

결정학적 방위에 의존하는 Ni₃Al 단결정의 변형거동에 관한 연구

한창석*† · 천창환* · 한승오**

*호서대학교 국방과학기술학과

**호서대학교 융합기술연구소

A Study on the Deformation Behaviors of Ni₃Al Single Crystals Depending on Crystallographic Orientations

Chang-Suk. Han*†, Chang-Hwan. Chun*, Seung-Oh. Han**

*Dept. of Defense Science & Technology, Hoseo University

**Institute of Fusion Technology, Hoseo University, 165 Sechul-Ri, Baebang-Myun, Asan City, Chungnam 336-795, Korea

Abstract An investigation of the deformation behavior of γ' -Ni₃Al single crystals containing fine dispersion of disordered γ particles was performed for several different crystal orientations. Deformation structures were observed by the weak-beam method of transmission electron microscopy (TEM). The critical resolved shear stress (CRSS) for (111) $\bar{1}01$ slip increases with increasing temperature in the temperature range where (111) slip operates. The CRSS for (111) $\bar{1}01$ slip is dependent on crystal orientation in the corresponding temperature range. The temperature where the strength reaches a maximum is dependent on crystal orientation; the higher the ratio of the Schmid factors of (010) $\bar{1}01$ to that of (111) $\bar{1}01$, the higher the peak temperature. The peak temperatures were increased by the precipitation of γ particles for the samples of all orientations. Electron microscopy of deformation induced dislocation arrangements under peak temperature has revealed that most of dislocations are straight screw dislocations. The mobility of screw dislocations decreases with increasing temperature. Above the peak temperature, dislocations begin to cross slip from the (111) $\bar{1}01$ slip system to the (010) $\bar{1}01$ slip system, thus decreasing the strength.

(Received April 21, 2009; Accepted April 30, 2009)

Key words: intermetallic compound, L₂-ordered phase, superlattice dislocation, cross slip, orientation dependence of strength

1. 서 론

Ni-base 초내열합금은 L₁₂-Ni₃Al(γ') 금속간화합물의 석출에 의한 석출경화형 합금이지만, 강도의 역온도의존성을 나타내는 Ni₃Al은 초내열합금의 고온강도를 개선하는 중요한 역할을 한다[1-3]. L₁₂형 금속간화합물 자체도 내열구조재료로서 기대되는 재료이지만, 구조재료로서 응용하기 위해서는 다상화에 의한 강화가 필수적이나 금속간화합물에 대한 다상화 및 석출강화에 관한 연구는 활발하지 않다.

Sastry et al.[4] 및 Ardell et al.[5, 6]은 Cu₃Au에 Al₂O₃ 또는 SiO₂를 분산시켜 만든 분산강화재료에서 기지상이 L₁₂ 규칙상태일 때와 불규칙한 fcc 상태일

때의 항복강도와 가공경화거동을 조사하였다. 저자는 Ni-Al-Ti 합금계의 조성 및 열처리를 엄밀히 제어하여 규칙 γ' 상에 불규칙 γ 상을 미세하게 분산시켜 뚜렷한 석출경화거동[7], 강도의 온도의존성 및 고온 변형거동[8]을 조사하였다. 본 논문에서는 γ 석출상을 포함하는 γ' -Ni₃(Al,Ti) 단결정의 강도에 대한 결정방위 의존성 및 전위거동과 강도와의 관계에 대하여 보고한다.

2. 실험방법

사용한 합금원소는 99.9%Ni, 99.99%Al 및 99.7%Ti(스펀지 형태)를 이용하여 진공용해한 후,

†E-mail : hancs@hoseo.edu

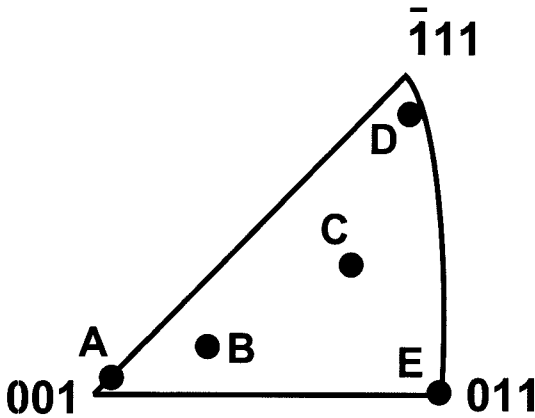


Fig. 1. The compression axes of the Ni18Al4Ti(mol%) single crystals used for this study.

