X선 회절 패턴 측정과 투과 전자 현미경을 이용한 구리 나노분말의 수소 환원 처리 시 발생하는 미세조직 변화 및 치밀화 시편의 물성 분석

안동현 · 이동준 · 김우열 · 박이주^a · 김형섭*

포항공과대학교 신소재공학과, ^a국방과학연구소

Analysis of the Change in Microstructures of Nano Copper Powders During the Hydrogen Reduction using X-ray Diffraction Patterns and Transmission Electron Microscope, and the Mechanical Property of Compacted Powders

Dong-Hyun Ahn, Dong Jun Lee, Wooyeol Kim, Lee Ju Park^a, and Hyoung Seop Kim*

Department of Materials Science and Engineering, Pohang University of Science and Technology (POSTECH),
Pohang 790-784, Korea

^aAgency for Defense Development (ADD), Daejeon 305-152, Korea

(Received June 5, 2014; Revised June 16, 2014; Accepted June 20, 2014)

Abstract In this study, nano-scale copper powders were reduction treated in a hydrogen atmosphere at the relatively high temperature of 350°C in order to eliminate surface oxide layers, which are the main obstacles for fabricating a nano/ultrafine grained bulk parts from the nano-scale powders. The changes in composition and microstructure before and after the hydrogen reduction treatment were evaluated by analyzing X-ray diffraction (XRD) line profile patterns using the convolutional multiple whole profile (CMWP) procedure. In order to confirm the result from the XRD line profile analysis, transmitted electron microscope observations were performed on the specimen of the hydrogen reduction treated powders fabricated using a focused ion beam process. A quasi-statically compacted specimen from the nano-scale powders was produced and Vickers micro-hardness was measured to verify the potential of the powders as the basis for a bulk nano/ultrafine grained material. Although the bonding between particles and the growth in size of the particles occurred, crystallites retained their nano-scale size evaluated using the XRD results. The hardness results demonstrate the usefulness of the powders for a nano/ultrafine grained material, once a good consolidation of powders is achieved.

Keywords: Nano powder, microstructure, hydrogen reduction, X-ray diffraction pattern

1. 서 론

미세조직의 규모가 감소함에 따라 기존의 재료들의 물리적, 화학적 특성은 향상되거나 달라지게 된다[1-3]. 특히 나노/초미세립 규모의 결정립 크기를 가지는 재료는 그 뛰어난 기계적 물성에 의해 많은 관심을 받아 왔다. 이런 관

심은 재료의 조성 조절이나 합금 원소 첨가에 따른 재료 물성 디자인과는 다르게 미세조직 규모 조절을 통한 재료 디자인 스펙트럼을 제시하였으며, 다양한 분야에서 새로운 연구 방향의 디딤돌 역할을 하였다. 그 중에서 나노 재료 제조에 대한 연구들이 많이 진행되었고, 뛰어난 특성을 가지는 나노/초미세립 결정립 재료를 제작하기 위한 다양

*Corresponding Author : Hyoung Seop Kim, TEL: +82-54-279-2150, FAX: +82-54-279-2399, E-mail: hskim@postech.ac.kr

한 방법들이 제안되고 실용화되어 왔다.

나노/초미세립 구조의 벌크 재료를 만들기 위한 여러 방법 중 하나로, 나노 규모의 크기를 가지는 요소를 사용하여 최종 벌크 재료를 만드는 방법을 bottom-up 방식의 공정이라고 한다. 이 방법은 기본 요소로 사용되는 분말에 따라 최종 재료의 미세조직 특성을 조절할 수 있는 장점을 가지고 있다. 대표적인 공정으로는 고온 압축(hot pressing), 진공 고온 압축(vacuum hot pressing), 고온 압출(extruding at elevated temperature), 그리고 충격과 치밀화(shock wave consolidation) 등이 존재한다[4-6]. 이런 공정들을 통해 제조되는 벌크 시편은 사용된 분말의 특성에 따라 요구되는 공정 조건이 달라진다. 따라서 목표로 하는 특성을 가지게 하기 위해서는 적절한 분말의 사용과 적정 공정 조건이 요구된다.

