

## 일방향 응고한 Ni기 초내열 공정복합재료의 열적 안정성에 관한 연구

이 현 규\* · 공 창 덕\*\*

### A Study on the Thermal Stability of Unidirectionally Solidified Eutectic Composites of Ni-Base Superalloys

Hyun-Kyu Lee\* and Chang-Duk Kong\*

#### ABSTRACT

Homogeneous liquids of Ni-21.5Nb-2.5Al and Ni-23.3Nb eutectic superalloys were solidified into Ni/Ni<sub>3</sub>Al-Ni<sub>3</sub>Nb( $\gamma/\gamma' - \delta$ ) and Ni-Ni<sub>3</sub>Nb( $\gamma - \delta$ ) phase by directional solidification and the effect of interlamellar spacing on microstructural stability at high temperatures, hardness variation with growth rate was studied. The interlamellar spacing( $\lambda$ ) in the eutectics was varied with the growth rate(R), corresponding to " $\lambda^2R = \text{Constant}$ " relationship. Isothermal heat treatments of the eutectics used in this study, provided the microstructural stability improvement at high temperature as the interlamellar spacing increases. It was also seen that the hardness improvement is made with the growth rate

#### 초 록

Ni/Ni<sub>3</sub>Al-Ni<sub>3</sub>Nb( $\gamma/\gamma' - \delta$ ), Ni-Ni<sub>3</sub>Nb( $\gamma - \delta$ ) 공정복합재료를 일방향 응고하였으며, 성장속도에 따른 경도변화, 고온에서 미세조직의 안정성을 층상간격의 영향에 대해 연구하였다. 초내열합금 공정복합재료의 층상간격은  $\lambda^2R = \text{상수}$ 라는 관계식에 의하여 성장속도(R)와 함께 변화하였다. 초내열합금 공정복합재료를 위한 항온열처리의 결과는 이 연구에 이용되었다. 공정복합재료는 고온에서 미세구조의 안정성이 층상간격의 증가 때문에, 경도는 성장속도의 증가 때문에 향상되었다.

#### 1. 서 론

공정복합재료는 항공기 제트엔진의 터빈 블레이

드(Turbin Blade)와 같은 고온 구조용 재료이므로 고온에서의 기계적성질 이외에도 열에 의한 미세조직의 안정성 및 산화문제등이 매우 중요하게 대두된

\*조선대학교 재료공학과(Chusun University, Dept. of Material Science Engineering)

\*\*조선대학교 우주항공공학과(Chusun University, Dept. of Aerospace Engineering)

다. 또 강화상의 특성에 따라서 조대화가 매우 민감한 것을 알수 있는 반면 항온유지 조건하에서 조직의 조대화 현상과 더불어 고려해야 할 사항이 온도 변화에 따른 조직의 변화이다. 즉 turbine blade는 순항중에는 그다지 온도의 변화를 받지 않으나 이륙과 착륙시에는 매우 큰 온도변화를 받게 된다.

충상공정복합재료중에서 Ni/Ni<sub>3</sub>Al-Ni<sub>3</sub>Nb( $\gamma/\gamma'$ - $\delta$ ) 공정복합재료는 실용합금으로서 지대한 주목을 받고 있는데 이 공정복합재료는 Ni 기지상( $\gamma$ )과 강화상인 Ni<sub>3</sub>Nb( $\delta$ )상이 규칙적인 정렬조직을 이루고 있고  $\gamma$  기지에  $\gamma'$ (Ni<sub>3</sub>Al)이 석출되어 있어서 복합재료에 초내열합금(Superalloy)의 강화를 부가시킨 것으로서 상온 및 고온에서 기계적 성질이 매우 우수하다. 따라서 이에 대한 연구보고도 비교적 활발한 편인데 M. C. Flemings<sup>1)</sup> 등은  $\gamma/\gamma'$ - $\delta$  공정복합재료에 있어서 일방향응고시 온도구배(G)를 500K/cm로 일정하게 하고 성장속도(R)를 변화시켜 본 결과 평면 고액계면(planar solid-liquid interface)을 나타내는 임계(G/R) 값은 25Kh/cm<sup>2</sup>이라고 보고하였고, Cr 첨가량이 증가함에 따라서 충상간격( $\lambda$ )이 감소한다고 보고하였다.<sup>2)</sup>

또 R. W. Hertzberg 등<sup>3)</sup>은 Ni-Ni<sub>3</sub>Nb( $\gamma$ - $\delta$ ) 2원계 공정복합재료에 있어서 인장시험 결과 두 상에서 모두 slip이 일어남을 관찰하였으나 그 이후 Ni<sub>3</sub>Nb상은 인장시험에는 (112), 압축시험에는 (001)면을 따른 쌍정에 의해서 우선적으로 변형하며 (112)쌍정이 균열발생장소로 제공된다고 보고하였다.<sup>4)</sup> 또한 M. Turpin 등<sup>5), 6)</sup>도 기계적 쌍정(mechanical twinning)이 Ni<sub>3</sub>Nb상의 전형적인 변형 mode임을 확인하였으며 700~1000°C 사이에는 Ni 기지상에도 쌍정이 일어난다고 보고하였다. 이와 같이 Ni<sub>3</sub>Nb상에서의 쌍정의 형성은 3원계 공정복합재료인  $\gamma/\gamma'$ - $\delta$ 에서도 확인되었으며<sup>7)</sup> 특히 인장-압축 피로시험을 행할 때 압축부분에서의 소성변형(plastic strain)은 인장부분에서 형성된 (211)-twinning이 untwinning됨에 의해서 언어지며, R. W. Hertzberg 등은  $\gamma$ - $\delta$  2원계 공정복합재료를 압축시의 (011)twinning은 관찰되지 않았다고 보고하였다.<sup>8)</sup>

