

기계적합금화로 제조된 Ni-20Cr-20Fe-5Nb 합금에서 PCA로서 H₂O의 역할과 시효석출거동

김일호 · 권속인 · 이원식^a · 채수원^b · 황선근^c · 김명호^c
고려대학교 신소재공학부, ^a한국생산기술연구원 신소재본부,
^b고려대학교 기계공학부, ^c인하대학교 재료공학부

The Role of H₂O as PCA and the Precipitation Behavior in Mechanically Alloyed Ni-20Cr-20Fe-5Nb Alloy

Il-Ho Kim, S. I. Kwun, Wonsik Lee^a, S. W. Chae^b, S. K. Hwang^c and M. H. Kim^c
Department of Advanced Materials Engineering, Korea University, Seoul 136-701, Korea
^aAdvanced Materials Division, Korea Institute of Industrial Technology, Chonan 330-825, Korea
^bDepartment of Mechanical Engineering, Korea University, Seoul 136-701, Korea
^cDepartment of Materials Science and Engineering, Inha University, Incheon 402-751, Korea
(Received May 13, 2006; Accepted June 7, 2006)

Abstract The effect of use of H₂O as PCA(process control agent) to prevent the carbon contamination during mechanical alloying process and the precipitation behavior in Ni-20Cr-20Fe-5Nb bulk alloy after aging were investigated. NbC and Cr₂O₃ were formed during mechanical alloying and consolidation processes in the Ni-20Cr-20Fe-5Nb alloy in which methanol(CH₃OH) was added as PCA. Formation of NbC in this alloy decreased the amount of Nb dissolved in the Ni matrix. The use of H₂O as PCA in Ni-20Cr-20Fe-5Nb alloy prevented the formation of NbC and increased the hardness. The increase of hardness in this alloy was attributed to the increased amount of Nb dissolved in the Ni matrix. After aging treatment for 20 hours at 600°C and 720°C of Ni-20Cr-20Fe-5Nb bulk alloy in which H₂O added as PCA, γ' (Ni₃Nb, tetragonal) and δ (Ni₃Nb, orthorhombic) precipitates were formed, respectively. The precipitation temperatures of γ' and δ in this bulk alloy were lower than those in commercial IN 718 alloy. It seemed that the lower precipitation temperatures for γ' and δ in this bulk alloy than in commercial IN 718 alloy were due to severe plastic deformation during mechanical alloying.

Keywords : Mechanical alloying, Process control agent, Contamination, Phase transformation

1. 서 론

IN 718 합금은 단조형 Ni기 초내열합금으로 고온에서의 우수한 산화특성과 강도 때문에 항공기, 원자력, 석유화학산업에서 널리 사용되고 있다^{1,2)}. 대부분의 Ni기 초내열합금은 γ' (Ni₃(Al,Ti))석출물을 형성시켜 강도를 증가시키고 있다. 그러나 IN 718 합금의 경우는 다른 초내열합금들과는 달리 γ' (Ni₃Nb)석출물이 γ 석출물에 비해 4배 이상의 부피분율로 형성되어

강도증가에 주된 영향을 미치는 것으로 알려져 있다^{3,4)}.

본 연구는 Ni, Cr, Fe 그리고 Nb 합금원소를 첨가하여 대표적인 단조형 Ni기 초내열합금인 IN 718 합금⁵⁾과 유사한 조성을 갖는 합금을 기계적합금화법을 이용하여 제조함으로써 미세한 결정립을 가지며 γ' 상이 균일하게 석출된 고강도의 초내열합금이 되도록 하였다. 본 연구에서 제조된 합금은 Al과 Ti이 첨가되지 않았기 때문에 γ' 석출물의 형성은 전혀 고려하지 않았다.

*Corresponding Author : [Tel : +82-2-3290-3268; E-mail : sookkwun@korea.ac.kr]

Table 1. C, O and H contents after decomposition of different process control agent. (at.%)

Generic name	Chemical formula	C (%)	O (%)	H (%)
Stearic acid	CH ₃ (CH ₂) ₁₆ CO ₂ H	76	11	13
Hexane	C ₆ H ₁₄	84	0	16
Methanol	CH ₃ OH	37	50	13
Ethanol	C ₂ H ₅ OH	52	35	13

일반적으로 기계적합금화 공정에서는 분말의 압접과 파괴의 균형을 유지하기 위하여 적정량의 PCA(공정제어제) 첨가가 요구되며, 주로 사용되고 있는 PCA로는 표 1에서와 같이 스테아릭 산(CH₃(CH₂)₁₆CO₂H), 헥산(C₆H₁₄), 에탄올(C₂H₅OH), 메탄올(CH₃OH) 등이 전체 분말량의 1-5 wt.%까지 첨가되고 있다^{6,7)}. 그러나 첨가되는 PCA는 C, O 그리고 H 원자로 구성된 화합물로서 밀링과정에서 발생하는 열에 의해 C, O 그리고 H 원자로 분해된 후 금속 원자와 결합하여 탄화물, 산화물 그리고 수화물을 형성하며 기계적합금화 공정에서 가장 큰 오염원으로 작용한다⁶⁾. Keskinen 등⁸⁾은 PCA로 헥산을 사용한 Ti-Al 합금에서 탄화물과 수화물이 형성되는 것을 보고하였고, Gaffet 등⁹⁾도 에탄올을 PCA로 사용한 Cu-Fe 합금에서 O와 C의 오염에 의해 Fe₃O₄와 Fe₃C가 형성되는 결과를 발표한 바 있다.