분말간의 결합을 형성하여 벌크 재료를 만드는 과정에서 분말 표면에 형성된 산화 막은 방해 요소로 작용한다. 일반적으로 산화 막은 높은 취성, 높은 강도, 열역학적 안정성을 가지고 있어 치밀화 공정 중 분말간의 결합을 어렵게 하기 때문이다[7, 8]. 특히, 나노 금속 분말의 경우 높은 부피 대 표면적 비로 인해 산화 막을 형성하려는 경향이 강하고, 작은 분말의 크기로 인해 상대적으로 전체 부피에서 산화 막이 차지하는 비율이 높다. 이전 연구에서도 [9] 산화 막을 형성하고 있는 구리 나노분말을 사용하여 충격과 치밀화하였지만, 높은 산화 막의 비율로 인해 치밀화가 제대로 이루어지지 않았었다. 이런 치밀화 문제는 환원 처리를 실시하여 산화 막을 제거함으로써 해결 할 수 있다. 하지만, 환원 처리가 고온에서 이루어지고 나노 분말 자체가 높은 자유 에너지를 가지기 때문에, 처리 중 입자 성장이 발생 할 수 있어 기존의 분말 특성을 잃어 버릴 수 있다는 단점이 있다.

본 연구에서는 구리 나노분말의 산화 막을 제거하기 위해 고온의 수소 환원 처리를 실시하였고, 얻어진 환원 분말의 미세조직 특성을 분석하여 나노/초미세립 벌크 재료로써 쓰일 수 있는지를 확인하였다. 그 후 간단한 압축을 통해 벌크재를 형성하였으며, 특성 확인을 위해 기계적 물성 평가를 실시하였다.

2. 실험방법

본 연구에서 사용된 구리 나노분말은 한국의 (주) 나노기술에서(<http://www.nanopwe.com/kr/html/main.php>) 전기 폭발법을 통해 제조된 것을 제공 받았으며, 100 nm의 평균 입자 크기를 가지고 있다. 나노 분말들은 높은 표면적으로 인해 공기 중의 물질과 급격하게 반응하는 것을 방지하기 위해 소프트 산화막 처리가 실시되어 제공되었다. 이

에 따라 분말은 산화 구리의 색인 진한 갈색을 가지고 있었다[10]. 분말의 표면 산화막을 제거하기 위해 튜브 형태의 로에서 수소 분위기로 승온 및 감온 속도 4°C/min 하여 350°C에서 110분 동안 유지하며 수소 환원 처리를 실시하였다. 산화 전 후의 분말 형태를 확인하기 위해 주사 전자현미경을(FEVP-SEM, SU6600, Hitachi, Japan) 사용하여 관측을 실시하였다.

분말의 산화 환원 전 후의 조성 및 미세조직 변화를 확인하기 위해 X-선 회절 패턴을 D/Max-2500/PC(RIGAKU, Japan) 장비를 사용하여 측정하였다. 획득된 회절 시편을 사용하여 선 프로파일 분석을 실시하기 위해 convolutional multiple whole profile(CMWP) fitting 방법을 사용하였다[11]. 얻어진 결과와 비교하기 위해 환원 후 분말에 대한 투과 전자 현미경 측정을 구면수차보정 투과전자 현미경(Transmission electron microscope, HR-[S]TEM-I(2100F with Cs Corrected STEM), JEOL, Japan)을 사용하여 실시하였다. 수소 환원 처리로 인해 일반적인 나노 분말 시편 준비 방법으로는 관측이 어렵게 분말끼리 결합되어 마이크로 스케일의 크기를 이루고 있었다. 이를 분리하기 위해 외부에서 하중을 가하는 경우에는 분말 내부의 미세조직에 변형이 발생 할 수 있어 제대로 된 분말 특성을 정의하기 어려운 문제가 있다. 이를 해결하기 위해 집속이온빔 장비를(Focused Ion Beam, FEI, Helios) 사용하여 환원 후 분말 집합체로부터 15 $\mu\text{m} \times 5 \mu\text{m}$ 의(실제 측정 범위 약 6 $\mu\text{m} \times 6 \mu\text{m}$) 시편을 가공하였다. 이 후, 투과 전자 현미경을 통해 측정된 이미지들을 바탕으로 각 결정의 크기를 가장 긴 축과 가장 짧은 축의 산술 평균으로부터 정의하였다.