N. S. Stoloff 등<sup>9)</sup>은 또한 일방향응고 성장속도를 증가시키거나 부분적인 용체화처리후 시료처리를 행하면 피로수명이 향상됨을 보고하였고, R. W.

Hertzberg 등은  $\gamma/\gamma'$ - $\delta$  공정복합재료의 우수한 피로성질은 균열선단이 공정입계(eutectic grain boundary)를 만날 때 반복되는 delamination이 피로 균열을 blunting시키기 때문이라고 보고하였다.<sup>10)</sup> 그런데 이러한 공정복합재료의 우수한 기계적성질에도 불구하고 실용상의 문제점은 고온에서 열에 의한 조직의 안정성 문제이다. 즉 turbine blade는 고온에서 장시간 사용되기 때문에 조직의 이방성을 갖고 있는 공정복합재료를 응용시 잘 정렬된 충상조직의 조대화(coarsening)가 일어나서 그로 인한 기계적 성질의 저하를 초래할 수 있다.

따라서 본 연구에서는 젯트엔진의 turbine blade 용 내열재료로서 응용이 기대되는 3원계 Ni/Ni<sub>3</sub>Al-Ni<sub>3</sub>Nb 충상공정복합재료와 부가적으로 2원계 Ni-Ni<sub>3</sub>Nb 공정복합재료를 사용하여 일방향응고시 성장속도에 따른 미세조직과 경도변화를 조사하고 또 항온열처리를 통한 충상조직의 조대화과정을 조사하고자 하였다.

## 2. 실험방법

### 2.1 공정합금의 제조

본 연구에서 사용된 공정합금의 조성은 3원계 Ni-21.5 Wt.%, Nb-2.5 Wt.% Al과 2원계 Ni-23.3 Wt.% Nb의 두종류 합금이었고 이때 사용된 순금속의 순도는 99.9% Ni, 99.5% Nb, 99.992% Al 이었다.

용해작업은 진공유도용해로에서 Alumina 도가니를 사용하여 실시하였고 먼저 고용점 금속인 Ni와 Nb를 장입하여 용해시킨 후 저용점 금속인 Al을 첨가하여 충분히 균일한 용탕이 되게 한 다음 주철 주형에 주입하여 주조하였다. 용해시 진공도는  $5 \times 10^{-3}$  torr까지 얻은 후에 Ar개스를 0.5기압이 될 때까지 주입하여 성분금속의 증발손실을 방지하였다.

### 2.2 일방향응고

본 연구에서 사용된 시료인 Ni-21.5Wt%, Nb-2.5 Wt% Al과 Ni-23.3Wt.% Nb 합금의 용융점은 각각 1275°C, 1283°C로 비교적 고용점이기 때문에 통상적인 전기로에 의해서는 용해가 불가능하므로 본

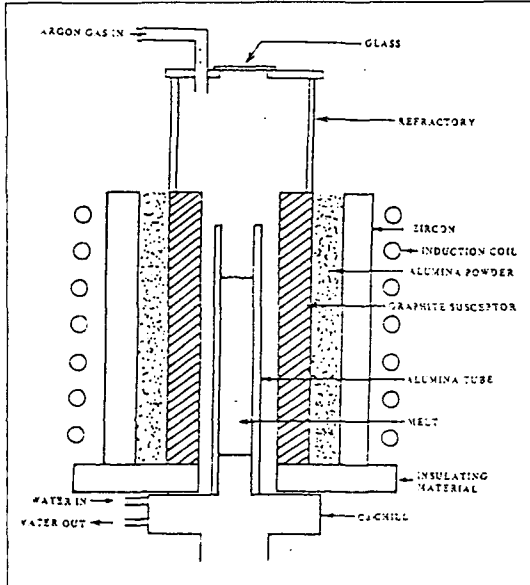


Fig. 1. Schematic diagram of unidirectional solidification furnace.

연구에서는 Fig. 1에 나타난 바와같이 고주파발생장치에 연결된 유도코일에 의해서 가열되도록 하였다. 그런데 적은 양의 시료를 용해시키기 위해서는 매우 큰 주파수가 필요하므로 본 장치에서는 소량의 시료를 용해시키는데 도움을 주기 위해서 외경 60mm, 내경 35mm, 길이 140mm의 흑연관을 사용하여 유도코일이 이 흑연관을 유도시켜서 시료를 가열시키도록 하였다. 그리고 시료와 흑연의 산화방지를 위하여 Ar 개스를 주입하였다. 위와같이 하여 시료가 용융상태가 되면 직류모터의 회전수 조절장치에 의해서 중심축을 회전시켜서 장입된 Alumina관을 소정의 속도로 하강시켜서 일방향응고 시켰다. 이 때 Alumina관의 하강속도, 즉 결정 성장속도는 0.5cm/hr, 1cm/hr, 4cm/hr, 10cm/hr로 변화시켰다.

### 2.3 층상간격의 측정

일방향응고시 성장속도에 따른 층상간격의 변화를 조사하기 위해서 각각의 성장속도에서 얻어진 시편의 절단면(transverse section)을 광학현미경으로 촬영한 미세조직 사진으로부터 linear intercept method를 사용하여 층상간격을 측정하였다.

### 2.4 항온열처리

여러 성장속도로 일방향응고시켜서 만든 시편을 지름 13mm, 높이 5mm인 pellet형태로 만들어 1150℃에서 532시간까지 항온열처리를 행하여 조직의 변화 과정을 조사하였다. 이때 사용된 로(furnace)는 Super Kanthal heating element에 의해서 가열되는 관상로를 사용하였으며 Mullite 관 내에 시편이 놓인 Alumina boat를 위치시켰다. 그리고 시편의 산화방지를 위해서 Ar개스를 주입시켰다.

