

論 文

一方向凝固시킨 Ni基 超耐熱 共晶複合材料에 關한 研究

李周洪\*, 洪英煥\*, 洪鍾徽\*\*

A Study on Unidirectionally Solidified Ni-base Eutectic Composites

Joo -Hong Lee\*, Young -Hwan Hong \*, Jong -Hwi Hong\*\*

Abstract

The effect of interlamellar spacing on microstructural stability at high temperature was studied for unidirectionally solidified ternary Ni / Ni<sub>3</sub> Al-Ni<sub>3</sub> Nb and binary Ni-Ni<sub>3</sub>Nb eutectic composite.

The interlamellar spacing of both alloy systems were varied with the growth rate according to " $\lambda^2R=constant$ " relationship.

As a result of isothermal heat treatments at high temperature it was considered that coarsening of lamellar structure was due to concentration gradient between the tip with a relatively small radius of curvature and the side of the thick lamellae with a larger radius of the opposite sign.

Fault density was increased as the interlamellar spacing decreased. Therefore it is also considered that the higher coarsening rate of the specimen with the smaller interlamellar spacing was due to higher fault density. And the difference of coarsening rate between Ni / Ni<sub>3</sub>Al-Ni<sub>3</sub>Nb and Ni-Ni<sub>3</sub>Nb eutectic composites was not observed when the interlamellar spacing was similar in size. This means that the presence of  $\gamma'$  in  $\gamma/\gamma'-\delta$  eutectic had no barrier effect to diffusion through the  $\gamma$  matrix.

1. 서 론

공정복합재료(eutectic composite)란 eutectic 조성이나 near-eutectic 조성을 가진 합금을 일방향응고라는 단 한번의 작업에 의해서 제조할 수 있는 재료로서, 고액계면에서는 3상(액상과 2개의 고상)이 거의 평형에 가까운 상태로 존재하기 때문에 최종적으로 얻어지는 조직은 규칙적인 정렬조직이다. 따라서 상경계는 거의 용융점까지도 안정하게 된다.

현재 항공기용 제트엔진의 turbin blade에 사용되고 있는 재료는 정밀 주조에 의해서 제조된 Ni기 초

내열 합금 (Ni-base superalloy)인데, 0.5-5mm 정도의 결정립크기를 갖고있다. 이와같은 다결정재료가 결정립에 수직한 방향으로 응력을 받게 되는 경우 입계파괴를 일으키기 쉽다. 이것을 개선한 것으로서 초내열합금을 일방향응고시켜서 결정립을 columnar 형태로 만들면 응력축에 수직한 결정립계 파괴는 방지할수 있으나 종방향의 결정립계가 약하여 creep이나 열피로에 의한 입계파괴의 위험성이 있다. 그런데 공정복합재료의 경우에는 응력축에 수직한 어떠한 계면도 존재치 않음은 물론 상경계가 매우 안정하여 위의 단점들의 개선이 기대된다.

요즈음 turbine blade 용 공정복합재료로서 연구

\* 高麗大學校 大學院 金屬工學科 (Graduate Student, Department of Metallurgical Engineering, Korea University)

\*\* 高麗大學校 工科大學 金屬工學科 教授 (Professor, Department of Metallurgical Engineering, Korea University)

개발되고 있는 것은 Ni 과 Co 기지에 TaC로 강화시킨 NITAC<sup>2)</sup>, COTAC 과 Ni/Ni<sub>3</sub>Al-Ni<sub>3</sub>Nb( $\gamma/\gamma'-\delta$ )<sup>34)</sup>, Ni/Ni<sub>3</sub>Al-Mo( $\gamma/\gamma'-\alpha$ )<sup>5-8)</sup> 등이 있고, Model system 으로 연구되고 있는 저융점 공정합금계로서는 Al-Al<sub>3</sub>Ni<sup>910)</sup>, Al-CuAl<sub>2</sub><sup>11-13)</sup> 등이 있다. 이중에서도 Ni/Ni<sub>3</sub>Al-Ni<sub>3</sub>Nb( $\gamma/\gamma'-\delta$ ) 공정복합재료가 실용합금으로서 주목 받고 있는데, 이 복합재료는 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 초내열성을 강화시킨 것으로써 상온 및 고온에서 기계적 성질이 매우 우수하다.

