극저온 기계화학적 밀링(Mechano-Chemical Milling)에 의해 제조된 ODS Fe 합금의 기계적 특성

한성인* · 홍영환** · 황승준*,†

*대전대학교 신소재공학과

**수원과학대학교 신소재응용과

Mechanical Properties of ODS Fe Alloys Produced by Mechano-Chemical Cryogenic Milling

Sung-In Hahn*, Young-Hwan Hong**, Seung-Joon Hwang*,†

*Dep't of Advanced Materials Science & Engineering, Daejin University

**Dept. Advanced Materials Application, Suwon Science College

Abstracts An α -Ferrite (Fe) powder dispersed with 4 vol.% of Al_2O_3 was successfully produced by a simple milling at 210 K with a mixture of Fe_2O_3 , Fe and Al ingredient powders, followed by 2 step high temperature consolidation: Hot Pressing (HP) at 1323 K and then Hot Isostatic Pressing at 1423 K. The microstructure of the consolidated material was characterized by standard metallographic techniques such as XRD (X-ray Diffraction), TEM and STEM-EDS. The results of STEM-EDS analysis showed that the HIPed materials comprised a mixture of pure Fe matrix with a grain size of ~20 nm and Al_2O_3 with a bimodal size distribution of extremely fine (~5 nm) and medium size dispersoids (~20 nm). The mechanical properties of the consolidated materials were characterized by compressive test and micro Vickers hardness test at room temperature. The results showed that the yield strength of the ODS (Oxide Dispersion Strengthened) Fe alloy are as much as 674 ± 39 MPa and the improvement of the yield strength is attributed to the presence of the fine Al_2O_3 dispersoid.

(Received April 19, 2012; Revised April 30, 2012; Accepted May 18, 2012)

Key words: Cryogenic-milling, Mechano-chemical reaction, ODS Fe, Nanocrystalline Fe, TEM

1. 서 론

기계적 합금화(Mechanical Alloying: MA) 공정은 고속으로 회전하는 볼밀(Ball Mill)내에서 분말이 계속적인 냉간압접(Cold Welding), 파괴(Fracture) 그리고 재압접(Re-welding)을 겪으면서 여러가지 흥미로운 금속학적인 미세구조의 변화가 나타나게 할 수 있는 분말야금기술의 하나이다[1]. 볼밀내에 가해지는 기계적인 에너지(Mechanical Energy)는 분말입자에 변형을 가하여 전위(Dislocation)를 포함한 여러가지 결함을 발생시켜 추가적인 확산경로(Diffusion Paths)를 제공하며 결정립의 미세화를 통해 결과적으로 빠른 확산이 발생하여 합금반응을 용이하게 하고 있다. 초기의 MA공정은 1966년 INCO사에서 분산강화를 이용하여 초내열합금을 분

말야금법으로 제조하기 위하여 시도되었으며 주로 ODS 초내열합금을 항공기 내열부품의 제조에 이용하였다[2, 3]. 급속응고 공정(Rapid Solidification Process: RSP)와 함께 비평형상을 제조하기 위한 공정으로 인식되면서 많은 이론적 발전을 가져온 MA공정은 이후 밀링(Milling) 용기내에서 치환반응(Displacement Reaction)을 유도하는 이른바 기계화학적 공정(Mechano-chemical Process)과 결합발전하면서 그 응용의 폭은 더욱 넓어지고 있다.

그 중 페라이트(Ferrite)계 내열강은 고온부식에 대한 저항성이 높고, 열전도도가 크며, 열팽창계수가 작아 내피로성에 유리함은 물론 고속충성자 조사에 의한 보이드 스웰링 저항성이 우수한 관계로 최근 화력발전플랜트 재료뿐만 아니라 원자력용 재료로서도 많은 주목을 받고 있다[4-8]. 그러나 이러한 우수

*Corresponding author. E-mail : sjhwang@daejin.ac.kr

한 장점을 가지고 있는 페라이트계 내열강도 650°C 이상의 고온에서는 오스테나이트계 합금에 비해 고온 강도가 현저히 떨어지는 단점이 있다. 많은 연구자들은 페라이트계 합금의 단점으로 지적되고 있는 고온 강도의 문제점을 개선하고자 새로운 페라이트계 합금의 개발을 위해 기계적합금법(MA)에 의한 고온에서 안정한 나노크기의 산화물을 분산시킨 산화물 분산강화합금(ODS Alloy: Oxide Dispersion Strengthened Alloy)을 개발하고자 많은 노력을 기울여 왔다[8-15].