### 2.5 미세조직 관찰 및 조직변화 측정

일방향응고시킨 상태(as-grown)의 시편과 항온열처리된 시편의 조직관찰을 위해 일방향응고 방향(longitudinal section)과 그 수직방향(transverse section)으로 절단하여 연마하였다.

광학현미경을 위한 부식액으로는 35ml HNO<sub>3</sub>, 2ml HF, 63ml H<sub>2</sub>O를 사용하였고, Ni<sub>3</sub>Al 석출물을 관찰하기 위해서 주사전자현미경(SEM)을 사용하였는데 이때는 37ml H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>, 56ml glycerin, 7ml H<sub>2</sub>O 혼합용액으로 전해연마하였다. 층상조직변화의 정량적 측정은 Al-CuAl<sub>2</sub> 공정복합재료의 경우와 동일하게 단위부피당 계면(Ni-rich 기지상과 Ni<sub>3</sub>Nb상의 상계)의 면적을 나타내는 Sv로 행하였다.

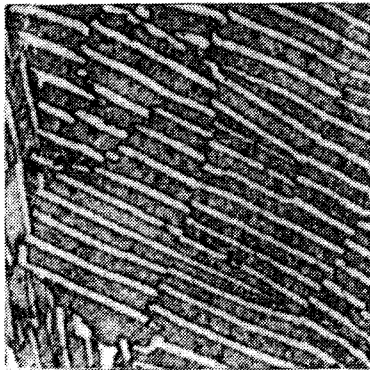
### 2.6 경도시험

일방향응고 성장방향에 수직인 절단면에서 Rockwell 경도시험기 C-scale을 사용하여 행하였다.

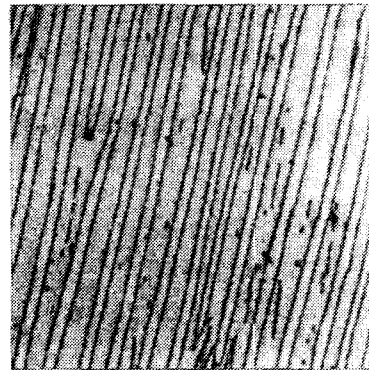
## 3. 실험결과

### 3.1 미세조직 관찰

일방향응고시킨 후 얻은 대표적인 조직사진을 Fig. 2와 Fig. 3에 나타냈다. 두 사진에서 나타낸 lamellae 중에서 밝은 색을 나타내는 상이 orthorhombic 결정 구조를 가지는 금속간화합물 Ni<sub>3</sub>Nb( $\delta$ )상이고 어두운 상이 Ni-rich 기지상( $\gamma$ )을 나타내고 있다. 그리고 Fig. 2(a)와 Fig. 3(a)에서 보는 바와 같이 응고 방향에 수직인 횡단면에는 성장결함(growth fault)이 존재하는 것을 볼 수 있고 종단면을 나타내는 Fig.

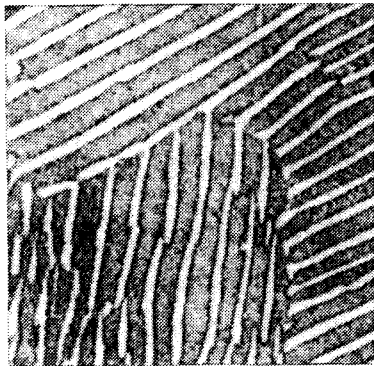


(a) transverse (X200)

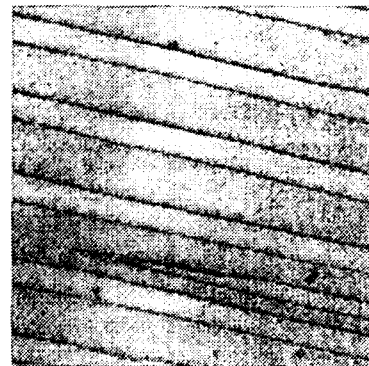


(b) longitudinal (X200)

Fig. 2. Typical microstructures of as-grown Ni-Ni<sub>3</sub>Nb eutectic composite.  
(R = 1cm/hr), EGB : Eutectic Grain Boundary



(a) transverse (X200)



(b) longitudinal (X400)

Fig. 3. Typical microstructures of as-grown Ni/Ni<sub>3</sub>Al-Ni<sub>3</sub>Nb eutectic composite. (R = 1cm/hr).

2(b)와 Fig. 3(b)에서는 비교적 잘 정렬된 층상조직을 보이고 있다.

이와같은 성장결합은 규칙적인 층상배열에 extra half-sheat를 끼워 넣음으로써 이웃한 lamellae들의 국부적인 어긋남을 일으키는 결함으로서 재료내부에 칼날전위가 존재하면 이웃한 전자배열이 어긋나는 현상과 매우 유사하다.

Fig. 4는 3원계 Ni/Ni<sub>3</sub>Al-Ni<sub>3</sub>Nb 공정복합재료에 있어서 일방향응고 성장속도에 따른 횡단면의 미세조직의 변화를 나타낸 것으로서 (a), (b), (c)에서 보는 바와 같이 성장속도가 증가함에 따라서 층상간격의 미세화를 보이는데, (d)의 R = 10cm/hr의 성장속도에서는 층상으로 정렬되지 못한 조직을 나타내고

있다.