그런데 이러한 공정복합재료의 우수한 기계적 성질에도 불구하고 실용상의 문제점은 고온에서 열에 의한 조직의 안정성 문제이다. 즉 turbine blade는 고온에서 장시간 사용되기 때문에 조직의 이방성을 갖고있는 공정복합재료에서는 층상조직의 조대화(coarsening)가 일어나서 그로 인한 기계적 성질의 저하를 초래할 수 있다. 따라서 본 연구에서는 제트 엔진의 turbine blade용 내열재료로서 응용이 기대되는 3원계 Ni/Ni<sub>3</sub>Al-Ni<sub>3</sub>Nb ( $\gamma/\gamma'-\delta$ )층상 공정 복합재료와 부가적으로 이원계 Ni-Ni<sub>3</sub>Nb( $\gamma-\delta$ )공정복합재료를 사용하여 층상간격에 따르는 조직의 조대화 과정을 조사하므로써 그 조대화 기구를 규명해보고자 하였다.

## 2. 실험방법

### 2.1 공정합금의 제조

본 연구에서 사용된 공정합금의 조성은 3원계 Ni-21.5wt.%Nb-2.5wt.%Al과 2원계 Ni-23.3wt.%Nb 합금 두 종류이었고, 이때 사용된 순금속의 순도는 99.9%Ni, 99.5%Nb, 99.992%Al 이었다.

용해작업은 진공유도용해로에서 Alumina 도가니를 사용하여 실시하였고, 먼저 고융점 금속인 Ni과 Nb을 장입하여 용해시킨 후 저융점 금속인 Al을 첨가하여 충분히 균일한 용탕이 되게 한 다음 주철 주형에 주입하여 주조하였다. 용해시 진공도를 5x10<sup>-3</sup> torr까지 내린 후, Ar 개스를 0.5기압이 될때까지 주입하여 성분금속의 증발손실을 방지하였다.

### 2.2 일방향 응고

본 연구에서 사용된 시료인 Ni-21.5wt.%Nb-2.5wt.

%Al과 Ni-23.3wt.%Nb 합금의 용융점은 각각 1275℃, 1238℃로 비교적 고융점이기 때문에 통상적인 전기로에 의해서는 용해가 불가능하므로 본 연구에서는 Fig.1 에 나타낸 바와같이 고주파 발생장치에 연결된 유도코일에 의해서 가열되도록 하였다. 그런데 적은양의 시료를 용해하기 위해서는 매우 큰 주파수가 필요하므로<sup>14)</sup> 본 장치에서는 소량의 시료를 용해시키는데 도움을 주기 위해서 외경 60mm, 내경 35mm, 길이 140mm의 흑연관을 사용하여 유도코일이 이 흑연관을 유도가열시켜서 시료를 용해하였다. 이때 용해시키려는 시료는 주조된 공정조성의 주괴로부터 직경 11mm, 길이 80mm로 방전가공하여 내경 13mm인 Alumina 관속에 장입하여 용해하였다. 그리고 시료와 흑연의 산화방지를 위하여 Ar 개스를 주입하였다.

위와같이하여 시료가 용융되면 직류모터의 회전수 조절장치에 의해서 중심축을 회전시켜서 용융시료가 장입된 Alumina관을 소정의 속도로 하강시켜서 일방향 응고시켰다. 이때 Alumina관의 하강속도, 즉 결정성장속도는 0.5cm/hr, 1cm/hr, 4cm/hr, 10cm/hr로 변화시켰다.

