두 번째 발열피크는 남은 비정질상이 화합물 상으로 상변화에 의한 것이며, 세 번째 피크는 이미 결정화된 Al 상과 금속간 화합물상의 재결정 완료 때문인 것으로 알려져 있다.<sup>10, 11)</sup> 본 연구에서도 급냉응고된  $Al_{85}Ni_{10}Y_5$  합금 리본은 ~210 °C에서 Al 상이 우선적으로 결정화되고 난 후에 (Al, Ni) 또는 (Ni, Y)조성의 금속간 화합물이 ~330 °C에서 석출하고 이어서 ~350 °C에서 Al 상 및 화합물상이 재결정됨을 알 수 있었다. 그리고,  $Al_{85}Ni_{10}Y_5$  비정질 리본의 결정화시작 온도( $T_x$ )는 ~210 °C였는데, 이를 다른 연구자의 결과<sup>18, 19)</sup>인  $Al_{88}Y_2Ni_9Fe_1$ 와  $Al_{80}Y_{10}Ni_{10}$  비정질 리본의 결정화 온도와 비교하여 보면 이들의 결정화 온도는 각각 ~102 °C 및 330 °C로써 합금조성에 따라 비정질합금의 열적 안정성에 많은 차이가 있음을 알 수 있었다.

### 3.2 비정질 리본으로 제조된 압출재

Fig. 3(a)는 급냉응고된  $Al_{85}Ni_{10}Y_5$  리본들을 사용하여 400 °C에서 가압성형하고 430 °C에서 압출하고 난 후 SEM으로 관찰한 조직을 보여주고 있다. 리본들은 가압성형과 압출동안 많은 변형을 받아 리본들끼리의 비교적 양호한 접합이 이루어졌음을 알 수 있었다. 비정질 리본으로부터 나노결정립의 벌크화재를 얻기 위해 가압성형(hot pressing)조건과 열간압출(hot extrusion)조건이 매우 중요하게 되는데, 본 실험결과 가압성형온도가 낮은 경우에는 리본들끼리 접합이 양호하지 않아 압출용 빌렛(billet)을 제조할 수 없었으며, 열간압출의 경우에도 압출온도가 낮게 되면 리본제와 캔재료사이의 불균일한 소성유동으로 인해 압출이 불가능하였으며, 가로줄무늬(fir tree cracking), 중심부 파열(central bursting) 등의 압출결함이 나타나기도 하였다. 본 연구에서 선택한 가압성형온도는 비정질 리본이 모두 결정화되는 온도로서 나노결정립 재료의 제조를 위해서 비교적 높은 온도라 할 수 있으나, 압출결함이 전전한 압출재를 얻기 위해서 선택한 온도이다.

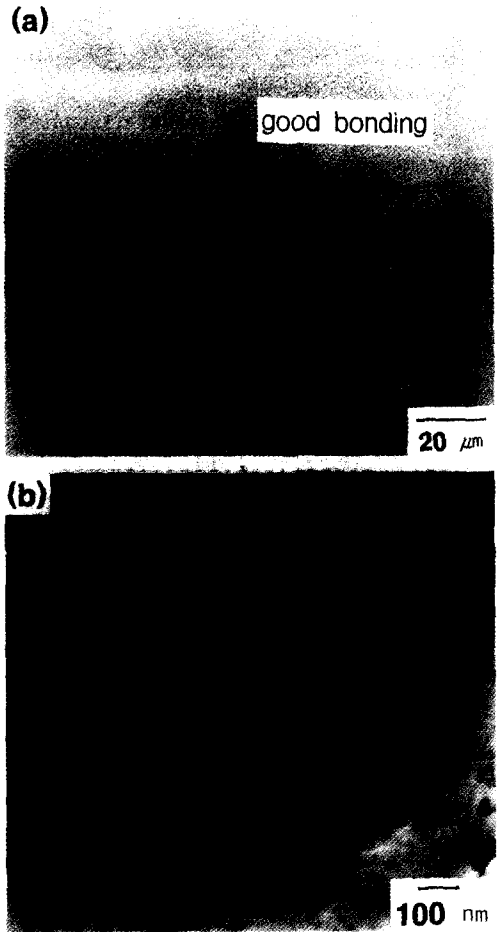


Fig. 3 (a) SEM micrograph of the  $Al_{85}Ni_{10}Y_5$  alloy extrudate fabricated with melt-spun ribbon along the longitudinal direction to the extrusion axis. (b) TEM bright field image of the  $Al_{85}Ni_{10}Y_5$  alloy extrudate showing a grain size about 100 nm