그리고 Fig. 5는 2원계 Ni-Ni<sub>3</sub>Nb, 3원계 Ni/Ni<sub>3</sub>Al-Ni<sub>3</sub>Nb 공정복합재료에서 " $\lambda^2 R = 상수$ "라는 관계식에 비교적 잘 일치하고 있는 것을 볼 수 있다. 이와같이 성장속도가 증가함에 따라서 층상간격( $\lambda$ )이 감소하는 것은 일방향응고시 액상 내에서의 원자의 확산에 관계되는데, 성장속도가 증가할수록 고액계면 전방의 액상내에서 각각의 원자들이 측면확산(lateral diffusion)을 일으키는 거리가 짧아지므로 결국 층상간격의 감소를 가져오게 된다. M. C. Flemings 등<sup>11)</sup>은 Ni/Ni<sub>3</sub>Al-Ni<sub>3</sub>Nb 공정합금에 Cr을 6wt% 첨가했을 경우(이때의 합금조성은 Ni-20wt%, Nb-2.5wt% Al-6wt% Cr) Cr 무첨가시보다 동일

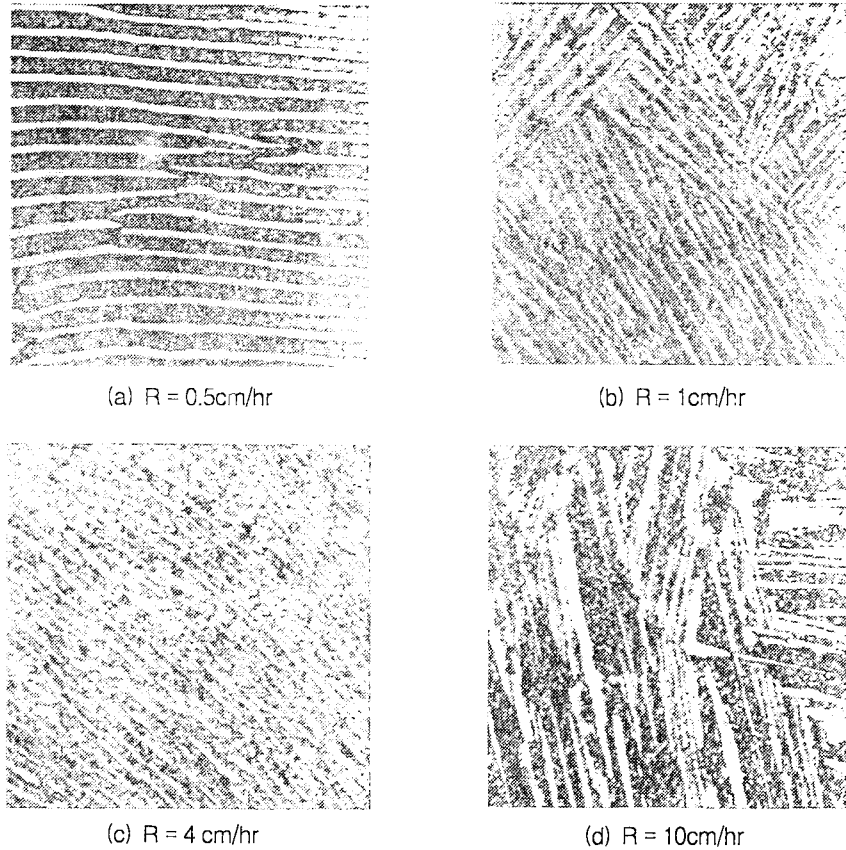


Fig. 4. Variation of as-grown microstructures of Ni/Ni<sub>3</sub>Al-Ni<sub>3</sub>Nb eutectic composite with growth rate(X200)

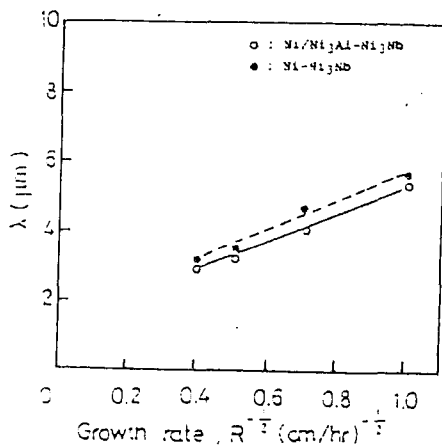


Fig. 5. Variation of interlamellar spacing( $\lambda$ ) with growth rate(R) for indicated eutectic composite

한 성장조건하에서 층상간격의 감소를 가져왔다고 보고하였다.

일반적으로 일방향응고시 층상조직이 정렬되는 정도에 영향을 미치는 인자로서는 성분금속의 순도, 일방향응고시 성장속도, 고액계면에서의 온도구배등으로 크게 나눌 수 있는데 여기서 성장속도와 온도구배는 서로 보상관계에 있는 인자이다. 즉 층상간격의 미세화나 제조시간의 단축을 일으킬 수 있는 충분한 시간이 없기 때문에 정렬된 조직을 얻을 수 없다. 따라서 이 경우에는 온도구배를 크게 해줌으로써 조성적과냉을 배제시킬 수 있으나 온도구배를 크게 하기 위한 방법으로서 액상금속의 온도를 상승시키는데는 한계가 있기 때문에 성장속도를 무한정 크게 할 수는 없다. 그래서 합금계마다 온도구배(G)와 성장속

도(R)의 임계비인 임계(G/R)값이 존재하는데 이 임계(G/R)값 이상에서는 정렬된 층상조직을 얻을 수 있다. Fig. 4(d)에서 정렬되지 못한 층상조직을 나타낸 이유도 위와 같은 사실로 설명할 수 있다. 즉, R = 10cm/hr라는 성장속도가 본 실험장치의 조건하에서는 비교적 큰 성장속도이기 때문에 상대적으로 (G/R)값이 작아져서 정렬되지 못한 조직을 나타낸 것으로 사료된다.