Ar gas 분위기에서 직경 5.5 mm, 길이 150 mm의 잉고트를 제작하였다. 단결정은 고주파가열로를 사용하여 진공($\leq 1 \times 10^{-3}$ Pa)에서 개량 Bridgman법으로 제작하였으며, 알루미늄나 도가니의 이동속도는 2.8×10^{-6} m/s이다. 제작한 단결정 잉고트는 X선 Laue법에 의하여 방위를 결정하였고, 소정의 방위를 갖는 시험편을 3 mm × 3 mm × 5 mm의 크기로 절단하였다. 시료표면은 1차 연마한 후 10% perchloric + 90% methanol인 용액을 사용하여 전해연마 하였다. Fig. 1에 5종류의 단결정 시험편의 압축방위를 나타내었다. C 방위는 Staton-Bevan et al.[9]이 이용한 단상 γ -Ni₃(Al,Ti) 단결정의 방위와 비교하기 위하여 거의 동일한 방위를 선정하였다. Table 1에 5종류 방위의 {111}과 {100} 슬립계의 Schmid factor를 나타내었다. N 값은 (010) [101] 슬립계와 (111) [101] 슬립계의 Schmid factor비이며, (111) → (010)면으로 전위의 교차슬립을 제약하는 인자이다[10]. Q 값은 (111) [121] 슬립계와

(111) [101] 슬립계와의 Schmid factor비이며, (111)면의 확장전위 폭을 제약하는 인자이다[11]. 열 처리는 1423 K에서 605 ks(168 h) 동안 균질화처리를 하였으며, 973 K에서 36 ks(불완전시효), 973 K에서 1.08 Ms(완전시효), 1073 K에서 360 ks(과시효; C방위)와 같이 3가지 조건에서 시효처리를 하였으며, 압축시험은 298~1273 K의 온도범위에서 변형속도 약 5.0×10^{-4} s⁻¹로 실시하였다.

3. 실험결과

3.1 전단응력-전단변형 곡선

Fig. 2~Fig. 4는 A, B, C, D, E 5종류의 방위를 갖는 시료의 각 온도에 대한 전단응력(τ)-전단변형(γ) 곡선이다. 모든 시효처리조건 및 결정방위에 대하여 온도가 상승함에 따라 항복강도가 증가하며, 가공경화율도 증가하는 것을 알 수 있다. A, B, E 시료에 대한 가공경화율은 방위의존성은 거의 확인할 수 없으나, N 값이 최대인 D방위의 가공경화율은 확실히 크고, Kear-Wilsdorf 기구[12]가 지배적이라

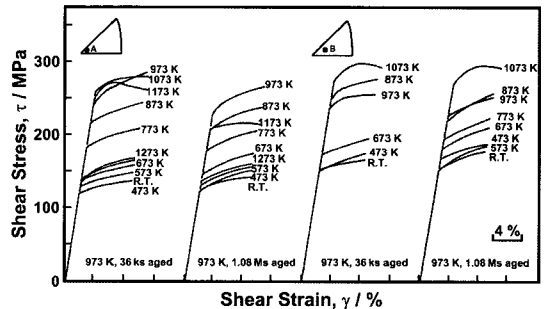


Fig. 2. The effect of test temperature and aging condition on the stress-strain curves of the Ni18Al4Ti (mol%) single crystals for orientations A and B, respectively.

Table 1. Schmid factors and Schmid factor ratios of samples

Orientation	Schmid factor			N value	Q value
	(111) [101]	(010) [101]	(111) [121]		
A	0.42	0.02	0.22	0.05	0.53
B	0.48	0.18	0.10	0.37	0.21
C	0.46	0.41	-0.16	0.88	-0.34
D	0.32	0.48	-0.18	1.52	-0.57
E	0.40	0.35	-0.23	0.86	-0.57

N = S.F for (010) [101] / S.F for (111) [101].