한편, 리본 압출재를 박막 X선 분석결과,<sup>10)</sup> Fig. 1의 400 °C에서 어닐링한 경우에 나타났던 Al과 금속간 화합물들에 해당하는 여러 피크들을 얻을 수 있었으며, DTA(differential thermal analysis) 분석결과에서도 Fig. 2의 결과에서 처럼 비정질상이 결정화될 때 나타났던 강한 발열피크는 나타나지 않는 것으로 보아 비정질 리본들은 가압성형과 압출변형동안에 모두 결정화되었음을 알 수 있었다. 또한, 리본 압출재의 결정립은 SEM으로 확인하기 어려워 이를 TEM으로 관찰한 결과 ~100 nm 이하의 미세한 결정립 크기(Fig. 3(b))를 얻을 수 있었다.

## 3.3 리본압출재의 변형특성

Fig. 4(a)는 어닐링 처리를 하지 않은  $Al_{85}Ni_{10}Y_5$  리본 압출재를 300~550 °C 온도범위에서 0.5/sec로 고온변형하고 난 후의 유동응력 곡선으로서 변형온도가 300→550 °C로 증가함에 따라 유동응력은 280→67 MPa로 감소하였고 파괴변형률은 0.21→1.69로 증가하였다. 즉, 유동응력 곡선상에 300 °C에서는 DRX에 의한 정상상태

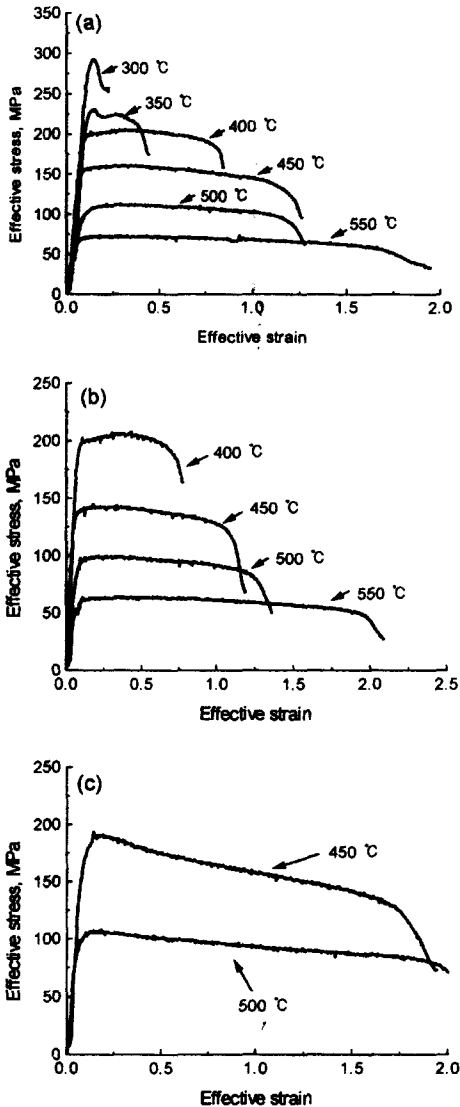


Fig. 4 Flow curves of the  $Al_{85}Ni_{10}Y_5$  alloys (a) as-extruded, (b) annealed at 250 °C, and (c) annealed at 400 °C for 1 hour, deformed at different temperatures(300, 350, 400, 450, 500, and 550 °C) under a strain rate of 0.5/sec

(steady state) 영역이 없이 가공경화 후 곧 파단되는 취성적 특성을 보였으며, 350 °C에서는 유동응력곡선의 형태가 가공경화 단계를 지나 최대응력의 단일 피크(single peak)를 보인 후 좁은 구간의 정상상태를 보이는 유동응력곡선을 얻었다. 그러나, 400~550 °C의 변형온도 구간에서는 300, 350 °C 변형온도와는 달리 가공경화 후 바로 넓은 구간의 정상상태를 보이는 DRV 형태의 유동응력을 보였다. 본 연구에서 얻어진 리본 압출재의 결정립 크기는 ~100 nm 이하로써 10~20 nm 크기의 미세 결정립은 얻어지지 않았지만 기존의 주조법이나 분말법의 ~30 μm 경우보다는 아주 작은 것이다. 또한, 일반적인 결정립 크기 재료와는 달리 결정립내에는 전위나 쌍정 등의 결함이 관찰되지 않는 것으로 보아, 고온변형중에 DRX의 핵생성에 필요한 임계전위일도값에 도달하지 못하리라는 것을 예측 할 수 있다. 따라서, 본 재료에서처럼 결정립내에 전위가 없는 나노결정 재료의 고온연화 기구는 유동곡선 형태로부터 DRV라고 결정할 수 있을 것이다.