본 연구에서는 미세한 산화물이 균일하게 분산된 (Oxide Dispersion Strengthened: ODS) Fe합금을 얻기 위한 방법으로써 액체질소 냉매를 이용하여 기계화학적 밀링공정을 실시하였다. 밀링은 고에너지 볼밀내에서 실시하였고 Fe₂O₃(Hematite)분말을 Al분말에 의한 치환반응을 유도하여 Fe 기지조직내에 미세한 나노크기의 Al₂O₃가 분산된 ODS Fe 분말합금을 제조하고자 하였다. 제조된 분말합금은 HP(Hot Press)와 HIP(Hot Isostatic Press)를 차례로 사용하여 고온성형을 실시 한 후 STEM(Scanning Transmission Electron Microscope)으로 미세구조를 관찰조사하고 상온 압축시험과 경도시험을 통하여 냉매사용에 따른 기계화학적 밀링으로 제조된 ODS Fe소재의 기계적 특성을 비교 분석하고자 한다.

2. 실험방법

본 연구에 사용된 원료분말은 Fe(Aldrich, -325 mesh, 99.7%), Fe₂O₃(Sigma-Aldrich, < 1 micron, ≥ 99%), Al(Johnson Matthey, -40 +325 mesh, 99.8%)이다. 밀링에 사용된 분말은 다음의 화학식에 맞게 무게비를 계산하고 밀링이 완료된 후 4 vol. %의 Al₂O₃가 생성되도록 정량하였다.

식 (1)에 의해 준비되어 밀링이 완료된 분말은 액체질소 또는 냉각수의 사용에 따라 구별하여 ODS Fe^{LN2} 또는 ODS Fe^{water}로 표시하였다. 또한 기계적 특성의 비교를 위해 순수한 Fe 단독분말을 액체질소를 냉매로 하여 밀링하였으며 이를 Fe^{LN2}로 표시하였다.

조성비에 맞게 정량된 분말은(100 g) 균일하게 혼

합하기 위해 볼밀을 이용하여 200 rpm의 속도로 2 시간 동안 예비교반을 실시한 후 고에너지 수평식 Attritor Mill 안에 장입하여 1 bar의 아르곤(Ar) 양압하에서 밀링을 실시하였다. 이때 볼과 분말의 무게 비율은 18 : 1이며, 밀의 회전속도는 800 rpm(4분)과 400 rpm(1분)의 1 cycle로 하였다. 초기밀링 동안 치환반응으로 생성되는 반응열을 최대한 배출하기 위하여 ODS Fe^{LN2}와 Fe^{LN2}경우는 2시간 동안 밀(Mill) 외부의 냉각챔버(Cooling Chamber)통하여 액체질소(Liquid Nitrogen: LN₂)를 주입하였다. 이때 밀의 온도가 210±10 K가 되도록 조절하여 극저온 밀링을 실시하였으며 2시간 경과 후 액체질소는 냉각수로 대체하여 밀링을 완료하였다. ODS Fe^{water} 분말은 ODS Fe^{LN2} 분말과 기계적 특성을 비교하기 위해 액체질소 없이 초기밀링부터 냉각수만을 주입하여 공정을 완료하였다. 장입된 분말은 각 시간별로 밀링된 분말을 채취하여 X-ray diffraction(XRD with MoK α radiation)에 의해 나타나는 각 성분의 피크(Peak)크기에 의해 밀링의 완료시간을 결정하였으며 총 밀링시간은 16시간으로 하였다. 시간별로 밀링된 분말 또는 성형체내의 Fe 기지조직의 결정립의 크기를 측정하기 위해 각 XRD Fe(110) 피크의 FWHM(Full Width Half Maximum)을 측정하여 다음의 Sherrer's Formula에 의해 계산하였다[16].

$$t = 0.9 \lambda / B \cos \theta \quad (2)$$

여기서,

t : Grain Size(nm)

λ : Wave length of MoK α radiation(nm)