Q = S.F for (111) [121] / S.F for (111) [101].

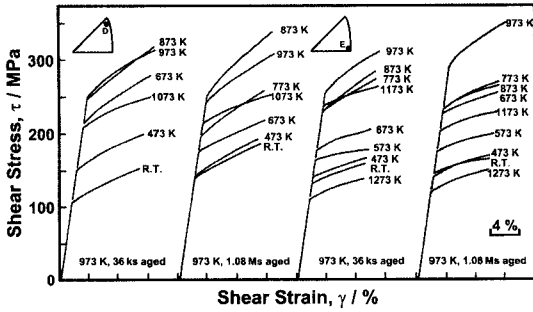


Fig. 3. The effect of test temperature and aging condition on the stress-strain curves of the Ni18Al4Ti(mol%) single crystals for orientations D and E, respectively.

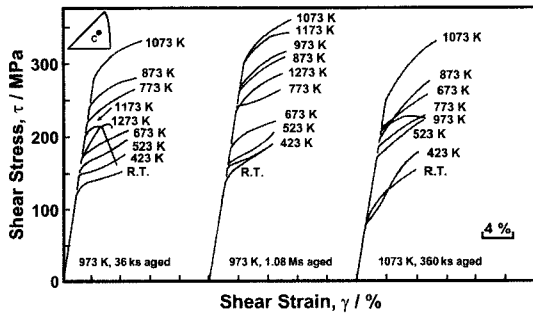


Fig. 4. The effect of test temperature and aging condition on the stress-strain curves of the Ni18Al4Ti (mol%) single crystals for orientation C.

는 것을 알 수 있다. 강도가 피크값을 나타내는 온도 이상에서의 가공경화율은 감소하기 시작하여 가공연화 현상이 나타난다. Ochiai et al. [13]은 압축방위가 <001>에 가까운 단상인 γ -Ni₃(Al,5Ti) 단결정을 1000 K 이상의 고온에서 시험하여 현저한 항복현상이 일어난다고 보고하였다. 본 실험도 Fig. 2와 같이 [001] 방위에 가까운 A방위 시료는 Ochiai et al.의 결과와 유사한 경향을 나타낸다.

3.2 임계전단응력의 방위의존성

Fig. 5은 973 K에서 36 ks 동안 시효처리한 불완전시효상태의 시료를 압축시험 하여 (111) [011] 슬립계에 대한 임계전단응력(τ_c)(CRSS)과 시험온도(T)와의 관계를 나타낸 것이다. CRSS의 온도의존성은 확실한 방위의존성이 있고, $[\bar{1}11]$ 에 가까운 D방위 시료는 CRSS의 (+)온도의존성이 저온부터 나타나며, [001]에 가까운 A방위가 가장 느린 것을 알 수 있다. 한편, CRSS가 피크값을 나타내는 온도는

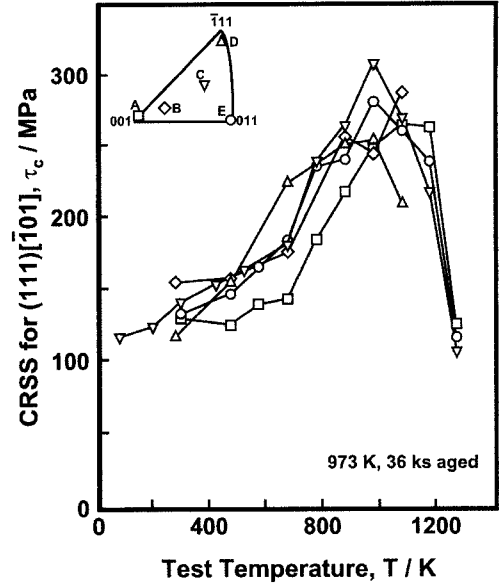


Fig. 5. Temperature and orientation dependences of the CRSS on (111)[011] slip system for the Ni18Al4Ti (mol%) single crystals aged at 973 K for 36 ks.