일반 금속재료를 고온변형할 경우 변형중에 DRX가 발생하면 유동응력곡선상에 최대응력 이후 변형량 증가에 따라 유동응력이 일정하게 되는 정상상태(steady state) 구간이 존재하게 된다.<sup>(13)</sup> Fig. 4(a)에서와 같이, 어닐링 처리를 하지 않은  $Al_{85}Ni_{10}Y_5$  리본 압출재를 350 °C에서 변형할 경우 유동곡선 형태는 단일 피크를 갖는 DRX와 유사하지만, 정상상태 구간이 작고 낮은 연신율( $\epsilon_f = 0.38$ )에서 바로 파단되는 특성으로 보아 이와같은 유동곡선 형태는 고온변형 중 전위 축적과 소멸에 따른 DRX 연화특성 때문이 아니라 변형시 리본들끼리 계면에서 응력 집중이 우세하였기 때문이라고 판단된다. 또한, 리본 압출재의 열간압출동안에 심한변형으로 인해 줄무늬 콘트라스트 형태의 불안정한 결정립<sup>(10)</sup> 등도 이 재료의 연신을 저하에 영향을 주었으리라 판단된다. 그러나, 400 °C 이상의 변형온도에는 연신율이 증가하였으며, 550 °C에서 가장 높은 연신율( $\epsilon_f = 1.69$ )을 나타내었다. 따라서,  $Al_{85}Ni_{10}Y_5$  리본 압출재는 ~350 °C 이하의 저온에서는 취성적 특성을, ~400 °C 이상의 고온에서는 연성적 특성을 보였으며 이 재료의 고온연화기구는 유동곡선의 형태로 보아 DRV라고 하는 것이 타당하겠다. 한편, 250 °C에서 어닐링처리를 한  $Al_{85}Ni_{10}Y_5$  리본 압출재의 유동응력곡선의 형태도 어닐링 처리를 하지 않은 경우와 마찬가지로 DRV 형태였다. 그러나, 400 °C에서 어닐링 처리를 한  $Al_{85}Ni_{10}Y_5$  리본 압출재의 유동응력곡선의 형태는 가공경화 단계를 지나 최대응력의 단일피크(single peak)를 보

이는 DRX 형태를 나타내었다.

Fig. 4(b), (c)는 각각  $Al_{85}Ni_{10}Y_5$  리본 압출재를 250 °C, 400 °C에서 1 시간 동안 어닐링 처리하고 난 후 400~500 °C의 온도범위에서 0.5/sec로 고온변형하고 난 후의 유동응력 곡선이다. 250 °C에서 어닐링한 경우 (Fig. 4(b)) 유동응력 및 파괴변형률은 어닐링처리를 하지 않은 경우 (Fig. 4(b))와 유동응력이 비슷하였으며, 유동응력곡도 DRV 형태로 나타났다. 그러나, 400 °C에서 어닐링한 경우 (Fig. 4(c))의 유동응력 및 파괴변형률은 어닐링 처리를 하지 않은 압출재 및 250 °C 어닐링재보다 높게 나타났다. 즉, Fig. 4 (c)에서와 같이, 450 °C에서 고온유동응력값은 ~191 MPa로써 250 °C 어닐링재

(~143 MPa)보다 크게 나타났으며, 연신율도 ~1.71로써 250 °C 어닐링재(~1.05)보다 ~63 % 향상됨을 알 수 있다. 이와 관련하여, 리본압출재의 유동응력 값(~191 MPa : 450 °C, 0.5/sec)을 15 vol. % SiCp/AA2024 복합재료<sup>(11)</sup>의 경우(초기 결정립 크기, ~7 μm)와 비교해보면, 복합재료의 유동응력값(~165 MPa : 370 °C, 0.5/sec)보다도 높았으며, 500 °C에서도 ~105 MPa로 기존의 고강도 Al합금재료 및 Al합금기 복합재료<sup>(12, 13)</sup>보다도 높은 고온유동응력 특성을 나타내었다.