수소 환원된 구리 나노분말에 대한 준 정적 압축을 약 900 MPa의 압력으로 유압 프레스를 이용한 실시하였다. 이를 통해 10 mm의 지름을 가지는 원통형의 벌크재를 제작하였다. 획득된 시편의 상대 밀도를 측정하기 위해 Archimedes 원리를 이용한 밀도 측정을 실시하였으며, 비커스 미세 경도를 측정하기 위해 압축 방향에 수직한 단면적을 SiC 연마 지와 다이아몬드 서스펜션을 사용하여 거울 연마하였다. 비커스 미세 경도는 Future-Tech FM-700을 사용하여 300 g, 15초의 압입 조건을 사용하여 중심부에서 모서리 방향으로 10개의 지점을 총 4 방향을 측정하여 그 평균 및 오차를 구하였다.

3. 결과 및 고찰

일반적으로 나노 금속 분말은 높은 부피 대 표면 비로 인한 분말들간의 응집을 이루려는 경향이 매우 강하다. 사용된 분말 역시 이런 경향을 보이며, 그림 1(a)의 주사 전

Fig. 1. The scanning electron microscope images of nano copper powders before hydrogen reduction process.

Fig. 2. The X-ray diffraction patterns before and after the hydrogen reduction process.

자 현미경 측정 결과에서 이를 확인 할 수 있다. 그림 1(b)는 더 높은 배율의 이미지로 구형의 분말들이 서로 붙어 있는 것을 확인할 수 있다. 또한, 높은 표면적 비는 분말 간의 응집체를 이루게 하는 것뿐만 아니라 분말 표면의 산화 막 형성을 가속화 시키는 경향을 가진다. 그림 2(a)는 초기 구리 나노분말의 X-선 회절 패턴으로 검은 별 점 형태로 표시된 구리 피크를 제외한 다른 피크들은 산화 구리의 특성 피크들을 보여주고 있다. 산화 구리 피크들이 상대적으로 높은 것으로부터 구리 나노분말의 높은 부피를 산화 막이 차지하고 있는 것을 알 수 있다.

그림 2(b)는 산화 막을 제거하기 위해 수소 환원 처리를 실시한 분말의 X-선 회절 패턴을 보여준다. 환원 처리 후 산화 구리 피크들이 사라진 것을 알 수 있으며, 오직 구리 피크들만이 발견된다. 하지만 패턴들을 정성적으로 비교해보면, 환원 처리 후 피크들의 폭이 줄어들어 날카로워진 것을 알 수 있다. 일반적인 X-선 회절 패턴의 피크 폭 증가는 내부 결함들의 증가 또는 결정립 크기가 감소함에 따라 강화된다[12]. 즉, 피크 폭 감소는 분말 내부의 결함 밀도가 감소하거나 결정립 크기가 증가하였다는 것을 의미한다.

정량적인 X-선 프로파일 분석 방법 중 하나인 CMWP 분석법을 사용하여 측정한 환원 전 후의 분말 상태에 대한 fitting 결과를 그림 3에 나타내었다. 그림 3(a)는 수소 환원 처리 전의 분말에 대한 fitting 결과이다. 왼쪽의 그림은 로그 스케일로 나타낸 것으로 원형 점으로 나타낸 것이 실험에서 얻어진 패턴이고, 붉은 실선이 CMWP 분석법을 통해 얻어진 계산결과이다. 오른쪽 그림은 일반 스케일로 나타낸 것으로 파란색 실선은 실험과 계산 결과간의 차이를 나타낸 곡선이다. 서로 매우 잘 일치하여 차이가 작은 것을 알 수 있다. 그림 3(b)는 수소 환원 처리 후의 결과이다. 이 결과에서도 역시 fitting이 잘 된 것을 확인할 수 있다.