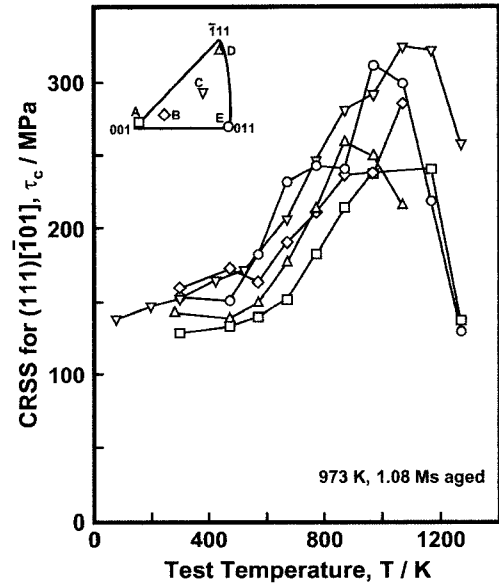


Fig. 6. Temperature and orientation dependences of the CRSS on (111)[011] slip system for the Ni18Al4Ti (mol%) single crystals aged at 973 K for 1.08 Ms.

[001]에 가까운 A방위가 가장 높고, [111]에 가까운 D방위가 가장 낮다.

Fig. 6은 973 K에서 1.08 Ms 동안 시효처리한 완전시효상태 시료의 (111) $[\bar{1}01]$ 슬립계에 대한

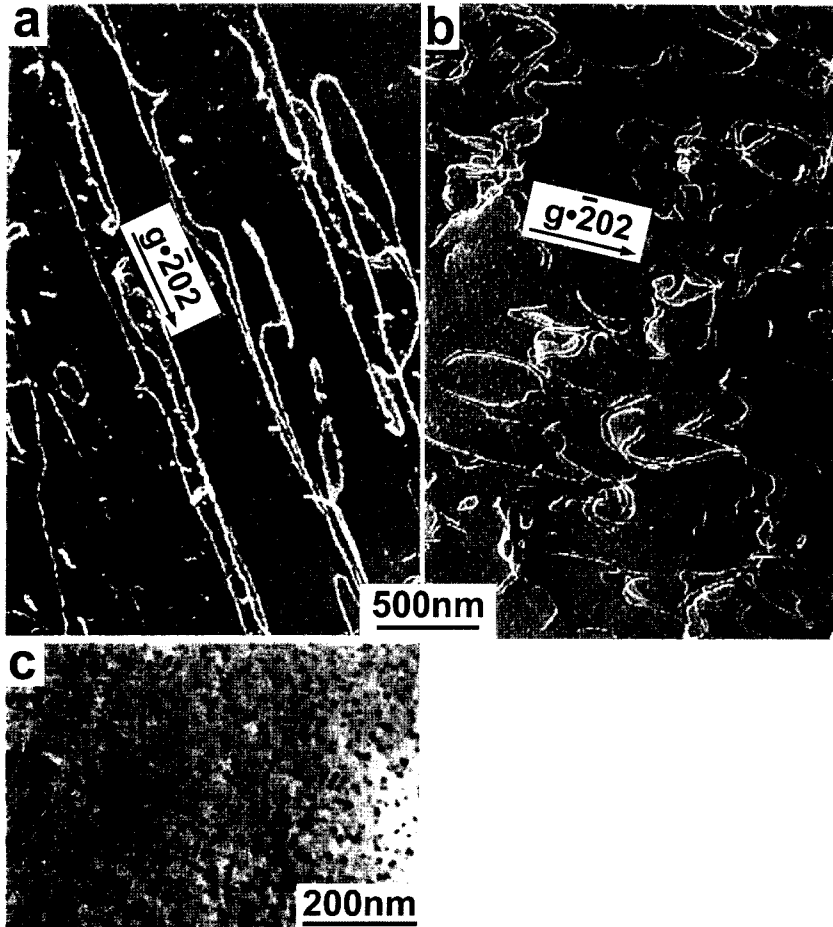


Fig. 7. Deformation induced dislocation structures in the (a) (111) primary slip plane, (b) (010) cube cross slip plane and (c) $\bar{1}01$ dark field image of disordered γ precipitates in the sample of orientation E. The test temperatures are (a) 873 K and (b) 1073 K.