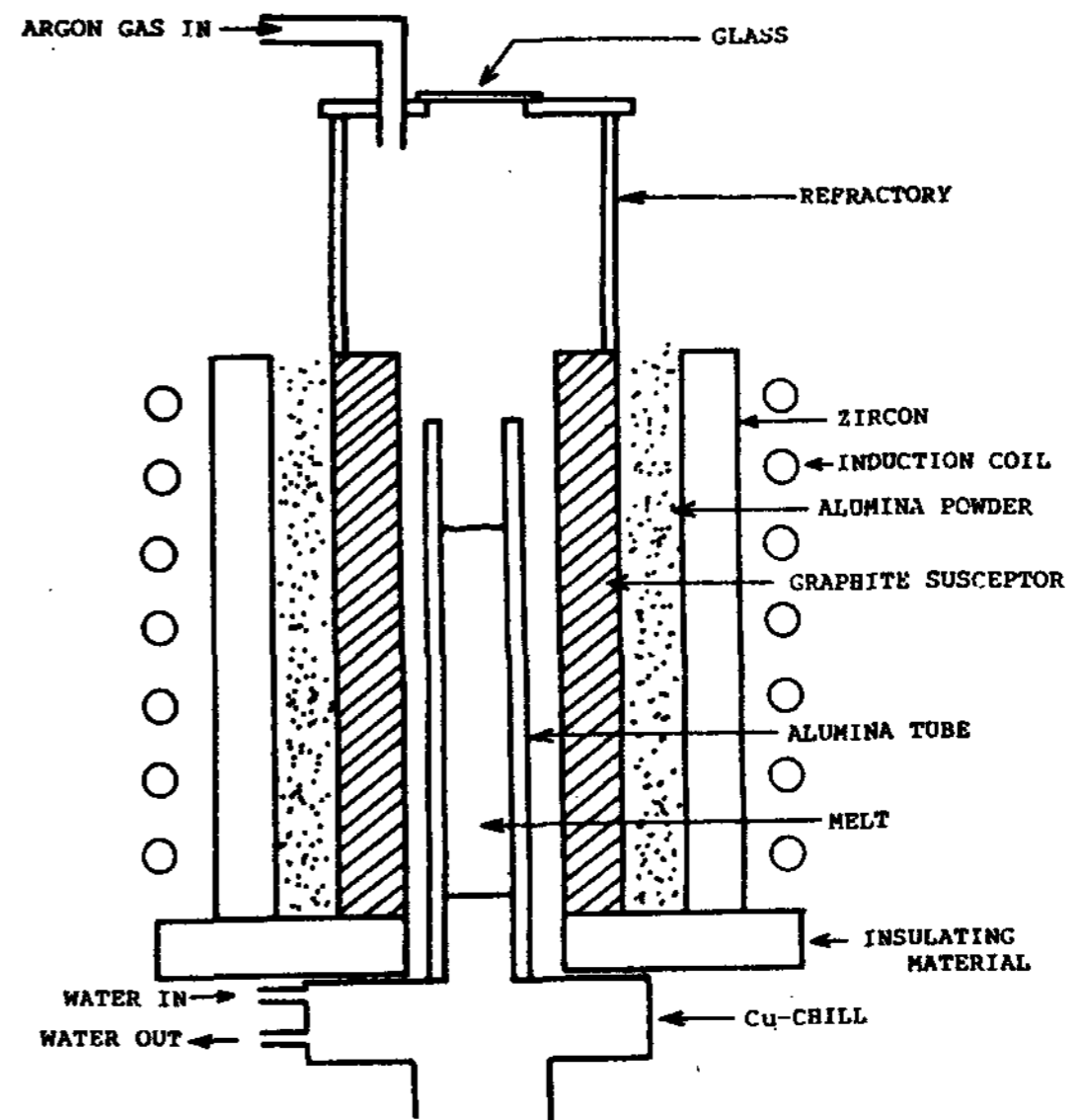


Fig. 1. Schematic diagram of unidirectional solidification furnace.

2.3 층상간격의 측정

일방향응고시 성장속도에 따른 층상간격의 변화를 조사하기 위해서 각각의 성장속도에서 얻어진 시편을 절단하고, 그 절단면 (transverse section)의 미세조직사진으로부터 linear intercept method를 사용하여 층상간격을 측정하였다.

2.4 항온 열처리

여러 성장속도로 일방향응고시켜서 만든 시편을 지름 13mm, 높이 5mm인 pellet 형태로 만들어 1150°C에서 532시간 까지 항온 열처리를 행하여 조직의 변화과정을 조사하였다. 이때 사용된 로(furnace)는 Super Kanthal heating element에 의해서 가열되는 관상로를 사용하였으며 Mullite관 내에 시편이 놓인 Alumina boat를 설치시켰다. 그리고 시편의 산화방지를 위하여 Ar개스를 주입시켰다.

2.5 미세조직 관찰 및 조직변화 측정

일방향응고시킨 상태(as-grown)의 시편과 항온 열처리된 시편의 조직관찰을 위해 일방향 응고방향(longitudinal section)과 그 수직방향(transverse section)으로 절단하여 연마하였다.

광학현미경 관찰을 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 전해연마 하였다. 층상조직변화의 정량적 측정은 단위부피당 계면(Ni-rich 기지상과 δ상의 상경계)의 면적을 나타내는 Sv로 행하였다.<sup>15)</sup> Sv는 응고방향에 수직인 절단면에서의 단위면적당 계면전체 길이인 l<sub>A</sub>를 먼저 구하고 이 l<sub>A</sub>값에 단위길이를 곱함으로써 구해진다. 상세한 방법을 서술하면 조직사진위에 0°에서 165°까지 15°간격으로 12개의 주사선(scanning line)을 그은 후 그 주사선 단위 길이당 주사선과 상경계가 만나는 교차점의 수를 측정하여 평균값 N<sub>L</sub>에 π/2를 곱하여 l<sub>A</sub>를 구하고 다시 단위길이를 곱하여 Sv값을 얻는다.