CMWP 분석법을 통해서 X-선 회절 패턴의 피크 프로파일에 영향을 주는 두 가지 주요 요소인 전위 밀도와 결정립 크기를 정량적으로 분석할 수 있다. 전위 밀도의 경우 재료의 평균 자승 변형률에 대한 식으로 표현될 수 있으며, 다음과 같이 표현할 수 있다[13]:

$$\langle \varepsilon_{g,L}^2 \rangle = (b/2\pi)^2 \pi \rho C_f(n) \quad (1)$$

여기서 g 는 회절 벡터의 절대값을 나타내며, L 은 Fourier

Fig. 3. The comparison results between the measured X-ray diffraction patterns and the calculated patterns from convolutional multiple whole profile procedure on (a) before hydrogen reduction and (b) after hydrogen reduction.

length, b 는 Burgers vector, ρ 는 전위 밀도, C 는 전위의 contrast factor, 그리고 $f(n)$ 은 Wilkens function을 의미한다. 본 연구에서는 계산을 위해 b 와 C 값으로 0.2556 nm 와 0.304을 초기 인자로 사용하였고, X-선 회절 패턴으로부터 평균 자승 변형률과 $f(n)$ 값을 구하여 재료 내부의 전위 밀도 값을 얻을 수 있다. 결정립 크기의 경우 log-normal 크기 분포를 가진다는 가정하였고, 이 분포는 다음과 같은 크기 분포 함수를 가진다[13]:

$$f(x) = [1/(2\pi)^{1/2}\sigma](1/x)\exp\left\{-\left[\ln\frac{x}{m}\right]^2/2\sigma^2\right\} \quad (2)$$

여기서 x 는 크기 분포에서 결정립 크기를 의미하며, σ 는 분포를 그리고 m 은 크기 분포 함수에서 중앙값을 의미한다. 위의 X-선 회절 패턴 분석에서 얻어지는 결정립은 일반적으로 회절 벡터에 수직하고 동일한 면간 거리를 가지는 간섭상 격자의 깊이를 측정하기 때문에 수직화를 위해 구형의 결정립을 가정하고 있다. 이 가정들을 바탕으로 X-선 회절 패턴을 분석하여 σ 와 m 값을 계산하여 얻을 수 있으며, 이 두 값을 사용하여 넓이 평균 결정립 크

기를 다음의 식을 통해 구할 수 있다:

$$\langle x \rangle_{area} = \maxp(2.5\sigma^2) \quad (3)$$

위의 식들을 바탕으로 얻어진 수소 환원 전 전위 밀도와 결정립 크기는 각각 $\sim 8.9 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ 그리고 $\sim 56 \text{ nm}$ 의 값을 얻을 수 있었다. 환원 후에는 전위 밀도가 $\sim 10^{13} \text{ m}^{-2}$ 보다 낮은 값을 보였고 결정립 크기는 $\sim 96 \text{ nm}$ 의 값을 보여주었다.

수소 환원 전 분말 내부에 존재하는 높은 전위 밀도는 전기 폭발 법의 특성상 제조 과정에서 형성된 것들이다 [14]. 분말 입자 크기 보다 작은 결정립 크기 역시 일반적으로 분말 하나가 하나의 단 결정을 이루지 않는 제조 공정의 결과이다. 수소 환원 후의 분말 내부의 전위들은 결합들의 회복이 발생하며 낮아졌으며, 상대적으로 높은 환원 온도는 분말간의 결합 및 성장을 발생시켜 결정립 크기의 증가를 야기시켰다.

