

기계적 합금화에 의한 NiAl-Fe-AlN-Al₂O₃ 합금분말의 제조, 열간 성형, 이차재결정화 및 기계적 성질 평가에 관한 연구

어 순 철

충주대학교 재료공학과

A Study of Production, Hot Consolidation, Secondary Recrystallization and Mechanical Property Assessment of Mechanically Alloyed NiAl-Fe-AlN-Al₂O₃

Soon-Chul Ur

Dept. of Materials Science and Engineering, Chungju National University,
Chungju 380-702, Korea

(Received January 18, 1999)

Abstract Ni(Fe)Al powders containing a homogeneous distribution of the *in-situ* formed AlN and Al₂O₃ dispersoids have been produced by mechanical alloying process in a controlled atmosphere using high energy attrition mill. The powders have been successfully consolidated by hot extrusion process. The phase information investigated by TEM and XRD analysis reveals that Fe can be soluble up to 20% to the NiAl phase (β) at room temperature after MA process. Subsequent thermomechanical treatment under specific condition has been tried to induce secondary recrystallization (SRx) to improve high temperature properties, however, the clear evidence of SRx was not obtained in this material. Mechanical properties in term of strength at room temperature as well as at high temperatures have been improved by the addition of AlN, and the room temperature ductility has been shown to be improved after heat treatment, presumably due to the precipitation of second phase of α in this material.

1. 서 론

규칙화 B₂ 구조의 NiAl 금속간화합물은 현재 gas turbine blade 등에 사용되고 있는 초내열합금의 단점을 보완, 대체할 수 있는 차세대 고온구조재료로의 잠재력을 가진 우수한 재료이다.^{1,2)} 그러나 주조법으로 제조된 NiAl은 금속간화합물의 통상의 속성인 상온연성이 크게 부족하고, 순수 단상의 다결정 미세조직의 경우 creep 강도가 낮은 단점이 있어, 이들을 보완하기 위하여 복합재료의 형태나, 분산강화합금(dispersion strengthened alloy)형태를 통한 개선방안이 제시되고 있으며,^{1,2)} 이들은 기계적 합금화(mechanical alloying)공정을 통해 그 가능성이 구체화되고 있다.^{3,4)} 기계적 합금화 공정은 조직의 극미세화에 의한 기계적 성질과 인성의 개선, 제 3 원소의 첨가시 균

일한 분산효과 및 극미세 산화물의 *in-situ* 형성에 의한 분산강화와 composite 효과를 크게 기대할 수 있으며, 현재 산화물 분산강화(ODS) 초내열 합금 및 금속간화합물 등에 응용되고 있는 신기술의 하나이다.^{3,5)}

NiAl은 기계적 합금화에 의해 결정립이 극미세화되어 Von-Mises 항복조건을 만족시키는 독립 슬립계(independent slip system)가 추가로 작동됨으로써 상온 연신이 확인되어 그 개선의 가능성이 보여졌고,⁶⁾ MA NiAl-Fe 합금에도 파괴인성(K_{IC})이 상당히 향상되었음이 보고된바 있다.⁷⁾ NiAl합금의 기계적 합금화 공정시 부산물로 얻어지는 *in-situ* 형성 극미세 Al₂O₃ 입자는 상온에서의 기계적 성질을 향상시킬 뿐 아니라, 고온에서도 전위 이동의 장애물로 작용하고 입계 미끄럼(grain boundary sliding)을 방지하여 creep 성질을 향상시키는 것으로 알려져 있다.^{4,8)} 그러나

MA NiAl의 주 분산강화재인 Al_2O_3 입자는 고온에서의 열역학적 안정성이 떨어지고, 다결정 기지조직내에서 입자 성장률이 크기 때문에 제반 물성의 저하가 예측된다.⁹⁾ 이를 보완하기 위해 보다 안정한 입자인 Y_2O_3 , boride 등의 첨가가 시도되고 있으나,^{3,7)} 본 연구에서는 상대적으로 열팽창계수(thermal expansion coefficient)가 작고 고온에서 열역학적으로 안정한 AlN 입자를 고려하였으며,⁹⁾ AlN의 분산첨가는 기계적 합금화 공정중 N_2 gas 분위기 조절을 통한 in-situ 형성을 시도하였다.