따라서 본 연구는 Ni-20Cr-20Fe-5Nb 합금을 기계적합금화법을 통해 제조하는 과정에서 PCA로 사용된 메탄올의 분해에 의해 발생하는 오염에 대하여 조사하였으며, 한편으로는 C를 포함하지 않으며 또한 상대적으로 안정하여 분해되기가 어려운 증류수를 PCA로 사용하여 Ni-20Cr-20Fe-5Nb 합금을 제조함으로써 PCA로서 증류수의 사용효과를 검토하였다. 또한 본 연구를 통해 제조된 Ni-20Cr-20Fe-5Nb 합금에서 IN 718 합금의 주요 석출물로 알려진 γ' 상을 형성시키기 위해 시효처리를 행하고 이 합금에서의 상변화 거동을 조사해 보았다.

2. 실험방법

Ni-20Cr-20Fe-5Nb 합금분말은 순도 99%이상의 Ni 분말과 순도 99.9%의 Cr, Fe, Nb 분말을 아르곤 분위기(1.5 Kg/cm²)에서 고에너지 볼밀인 수직식 attritor를 사용하여 30시간 동안 기계적합금화를 실시하여 제작하였다. 기계적합금화에서는 PCA로서 메탄올 또는 증류수를 사용하였으며 첨가량은 분말의 회수율을 고려하여 전체 분말 량의 4 wt.%를 첨가하였다. PCA로서 사용되고 있는 메탄올은 기화온도가 64°C 밖에 되지 않기 때문에 attritor의 사용에 따른 밀링 공정 중 불과 용기 그리고 불과 볼의 충돌에 의한 온도상승으로^{10,11)} 합금화 초기에 기체 상태로 용기 내부에 존재하면서 PCA 역할을 하는 것으로 보고되고 있다. 따라서 증류수를 PCA로 사용한 경우에서도 합금화 초기부터 증류수가 증기상태로 용기 내부에 존재하도록 하기 위하여 attritor 용기 외벽에 95°C의 물이 순환되도록 기계적합금화 장치를 구축하였다. 즉, 밀링을 실시하면서 용기 내부의 온도는 점점 증가하게 되는데 합금화 과정에서 발생하는 열과 용기외벽의 온도가 더해져서 실제적으로 합금화 과정에서 발생하는 온도는 100°C이상 되는 것을 합금화 후 용기에 부착된 밸브에서 나오는 증기의 온도를 측정하여 확인하였다. 합금화를 끝마친 분말은 100°C의 오븐에서 24시간 동안 건조시킨 후 SPS (spark plasma sintering)법을 이용하여 1100°C, 80 MPa 조건에서 5분간 유지하여 벌크재로 성형하였다. 제조된 합금들의 석출 거동을 확인하기 위하여 600°C와 720°C에서 각각 1, 2, 5, 10, 20, 50, 100 시간 동안 시효처리를 행하였다. 합금에서 형성된 상들을 분석하기 위하여 X-선 회절, TEM-EDS, 수렴성 빔 회절(CBED) 그리고 미소회절을 행하였다. 격자상수는 X-선 회절분석 후 기지(Ni)의 피크를 최소자승법¹²⁾을 이용하여 측정하였다. 제조된 합금의 경도값을 평가하기 위하여 로크웰 경도계 C스케일을 사용하여 7회 측정하고 평균값을 계산하였다. 또한

Table 2. Chemical composition of IN 718 alloy and nominal composition of NCFN alloy. (wt.%)

Element	Ni	Fe	Cr	Nb	Si	Mo	Co	Ti	Al	Mn	C
Alloy											
IN 718	Bal.	18.20	17.76	5.21	0.07	3.01	0.35	1.01	0.43	0.07	0.02
NCFN	Bal.	20.00	20.00	5.00							

석출 거동을 비교, 평가하고자 시차 주사 열량분석기 (DSC)를 이용하여 25°C/min의 승온속도로 하여 1200°C까지 열분석을 실시하였다.

본 연구에서 제조된 합금의 화학조성은 표 2에서와 같으며 앞으로는 메탄올을 PCA로 사용해 제조한 Ni-20Cr-20Fe-5Nb 합금을 NCFN-C로, 증류수를 PCA로 사용한 Ni-20Cr-20Fe-5Nb 합금을 NCFN-H로 표기하도록 하겠다.

3. 결과 및 고찰

3.1. NCFN-C 합금과 NCFN-H 합금의 미세조직

그림 1은 NCFN-C 및 NCFN-H 합금분말과 성형 후 벌크재의 X선 회절 결과이다. 메탄올을 PCA로

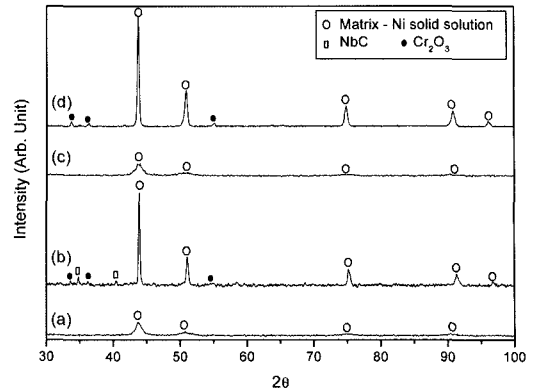


Fig. 1. X-ray results of NCFN alloy fabricated by adding CH₃OH or H₂O as PCA. (a) NCFN-C alloy powder, (b) NCFN-C bulk alloy, (c) NCFN-H alloy powder, (d) NCFN-H bulk alloy.