성장속도가 커지면 고액계면전방의 불순물이나 제2원소들이 충분히 확산할 수 있는 시간적 여유가 없어짐으로 인하여 조성적파장이 일어나는 반면에 고액계면에서의 온도구배가 커지면 그 조성적파장을 극복시켜줌으로써 정렬된 층상조직을 나타내게끔 한다. M. C. Flemings 등<sup>11)</sup>에 따르면 정상상태 성장조건하에서 plane front 응고를 위한 임계(G/R)값은  $25\text{K}\mu/\text{cm}^2$ 라고 보고하였다. 또한 Cr이나 Nb농도가 공정점에서 벗어나면 임계(G/R)값은 그만큼 더 커져야 한다고 보고하였다. 공정복합재료의 미세조직에서 나타나는 또 다른 특징은 성장결함으로서 이 성장결함은 고액계면의 국부적인 불균일에 의해서 도입되어진다고 사료된다. 한편 일방향응고시킨 공정복합 재료는 우선적인 성장방향과 상경계가 habit plane을 이루고 있는데 Ni/Ni<sub>3</sub>Al-Ni<sub>3</sub>Nb 공정복합재료의 경우 Ni-rich기지와 Ni<sub>3</sub>Nb강화상사이의 방위관계는 다음과 같다.<sup>3)</sup>

층상계면 // (111)<sub>Ni</sub> // (010)<sub>Ni<sub>3</sub>Nb</sub>

성장방향 // (110)<sub>Ni</sub> // (100)<sub>Ni<sub>3</sub>Nb</sub>

이와같이 우선적으로 방위관계를 갖는 이유는 각 상에서 가장 조밀하게 충전된 면끼리 상경계를 이루므로써 격자변형을 최소화시켜서 결국 낮은 계면에너지를 갖는 안정한 계면을 형성하려 하기 때문이라고 사료된다.

### 3.2 성장속도에 따른 경도변화

Fig. 6은 2원계 Ni-Ni<sub>3</sub>Nb 3원계 Ni/Ni<sub>3</sub>Al-Ni<sub>3</sub>Nb 공정복합재료에 있어서 일방향응고 성장속도에 따른 Rockwell C-scale 경도값의 변화를 나타낸 것이다.

Fig. 6의 경도 실험결과에서 6cm/hr의 성장속도 일때까지 경도값이 증가하는 이유는 Fig. 5에서 보는 바와같이 성장속도가 증가함에 따라 층상간격이

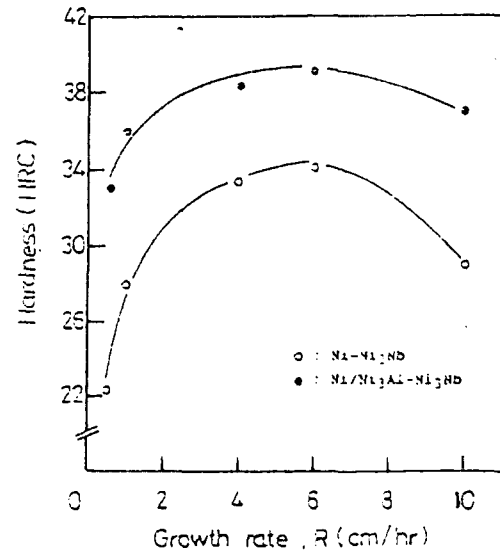


Fig. 6. Variation of hardness (HRC) with growth rate (R) for indicated eutectic composite

작아짐으로 인해서 결국 상경계의 면적이 커져서 상경계에서의 구속효과가 커지기 때문이라고 사료되고, 10cm/hr의 성장속도에서 경도값이 감소한 것은 Fig. 4(d)의 조직사진에서 보는 바와 같이 그 미세조직이 정렬된 층상구조를 나타내지 못하는 것에 그 이유가 있는 것으로 사료된다. 여기서 보면 두 공정복합재료에서 모두 성장속도가 커짐에 따라서 경도값이 상승하다가 10cm/hr의 성장속도에서는 경도값의 감소를 나타내고 있다. 또한 Ni-Ni<sub>3</sub>Nb 공정복합재료와 Ni/Ni<sub>3</sub>Al-Ni<sub>3</sub>Nb 공정복합재료의 경도값은 모든 성장속도에서 상당한 차이를 보이고 있는데 그 이유는 Fig. 7에서 보는 바와 같이 Ni/Ni<sub>3</sub>Al-Ni<sub>3</sub>Nb 3원계 공정복합재료의 Ni-rich 기지상에서 상당량의 Ni<sub>3</sub>Al( $\gamma'$ ) 석출물이 석출되어 있어서 경도증가에 크게 기여한 것으로 사료된다.

또한  $\gamma$ - $\delta$  공정복합재료에 비해서  $\gamma/\gamma'$ - $\delta$  공정복합재료가 모든 성장속도에서 경도값의 증가를 보였는데 그것은  $\gamma'$ 의 존재에 기인하는 것을 쉽게 알 수 있다. 이와같이  $\gamma/\gamma'$ - $\delta$  공정복합재료는  $\gamma$ - $\delta$  공정복합재료와는 달리 Al의 첨가로 인하여 일방향응고시 고상선 이하로 냉각될 때 기지상인 Ni-rich 고용체로부터  $\gamma'$ 이 석출되므로써 전형적인 초내열합금형  $\gamma/\gamma'$  기지조직을 나타내어 강화상으

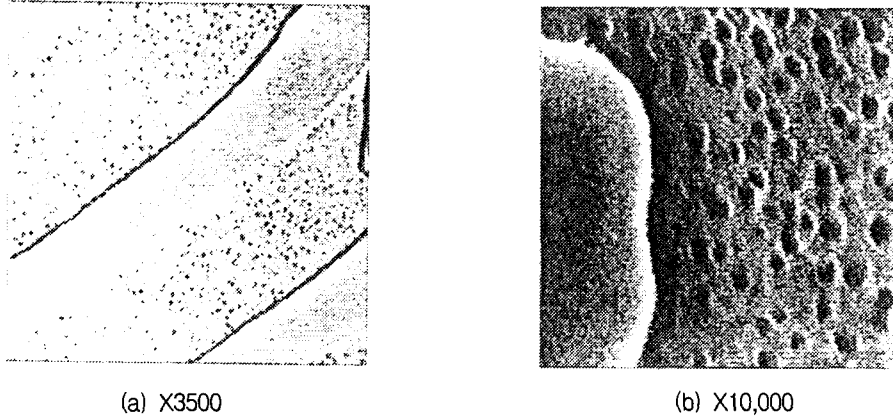


Fig. 7. Scanning electron micrographs showing  $\gamma'$  in  $\gamma$ -matrix in Ni/Ni<sub>3</sub>Al-Ni<sub>3</sub>Nb eutectic composite.(R = 10cm/hr)