NiAl 합금의 일부 Ni를 Fe와 치환하고 제 2 상(α -Fe상)을 석출시켜, 기지를 강화하고 금속간화합물의 상온연성 및 파괴인성을 개선하려는 연구가 시도되고 있으며, 기계적 합금화 방법에 의한 응용 가능성이 보고된 바 있다.⁷⁾ 또한, 내열 ODS 합금에 있어서 고온하중에서의 입계 미끄럼을 방지하고 종단방향파단(transverse rupture)을 최소화하기 위하여 결정립 조대화 또는 방향성 결정립성장을 유도하여 creep 성질을 크게 개선하고 있으며,^{5,8)} MA NiAl 등의 재료에서도 방향성 응고 및 이차재결정화(secondary recrystallization : SRx)에 의한 일방향 결정립성장(directional recrystallization)에 대한 연구도 활발히 진행되고 있다.⁸⁻¹⁰⁾ 이에 덧붙여, 이차재결정화된 MA Ni-Al-Fe 합금의 경우 그 미세조직의 특성으로 인해 파괴시 tortuous crack path를 형성하여 파괴인성이 크게 향상되었음($21 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$)이 보고된바 있다.⁷⁾

본 연구는 NiAl base 금속간화합물의 상온연성, 파괴인성 및 creep 성질을 향상시키기 위한 alloy design의 시도로서, Ni(Fe)Al-Fe 합금(40Ni-40Al-20Fe)을 선택하여, 주 분산강화재로서 in-situ 형성 Al_2O_3 및 열팽창계수가 상대적으로 작고 고온에서 열역학적으로 안정한 in-situ 형성 AlN 입자를 미세 분산시키고자 하였으며, 제반 기계적 특성을 위한 공정개선 방안으로 결정립의 극미세화, 극미세입자의 in-situ 형성 및 균일한 분산을 위해 기계적 합금화 공정을 이용하고, full density consolidation과 특정 집합조직의 생성을 위해 열간압출법(hot extrusion)으로 성형한 다음 인성의 개선과 creep 성질의 최적화를 위하여, 분산입자의 성장을 억제함과 동시에 grain coarsening을 극대화 할 수 있는 이차재결정화를 시도하였다. 본 연구의 중점방향은 액체질소를 이용한 cryomilling 공정과 N_2 gas 분위기 조절을 통한 AlN의 in-

situ 형성유도, hot extrusion을 통한 full density process, 이차재결정화 유도 및 기계적 성질 평가이다.

2. 실험방법

Ni-40Al-20Fe(at.%)의 Ni(Fe)Al이 형성될 수 있도록 -200 mesh Ni, -200 mesh Fe와 -325 mesh Al 단원소 분말을 혼합한 후, Union Process Type의 고 에너지 attrition mill을 사용하여 N_2 분위기 속에서 기계적합금화 공정을 실시하였다. Milling을 위한 ball: powder의 무게분율은 20:1로 하였으며 1회당 혼합분말 장입량은 100 g으로 하였다. Milling 초기단계에서는 Al의 scaling 현상을 방지하고, cold welding 및 fracturing을 증진시키기 위해 액체질소 냉각을 실시하였으며, 이 후 공정은 수냉방식을 사용하였다. 공정중 AlN의 in-situ 형성을 위해 N_2 gas를 system에 지속적으로 공급하였으며, 잔류 산소가 Al_2O_3 의 in-situ 형성과정을 이루도록 system의 기밀을 유지시켰다. Milling결과 alloying 여부를 관찰하기 위하여 72시간 milling 후 매 batch 별로 XRD 분석을 실시하였으며, milling이 끝난 후의 분말은 -325 mesh 이하로 분급한 다음 열간압출방법으로 성형하였다. 열간압출은 400℃, 진공에서 약 2시간 동안 가열하여 잔류혼입가스를 제거한 후 mild steel can에 분급된 분말을 봉입하여 1077℃(1350 K)에서 18:1의 압출비로 압출하였다.

As-extruded MA Ni(Fe)Al의 이차재결정화를 유도하기 위하여 1350℃에서 30분간 진공열처리를 실시하였으며, 승온 속도는 200 K/min, 냉각속도는 공냉으로 하였다. As-extruded 및 이차재결정화처리 MA Ni(Fe)Al의 미세조직은 광학현미경, SEM 및 TEM을 사용하였으며, 광학현미경 관찰을 위한 etching은 33% HNO_3 , 33% HCl , 33% acetic acid 혼합용액을 사용하였다. TEM 시편은 압출방향에 수직인 단면을 slicing하여, 5 kV의 가속전압으로 ion milling으로 thin foil을 제작한 후, Philips CM30 TEM을 이용하여 가속전압 200 kV로 관찰하였다.

시효경화 효과를 관찰하기 위하여, as-extruded 시편은 1000℃에서 1시간 동안 분위기로에서 용체화 열처리를 실시하여 공냉시킨 다음, 550℃에서 시효 시간에 따른 경도값의 변화를 조사하였다. 이차재결정화처리 전후의 기계적 성질을 비교 분석하기 위해,

미세경도시험(Hv), 상온 및 고온(850℃ 및 900℃)에서의 압축시험을 실시하였다. 압축시험편은 5 mmφ×10 mm L의 크기로 EDM(Electro-Discharge Machining)을 이용하여 제작하였으며, 압축시험은 LVDT(Linear Variable Differential Transformer)부착 Thermecmaster를 이용하여 진공분위기에서 8.5×10⁻⁴/sec의 constant strain rate를 유지하도록 0.5 mm/min의 cross head 속도로 실시하였다.