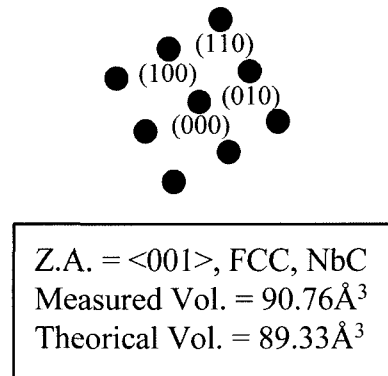
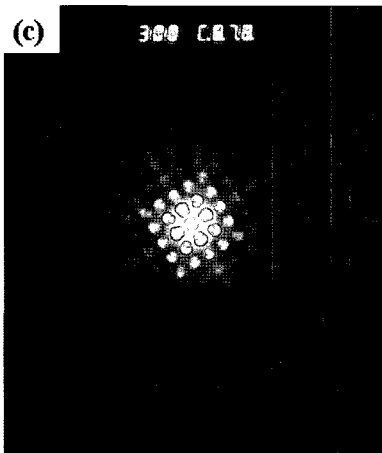
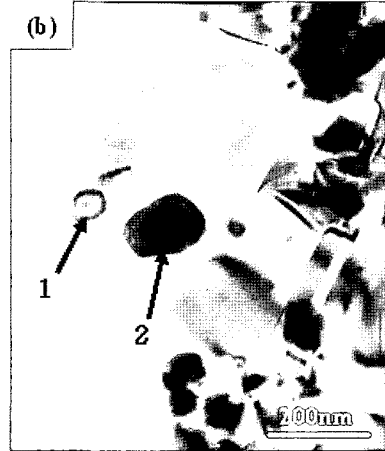


Fig. 2. TEM images and CBED analysis of phase 1 and phase 2 in NCFN-C bulk alloy. (a) typical microstructure of NCFN-C alloy, (b) microstructure of the area analyzed by CBED, (c) CBED analysis of phase 1 in (b), (d) CBED analysis of phase 2 in (b).

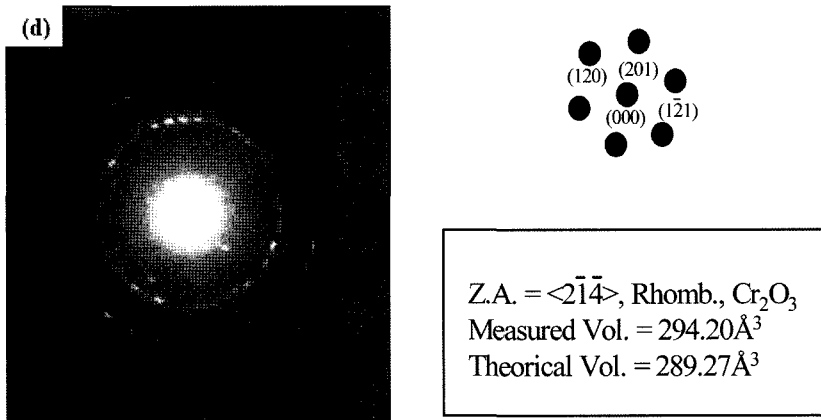


Fig. 2. Continued.