B : FWHM of Fe(110) in radian

θ : Diffracted Angle of Fe(110) in radian

밀링이 완료된 각 분말은 Vacuum Hot Press를 이용하여 고밀도 흑연몰드내에서 고온 성형하였으며 673 K에서 1시간에 걸쳐 탈가스처리 후 1×10⁻⁵ torr의 진공분위기에서 1373 K에서 80 MPa의 압력으로 2시간에 걸쳐 성형하였다. 성형이 완료된 시료의 크기와 모양은 16 mm(지름)×11 mm(높이)의 원통모양으로 이 성형물을 다시 온도 1423 K 압력 120 MPa의 질소에 의한 정수압을 가하여 2시간 동안 HIPing하였다. TEM 관찰용 박막시료는 필요에

따라 Focused Ion Beam(FIB)를 이용하거나 SiC 연마용 종이를 이용하여 두께 70-100 마이크로미터 까지 연마한 뒤, Jet Polisher를 이용하여 전해연마 하여 준비하였다. 준비된 TEM용 시편을 이용하여 성형된 소재의 미세조직을 비교 관찰하였으며 필요에 따라 STEM-EDS를 이용하여 기지조직내에 분포된 분산물을 확인하고 크기를 확인하였다. 또한 압축시험에 사용된 시편은 원통형 성형물에서 채취하였으며 필요에 따라 전기방전가공(Electro Discharge Machining: EDM)과 원통연마기를 이용하였다. 압축 시편의 크기는 5 mm(지름)×11(높이)의 원통형으로 가공하였다. 압축시험은 압축시험전용 지그(Jig)내에 시편을 장착한 뒤 지그와 시편사이에 테프론 테이프(Teflon Tape)를 끼워 압축시험시 마찰에 의한 베어링(Barreling)이 최소한이 되도록 하였다. 압축시험에는 5톤의 로드셀(Load Cell)을 장착한 Instron을 이용하였으며 변형속도는 1×10^{-3} 이었다. 하중-시간으로 된 압축시험 데이터는 시험도중 부피변화가 없다는 가정하에 계산에 의해 진응력-진변형률로 나타내었으며 7회 측정하여 평균값과 표준편차로 나타내었다.

3. 결과 및 고찰

Fig. 1은 ODS Fe^{LN2} 분말의 밀링 시간에 따른 전형적인 XRD pattern 피크변화의 결과를 보여주고 있다. 그림에서 알 수 있듯이 밀링이 진행됨에 따라 원료분말중 반응물인 산화철인 Fe₂O₃와 Al이 반응하여 이들 원소의 XRD 주peak가 점점 감소하면서 밀링 시작 후 8시간 경과후 거의 사라지고 없음을 확인할 수 있다. 이는 산화성이 좋은 알루미늄 분말과 Fe₂O₃가 기계화학적 반응에 의해 Al₂O₃ 분산물로 치환반응이 완료되었음을 보여주는 것이다. 16시간 밀링후 분말의 XRD결과에서 알 수 있듯이 대부분의 피크는 Fe에 의한 것이고 Al₂O₃ 피크는 나타나지 않으나 추후 이 분말을 고온성형한 시료에서는 미미하나 Al₂O₃의 존재를 확인 할 수 있었다(Fig. 2). ODS Fe^{LN2} 분말의 XRD 결과를 바탕으로 Scherrer's formula를 이용하여 측정된 분말내 Fe 결정립의 크기는 밀링시간이 경과함에 따라 결정립이 감소하고 있음을 보여주었다. 결정립의 크기는 초기

Fig. 1. XRD patterns of Fe, Fe₂O₃, and Al powder milled as a function of milling time upto 16 h.

Fig. 2. XRD pattern of ODS Fe^{LN2} after HP + HIP, showing the mixture of Fe and Al₂O₃.

상태에서 15.8 nm를 시작으로 밀링 시작 후 7-8시간 사이에 결정립 크기가 12.1 nm까지 감소한 후 16시간까지 서서히 감소하고 있음을 보여주는데 밀링이 완료된 후 결정립의 크기는 10.5 nm였다. 분말내 실제 Fe 결정립의 크기는 XRD에 의해 측정된 결과보다 다소 클 것으로 예상된다. 이와 같은 예상은 밀링된 금속분말내에 존재하는 변형과 X선 튜브의 초점 또는 수광 슬릿(Slit)의 구경등 광학계에 의한 것으로 실제 B값은(식 (2)) 광학계 보정값을 감해 주

Fig. 3. A STEM picture of the powder boundaries and Al_2O_3 dispersoids (see the arrows).