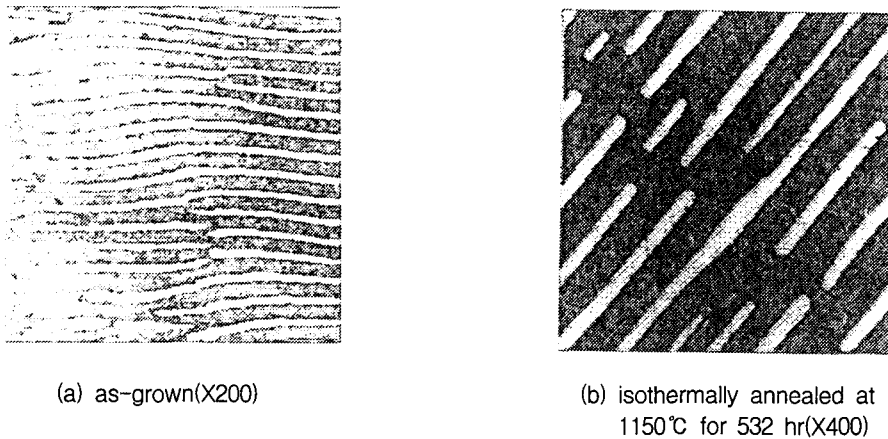


Fig. 8. Transverse microstructures of Ni/Ni<sub>3</sub>Al-Ni<sub>3</sub>Nb eutectic composite

로 존재하는 Ni<sub>3</sub>Nb( $\delta$ )상과 더불어 복합재료에 부가적인 강화효과를 부여하고 있다.

N. S. Stoloff<sup>9)</sup>은 Ni/Ni<sub>3</sub>Al-Ni<sub>3</sub>Nb 공정복합재료에 6% Cr을 첨가했을 때 Cr 무첨가시보다  $\gamma'$  크기가 더욱 미세해지고 균일한 크기를 가지며 석출 장소는 Cr 무첨가시  $\gamma$  기지상에 균일하게 석출하는데 반해서 6% Cr 첨가시에는  $\gamma$ - $\delta$  상경계에 집중적으로 석출한다고 보고하였다. 또 R. W. Hertzberg<sup>10)</sup>은 2.5% Al 첨가시가 1.5% Al첨가시보다 더욱 미세한  $\gamma'$  크기를 가지며, 2.5% Al첨가시의 평균  $\gamma'$  크기는 0.1~0.2  $\mu$ m 범위에 있다고 보고하였는데 2.5%Al에 Cr을 무첨가한 본 연구에서도 Fig. 7

에서 보는 바와 같이 기지상에 균일하게  $\gamma'$ 이 존재하고 그 크기도 대략 0.2  $\mu$ m 정도이므로 앞의 연구자들과 거의 동일한 결과를 나타내고 있다.

### 3.3 고온에서 미세조직의 열적안정성

Fig. 8은 0.5 cm/hr의 성장속도로 일방향응고시킨 시편의 조직사진을 나타낸 것으로서, Fig. 8(a)는 일방향응고시킨 후에 어떠한 처리도 행하지 않은 as-grown 조직을 나타낸 것이고, Fig. 8(b)는 1150  $^{\circ}$ C에서 532시간 항온열처리를 행한 후의 조직을 나타낸 것이다. 여기서 보면 as-grown 미세조직에서 성장결함이었던 부위에서 Ni<sub>3</sub>Nb상이 끊어져서 점점

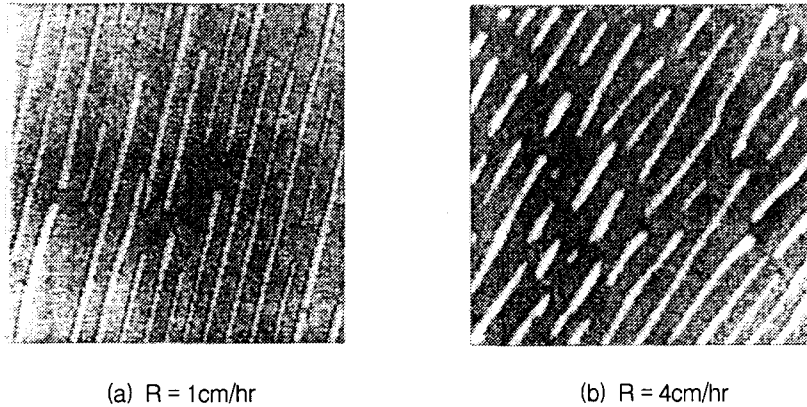


Fig. 9. Microstructures of Ni/Ni<sub>3</sub>Al-Ni<sub>3</sub>Nb eutectic composite isothermally annealed at 1150°C for 532hr(X200)

뒤로 후퇴(retraction)하고 있는 것을 볼 수 있고 특히 어떤 Ni<sub>3</sub>Nb platelet는 그 두께가 커져가고 있는 것을 볼 수 있는데 반해서 그 이웃한 Ni<sub>3</sub>Nb platelet는 점점 두께가 얇아지는 것을 볼 수 있다. 즉 조직의 변화는 Ni<sub>3</sub>Nb상 끝부분에서 Ni<sub>3</sub>Nb상의 소멸과 이에 따른 인접한 Ni<sub>3</sub>Nb상 platelet의 두께 증가에 의하여 이루어진다는 것을 알 수 있다. 그리고 Fig. 9(a)는 R = 1cm/hr의 성장속도로 일방향응고시킨 시편을 1150°C에서 532시간 항온열처리한 경우의 조직이고 Fig. 9(b)는 R = 4cm/hr의 시편을 1150°C에서 532시간 항온열처리를 행한 후의 조직을 타나낸 것이다. 여기서 보면 성장속도가 큰 것, 즉 층상간격이 작은 시편의 경우가 Fig. 9(b)에서 보는 바와 같이 조직의 조대화정도가 심한 것을 알 수 있고 더욱이 Ni<sub>3</sub>Nb상 platelet가 Fig. 9(a)보다 더 많은 부위에서 끊어져서 후퇴하고 있는 것을 볼 수 있다.