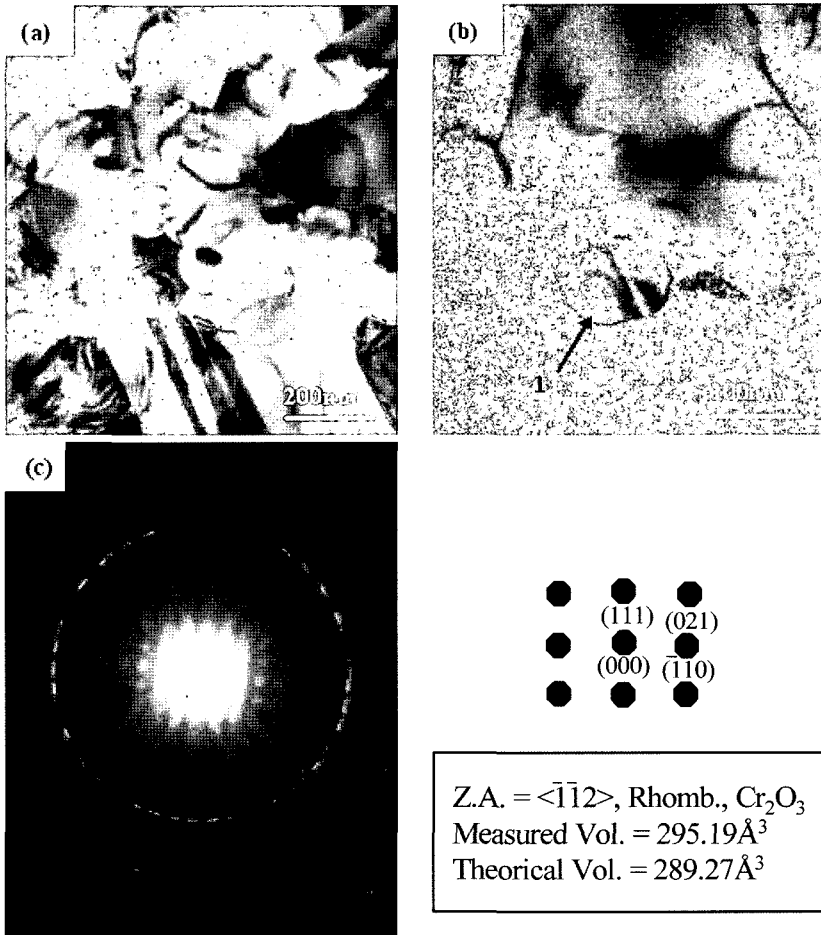


Fig. 3. TEM images and CBED analysis of phase 1 in NCFN-H bulk alloy. (a) typical microstructure of NCFN-H alloy, (b) microstructure of the area analyzed by CBED, (c) CBED analysis of phase 1 in (b).

사용한 NCFN-C 합금분말의 경우는 그림 1(a)에서와 같이 기계적합금화에 따른 결정립 미세화와 변형의 도입으로 인해 피크의 폭이 증가하고 피크의 강도가 약하게 나타나며 Ni 고용체 피크만이 나타난 결과를 확인할 수 있었다. 그러나 그림 1(b)에서와 같이 NCFN-C 벌크합금에서는 기지인 Ni 고용체 외에 NbC와 Cr₂O₃가 형성된 것으로 나타났다. 이에 반하여 증류수를 PCA로 사용한 NCFN-H 합금분말에서도 피크의 폭이 증가하고 강도가 감소한 Ni 고용체 피크만이 나타난 결과를 그림 1(c)에서와 같이 확인할 수 있으나, NCFN-H 벌크합금에서는 Ni 고용체와 Cr₂O₃ 피크만이 존재할 뿐 NbC의 피크는 존재하지 않음이 그림 1(d)에서와 같이 확인되었다.

그림 2는 TEM을 이용하여 NCFN-C 벌크합금의 미세조직을 관찰한 결과이다. 그림 2(a)에서와 같이 NCFN-C 벌크합금의 평균결정립 크기는 128 nm로 미세하게 나타났으며, 부분적으로 200 nm정도에 이르는 결정립도 함께 관찰되었다. TEM-EDS를 이용하여 Nb와 C가 다량으로 검출되는 그림 2(b)에서의 상 1 과 Cr과 O가 다량 검출되는 상 2 를 확인하여 수렴성 빔 회절분석(CBED)을 행하였다. 그림 2에서 나타난 상 1 은 수렴성 빔 회절분석을 통해 부피를 측정된 결과 90.76Å³으로 나타났으며 이는 NbC의 이론 부피인 89.33Å³과¹³⁾ 거의 일치하는 결과를 나타냈으며 내부의 패턴을 분석한 결과 FCC구조의 NbC인 것을 확인할 수 있었다(그림 2(c)). 또한 Cr과 O가 다량 검출된 부위인 그림 2(b)에서의 상 2 는 그림 2(d)에서와 같이 부피가 294.20Å³으로 측정되어 Cr₂O₃의 이론부피인 289.27Å³과¹⁴⁾ 1.70%의 근소한 차이를 나타내며 거의 일치하였으며, 패턴분석 결과를 통해서도 rhombohedral 구조의 Cr₂O₃로 확인되었다.

한편 증류수를 PCA로 사용하여 제조한 NCFN-H 벌크합금의 미세조직은 그림 3에서와 같이 나타났다. 그림 3(a)와 같이 NCFN-H 벌크합금의 평균 결정립 크기는 172 nm로 측정되었고 NCFN-C 합금에서 형성되었던 NbC는 관찰되지 않았으며, Cr₂O₃(측정부피: 295.19Å³)만이 형성된 것을 그림 3(b)(c)에서와 같이 확인할 수 있었다.

3.1.1. NCFN-C 합금에서 PCA에 의한 오염

일반적으로 기계적합금화 공정에서는 분말의 압접

과 파괴가 균형있게 유지될 때 균일한 합금화가 진행되며, 과도한 압접을 억제하여 충분한 회수율을 얻기 위해 PCA를 첨가한다^{6,15)}. 그러나 PCA의 첨가는 기계적합금화에서 주된 오염의 원인으로 작용하며, 본 연구에서 제조된 NCFN-C 합금과 NCFN-H 합금에서도 NbC와 Cr₂O₃와 같은 불순물을 형성시킨 것으로 판단되었다. 표 1 에서와 같이 메탄올에서의 C량은 일반적으로 사용되고 있는 PCA중에서 가장 적은 양인 37%이다. 그럼에도 불구하고 메탄올을 PCA로 사용해 제조한 NCFN-C 벌크합금에서는 다량의 NbC가 형성되는 것을 X-선 회절분석(그림 1(b))과 미세조직 관찰결과(그림 2)를 통해 확인할 수 있었다. 이들 NbC는 PCA로 첨가된 메탄올이 분해되면서 나온 C가 합금원소로 첨가된 Nb와 반응하여 형성된 것으로 평가된다. 원래 NCFN 합금은 IN 718 합금에서와 같이 시효처리를 통해 γ' 을 형성시켜 강도를 증가시키려는 목적으로 제조되었기 때문에 기지에 Nb의 고용량을 증가시키는 것이 대단히 중요하다. 그런데 메탄올 PCA로 첨가하여 제조한 NCFN-C 합금에서는 NbC가 우선적으로 형성됨에 따라 Nb의 소모량이 많아져 γ' 상의 형성에 치명적인 영향을 미칠 것으로 평가되었다. 그에 따라 C가 함유되지 않은 증류수를 PCA로 사용한 NCFN-H 합금을 제조하고 NbC의 형성을 억제하는 효과에 대해 검토하였다.