어야 할 것이다[16]. 이렇게 될 경우 실제 결정립의 크기는 계산에 의한 값보다도 항상 크게 나타날 것으로 생각된다.

Fig. 2는 16시간 밀링후 수거된 ODS Fe^{LN_2} 분말을 HP + HIP 고온성형한 소재의 전형적인 XRD 패턴을 보여주고 있다. 이 결과에서는 XRD 패턴에서 $\alpha\text{-Fe}$ 와 Al_2O_3 의 피크를 확인할 수 있으며 이 소재가 $\alpha\text{-Fe}$ 기지조직과 Al_2O_3 의 분산물로 구성되어 있음을 예측할 수 있다. 이 성형물의 결정립크기를 XRD결과를 이용하여 Sherrer's formula(식 2)로 계산한 결과 15.8 nm로 계산되었으며 이는 밀링하기 전 분말시료의 결정립의 크기로 성장이 일어났음을 보여주는 것이다. 고온성형한 소재는 전술한 바와 같은 준비단계를 거쳐 STEM(Scanning Transmission Electron Microscope)을 이용하여 미세조직을 관찰하였다. Fig. 3은 FIB를 이용하여 준비한 ODS Fe^{LN_2} 박관시편의 표면을 관찰한 것으로, 분포된 분산물과 분말입자의 경계부분을 보여주고 있다. 분말의 크기는 대체로 0.5-1 μm 범위의 직경을 가지고 있으며 분말의 경계면을 따라 비교적 조대한 분산물이 존재하며 분말내부에 매우 미세한 분산물이 균일하게 분포되어 있음을 알 수 있다. 보다 높은 배율의 미세조직을 살펴보면(Fig. 4와 Fig. 5) 분산물은 Bimodal Distribution의 형태로서 미세한 입자와 중간크기의 입자가 혼합되어 존재하고 있다. 즉, 미세한 분산물의 크기는 5-10 nm이고 대부분 결정립내에 존재하고 있으며 중간크기의 분산물은 20-30 nm로써 대체로 결정립과 혼재되어 있었다. 이들 분산물은

Fig. 4. The bimodal size distribution of Al_2O_3 dispersoids in the HP + HIPed ODS Fe^{LN_2} .

Fig. 5. A TEM picture of ODS Fe^{LN_2} illustrating the mixture of Fe grain and Al_2O_3 dispersoid.

STEM-EDS Mapping을 실시한 결과, XRD결과에서 예측한 바와 같이 Al_2O_3 임을 확인할 수 있었다. Fig. 6는 Al-K α 1 그리고 Fe-K α 1 Element Mapping한 것으로 STEM 관찰에서 나타난 Bimodal Size Distribution 분산물이 Al_2O_3 임을 보여준다. Table 1은 기계적 특성을 비교하기 위해 ODS Fe^{LN_2} , ODS Fe^{Water} 그리고 Fe^{LN_2} 분말을 HP 또는 HP + HIP에 의해 고온성형 한 후 경도값을 비교한 것이다. 두 개의 서로 다른 냉매를 사용한 밀링조건에 의해 제조된 소재의 경도를 비교한 결과 ODS Fe^{LN_2} 가 ODS Fe^{Water} 보다 높음을 알 수 있었다. 이와 같은 경도차이가 나타나는 이유는 ODS Fe^{LN_2} 는 밀링초기 2시간 동안 Al_2O_3 분산물이 생성되는 단계에서 강력한 냉각효과로 인해 분산물의 크기와

Fig. 6. A STEM picture(a) and corresponding EDS element mapping of Al-K α (b) and Fe-K α (c) collected from ODS Fe^{LN2}.

분포가 상대적으로 균일하게 되었기 때문으로 생각된다. 식 (1)이 자발적으로 연소반응(Combustion Reaction)할 때 매우 빠른 속도로 진행되며 이때 발생하는 열을 흡수하는 것이 분산물의 크기와 분포에 영향을 미친다는 보고와 일치하고 있다[17, 18].