CRSS와 시험온도와의 관계이다. 이 시효상태에서의 CRSS는 전반적으로 Fig. 5에 나타낸 불완전시효상태의 CRSS보다 높은 것을 알 수 있다. CRSS의 온도 및 결정방위의존성은 불완전시효상태와 거의 동일한 경향을 나타낸다.

3.3 전위배열

Fig. 7(a) 및 (b)는 973 K에서 36 ks 동안 시효처리한 불완전시효상태의 E 시료를 약 3% 압축시험한 변형조직이다. (a)는 673 K에서 변형시킨 (111)주슬립면의 전위배열, (b)는 1073 K에서 변형시킨 (010)교차슬립면의 전위배열이다. (c)는 규척격자반사를 이용하여 관찰한 γ 석출상조직이다. 저온에서는 초격자전위가 (111)면에서 4개의 Shockley 부분전위로 분

해하고, (111)면을 슬립하여 변형이 진행되는 것에 반하여, 673 K보다 높은 온도에서는 초격자전위 ($b = a[\bar{1}01]$)가 역위상경계(APB)를 사이에 두고 2개의 $a/2[\bar{1}01]$ 부분전위로 분해되어 γ 석출상에 의해 (111) \rightarrow (010)면으로의 교차슬립이 제어된다. Fig. 7(a)는 대부분이 나선전위이며, $[\bar{1}01]$ 방향에 평행하게 거의 직선으로 배열하며, 나선전위의 슬립운동에 대한 저항이 큰 것을 알 수 있다. 응력을 제거하면 모상의 전위는 (111) $[\bar{1}01] \rightarrow$ (010) $[\bar{1}01]$ 슬립계로 교차슬립할 가능성이 있지만, 슬립면은 (111)면이다. 또한, 피크강도 이후의 변형은 Fig. 7(b)와 같이 초격자전위는 (010)면을 슬립하여 강도가 저하한다.