3. 실험결과 및 고찰

고 에너지 attrition mill을 사용하여 기계적 합금화 40Ni-40Al-20Fe(at.%) 조성의 Ni(Fe)Al 금속간화합물 분말을 제조하였다. As-milled 분말의 조성은 EDS(Energy Dispersive Spectroscopy)분석 결과 각 batch(100 g) 별로 예상조성과 다소 차이가 있었지만, 그 오차 범위는 대략 ±1% 이내로 안정적이었으며, 화학분석결과는 다음과 같았다(at.%); Ni 38.3%, Al 37.2%, Fe 19.2%, O 2.61%, N 2.69%. MA NiAl의 경우^{4,6,8,10}와 같이, 단원소 혼합분말을 72시간 milling한 후 XRD 분석결과 그림 1과 같이 Ni(Fe)Al 금속간화합물이 형성되었으며, as-milled powder의 경우 XRD pattern상에서는 확인되지 않지만, 자석에 반응하는 미소량의 잔류 unalloyed ferro-element의 존재가 확인되었고,¹¹⁾ 열간압출 시편에서는 이 같은 자성반응이 없어진 것으로 보아 잔류 ferro-element가 합금화되었음을 추정할 수 있었다. 또한 주로 입도가

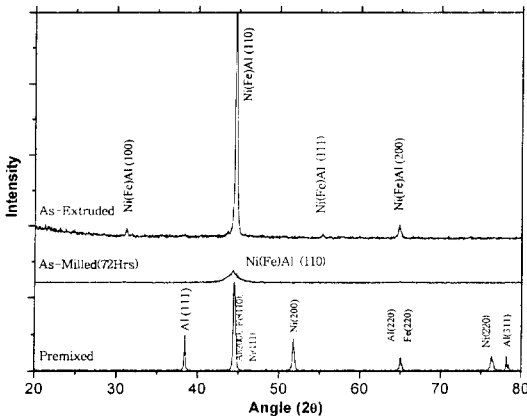


Fig. 1. XRD patterns of premixed elemental powders, as-milled powders and hot extruded specimens of MA Ni(Fe)Al-Al₂O₃-AlN.



Fig. 2. SEM Micrograph of as-milled MA Ni(Fe)Al-Al₂O₃-AlN powders.

큰 분말에서 보여지는 잔류 unalloyed 입자¹¹⁾의 혼입을 배제하기 위하여 열간압출용 as-milled powder는 325 mesh 이하로 분급하였으며, 분급된 분말은 SEM 관찰 결과 대략 3~6 μm의 입도로 확인되었고, 분말의 형상은 그림 2와 같이 전형적인 둥근 형상의 기계적 합금화 금속간화합물의 형태를 나타내었다.

분급된 as-milled powder의 열간압출 결과, 그림 3에 나타난 바와 같이, 기공 또는 crack이 없으며, 분산상이 균일하게 분산되고 거의 완전하게 치밀화된 시편(밀도 5.98 g/cm³)을 얻을 수 있었다. 기 보고¹²⁾된 바와 같이 일부 조대입자에 기인하는 dispersoids deficient area(그림 3)의 존재가 확인되었으나, 그 분율은 대략 5% 미만이었다. 열간압출 시편의 XRD 분석

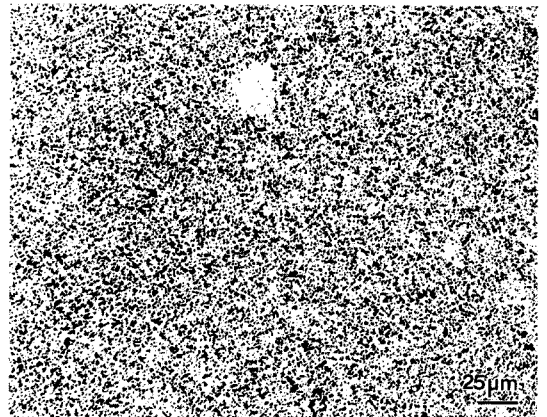


Fig. 3. Optical micrograph of transverse section of hot extruded MA Ni(Fe)Al-Al₂O₃-AlN.