또한 Al₂O₃의 부피분율을 4%로 조절하기 위해 첨가된 85몰의 Fe분말에 의해 추가적인 냉각효과가 있을 것으로 기대된다. Thermite반응물이 완전하게 반응하여 생성물이 만들어 지고 단열과정이라고 가정하면 반응식은 $\text{Fe}_2\text{O}_3 + 2\text{Al} \rightarrow 2\text{Fe} + \text{Al}_2\text{O}_3$ 이 되며 자발적 연소반응이 촉발되면서 생성물의 온도는 3343 K까지 올라가게 된다[19]. 이때 시스템은 순간적으로 가열되어 일부 Fe는 증발하며 용융된 Al₂O₃는 조대하게 뭉치거나 성장하게 된다. 그러나 상기의

반응에 일정량(85몰)의 Fe분말을 첨가하면 연소반응으로 발생한 열량을 흡수하게 되며 반응열에 의한 온도상승을 억제할 수 있게 된다. 생성물의 온도를 열화학 데이터[19]를 이용하여 계산하면 다음과 같다.

$$C_{p,\text{Al}_2\text{O}_3} = 117.49 + 10.3 \times 10^{-3}T - 37.11 \times 10^5 T^{-2} \text{ J/K}$$

$$C_{p,\text{Fe}(\alpha)} = 37.12 + 6.17 \times 10^{-3}T - 56.92T^{-0.5} \text{ J/K}$$

$C_{p,\text{Al}_2\text{O}_3}$ 는 298~2325 K 범위에서 Al₂O₃의 정압 몰열용량이며,

$C_{p,\text{Fe}(\alpha)}$ 는 298~1187 K 범위에서 Fe_(α)의 정압 몰열용량이다.

또한 $H_{298,\text{Al}_2\text{O}_3} = -1,675,00 \text{ J/mole}$ 이고 $H_{298,\text{Fe}_2\text{O}_3} = -823,400 \text{ J/mole}$ 이므로 298 K에서 치환반응에 의해 생성된 열은 $\Delta H_{298} = H_{298,\text{Al}_2\text{O}_3} - H_{298,\text{Fe}_2\text{O}_3} = -852,600 \text{ J}$

Table 1. The grain size, hardness and compressive yield strength of the materials

	Grain size (nm, Shererr's formula)	Vicker's Hardness number (VHN)	Rockwell Hardness (HRC)	Compressive Yield Strength (0.2% off-set, MPa)
Fe ^{LN2} (HPed)	15.3	230 ± 18.5	23 ± 1.5	133 ± 0.89
Fe ^{LN2} (HP+HIPed)	14.3	N/A	N/A	187 ± 1.7
ODS Fe ^{water} (HPed)	N/A	252 ± 13	33 ± 1	N/A
ODS Fe ^{LN2} (HPed)	15.8	303 ± 21	39 ± 1	530 ± 19
ODS Fe ^{LN2} (HP+HIPed)	15.8	N/A	N/A	674 ± 39

따라서

$$\Delta H_{298} = \int_{298}^T [C_p \text{Al}_{203} + 87 C_p \text{Fe}(\alpha)] dT = -852600 \text{ J}$$

이고 $0.2735(T^2 - 88804) + 3.711 \times 10^6(1/T - 1/298) + 9904.08(\sqrt{T-298}) + 3346.92(T-298) = 852300$ 이다.

T값이 양수이므로 식을 간단히 해서 T를 구하면 T = 522(K)이다. 85몰의 Fe가 첨가된 생성물의 온도는 3343 K에서 522 K로 대폭 감소함을 알 수 있다.

이와 같이 Al₂O₃의 부피분율을 조절하기 위해 첨가된 85몰의 Fe는 치환반응에 의해 폭발적으로 생성된 열을 흡수하여 시스템을 냉각시키며 열을 외부로 서서히 방출시키는 역할을 하게 되며 동시에 Fe 분말 사이에 격리되어 있는 Fe₂O₃와 Al 분말의 반응이 독립적으로 일어나게 만든다. 따라서 이런 경우 자발적 연소과정이 폭발적이며 연쇄적이지 않고 소규모 비연쇄적으로 일어나게 되어 생성되는 분산물의 크기와 분포가 균일화되는 것으로 판단된다.