한편 Fig. 10은 이와같은 조직의 조대화정도를 나타내는 척도로써 상경계( $\gamma$ - $\delta$  계면)면적  $S_v$ 를 항온열처리시간에 따라서 나타낸 것으로서 2원계 Ni-Ni<sub>3</sub>Nb 공정복합재료와 3원계 Ni/Ni<sub>3</sub>Al-Ni<sub>3</sub>Nb 공정복합재료에서 모두 층상간격이 작으면 작을수록 조직의 조대화 정도가 심한 것을 알 수 있다. 또한 두 공정복합재료에서 층상간격이 비슷한 경우에는 조대화정도의 차이를 나타내지 못했는데 이것은 결국  $\gamma$  기지상에  $\gamma'$ 의 존재유무에 따른 조대화정도의

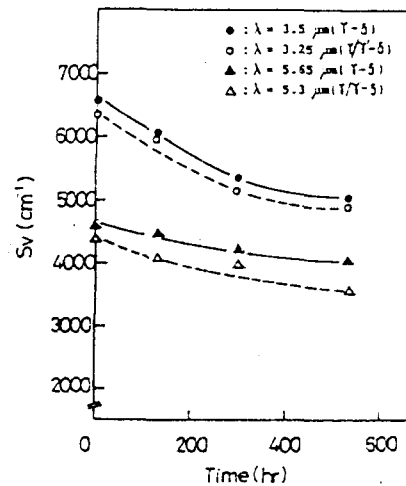


Fig. 10. Variation of interface area( $S_v$ ) with isothermal annealing time at 1150°C

차이가 없다는 사실을 암시해 주고 있다.

또한 열적 안정성은 층상공정복합재료에서 층상조직의 조대화과정은 성장결함부위에서 우선적으로 시작된다. 이 사실은 Al-CuAl<sub>2</sub> 공정복합재료에서도 확인한 사실로서  $\gamma/\gamma' - \delta$  공정복합재료에서도 Fig. 8에서 확인할 수 있다. 또한 조대화정도를 나타내는  $S_v$ 도 Fig. 10에서 보는 바와 같이 층상간격이 작을수록 그 감소율이 커지고 있다. 이것은 층상간격이 작을수록 확산거리가 짧아지기 때문에 그만큼 조



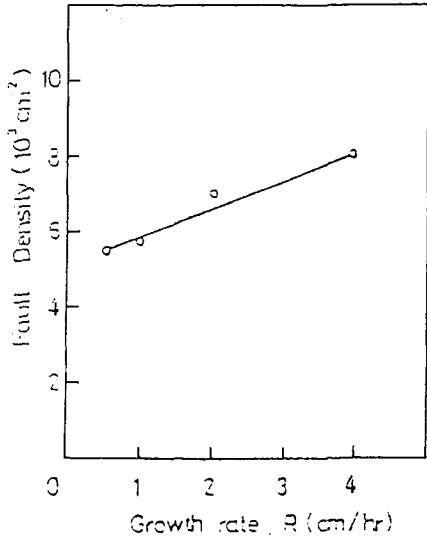


Fig. 11. Variation of fault density with growth rate in Ni/Ni<sub>3</sub>Al-Ni<sub>3</sub>Nb eutectic composite.

대화가 빨리 일어난다는 것을 생각할 수 있고, 또 Fig. 11에서 나타낸 바와 같이 성장속도가 커짐에 따라서 성장결함밀도가 커지기 때문에 결국 조대화가 시작되는 장소가 많이 제공되므로 용이하게 조대화가 일어나는 것으로 사료된다.

한편  $\gamma'$  석출물이 존재치 않는  $\gamma$ - $\delta$  공정복합재료와,  $\gamma'$ 이 존재하는  $\gamma/\gamma'$ - $\delta$  공정복합재료에서 층상간격이 비슷한 경우에 조대화정도의 차이를 나타내지 않는 것은 결국 기지상에서의 확산은 체적 확산이라기보다는 소경각경계를 통한 확산이 지배적으로 조대화에 기여했으리라는 사실을 암시해 주고 있다.

따라서  $\delta$  상 platelet의 조대화현상은 다음과 같이 설명될 수 있다. 즉  $\delta$  상 platelet는 성장결함부위에서 먼저 변화되기 시작하며 계속해서 분해되어 얇은  $\delta$  상 platelet는 그 끝부분에서 점점 얇아지고 주위의 인접한  $\delta$  상 platelet는 점점 두꺼워지게 된다. 이것은 얇은  $\delta$  상 platelet에서 분해된 원자들이  $\gamma$  기지상을 통해 이웃한  $\delta$  상으로 확산하는 것을 의미한다.

이러한  $\delta$  상 조대화의 구동력이 계면에너지 감소 일지라도 Thomson-Freundlich 식에 의해서 곡면 위에서의 성분의 농도와 관계가 있다.<sup>12) 13)</sup> 이는 곡

면위에서의 성분의 농도가 곡면의 곡률과 관계된다는 이론으로 더 큰 곡률반경을 갖는 두꺼운  $\delta$  상 platelet와 작은 곡률반경을 갖는 얇은  $\delta$  상 platelet 사이에 농도 기울기가 존재한다는 것이다.