Fig. 8은 973 K에서 36 ks 동안 시효처리한 불완전시효상태의 $[001]$ 에 가까운 A방위 시료를 673 K

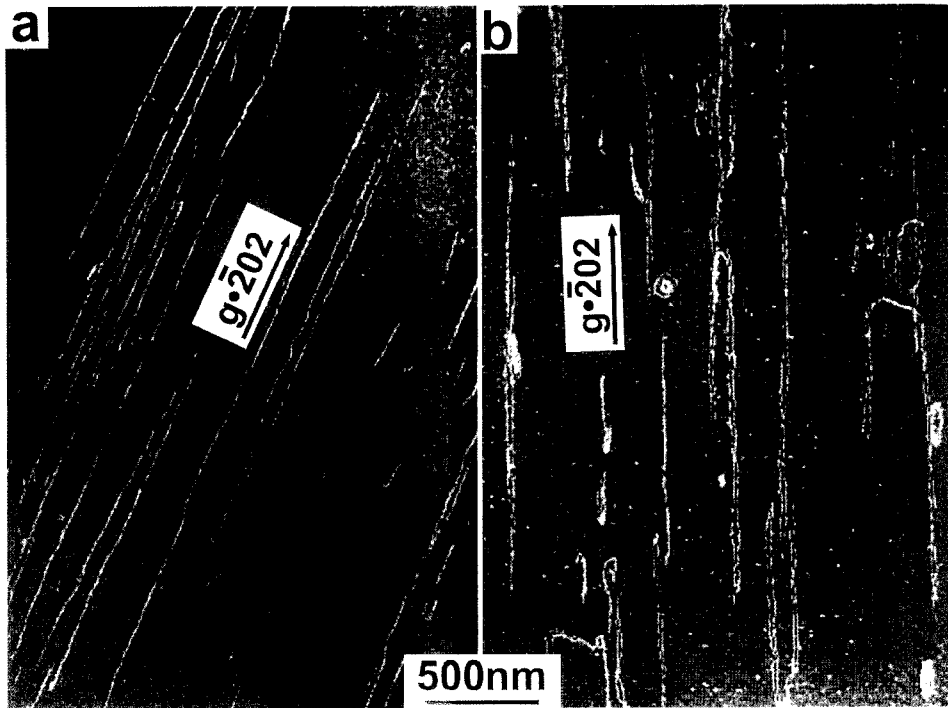


Fig. 8. Deformation induced dislocation structures in the (111) primary slip plane in the sample of orientation A. The test temperatures are (a) 873 K and (b) 1073 K.

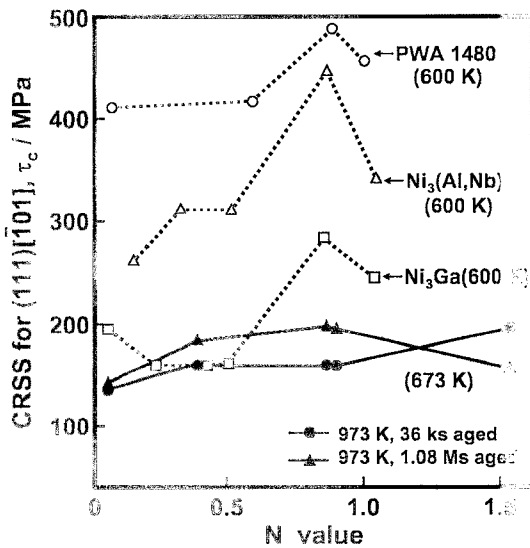


Fig. 9. N value dependence of the CRSS on (111)[101] slip system for the Ni18Al4Ti(mol%) single crystals aged at 973 K for 36 ks and 1.08 Ms, respectively. The test temperature is 673 K. Data of Ni₃Ga, Ni₃(Al, Nb), and PWA1480 are from Ref. (11), (14) and (18), respectively.

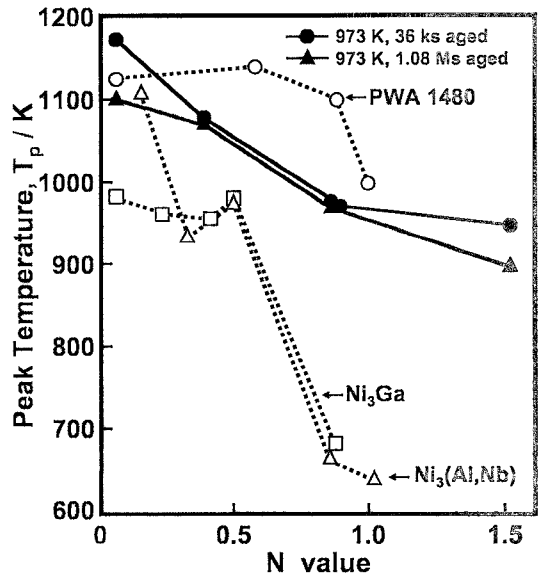


Fig. 10. N value dependence of the peak temperature for the Ni18Al4Ti(mol%) single crystals aged at 973 K for 36 ks and 1.08 Ms, respectively. Data of Ni₃Ga, Ni₃(Al,Nb) and PWA1480 are from Ref. (11), (14) and (18), respectively.

과 1073 K에서 약 3% 변형시킨 (111) 주슬립면의 전위조적이다. A방위의 {100} 슬립계에 대한 Schmid factor는 0에 가깝기 때문에 {100} 슬립이 일어나기 어렵다. Fig. 8에서 모든 전위는 나선형이며 직선으로 배열하고 있고, 전위는 (111) 주슬립면을 슬립하는 것을 알 수 있다. A방위에서는 {100} 슬립계가 활동하지 않기 때문에 온도가 상승함에 따라 강도가 증가하며, 피크온도(피크강도에 도달하는 변형온도)도 더욱 높다(Fig. 5 및 6). 따라서, 기술한 바와 같이 변형전위거동에 방위의존성이 나타나는 것이 확실하다. Ochiai et al.은 피크온도 이상에서 {111} 슬립에 의하여 강도가 저하하는 것을 전위의 점성적인 슬립에 기인한다고 보고하였다. Fig. 8과 같이 873 K과 1073 K에서는 나선전위가 지배적이며, 큰 차이는 확인되지 않았다.