본 연구에서는 ODS Fe^{LN2} 그리고 Fe^{LN2} 분말을 HP를 이용하여 성형 한 후 이를 다시 1423 K에서 HIP을 이용한 2단 고온 성형하였다. 이렇게 함으로써 내부에 존재할 수 있는 폐쇄기공(Closed Pores)을 제거한 후 기계적 특성의 향상을 가져올 수 있다고 생각되며 ODS Fe^{LN2}는 HIP후 약 140 MPa 이상의 항복강도 증가를 보여준다(Table 1). 한가지 흥미로운 것은 Table 1에서 알 수 있듯이 Fe^{LN2}의 항복강도는 낮지만 표준편차가 매우 작아서 미세조직의 균일성을 짐작할 수 있다. 그러나 ODS Fe^{LN2} 소재의 경우 표준편차가 39.6으로 분산물 또는 기지조직의 크기가 불균일하다는 점을 암시하고 있다. 이는 기계화학적 밀링에 의해 제조된 ODS Fe^{LN2} 합금의 미세조직 내에 존재하고 있는 분산물의 분포를

Fig. 7. A true stress-true strain (compressive) curve of ODS Fe^{LN2} and Fe^{LN2} showing the significant improvement of yield strength.

균일하게 할 수 있는 공정에 대한 연구가 필요함을 시사하고 있다. 특히, Fig. 3의 STEM 사진에서 알 수 있듯이 20-30 nm 크기의 Al₂O₃ 분산물이 분말의 입계등에 선택적으로 존재하고 있는 것으로 보이며 이들 분산물의 발생 메커니즘에 대한 연구가 필요하다고 사료된다.

Fig. 7은 Fe^{LN2}와 ODS Fe^{LN2}를 HP + HIP후 압축시험한 진응력-진변형률 곡선이다. ODS Fe^{LN2}의 항복강도는 0.2% off-set한 점에서 취했으며 Fe^{LN2}의 경우는 상부항복점의 값을 항복강도로 하였다. XRD로 확인한 결정립크기의 평균은 14.3 nm(Fe^{LN2})와 15.8 nm(ODS Fe^{LN2})로 유의할 정도로 차이가 나지 않았으며 두 개의 시료에서 나타나는 미세조직상의 특징은 순수하게 분산물에 의한 것이라고 할 수 있다. ODS Fe^{LN2} 소재에서 발생할 수 있는 가능한 강화효과는 Fe결정립 미세화에 의한 강화, 고용강화(O, C, N 또는 Cr등 밀링에 의한 불순물),

Fig. 8. TEM picture of ODS Fe^{LN2} showing the dislocations pinned by dispersoids (see the arrows).

제3상등에 의한 석출경화, Al₂O₃ 등에 의한 분산강화를 생각할 수 있으며 이들 중 분산물에 의한 강화 이외 다른 종류의 강화효과가 지배적일 가능성은 매우 낮다. 만약 이 효과가 있다 하더라도 같은 공정 조건에서 제조된 Fe^{LN2}와 ODS Fe^{LN2}에 있어서 그 효과는 동등하다고 생각할 수 있다. 따라서 Fe^{LN2}에 비해 ODS Fe^{LN2}에서 나타나는 항복강도의 증가 ($\Delta\sigma = 487$ MPa)는 분산강화효과에 의한 것으로 생각할 수 있으며 Orowan Mechanism의 적용가능 여부는 분산물과 전위와의 반응에 의해서 확인 할 수 있다. 이와 같은 반응여부를 확인하기 위해 HIP 이 완료된 ODS Fe^{LN2} 성형물을 TEM을 이용하여 관찰한 결과 Fig. 8와 같은 사진을 얻었다. 이 사진은 ODS Fe^{LN2} 성형물내에 존재하고 있는 비교적 큰 결정립내부를 관찰 한 것으로 많은 수의 Al₂O₃ 분산물이 전위에 고착하여 전위의 이동을 효과적으로 저지하고 있음을 보여주고 있다. 분산강화에 의해 증가된 항복강도의 증가효과를 예측하기 위해서는 보다 정량적으로 분석한 분산물의 크기와 분포에 대한 연구가 필요하며 이를 Orowan Model에 적용하기 위해 후속적인 TEM관찰 및 분석이 필요하다고 사료 된다.