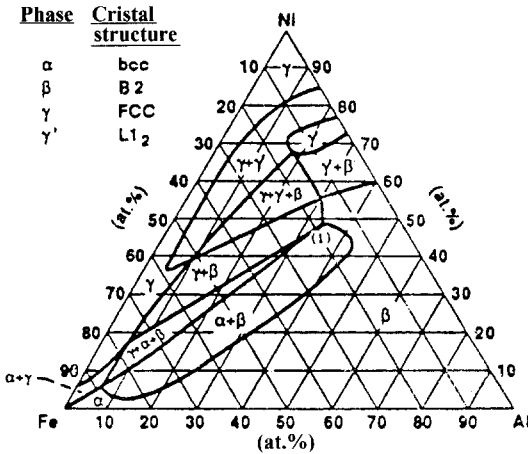


Fig. 4. Isothermal section of the Ni-Al-Fe ternary phase diagram at 750°C showing Ni-40Al-20Fe.

결과 그림 4¹³⁾에 의해 예상되는 NiAl(β)+Fe(α)의 복합상이 아닌, 그림 1과 같이 NiAl에 Fe가 고용된 단상의 Ni(Fe)Al의 금속간화합물이 형성되었다는 것을 확인할 수 있었다. 제 2 상 Fe(α) 상의 존재를 확인하기 위하여 용체화 열처리(1000°C, 4 hr and furnace cooling) 후 XRD 분석을 실시한 결과로는 Fe(α) 상의 석출을 확인할 수 없었으나, 용체화 처리 후 550°C에서 일정시간별로 시효 열처리를 실시한 후 미세경도를 측정한 결과 그림 5에 나타낸 바와 같이 약간의 석출경화 효과를 확인할 수 있었다. 또한 24시간의

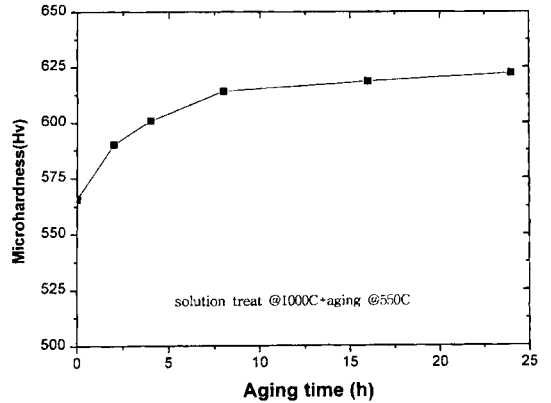


Fig. 5. The micro hardness variation as a function of aging time at 550°C in MA Ni(Fe)Al-Al₂O₃-AlN.

시효처리 시편의 XRD 분석에서도 제 2 상 Fe(α) 상의 peak를 구별하기 어려웠으며, 이는 석출상이 매우 미세하게 분포되어 있는 때문으로 추정되었다. 석출 효과에 관한 결과는 2 phase MA 재료(45Ni-35Al-20Fe-Y₂O₃, NiAl powder와 Fe powder와의 MA 반응)와 유사하지만,⁷⁾ 그림 4와 같은 일부 온도에서의 isotherm diagram을 적용하여 상온에서의 제 2 상의 상변화 여부를 단정하기는 어렵다고 사료된다. 이는 현재까지 Ni-Al-Fe ternary system의 phase diagram 및 보다 세부적인 isotherm diagram 등의 자료가 확립되어 있지 않아 단정하기는 어려우나, MA NiAl의 경



Fig. 6. TEM micrographs of the as hot extruded MA Ni(Fe)Al-Al₂O₃-AlN.

우 상온에서 20%의 Fe를 고용할 수 있으며, 시효처리 시 미세한 분산석출상이 생성될 수 있다는 것을 시사하고 있다.

열간 성형된 MA Ni(Fe)Al은 광학현미경상으로는 그 입도를 판명할 수 없을 정도의 극미세 조직으로, 그림 6과 같이 평균 결정립도 약 0.3 μm의 등축상(equiaxed)의 조직으로서, 균일하게 분포된 분산상(Al₂O₃, AlN)의 내재를 보여주고 있다. As-extruded 시편의 경우 Al₂O₃ 및 AlN은 일반적인 XRD pattern에서는 입자가 미세하게 분산되어 있어 그들의 peak를 분간할 수 없었으나, 입자조대화를 위하여 1400℃에서 1시간 동안 진공 항온 열처리를 실시한 후 step scanned XRD pattern을 분석한 결과 그림 7과 같이 Al₂O₃ 및 AlN의 분산상을 구분할 수 있었다. TEM을 이용하여 분산상의 분석을 실시하여, EDS와 SADP(selected area diffraction pattern)해석에 의해 Al₂O₃ 및 AlN을 확인할 수 있었으며, 그림 6에서 보여진 바와 같이, 미세조직은 평균직경 10~100 nm의 in-situ 형성된 Al₂O₃ 및 10 nm 크기의 AlN dispersoid를 포함하고 있고, Al₂O₃ 조립자(coarser particle)는 주로 입계에, Al₂O₃ 및 AlN의 미립자(finer particle)는 입계, 입내 전반에 걸쳐 내재되어 있는 bimodal distribution의 형태를 관찰할 수 있었다. 화학분석 결과 산소 및 질소 함량을 근거로 하여 계산한 Al₂O₃ dispersoid의 부피분율은 milling 조건에 따라 3%~5%의 범위에, AlN dispersoid의 부피분율은 milling 조건에 따라 3%의 범위에 있는 것으로 추정되었다. 압출성