분말간의 결합 및 성장은 수소 환원 후 얻어진 주사 전자 현미경 이미지들인 그림 4를 통해 알 수 있다. 그림 4(a)는 저 배율에서 얻어진 이미지이다. 분말의 형태는 수

Fig. 4. The scanning electron microscope images of the nano copper powders after hydrogen reduction (a, b) and the specimen manufacture by focused ion beam process from the powders (c, d).

Fig. 5. Transmission electron microscope images on the powder specimen prepared by focused ion beam process (a), and the schematic process to calculate the average crystallite size from the images (b, c).

소 환원 전의 분말들이 뭉쳐져 있는 형태와 비슷하다. 더 높은 배율인 그림 4(b)에서는 미세한 분말들이 완전 결합 되진 않았지만, 환원 전에 비해서 분말간의 구분이 뚜렷이

되지 않을 정도로 서로 결합된 것을 알 수 있다. 그림 4(c, d)는 동일한 분말에서 집속 이온 빔을 사용하여 얻어진 시편으로 분말 집합체의 내부의 형태를 확인 할 수 있다. 분

말들이 서로 결합되고 뭉쳤으며, 각 분말들의 크기가 이전보다 커진 것을 확실히 알 수 있다. 하지만, 내부에 완전한 결합이 이루어지지 않고 여전히 빈 공간이 많이 존재하는 것을 알 수 있다. 이를 통해 분말이 수소 환원 처리 후에 어느 정도 성장과 결합이 있었지만, 각 분말 단위들이 여전히 마이크로 이하의 형태는 유지하고 있다는 것을 알 수 있다.

그림 5(a)는 얇게 가공된 집속 이온 빔 시편의 투과전자 현미경 이미지이다. 전자의 투과를 위해 얇은 두께를 형성하였기 때문에, 많은 부분이 소실된 것을 알 수 있다. 또한, 형태를 유지하기 위한 연결 부위가 얇아 형태를 유지하기 위해 대부분의 분말 관측 영역이 두껍게 형성되어 정밀한 관측이 어려웠다. 그림 5(b)는 각 영역의 확대 영상으로 내부의 구조가 분말의 크기보다 미세화된 형태를 가지고 있으며 몇몇 부위에서 쌍정이 형성된 것을 알 수 있다. 이런 쌍정은 환원 전의 X-선 회절 패턴을 분석을 통해 분말 제조 과정에서 형성된 것이라는 것을 알 수 있었으며, 환원 처리 중에는 일부 어닐 쌍정이 추가로 형성되기도 하였다. 그림 5(c)는 동일한 이미지에서 위치 별 대비차이로 각 영역을 구분하여 나타낸 그림이다. 시편이 두꺼운 형태를 가지고 있어 내부의 미세구조를 뚜렷하고 미세하게 구분하지 못하고 개략적인 구분만을 실시하였다.

투과전자 현미경 이미지들로부터 측정 가능하였던 87개의 결정립들의 크기를 그림 6(a)에 히스토그램으로 나타내었다. 그림 6(a)에 나타나있는 검은 색의 실선은 X-선 회절패턴 분석 결과로부터 얻어진 결정립 크기 분포이며, 파란색 점선은 실험으로 얻어진 분포에 대한 log-normal 분포 fitting을 실시한 결과이다. 투과전자 현미경을 통해

측정된 결과가 X-선 회절패턴 분석 결과로 얻어진 값보다 큰 것을 알 수 있다. 이런 결과는 Ungar 등의[13] 연구 결과에서도 확인된다. 해당 연구에서 투과 전자 현미경을 통해 얻어진 결정립 크기는 두 가지로, 하나는 본 연구와 동일하게 뚜렷한 대비효과를 통해 얻어진 비대한 결정립과 비대한 결정립 내부의 미세한 대비 차이를 모두 고려한 미세 결정립이다. 비대한 결정립 크기는 X-선을 통해 분석된 크기보다 큰 값을 가지는 것을 알 수 있다. 이런 이유는 X-선 회절 패턴 분석에서 고려되는 결정립이 간섭성 격자 구조를 가지는 영역만을(미세한 결정립) 나타내며, 이런 영역의 크기는 일반적인 전자 현미경을 통해 관측되는 결정립 크기보다(비대한 결정립) 작게 측정되기 때문이다. 이는 본 연구의 경향과 동일하다. 따라서, 고 해상도의 투과 전자 현미경을 사용하여 미세 결정립을 측정할 경우 얻어지는 결정립 크기는 X-선 회절패턴 분석 결과에서 얻어진 크기와 비슷하게 측정될 것이다. 본 연구의 관측 시편의 두꺼운 두께에 의해 이런 미세한 결정을 측정하는 것은 어려움이 있어 실시되지 못하였지만, 위의 참조 논문을 통해 분말 내의 실제 미세 결정립은 X-선 회절패턴 분석 결과와 비슷한 ~100 nm의 값을 가질 것이라는 것을 추론할 수 있다.