3.1.2. PCA로서 증류수(H₂O)의 사용효과

증류수를 PCA로 사용하여 제조한 NCFN-H 벌크합금은 메탄올을 PCA로 사용하여 제조한 NCFN-C

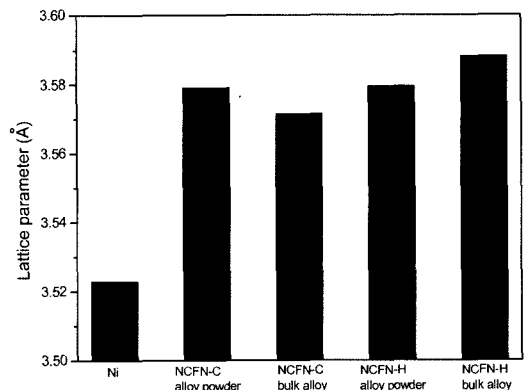


Fig. 4. Comparison of lattice parameters of Ni, NCFN-C and NCFN-H alloys.

벌크합금과는 달리 NbC가 형성되지 않은 것을 그림 1과 그림 3을 통해 이미 확인할 수 있었다. 그림 4는 NCFN-C 합금과 NCFN-H 합금의 분말과 벌크합금 각각에서 기지 Ni의 격자상수를 측정된 결과이다. NCFN-C와 NCFN-H 합금분말의 격자상수 모두가 Ni에 비하여 증가하였으나 크기가 거의 같은 것으로 미루어 거의 같은 량의 Nb이 Ni기지에 고용된 것으로 사료된다. 그러나 이들 합금분말을 벌크화하면 NCFN-C 합금의 경우에는 격자상수가 감소하였으나, NCFN-H 합금의 경우에는 증가한 것을 확인할 수 있었다. 이 결과로부터 NCFN-C 합금의 경우는 기계적합금화 과정중 Ni기지에 고용되었던 Nb 원자들이 분말의 벌크화를 위한 소결과정인 SPS과정에서 다량의 NbC를 형성하면서 기지에 고용되었던 Nb이 빠져나와 격자상수가 감소한 것으로 추정된다. 그러나 NCFN-H 합금의 경우는 PCA로서 증류수를 사용함에 따라 C 오염원이 없기 때문에 NbC가 형성되지 않았다. 그러므로 SPS과정에서 발생하는 Nb의 소모량은 메탄올을 PCA로 사용한 NCFN-C 합금보다 적으며, 기계적합금화 과정중 고용되지 않고 남아있던 Nb이 고온(1100°C)에서 수행되는 SPS과정 중 Ni기지에 고용되면서 격자상수는 더욱 증가한 것으로 판단된다¹⁶⁾. 그림 5는 NCFN-C 벌크합금과 NCFN-H 벌크합금의 경도값을 측정된 결과이다. NCFN-C 합금의 경우는 HRC 30.2의 평균 경도값이 나타났으며 NCFN-H 합금의 경우는 HRC 36.5를 나타내어 NCFN-H 합금의 경도가 NCFN-C 합금의 경도보다 높게 나타났다. 이 결과는 그림 4에서 나타난 결과와 같이 NCFN-H 합금에서 Nb의 고용량이

증가함에 따라 나타난 고용강화효과 때문으로 판단되었다.

3.2. 720°C와 600°C에서 시효처리에 따른 NCFN-H 합금의 상변화 거동

그림 6에서 나타난 상태도와 같이 IN 718 합금에서 γ 상은 720°C에서 5시간부터 50시간까지의 시효처리를 통해 형성되며, 강도의 증가에 크게 기여하는 것으로 알려져 있다¹⁷⁾. 따라서 720°C에서 1시간부터 100시간까지 시효처리를 행한 후 경도값을 측정하였고, 이보다 낮은 온도인 600°C에서도 같은 방법으로 시효처리를 행한 후 경도값을 측정하였다. 그림 7에서 보이는 바와 같이 720°C의 경우에는 초기 시효처리 시간인 1시간부터 100시간까지 HRC 36~39 정도의 경도값을 일정하게 유지하는 것을 확인할 수 있

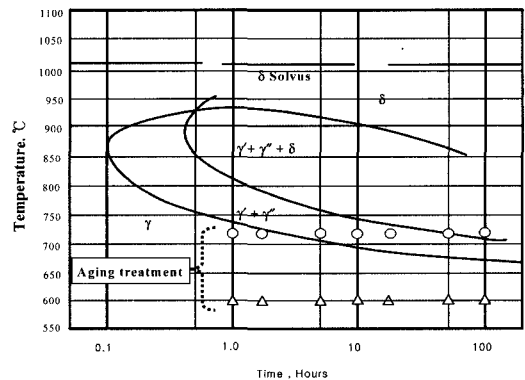


Fig. 6. Time Temperature Transformation Curve of IN 718 alloy¹⁷⁾. ○ and △, indicate aging treatment at 720°C and 600°C, respectively.