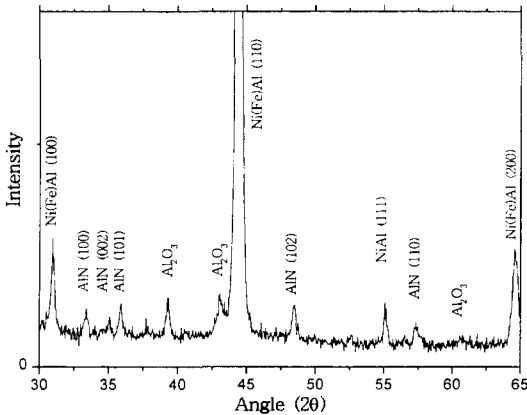


Fig. 7. Step scanned XRD pattern of MA Ni(Fe)Al, showing the in-situ formed Al₂O₃ and AlN dispersoid phases.

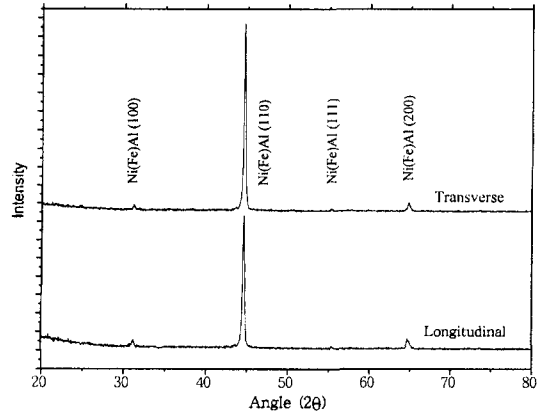


Fig. 8. XRD patterns of transverse and longitudinal section, showing <110> fiber texture.

형재의 경우 임의 결정방향 다결정 재료의 XRD pattern과의 상대강도 ($I_{\langle hkl \rangle} / I_{\langle 110 \rangle}$) 비교를 통한 개략적인 집합조직을 추정할 수 있는데,¹⁴⁾ 본 시편의 경우 예를 들어 그림 8에서와 같이 종단(transverse)방향과 횡단(longitudinal)방향의 ($I_{\langle 100 \rangle} / I_{\langle 110 \rangle}$)의 값이 대략 0.015와 0.04로서 종단면에 수직방향으로 <110>강도가 상대적으로 우세한 것을 알 수 있으며, 이는 bcc 재료와 MA NiAl^{4,6)}과 마찬가지로 압출방향을 따라 <110> fiber texture가 발달된 것을 나타내고 있다. 이 같은 결과는 재결정 B₂ 결정에서 흔히 나타나는 <111> texture의 발달이 분산상에 의해 억제된 일반적인 ODS B₂ 결정구조재료의 deformation texture로 해석되고 있다.^{4,12)}

MA 법으로 제조한 ODS 내열재료는 기본적인 합금설계 고려사항인 고용체강화, 석출경화 및 분산강화 효과 외에 이차재결정화를 통한 일방향 결정립성장을 유도하여 입계미끄러움을 방지하고 종단방향과단(transverse rupture)을 최소화하여 고온 기계적 성질을 크게 개선하고 있다.⁵⁾ 결정립 성장은 크게 정상결정립 성장과 이차재결정화로 대별되며 정상 결정립 성장은 균일한 평균 결정립 크기의 증가를 나타내는 반면 이차재결정화는 특정조건에 결정립 seed가 성장이 억제된 주변의 다른 결정립의 입계에너지를 구동력으로 하여 선택적으로 성장하며, 불연속적으로 매우 빠른 속도로 진행되므로 ODS 합금에 있어서 동시 발생적 dispersoid의 성장을 억제하며 결정립 조대화를 이루기 때문에^{15,16)} creep 성질 향상에 기여하는 것으로 알려져 있다.^{5,8)}

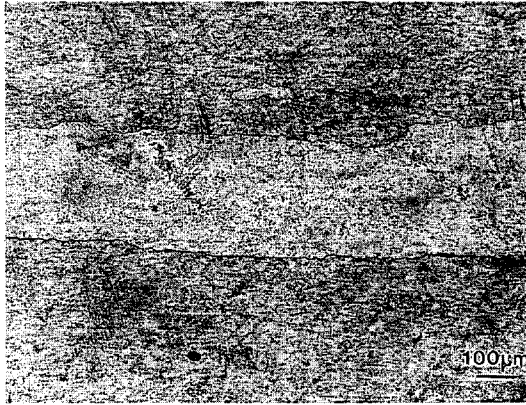


Fig. 9. Optical micrograph of secondary recrystallized MA NiAl-3%Al₂O₃-0.12%AlN, annealed at 1350 °C after 5% prestraining.