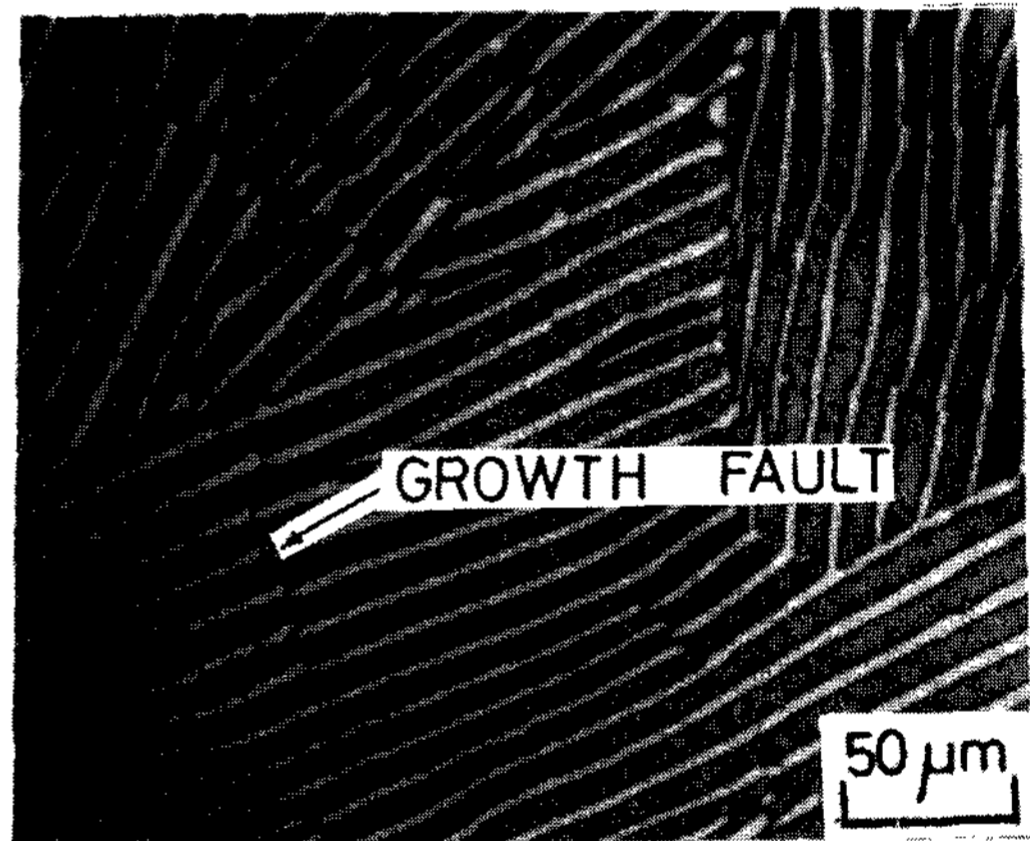
2.6 경도시험

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

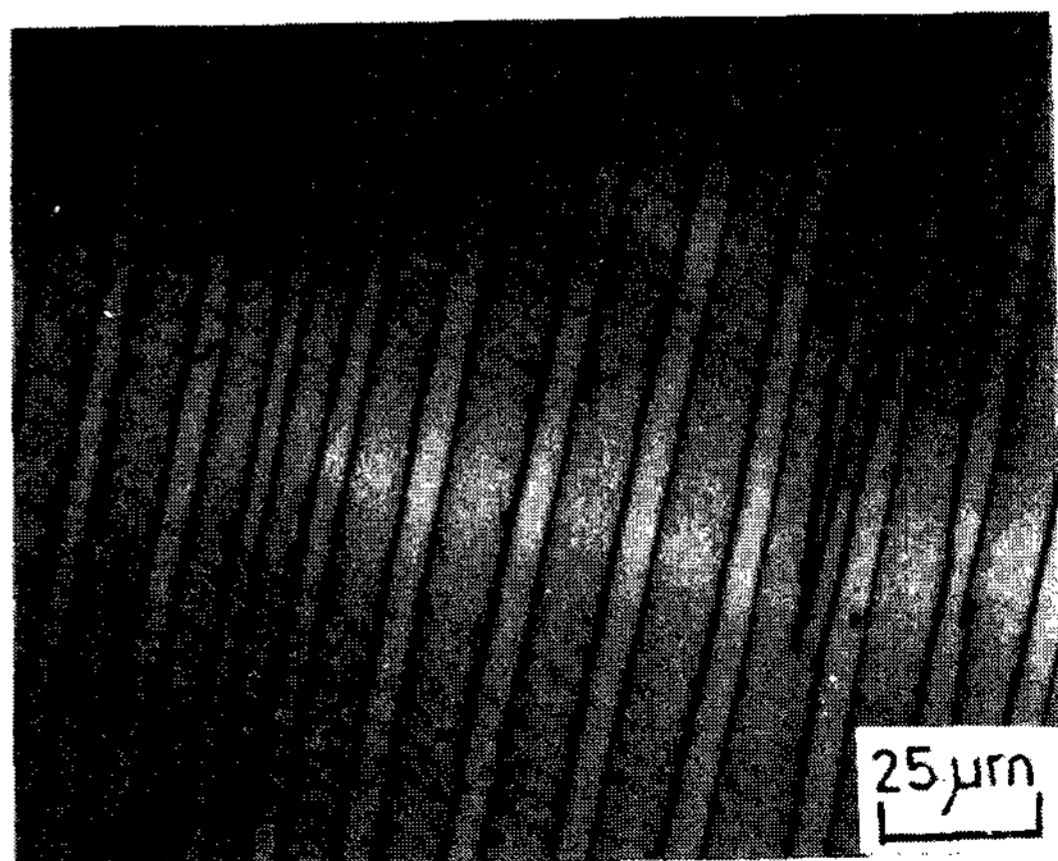
3. 실험결과 및 고찰

3.1 미세조직 관찰

일방향 응고시킨 시료의 대표적인 조직사진을 Photo 1에 나타냈다. 두 사진에 나타난 lamellae 중에서 밝은색을 나타내는 상이 orthorhombic 결정구조를 가지는 금속간 화합물 Ni<sub>3</sub>Nb(δ) 상이고, 어두운 상이 Ni-rich 기지상 나타내고 있다. 그리고 Photo 1(a)에서 보는 바와 같이 응고방향에 수직인 횡단면에는 성장결함(growth fault)이 존재하는 것을 볼 수 있고, 종단면을 나타내는 Photo 1(b)에서는 비교적 잘 정렬된 층상조직을 볼 수 있다.



(a) transverse (x200)



(b) longitudinal (x400)

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

이와같은 성장결합은 규칙적인 층상배열에 extra half-sheet를 끼워 넣음으로써 이웃한 lamellae 들의 국부적인 어긋남을 일으키는 결합으로서, 재료내에 칼날전위가 존재하면 이웃한 원자배열이 어긋나는 현상과 매우 유사하다. 