Fig. 5(a), (b)는 400 °C에서 어닐링 처리를 한  $Al_{85}Ni_{10}Y_5$  리본 압출재를 450 °C에서 0.5/sec로 고온변형하고 난 후의 TEM 명시야상조직 및 회절패턴 결과를 나타낸다. Fig. 5(a)에서와 같이, 고온변형동안에 ~80 nm의 등축정 형태의 미세한 결정립내에 전위가 거의 존재하지 않는 변형조직을 얻을 수 있었다. Fig. 5(b)에서처럼 강한 회절점들은 고온변형동안 안정화된 금속간 화합물에 기인한 것으로 사료되며 이들의 크기가 너무 미세하여 결정립과 명확히 구분하기는 어려웠고, 약한 회절점들은 Al 기지재료로부터 기인한 것으로 사료된다. 일반적으로 마이크로 결정립 크기의 금속재료를 고온변형시에 DRX가 발생하면 유동곡선은 최대응력과 정상상태를 갖는 형태이며 변형조직은 등축정의 결정립, 아결정립, 결정립내 전위 등을 특징으로 한다.<sup>(13, 14)</sup> 그러나, 결정립 크기가 나노크기일 경우에는 Fig. 4(c)에서와 같이 유동곡선은 DRX 형태로 나타날지라도 변형조직에서는 아결정립과 전위가 거의 없는 미세조직을 얻을 수 있었다. 따라서, 초기 결정립의 크기가 나노단위로 너무 작게되면 고온변형중에 DRX가 발생할지라도 결정립내에 아결정립을 갖지 못하리라 여겨지며 나노결정립 재료는 일반재료와는 달리 DRX에 대한 새로운 접근이 필요하다고 판단된다.

#### 4. 결론

$Al_{85}Ni_{10}Y_5$  합금조성을 갖는 비정질 리본의 열적 특성 및 리본압출재의 고온변형 특성을 연구하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

(1) 멜트스피닝법으로 얻어진  $Al_{85}Ni_{10}Y_5$  비정질 리본을 시효처리한 결과 결정화시작온도는 ~210 °C였고, ~334 °C에서 화합물상 석출 그리고 ~364 °C에서 재결정이 완료되는 3 단계 결정화 거동을 보였으며, 결정화시작온도는  $Al_{88}Y_2Ni_9Fe_1$  비정질 리본(~102 °C)보다 높았으며  $Al_{80}Y_{10}Ni_{10}$  비정질 리본(330 °C)보다는 낮았다.

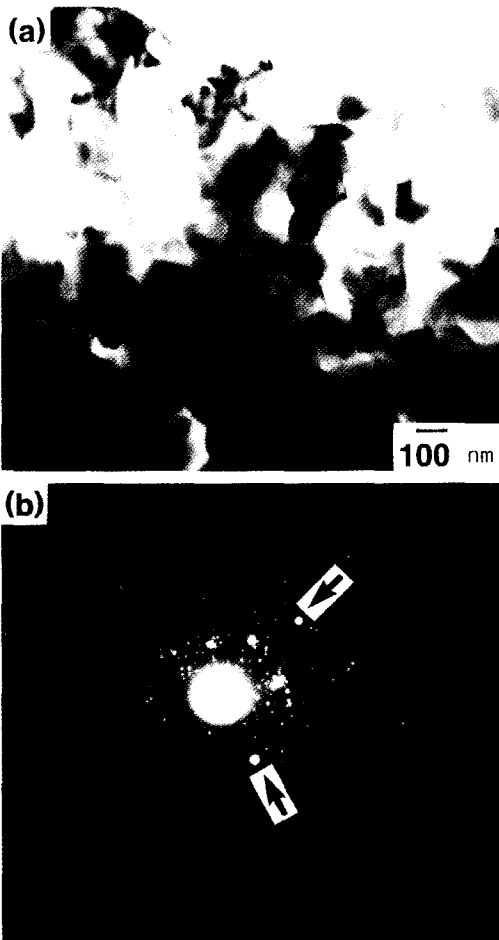


Fig. 5 (a) TEM bright field image and (b) diffraction pattern of the  $Al_{85}Ni_{10}Y_5$  alloy (annealed at 400 °C for 1 hour) deformed at 450 °C under a strain rate of 0.5/sec

(2) 비정질 리본을 사용한 경우에 있어서도 분말압출공정을 적용하여 나노결정립의 벌크 성형화(bulk consolidation)가 가능하였다. 즉, 400 °C 가압성형과 430 °C 압출변형으로부터 등축정에 전위가 없는 나노 결정립 크기 (~100 nm 이하)의  $Al_{88}Ni_{10}Y_2$  압출재를 얻을 수 있었다.