일반적으로 Inconel MA6000 등 기계적합금화 초내열합금의 경우 극미세구조가 지니고 있는 자체의 입계에너지(grain boundary energy)만으로 이차재결정화가 충분히 구동됨이 보여지고 있고,^{5,17)} 2 phase MA 45Ni-35Al-20Fe-Y₂O₃의 경우에도 유사한 결과가 보고된 바 있다.⁷⁾ 참고로 열간압출 MA NiAl-3%Al₂O₃-0.12%AlN의 경우에는 입계에너지만으로는 이를 위한 구동력이 충분치 않아 냉간가공에너지를 부가하여 그림 9와 같이 이차재결정화를 유도하였다.^{9,10,12)} 그러나 본 MA Ni(Fe)Al-Al₂O₃-AlN의 경우, 냉간가공에너지를 위한 부가 구동력을 주기 위하여 Rockwell hardness indentation을 실시하고 연이은 항온열처리에 의한 국부 이차재결정화 여부를 유도하기 위한 실험을 실시한 결과, MA NiAl-Al₂O₃에서 보여지는 국부 이차재결정화¹²⁾를 확인할 수 없었으며, 이는 MA NiAl-Al₂O₃의 미세입계(0.6 μm)보다 더 큰 입계에너지를 고려할 때, 입계에너지만으로 이차재결정화를 위한 구동력이 충분하여 더 이상의 구동력은 오히려 일차재결정화를 유발시키거나,¹²⁾ 또는 상대적으로 많은 양의 분산상에 의해 입계파열기구(break-away process)^{15,16)}가 크게 억제될 수 있는 가능성에 의한 것으로 추정되었다. MA Ni(Fe)Al-Al₂O₃-AlN의 경우 이차재결정화의 필요조건^{10,15,16)}인 미세 입계에너지, texture, 미세입자 분산 등의 조건을 만족시키고 있는 것으로 판단할 수 있어, 냉간가공에너지를 위한 부가 구동력 없이 이차재결정화를 유도하기 위하여 1350 °C, 1400 °C에서 각각 1시간씩 항온열처리를 실시한



Fig. 10. Optical micrograph showing SRx-like microstructure during simple isothermal annealing at 1350 °C for 1 hr.

결과, 그림 10과 같이 압출방향을 따라 발달된 미세 조직을 얻을 수 있었다. 그러나 이를 그림 9와 같은 명백한 이차재결정화로 단정하기는 어렵다고 판단되며, 이는 상대적으로 많은 양의 분산상에 의한 이차재결정화 break-away process가 억제되었거나 또는 이차재결정화의 seed로 작용하는 저에너지, 고이동도의 CSL(Coincident Site Lattice) boundary^{15,16)}의 결여 가능성에 의한 것으로 추정할 수 있었다. 이차재결정화는 Zener의 한계크기¹⁸⁾를 훨씬 초과하여 매우 짧은 시간 안에 진행하여, 정상결정립기구와는 달리 particle dragging과 coalescence 기구에 의하지 않고 입계파열기구에 의해 입자가 입내에 상대적으로 미세한 크기로 남아있음을 확인할 수 있는데,¹⁰⁾ 본 재료의 경우 분산상의 조대화가 확인되어 이차재결정화 여부를 단정하기가 어렵다고 판단되며, 추후 결정립성장 및 입자성장 kinetics를 조사하면,¹⁹⁾ 보다 정확한 판단을 할 수 있으리라 사료된다. 보다 상세한 MA NiAl-Al₂O₃-0.12%AlN의 이차재결정화기동은 별도로 보고하였다.¹²⁾

열간압출 시편과 이차재결정화를 위한 열처리 후의 시편은, 상온에서의 압축시험 결과, 그림 11(a)와 같이 모두 10% 이상의 압축 연신율을 보여주고 있으며, 항복 이후 가공경화 현상을 확인할 수 있었다. As-extruded 시편의 강도는 Al₂O₃ 분산강화 MA NiAl의 항복강도(1275 MPa)⁴⁾와 비교할 때, 상당한 항복강도의 향상(1850 MPa)이 보여지고 있는데, 이는 MA NiAl에서의 AlN 입자의 분산효과⁹⁾에 의한 것으로 해