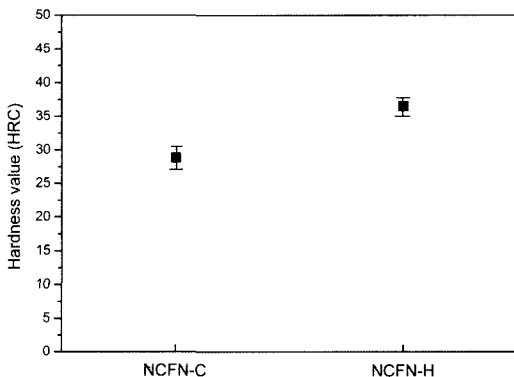


Fig. 5. Comparison of hardness of NCFN-C and NCFN-H bulk alloys.

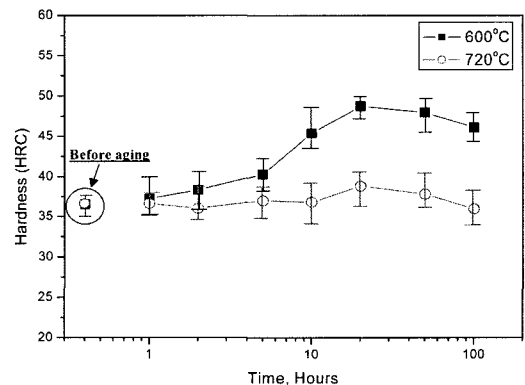


Fig. 7. Variation of hardness of NCFN-H bulk alloy aged at 600°C and 720°C for various length of time.

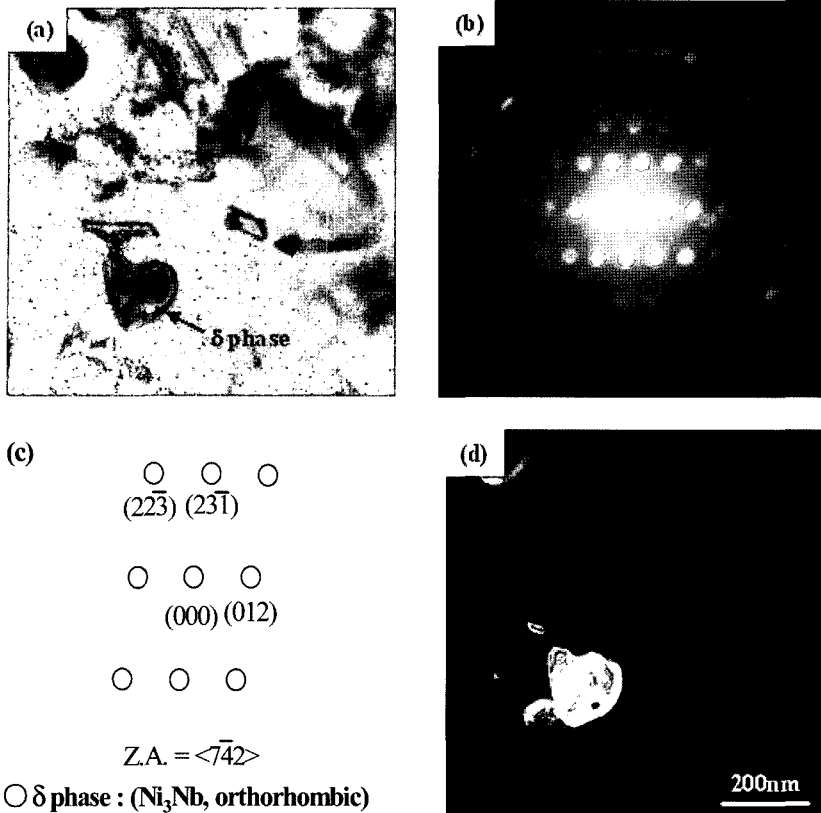


Fig. 8. TEM images and micro diffraction pattern of NCFN-H bulk alloy aged for 20 hours at 720°C. (a) bright field image, (b) micro diffraction pattern of δ phase in (a), (c) schematic illustration of (b), (d) dark field image.

었다. 그러나 600°C의 결과에는 1시간부터 5시간까지의 시효처리를 통해 경도값이 서서히 증가하는 양상을 나타내다가 10시간부터는 경도값이 급격하게 증가하여 20시간 후에는 HRC 48.7을 나타내었으며 그 이후에는 경도값이 다소 감소하는 경향을 나타내었다. 시효처리에 의한 최대 경도값을 시효처리전 경도값 HRC 36.5와 비교해보면 720°C에서는 거의 변하지 않았음에 반하여 600°C에서는 HRC 12.2 만큼 증가하였음을 알 수 있다.