4. 결 론

본 연구에서는 극저온 밀링에 의해 Fe-4 vol.% Al₂O₃ 분산강화형 철분말을 제조하고 이를 HP +

HIP을 이용하여 고온 성형한 후 압축시험을 행하였으며 STEM-EDS와 TEM등을 통해 미세구조를 관찰하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 기계화학적 밀링과 HIP에 의해 ODS Fe^{LN2} 합금이 성공적으로 제조되었으며 결정립 크기는 20-30 nm이며 Al₂O₃ 분산물은 대체로 균일한 Bimodal Size Distribution을 보인다. 그 중 작은 입자의 크기는 5-10 nm이고 Fe 결정립 내부에 존재하며 비교적 큰 입자는 20 nm 이상으로 Fe 결정립과 혼재되어 있었다

2. 액체질소를 냉매로 하는 극저온밀링과 Fe₂O₃ + 2Al → 2Fe + Al₂O₃에 첨가된 85몰의 Fe분말은 반응열을 흡수하고 그 열을 시스템 외부로 배출을 촉진시키는 역할을 하는 것으로 판단된다. 또한 부가적으로 85몰의 Fe분말은 반응물을 격리시켜 연소반응이 연쇄적이며 대규모로 일어나는 현상을 억제하며 독립적이며 소규모가 되도록 하는 것으로 생각된다.

3. ODS Fe^{LN2}의 항복강도는 674±39 MPa이고 동일한 공정에 의해 제조된 Fe^{LN2}에 비해 487 MPa 이상 높았다. 이는 Fe 기지조직내 존재하고 있는 미세한 Al₂O₃ 분산물이 전위를 고착시키면서 이동을 방해하여 나타나는 분산강화효과로 판단된다.

참고문헌

1. Suryanarayana, C. : Mechanical Alloying and Milling, Marcel Dekker (2004) 14-17.
2. Benjamin, J. S. : Scientific American, **234** (1976) 40.
3. F. H. Froes and B. Trindade : J. Mat. Proc. Tech. **153-154** (2004) 472-475.
4. R. L. Klueh, P. J. Maziasz, I. S. Kim, L. Heatherly, D. T. Hoelzer, N. Hashimoto, E. A. Kenik and K. Miyahara : J. of Nucl. Mater. **307-311** (2002) 773.
5. I. -S. Kim, C. -Y. Kang, C. H. Sung, T. Okuda, K. Miyahara, P. J. Maziasz and R. L. Klueh : Materials and Materials Intern. **6** (2000) 513.
6. B. A. Pint and I. G. Wright : J. of Nucl. Mater. **307-311** (2002) 763.
7. D. T. Hoelzer, B. A. Pint and I. G. Wright : J. of Nucl. Mater. **283-287** (2000) 1306.
8. D. K. Mukhopadhyay, F. H. Froes and D. S. Gelles : J. of Nucl. Mater. **258-263** (1998) 1209.
9. I. -S. Kim, J. D. Hunn, N. Hashimoto, D. L. Larson, P. J. Maziasz, K. Miyahara and E. H. Lee : J. of Nucl. Mater. **280** (2000) 264.
10. I. -S. Kim, J. -S. Jang and C. -Y. Kang : J. of Kor. Inst.

- Met and Mater. **41** (2003) 337.
11. I. -S. Kim, B. -Y. Choi, C. -Y. Kang, T. Okuda, P. J. Maziasz and K. Miyahara : ISIJ Intern. **43** (2003) 1640.
 12. S. Ukai and M. Fujiwara : J. of Nucl. Mater. **307-311** (2002) 749.
 13. I. -S. Kim, and B-Y. Choi : Materials and Materials Intern. **8** (2002) 265.
 14. J. Cui, I. -S. Kim, C. -Y. Kang, and K. Miyahara : ISU Intern. **41** (2001) 36.
 15. D. J. Sherwood, A. L. Ward and G. D. Johnson : J. of Nucl. Tech. **178** (1987) 83.
 16. X선 회절분석, 김문집, 서일환, 반도출판사, 1993, P254-256
 17. S. Z. Anvari, Fkarimaadeh, M. H. Enayati : Journal of Alloys and Compounds **477** (2009)178-181.
 18. T. Venugopal, K. Prasad Rao, B. S. Murty, Materials Science and Engineering A **393** (2005) 382-386.
 19. D. R. Gaskell : Introduction to the Thermodynamics of Materials, SciTech, 3rd ed. (1999) 145.
 20. J. W. Martin : Micromechanisms in particle-hardened alloys, Cambridge University Press (1980) 60-63.