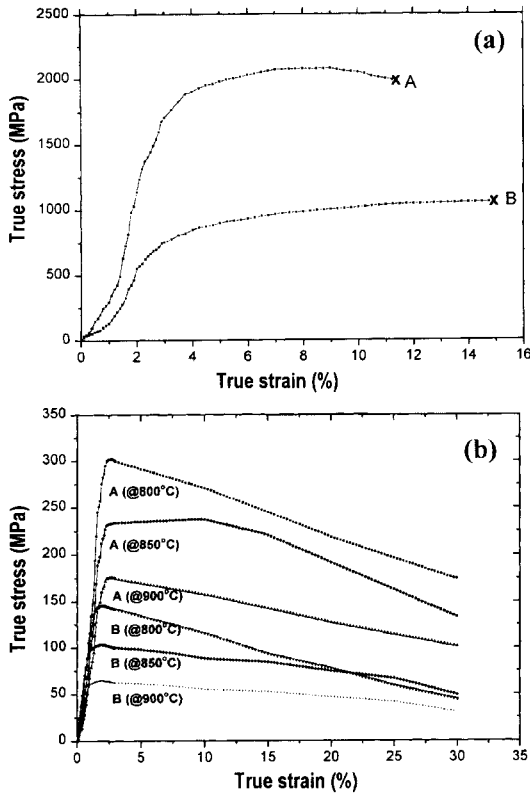


Fig. 11. Compressive flow stress properties of hot extruded MA Ni(Fe)Al-Al₂O₃-AlN, (a) tested at room temperature until fracture, and (b) tested at 800, 850 and 900 °C, but tests were stopped at 30% of strain; where A denotes as-hot extruded specimens and B denotes the specimens heat treated at 1350 °C for 1 hr for SRx.

석이 되어진다. 그러나 Fe의 첨가에 의한 효과는 고온에서는 확산계수의 저하 및 전위이동에 관한 pinning 효과에 의해 고온 특성의 개선이 예상되나, 상온의 경우 ordered intermetallic NiAl의 규칙화 저하에 의한 강도저하 요인이 우세할 수도 있어,²⁰⁾ 본 재료의 강도향상에는 고용체강화 효과는 거의 없다고 판단되어진다. MA NiAl-10%Fe의 경우에도 MA NiAl에 비해 강도는 다소 저하된 반면, 연신율은 향상되었음이 보고된 바 있다.²¹⁾ 열처리 후의 시편의 강도 저하는 Hall-Petch 관계를 만족시키는 MA NiAl-Al₂O₃의 경우¹⁹⁾를 고려할 때, 결정립 성장 및 입자 조대화의 영향에 의한 것으로 해석할 수 있었으며, 연신율의 향상은 미세 α상 석출에 의한 연질상의 composite 효과 및 잔류응력의 풀림에 의한 것으로 사료되었다.

열간압출 시편과 열처리 후의 시편의 고온(800 °C, 850 °C 및 900 °C) 압축시험 결과, 그림 11(b)에 나타난 바와 같이, 항복 이후 work softening 현상을 보여주고 있으며, 열처리 후의 시편은 항복강도가 크게 저하되었는데, 이는 결정립 및 입자 조대화의 영향에 의한 것으로 추정된다. 여기에서 항복 이후의 work softening은 MA NiAl 및 NiAl base alloy의 고온압축 시험에서 흔히 관찰되고 있는데,^{4,23)} 이는 NiAl 구조에 따른 고유특성의 work softening 현상이 아니라, 고온 압축변형시 조대화 입자계면을 따른 미세 crack의 생성 및 전파에 의한 것으로 해석되어지고 있다.^{22,23)} 이차재결정화 MA NiAl의 경우 8.5×10^{-4} /sec의 속도로 고온 압축시험시 850 °C에서 확산기구에 의한 고온 변형기구에 의해 as-extruded condition의 강도를 추월하고 있음²³⁾ 고려할 때, 본 재료의 경우 1350 °C에서의 이차재결정화를 위한 열처리는 정상결정립성장 및 입자조대화를 유도한 것으로 추정할 수 있었다. 또한 기존 Al₂O₃ 분산강화 MA NiAl²³⁾과 비교할 때, 고온에서도 NiAl-AlN⁹⁾에서와 같이, AlN dispersoid에 의한 강도의 향상을 확인할 수 있었다.

이 같은 결과를 통해 기존 Al₂O₃ 보다 AlN의 분산이 상온 및 고온에서의 기계적 성질 향상에 보다 효과적이라는 것을 알 수 있었으며, 압출비의 조절¹²⁾ 및 분산상의 분율조절 등을 통하여 단순 이차재결정화를 유도한다면, 고온 특성을 보다 향상시킬 수 있으리라 사료된다.