그림 8은 720°C에서 20시간 동안 시효처리를 행한 NCFN-H 벌크합금의 미세조직이다. 그림 8(a)에서와 같이 결정립 크기는 200 nm 정도로 관찰되어 시효처리에 의한 결정립 크기의 변화는 시효처리 전에 비해 크게 발생하지 않았으며, γ' 상은 존재하지 않고 $\delta(\text{Ni}_3\text{Nb})$ 상만 형성된 것을 그림 8(b)(c)(d)와 같이 확인할 수 있었다. 그림 6에서 나타난 것처럼 720°C에서 20시간 동안의 열처리 조건은 IN 718 합

금에서 γ' 상이 형성되는 영역에 속하며 δ 상이 형성되는 조건보다는 낮은 온도 영역이지만 NCFN-H 합금에서는 δ 상이 형성되는 결과를 나타내었다. 이들 δ 상은 γ' 상과 동일한 화학조성인 Ni_3Nb 로 구성되지만 tetragonal 결정구조를 갖는 γ' 과는 달리 orthorhombic 결정구조를 가지며 γ' 보다 높은 온도에서 시효처리를 통해 형성되는 부정합석출물이며, 결정립의 열적안정화에는 기여하지만 강도증가 효과는 나타내지 않는 것으로 알려져 있다^{17,18)}. 이 결과로부터 그림 7에서 나타난 720°C에서 시효처리를 행한 후 경도값이 증가하지 않은 이유는 γ' 상이 형성되지 않고 δ 상이 형성되었기 때문으로 판단되었다.

그림 9는 600°C에서 20시간 동안 시효처리를 행한 NCFN-H 벌크합금의 미세조직이다. 다량의 γ' 상이 형성된 것을 그림 9(b)(c)와 같이 확인할 수 있었다. 또한 이들 γ' 상의 크기는 10 nm 이하로 미세한 것을 그림 9(d)의 암시야 상을 통해 확인하였다. 이

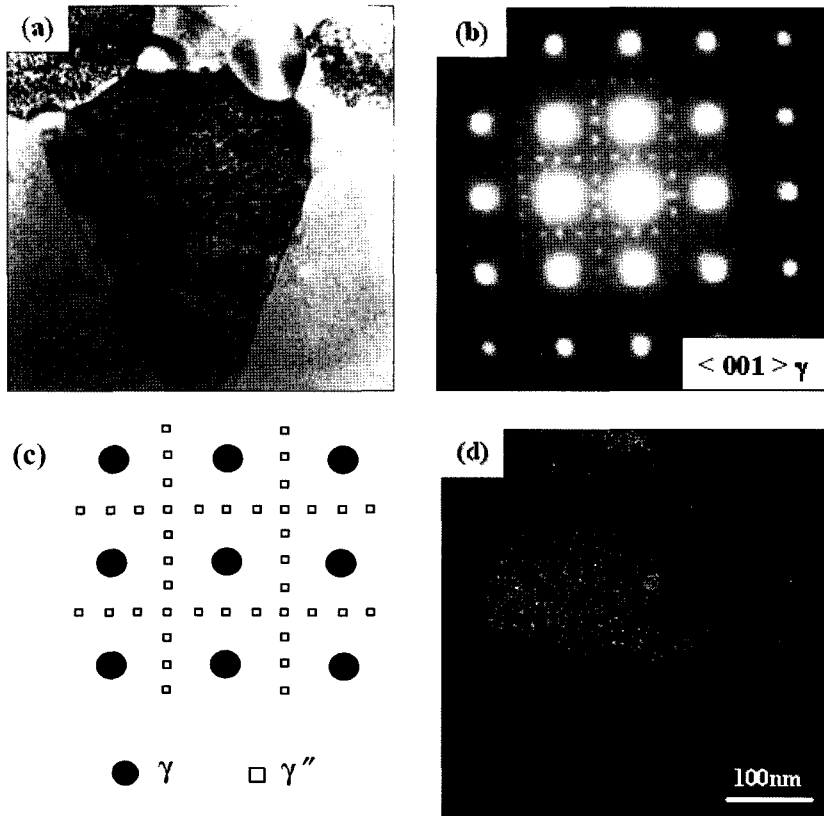


Fig. 9. TEM images and SAD pattern analysis of NCFN-H bulk alloy aged for 20 hours at 600°C. (a) bright field image, (b) SAD pattern with $\langle 001 \rangle$ orientation of γ , (c) schematic illustration of (b), (d) dark field image.

결과로부터 600°C에서 열처리 후 경도값이 크게 증가한 이유는 γ'' 상이 다량 형성되었기 때문으로 판단되었다. 그런데 그림 6에서와 같이 600°C의 온도는 IN 718 합금에서 γ 상이 형성되기에는 100°C 이상 낮은 온도이지만 NCFN-H 벌크합금에서는 γ'' 상이 형성된 것을 확인할 수 있었다.

3.2.1. 열분석 결과

그림 10은 1200°C에서 용체화 처리한 상용 IN 718 합금과 NCFN-C 벌크합금, NCFN-H 벌크합금의 γ'' 상의 석출거동을 평가하기 위한 DSC 측정결과이다. IN 718 합금, NCFN-C 합금, NCFN-H 합금은 각각 752.6°C, 673.1°C, 660.9°C에서 발열피크가 나타났으며 1005.8°C, 1002.3°C, 1009.9°C에서 흡열피크가 나타났다. 발열피크는 γ'' 석출물의 형성에 의한 결과로 평가되며 흡열피크는 형성된 γ'' 석출물의 용해에 의해 나타나는 것으로 평가된다. DSC측

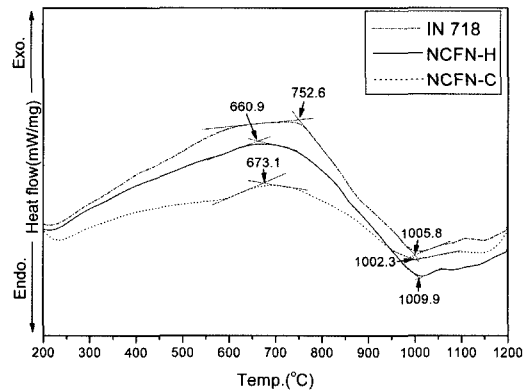


Fig. 10. DSC curves of IN 718, NCFN-H and NCFN-C alloys.