한편 조대화속도와 열처리시간과의 관계를 나타내는 식

$$\frac{1}{S_v} - \frac{1}{S_0} = \frac{KD_t}{T}$$

- 여기서 K: 상수
- D: 확산계수
- t: 열처리시간
- T: 절대온도

에 의하여(1/S<sub>v</sub>-1/S<sub>0</sub>)를 시간에 대해서 그려보았을 때 거의 직선적으로 변화하고 있는 것을 볼 수 있다 (Fig. 12). 이 사실은 곡률반경에 따른 농도기울기에 기초하여 유도된 식과 실험결과가 일치한다는 것을 나타내주고 있다.

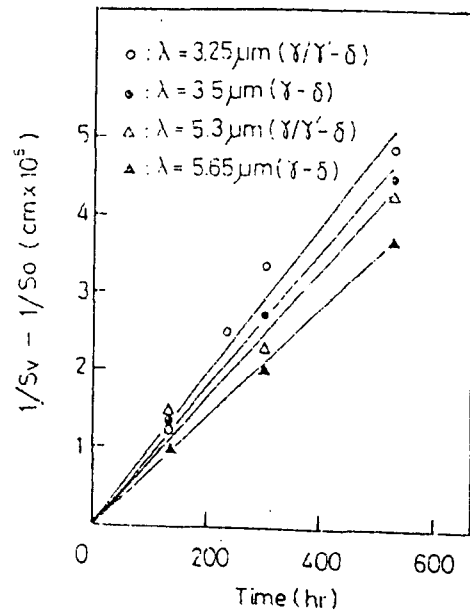


Fig. 12. Plot of 1/S<sub>v</sub>-1/S<sub>0</sub> vs. isothermal annealing time



Fig. 13. Microstructures showing no retraction at eutectic grain boundary (X400): isothermally annealed at 1150°C for 532hr

Fig. 13은 Ni/Ni<sub>3</sub>Al-Ni<sub>3</sub>Nb eutectic composite를 1150°C에서 532시간 항온열처리를 행하였을 때 공정립계(Eutectic grain boundary: EGB) 부위를 나타낸 것으로서 입내에서는 성장결함 부위에서  $\delta$ 상의 후퇴가 상당히 진행되었는데도 불구하고 EGB에서는 후퇴의 흔적을 찾아볼 수 없었다. 즉 이것은 층상조직의 조대화기구는 성장결함부위에서  $\delta$ 상 platelet의 후퇴에 의해서 지배적으로 일어난다는 사실을 입증해주는 또다른 증거라 할 수 있다.

#### 4. 결 론

일방향응고시간 Ni/Ni<sub>3</sub>Al-Ni<sub>3</sub>Nb, Ni-Ni<sub>3</sub>Nb 공정복합재료에 있어서 일방향응고시 성장속도 변화에 따른 미세조직과 기계적 성질의 변화 및 고온에서 층상조직의 열적안정성을 조사한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 일방향응고 성장속도가 증가함에 따라서 층상간격은 감소하였는데 " $\lambda^2 R = 상수$ "라는 관계식에 잘 들어 맞았다.
2. 일방향응고 성장속도가 증가함에 따라서 경도값의 증가를 보였는데 10cm/hr의 성장속도에서는 정렬되지 못한 미세조직으로 인하여 오히려

감소하였고,  $\gamma'$  석출물이 존재하는 Ni/Ni<sub>3</sub>Al-Ni<sub>3</sub>Nb 공정복합재료가 Ni-Ni<sub>3</sub>Nb 공정 복합재료보다 모든 성장조건하에서 경도값의 큰 상승을 보였다.

3. 고온에서 항온열처리시 층상조직의 조대화과정은 성장결함 부위에서 시작하여 인접한  $\gamma$ 상 platelet로 확산을 통하여 일어난다.
4. 층상간격이 작으면 성장결함밀도가 크고 확산거리도 짧으므로 인해서 층상조직의 조대화속도가 상승함을 보였다.

#### 후 기

본 연구는 1995년도 조선대학교 해외 학술연구 파견 연구비에 의하여 이루어졌으며, 이에 감사드립니다.

#### 참 고 문 헌

1. M. M. Farag, R. Matera and M. C. Flemings: Met. Trans., 108(1979) 381.
2. M. A. Neff, B. A. Rickinson, K. P. Young and M. C. Flemings: Met. Trans., 9B(1978) 469
3. R. T. Quinn, R. W. Kraft and R. W. Hertzberg: Trans. ASM, 62 (1969) 38.
4. W. R. Hoover, R. W. Hertzberg: Met. Trans., 2(1971) 1283
5. P. Annarumma and M. Turpin: Met. Trans., 3 (1972) 137.
6. C. Grossiord and M. Turpin: Met. Trans., 4(1973) 1415.
7. K. D. Sheffler, R. H. Barkalow, A. Yuen and G. R. Leverent: Met. Trans., 8A(1977) 83
8. D. R. Bhowal, K. M. Drewo and A. J. McEvily: Met. Trans., 9A (1978) 747.
9. J. E. Grossman and N. S. Stoloff: Met. Trans., 9A (1978) 117.
10. P. E. Bretz and R. W. Hertzberg: J. Mater.

- Sci., 14(1979) 265.
11. M. A. Neff, B. A. Rickinson, K. P. Young  
and M. C. Flemings : Met. Trans., 9B (1978)  
469.
12. L. D. Graham and R. W. Kraft : Trans.  
AIME, 236 (1996) 94.
13. G. W. Greenwood : Acta Metall., 4 (1956)  
243.