4. 결 론

기계적 합금화법으로 MA Ni(Fe)Al-Al₂O₃-AlN기 분산강화 금속간화합물 분말을 제조하였으며 열간압출법으로 열간성형하였다. 열간성형된 MA Ni(Fe)Al-Al₂O₃-AlN의 미세조직과 상을 분석한 바, NiAl에 Fe가 상온에서 20%까지 고용된 단상으로 확인되었으며, 제 2 상의 미세석출 가능성을 확인할 수 있었다. 열간성형된 시편은 평균 결정립도 0.3 μm의 등축상(equiaxed)의 극미세 조직으로, MA 공정시 N₂ gas 분위기에 의해 성공적으로 in-situ 형성된 AlN 및 Al₂O₃ 분산상이, 입계 및 입내에 걸쳐 미세하고 균일하게 분포되어 있음을 확인할 수 있었다.

이차재결정화를 유도하기 위하여, 특정조건하에서

의 항온열처리를 실시하였으나, MA NiAl-Al₂O₃와 달리 명확한 이차재결정화 여부를 확인 할 수 없었으며, 이는 상대적으로 많은 양의 분산상에 의한 이차재결정화 입계파열기구의 억제에 의하거나 또는 CSL boundary의 결여 가능성에 의한 것으로 추정할 수 있었다.

MA Ni(Fe)Al-Al₂O₃-AlN은 미세입도 강화기구 이외에, 기존 Al₂O₃ 분산강화 MA NiAl과 비교할 때 AlN dispersoid 첨가에 따라 상온압축강도가 크게 향상되었고, 10%이상의 압축연신율을 얻을 수 있었다. 또한 열처리를 할 경우 연신율이 향상됨을 알 수 있었으며 이는 연질의 제 2 상 미세 석출에 의한 것으로 추정할 수 있었다. 이를 통하여, MA Ni(Fe)Al의 경우 Al₂O₃보다 AlN의 분산이 상온 및 고온에서의 기계적 성질 향상에 보다 효과적이라는 것을 알 수 있었다.

감사의 글

이 논문은 1997년 한국학술진흥재단의 공모과제 연구비에 의하여 연구되었습니다.

참 고 문 헌

1. R. Darolia: J. Metal, *Mar.*, (1991) 44.
2. R. D. Noebe, R. R. Bowman and M. V. Nathal: Int. Mat. Rev., **38** (1993) 193.
3. J. D. Whittenberger: J. Mater. Res., **5** (1990) 2819.
4. M. Dollar, S. Dymek, S. J. Hwang and P. Nash: Metall. Trans., **24A** (1993) 1993.
5. E. Arzt and R. F. Singer: *Proc. of 5th Int. Symp. on Superalloys*, TMS of AIME, (1984) 367.
6. S. Dymek, M. Dollar, S. J. Hwang and P. Nash: Mater. Sci. and Eng., **A152** (1992) 160.
7. J. B. Breedis, B. A. Koss, J. Poole and I. Locci: *Proc. of 2nd Int. Conf. on Struc. Appl. of Mechanical Alloying*, F. H. Froes et al (Eds.), ASM Int., (1993) 275.
8. S. C. Ur and S. J. Suh: Korean J. of Mater. Res., **7** (1997) 234.
9. P. Nash, S. Wu, S. C. Ur and M. Dollar: Mater. Trans., *JIM*, **36** (1996) 351.
10. S. C. Ur, G. T. Higgins and P. Nash: Scripta Metall., **34**, **1**, (1996) 53.
11. S. C. Ur and P. Nash: Metall. Trans., **25A**, **4**, (1994) 871.
12. S. C. Ur: Korean J. of Mater. Res., **6** (1996) 1248.
13. A. J. Bradley: J. Iron Steel Inst., **168** (1995) 233.
14. S. C. Ur, P. Nash and M. Dollar: *Proc. of 2nd Int. Conf. on Struc. Appl. of Mechanical Alloying*, F. H. Froes et al (Eds.), ASM Int., (1993) 291.
15. M. Hillert: Acta Metall., **13** (1965) 227.
16. D. J. Srolovitz, G. S. Grest and M. P. Anderson: Acta Metall., **33** (1985) 2233.
17. K. Kusnomi, K. Sumino, Y. Kawasaki and M. Yamazaki: Metall. Trans., **21A** (1990) 547.
18. C. Zener: Private communication to C. S. Smith, Trans. Am. Inst. Min. Engrs., **175** (1948) 37.
19. S. C. Ur and J. Joo: J. of Korean Powder Metallurgy Institute, **4** (1997) 48.
20. G. Sauthoff: Mater. Sci. and Tech., **8** (1997) 363.
21. S. J. Suh: Ph.D. Thesis, IIT, Chicago, USA (1994).
22. J. Whittenberger, R. K. Viswanadham, S. K. Mannan and K. S. Kumar: J. of Mater. Res., **4** (1989) 1164.
23. S. C. Ur: Ph.D. Thesis, IIT, Chicago, USA (1994).