정 실험에서 승온속도는 25°C/min의 조건으로 실시하였기 때문에 20시간동안 시효처리를 행한 후 나타난 γ'' 상의 형성온도와 비교하여 정확한 온도를 언급하는 것은 다소 무리가 있다. 하지만 기계적합금화로

제조된 NCFN-C 와 NCFN-H 합금들의 발열피크의 위치가 IN 718 합금보다 각각 79.5°C와 91.7°C 가량 낮아진 결과로부터 γ' 석출물의 형성온도가 상용 IN 718 합금보다는 낮아진 결과는 확인할 수 있었다. 즉, 본 연구에서 제조된 NCFN-H 합금에서 나타나는 상변화 거동은 IN 718 합금에서의 석출거동과는 조금 다른 것으로 확인되었다. 이 결과는 NCFN-H 합금의 화학조성이 IN 718 합금과 정확하게 일치하지 않기 때문에 나타난 결과이거나, 또는 그림 3의 미세 조직에서 관찰되는 것처럼 NCFN-H 벌크합금이 기계적합금화 공정을 통해 제조되었기 때문에 수많은 압접과 파쇄공정이 반복되는 동안 도입된 극심한 소성변형에 의한 영향으로 추정된다. 실제로 ECAE (equal channel angular extrusion)와 같은 극심한 소성변형에 의해 상변화 온도가 바뀌는 결과는 보고되고 있으며¹⁹⁾ 이에 대한 연구는 추후 계속 수행될 예정이다.

4. 결 론

메탄올(CH₃OH)과 증류수(H₂O)를 PCA로 사용하여 기계적합금화법으로 Ni-20Cr-20Fe-5Nb 합금을 제조한 연구를 통하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

1) 메탄올을 PCA로 사용한 NCFN-C 벌크합금에서는 NbC와 Cr₂O₃가 형성되었으며, NbC의 형성은 Nb의 Ni 기지내로의 고용량을 감소시켰다.

2) 증류수를 PCA로 사용한 NCFN-H 벌크합금은 NbC가 형성되지 않아 기지 내에 Nb의 고용량이 증가하였다.

3) NCFN-H 벌크합금의 시효처리 결과 600°C에서는 γ' 상이 석출되었으며 720°C에서는 δ 상이 석출되었다.

4) 본 연구에서 제조된 NCFN-H 벌크합금에서의 석출은 상용 IN 718 합금에서 보다 낮은 온도에서 일어났다.

감사의 글

본 연구는 한국과학기술기획평가원과 과학기술부의 2004년 원자력기술개발과제에 의해 지원되었으며 이에 감사의 말씀을 드립니다.

참고문헌

1. D. Fournier and A. Pineu : Met. Trans, **8A** (1977) 1095.
2. R. P. Jewett and J. A. Halchak : Superalloy 718, 625 and Various Derivatives, ed. E. A. Loria, TMS (1991) 749.
3. M. Sundararaman, P. Mukhopadyaya and S. Banarjee : Met. Trans, **19A** (1988) 453.
4. C. Slama and M. Abdellaoui : J. Alloys. Comp., **306** (2000) 277.
5. E. A. Loria : J. Met., **6** (1998) 36.
6. C. Suryanarayana : Prog. Mater., **46** (2001) 1.
7. L. Luton and M. O. Lai : Mechanical alloying, Kluwer Academic Publishers, Boston (1998).
8. J. Keskinen, A. Pogang, J. Rubin and P. Ruuskanen : Mater. Sci. Eng. A, **196** (1995) 205.
9. E. Gaffet, M. Harmelin and F. Faudot : J. Alloys. Comp., **23** (1993) 194.
10. J. S. Cho and S. I. Kwun : Light metals for transportation systems, Pohang, South Korea (1993) 423.
11. P. S. Gilman and J. S. Benjamin : Metal Handbook, 9th ed., ASM, Metals Park, **7** (1984) 724.
12. B. D. Cullity : Elements of X-ray diffraction, 2nd ed., Addison Wesley (1978).
13. A. Amendora : ICCD Grant-in-Aid, Polytechnic Institute of Brooklyn, New York, USA (1958).
14. J. Graham : J. Phys. Chem. Sol., **17** (1960) 18.
15. H. J. Fecht, E. Hellstern, Z. Fu and W. L. Johnson : J. Appl. Phys., **67** (1990) 1744.
16. V. K. Portnoy, V. I. Fadeeva and I. N. Zaviyalova : J. Alloys. Comp., **224** (1995) 159.
17. O. B. Armida and J. F. Radavich : Superalloy 718, 625 and Various Derivatives, ed. E. A. Loria, TMS (1991) 325.
18. D. D. Krueger : Superalloy 718, ed. E. A. Loria, TMS (1989) 279.
19. L. Zhenhua, C. Xianhua and S. G. Qianqian : Mater. Lett., **59** (2005) 705.