4. 고 찰

단상인 L₁₂형 금속간화합물의 강도에 대한 방위의존성은 Ezz[11,14]가 Ni₃Ga와 Ni₃(Al,Nb)에 대하여 상세하게 보고하였다. 또, Ni-base 초내열 단결정합금에 대해서는 Kear et al.[15]과 Giamei[16]가 MarM200에 대하여, 그리고 Shah et al.[17]과 Heredia et al.[18]의 PWA1480에 대한 연구가 있다. Heredia et al.의 PWA1480 초내열합금은 불규칙 γ 상에 γ -L₁₂형 규칙상을 분산시킨 합금으로, γ 상에 비하여 강도의 방위의존성이 작다. 본 연구에서 사용한 합금은 Ni-base 초내열합금의 경우와 조직적으로는 반대로 γ -L₁₂형 규칙상을 모상으로 하여 불규칙 γ 상을 분산시킨 2상 합금이다. Fig. 9은 673 K에서의 CRSS의 N 값에 대한 의존성이다. 비교를 위하여 Ni₃Ga[14], Ni₃(Al,Nb)[11], 초내열합금 PWA1480[18]에 대한 CRSS의 값 의존성을 점선으로 나타내었다. 본 연구에서 불규칙 γ 상을 포함하는 γ 규칙상에 대한 CRSS의 N 값 의존성의 경향성은 단상과 거의 동일하지만, 의존성은 매우 작다. N 값이 증가하는 것은 (111) $[\bar{1}01]$ 슬립계에 대한 Schmid factor가 감소하는 것과 (010) $[\bar{1}01]$ 슬립계에 대한 Schmid factor의 증가에 대응하기 때문에 Kear-Wilsdorf기구[12]를 개량한 Takeuchi et al. [19]이 제안한 모델에 의하면, 전위의 (111) $[\bar{1}01]$

→ (010) $[\bar{1}01]$ 슬립계로의 교차슬립의 용이성에 대응한다. 즉, $a = b$ $[\bar{1}01]$ 전위의 일부가 APB 에너지가 높은 (111)면으로부터 APB 에너지가 낮은 (010)면으로 교차슬립하고, (010)면에서는 전위의 이동도가 작기 때문에 부동화 되어 강도가 증가하게 된다. 그러나, PWA1480[18], T_p 및 본 합금계의 완전시효상태에서는 $N > 1$ 로 되면 CRSS가 작아진다. 이 현상에 대해서는 Takeuchi et al.[19]이 제안한 교차슬립기구를 적용할 수 있다. 미세한 불규칙 γ 상이 분산된 γ -Ni₃(Al,Ti) 합금에 대한 CRSS의 방위의존성이 단상인 L₁₂형 금속간화합물보다 작아지는 현상은 전위와 석출상의 인력상호작용에 기인한다고 생각할 수 있다. 즉, γ 상의 전위가 γ' 상의 전위거동에 많은 영향을 미치고, (111) → (010)면으로의 교차슬립을 제어하여 CRSS의 방위의존성을 작게 한다.