그림 5의 투과 전자 현미경 이미지에서 발견되는 쌍정은 X-선 회절패턴 분석에서 얻어지는 결정립 크기에 포함되어 고려된다. 이는 앞서 설명하였듯이, 그림 6의 X-선 회절패턴 분석에서 계산되는 결정립 크기가 간섭성 격자 영역의 크기로부터 얻어져 쌍정입계로 나뉜 결정들 역시 각각의 결정립으로 고려되기 때문이다. 하지만, 쌍정입계에 의한 격자 변형률이 발생하게 되고, 회절 피크 폭 증가의 일부가 이로부터 발생할 수 있다. 이는 간접적으로 결

Fig. 6. The distribution of crystallite size from the transmitted electron microscope images and the log-normal fitting curve, and CMWP analysis (a); and, the similar distributions from [13] (b).

Fig. 7. The Vickers micro hardness result from center to edge on the quasi-statically compacted bulk specimen from the hydrogen reduced nano copper powders.

정립 크기에 의한 피크 폭 증가 양을 상대적으로 줄이게 된다. 따라서, 쌍정의 영향을 고려하여 X-선 회절 분석을 하는 경우 결정립 크기가 변할 수 있다. 하지만, 본 연구에서 분석한 결과 쌍정의 양이 적어 쌍정 변형률의 고려에 따른 차이가 거의 없고, 여전히 결정립 크기가 ~100 nm의 값을 보이는 것을 확인하였다.

수소 환원 처리한 분말을 사용하여 제작한 벌크재는 ~95%의 상대 밀도를 가지고 있었다. 이는 이전 연구에서 [9] 산화 막을 제거하지 않은 치밀화 시편이 벌크 형태를 유지하지 못한 것에 비해 개선된 결과로 산화 막 제거의 효과를 보여주고 있다. 제작된 시편의 기계적 물성을 확인하기 위해 실시된 비커스 미세 경도 결과를 그림 7에 나타내었다. 평균적으로 ~100 Hv의 경도 값을 가지며 최대 최소 값의 차이가 시편 외곽으로 갈수록 커지는 것을 알 수 있었다. 외부로 갈수록 증가하는 측정 값의 차이는 분말 압축 시 다이와 접하는 부위에서 균일하지 못한 변형이 이루어졌기 때문이라고 추측된다. 이런 외곽부의 오차에도 불구하고 경도 결과는 산화 막을 제거하지 않은 이전 연구 시편이 ~45–80 Hv의 값을 보이는 것에 비해 개선된 결과를 보이는 것을 확인하였다. 하지만, 구리의 경우 100 nm의 결정립 크기를 가지면 Hall-Petch relation에 따라 대략 400 MPa의 변형 응력을 가진다고 알려져 있는 것에 비해 [15], 얻어진 평균 경도를 변형 응력으로 변환하면 ~333 MPa의 값을 보인다. 이 값은 Hall-Petch relation에서 얻어진 값보다 작은 것을 알 수 있다. 이런 차이는 분말간의 결합이 충분히 이루어지지 않았기 때문에 발생하는 문제로, 경도 측정 후에 압입 지점에서 발견되는 크랙과 상대적으로 큰 경도 값의 오차 범위가 이런 설명을 뒷받침 해준다.