(3) 어닐링 처리를 하지 않은 리본압출재 및 250 °C에서 어닐링한 리본압출재의 고온변형시( $T=400\sim 550$  °C,  $\dot{\epsilon}=0.5$ /sec) 유동응력곡선은 가공경화 후 정상상태를 보이는 동적회복(DRV) 형태로 나타났으나, 400 °C에서 어닐링한 리본압출재의 경우는 동적재결정(DRX)의 유동곡선형태를 나타내었으며 결정립 크기도 초기결정립 크기 (~100 nm)보다 작아(~80 nm) 결정립 미세화 효과를 기대할 수 있었다.

(4) 동적재결정 형태의 유동곡선에서 얻은 변형조직은 일반금속재료와 마찬가지로 등축정 형태로 나타났으나 아 결정립과 전위가 없는 변형조직을 얻을 수 있었는데 이는 초기결정립크기가 나노크기로 너무 작기 때문이라고 판단된다.

## 후 기

본 연구는 1996년도 한국과학재단 ('96 핵심전문연구: 과제번호 961-0801-003-2) 연구비 지원에 의해 이루어졌으며 이에 감사드립니다.

## 참고문헌

- (1) C. Suryanarayana, 1995, "Nanocrystalline Materials", *Inter. Mater. Reviews*, 40(2), pp. 41~64.
- (2) J. S. Lee, K. Y. Kim, T. H. Noh, I. K. Kang and Y. C. Yoo, 1995, "The Magnetic Properties of Ultrathin FeNbCu Nanocrystalline Alloy", 31(6), pp.3901~3903.
- (3) A. Inoue, J. Park, A. Makino and T. Masumoto, 1995, "Nanocrystalline Mixed Structure Prepared by Crystallization of Cu-Ag-La Amorphous Alloys", 36(6), pp. 697~704.
- (4) R. S. Averbach and H. J. Hofler, "Processing and Properties of Nanophase Materials", *Microcomposites and Nanophase Materials*(ed. D. C. Van Aken, G. S. Was and A. K. Ghosh) *The Minerals, Metals & Materials Soc.*, pp. 27~39.
- (5) R. Suryanaryanan, Claire A. Frey, and Shankar M. L. Sastry, 1996, "Mechanical Properties of Nanocrystalline Copper Produced by Solution-Phase Synthesis", *J. of Mater. Res.*, 11(2), pp. 439~448.
- (6) A. Inoue, T. Zhang and T. Masumoto, 1997, "Preparation of Bulky Amorphous Zr-Al-Co-Ni-Cu Alloys by Copper Mold Casting and Their Thermal and Mechanical Properties", 36(3), pp. 391~398.
- (7) F. H. Froes and C. Suryanarayana, 1989, "Nanocrystalline Metals for Structural Applications", *JOM*, pp. 12~17.
- (8) Y. H. Kim, A. Inoue and T. Masumoto, 1990, "Ultrahigh Tensile Strengths of  $Al_{88}Y_2Ni_9M_1$  ( $M=Mn$  or  $Fe$ ) Amorphous Alloys Containing Finely Dispersed fcc-Al Particles", *Mater. Trans., JIM*, 31(8), pp. 747~749.
- (9) A. Inoue, K. Ohtera, A. Tsai, H. Kimura and T. Masumoto, 1990, "New Amorphous Al-Ln( $Ln=Pr, Nd, Sm$  or  $Gd$ ) Alloys Prepared by Melt Spinning", *Japan J. of Applied Phys.* 27(9), pp. L1597~L1586.
- (10) 고병철, 유연철, 1998, "나노결정립 크기의  $Al_{85}Ni_{10}Y_5$  합금 압출재의 제조 및 고온변형 특성에 관한 연구", *대한금속학회지*, 36(4), pp. 575~580.
- (11) B. C. Ko, K. Park, and Y. C. Yoo, "Hot Deformation Behavior of  $SiC_p/Al$  2024 Composites Reinforced with Different Sizes of  $SiC_p$  Reinforcements", *Mater. Sci. and Technol.*, in press
- (12) 고병철, 김종현, 유연철, 1998, "AA5083 합금의 고온변형시 유동응력 및 연신율에 미치는 온도와 변형속도의 영향", *한국소성가공학회지*, 7(2), pp. 168~176.
- (13) Y. C. Yoo, J. S. Jeon and H. I. Lee, 1997, "The Effect of SiC Whiskers on the Hot Deformation Behavior of SiCw/AA2124 Composites", *Comp. Sci. and Technol.*, 57 pp. 651~654.
- (14) B. C. Ko and Y. C. Yoo, "Hot Deformation Behavior of AA2124 Composites Reinforced with Both Particles and Whiskers of SiC", *Comp. Sci. and Technol.*, in press.