Fig. 5 및 Fig. 6에 나타낸 CRSS의 온도의존성이 최고로 되는 온도 T_p (피크온도)와 N 값의 관계는 Fig. 10와 같다. N 값이 증가함에 따라 T_p 가 저하하며, 이러한 경향은 단상인 Ni₃Ga[14], Ni₃(Al,Nb)[11] 및 PWA1480[18]과 동일하지만, Ni₃Ga 및 Ni₃(Al,Nb)의 T_p 는 N 값이 증가하면 급강하 하는 것에 반하여, 본 합금은 T_p 의 N 값 의존성이 작다. 또한, 동일한 단상인 Ni₃(Al,Ti) 합금에 비하여 본 합금계는 더욱 고온에서 높은 강도를 나타내며, 고온에서 (111) $[\bar{1}01]$ → (010) $[\bar{1}01]$ 슬립계로의 교차슬립이 γ 석출상에 의해 제어되는 것에 대응한다. 이와 같이 T_p 의 방위의존성이 작아지는 것도 γ 석출상과 전위와의 상호작용에 밀접한 관계가 있다.

5. 결 론

γ 석출상을 포함하는 L₁₂-Ni₃(Al,Ti) 단결정에 대한 강도의 방위의존성을 조사하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. {111} <110> → {100} <110> 슬립계로 교차슬립이 시작하는 온도는 결정방위에 의존하며, (010) $[\bar{1}01]$ 슬립계의 (111) $[\bar{1}01]$ 슬립계에 대한 Schmid factor의 비 및 N 값이 큰 방위일수록 저온쪽에 나타난다.
2. γ 석출상을 미세하게 분산시킨 γ -Ni₃(Al,Ti) 합

금의 임계전단응력의 방위의존성은 단상합금에 비하여 작으며, 동일한 온도에서는 N 값이 큰 방위일수록 강도가 상승한다.

3. 2상인 γ -Ni₃(Al,Ti) 합금의 CRSS의 피크온도는 γ 상의 석출에 의해 상승하고, 단상합금에 비하여 더욱 높은 온도에서 높은 강도를 나타내며, 피크온도도 방위의존성을 나타낸다.

4. CRSS의 결정방위의존성은 불규칙 γ 상과 전위와의 상호작용이 모상인 L1₂형 규칙상의 전위거동에 영향을 미친다.

참고문헌

1. G. P. Zhang and Z. G. Wang : J. of Mater. Sci. Lett., **16** (1998) 953.
2. R. Kozubski : Progress in Metal Physics, **41** (1997) 1.
3. V. E. Ovcharenko, O. V. Lapshin and E. N. Boyangin : Russian Journal of Non-ferrous Metals, **48** (2007) 297.
4. S. M. L. Sastry and B. Ramaswami : Acta Metall., **23** (1975) 1517.
5. A. J. Ardell and S. Pattanaik : Philos. Mag., A, **50** (1984) 339.
6. A. J. Ardell and S. Pattanaik : Philos. Mag., A, **50** (1984) 361.
7. C. S. Han and J. Lee : J. Kor. Soci. Heat Treat., **21** (2008) 251.
8. C. S. Han, C. H. Chun and S. O. Han : J. Kor. Soci. Heat Treat., **22** (2009) 8.
9. A. E. Staton-Bevan and R. D. Rawlings : Phys. Stat. Sol. (a), **29** (1975) 613.
10. S. Takeuchi and E. Kuramoto : Acta Metall., **21** (1973) 207.
11. S. S. Ezz, D. P. Pope and V. Paidar : Acta Metall., **30** (1982) 921.
12. B. H. Kear and H. G. F. Wilsdorf : Trans. Met. Soc. AIME, **224** (1962) 382.
13. S. Ochiai, S. Miura, Y. Mishima and T. Suzuki : J. Japan Inst. Metals, **51** (1987) 608.
14. S. S. Ezz, D. P. Pope and V. Vitek : Acta Metall., **36** (1987) 1879.
15. B. H. Kear and B. I. Pearcey : Trans. Met. Soc. AIME, **239** (1967) 1209.
16. A. F. Giamei : Final Technical Report, Air Force Office of Scientific Research, Contract (1979), No. F44620-76-C-0028.
17. D. M. Shah and D. N. Duhl : Superalloys 1984, Ed. by M. Gell et al., AIME, Warrendale Pa., (1984) 105.
18. F. E. Heredia and D. P. Pope : Acta Metall., **34** (1986) 279.
19. S. Takeuchi and E. Kuramoto : Acta Metall., **21** (1971) 207.