4. 결 론

본 연구에서는 나노/초미세립 결정구조 재료를 제작하기 위해 사용된 구리 나노분말의 수소 환원 처리에 따른 미세조직 분석을 실시하였다. 분말 특성을 유지하며 벌크 재료를 만들기 위해, 치밀화의 방해 요인으로 작용하는 산화 막을 제거하는 고온의 수소 환원 처리를 실시하였다. 처리 후 XRD 결과를 통해 산화 막이 전부 제거되고 순수 구리만이 남은 것을 알 수 있었다. X-선 회절 패턴 분석 및 투과 전자 현미경 관측을 통해 수소 환원 처리 전 후 분말 내부에 존재하던 다량의 전위들은 회복되어 대부분 소멸되었고, 고온에 의해 분말들이 결합하고 성장하여 결정립 크기가 증가한 것을 알 수 있었다. 하지만, 그 증가 크기가 100 nm를 넘지 않는 것을 통해 나노/초미세립 결정구조 재료의 기본 분말로 사용됨에 문제가 없는 것을 알 수 있었다. 수소 환원 처리한 분말들을 사용하여 단순 준 정적 압축을 실시하여 벌크재를 제작하였다. 제작된 시편은 상대적으로 높은 경도와 큰 오차 범위를 보이는 것을 알 수 있었다. 높은 경도는 분말의 미세조직이 나노/초미세립 규모를 가지고 있지만, 큰 오차는 단순 압축으로 치밀화가 제대로 이루어지지 않아 발생한 것이다. 경도 측정 후 압입 부에 형성된 크랙과 완전 치밀화 되지 않은 ~95%의 상대밀도가 이를 뒷받침 해주고 있다. 이번 연구에서는 수소 환원 처리 분말의 미세조직적 특성 변화를 확인 하고 그 가능성을 확인하였다.

감사의 글

논문은 국방과학연구소의 2011년 핵심기술(응용) 과제 (912264201) 연구비 지원에 의해 작성됐으며, 이에 감사드립니다.

참고문헌

- [1] H. Gleiter: Prog. Mater. Sci., **33** (1989) 223.
- [2] K. Lu: Mat. Sci. Eng. R, **16** (1996) 161.
- [3] M. A. Meyers, A. Mishra and D. J. Benson: Prog. Mater. Sci., **51** (2006) 427.
- [4] S. G. Pyo, N. J. Kim and P. Nash: Mat. Sci. Eng. A, **181** (1994) 1169.
- [5] G. R. Haff and E. M. Schulson: Metall. Trans. A, **13A** (1982) 1563.
- [6] H. N. Kim, S.N. Chang and D. K. Kim: Scripta Mater., **61** (2009) 871.
- [7] J. Groza: J. Mater. Eng. Perform., **2** (1993) 283.
- [8] Y. Kawamura, A. Inoue and T. Masumoto: Scripta Metall. Mater., **29** (1993) 25.

- [9] D.-H. Ahn, W. Kim, L. J. Park and H. S. Kim: J. Kor. Powd. Met. Inst., **21** (2014) 39 (*Korean*).
- [10] T. Maruyama: Sol. Energ. Mat. Sol. C., **56** (1998) 85.
- [11] G. Ribárik, J. Gubicza and T. Ungár: Mat. Sci. Eng. A, **287** (2004) 343.
- [12] B. D. Cullity and S. R. Stock: Elements of X-ray diffraction, Prentice Hall, New Jersey (2001) 167.
- [13] T. Ungár, J. Gubicza, G. Ribárik and A. Borbély: J. Appl. Crystallogr., **34** (2001) 298.
- [14] L. Chen, W.-L. Song, L.-G. Guo and C.-S. Xie: T. Non-ferr. Metal. Soc., **19** (2009) 187.
- [15] Y. F. Shen, L. Lu, Q. H. Lu, Z. H. Jin and K. Lu: Scripta Mater., **52** (2005) 989.