이러한 성장결합은 일방향 응고시의 성장속도에 따라서 단위면적당의 숫자, 즉 결합밀도가 변화하는데 Fig.3에 도시한 바와 같이 성장속도에 따라서 증가하고 있다. 이 사실은 결국 성장속도가 커지면 고액계면이 순간적으로 불균일해져서 국부적인 결합이 도입될 수 있는 가능성이 크다는 것을 암시하고 있다. 다른면에서 고찰해 보면 Fig.2 에 나타낸 바와같이 성장속도가 증가하면 층상간격  $\lambda$ 는 " $\lambda^2 R = 상수$ "라는 관계식에 따라서 감소하고 있는 것을 볼수 있는데, 이와같이 층상간격이 작아지면 결국 동일한 단위면적당의 성장결합의 수, 즉 결합밀도는 커질수 밖에 없게 된다.

한편 일방향응고시킨 공정 복합재료는 우선적인 성장방향과 상경계가 habit plane 을 이루고 있는데, Ni / Ni<sub>3</sub>Al-Ni<sub>3</sub>Nb 공정복합재료의 경우 Ni 기지상과 Ni<sub>3</sub>Nb 강화상 사이의 방위관계는 다음과 같다.<sup>16)</sup>

층상계면 // {111} Ni // {010} Ni<sub>3</sub>Nb  
 성장방향 // {110} Ni // {100} Ni<sub>3</sub>Nb

이와같이 우선적인 결정학적 방위관계를 갖는 이유는 각 상에서 가장 조밀하게 충전된 면끼리 상경계를 이루므로써 계면에너지를 최소화시켜서 결국 안정한 계면을 형성하려하기 때문이라고 사료된다.

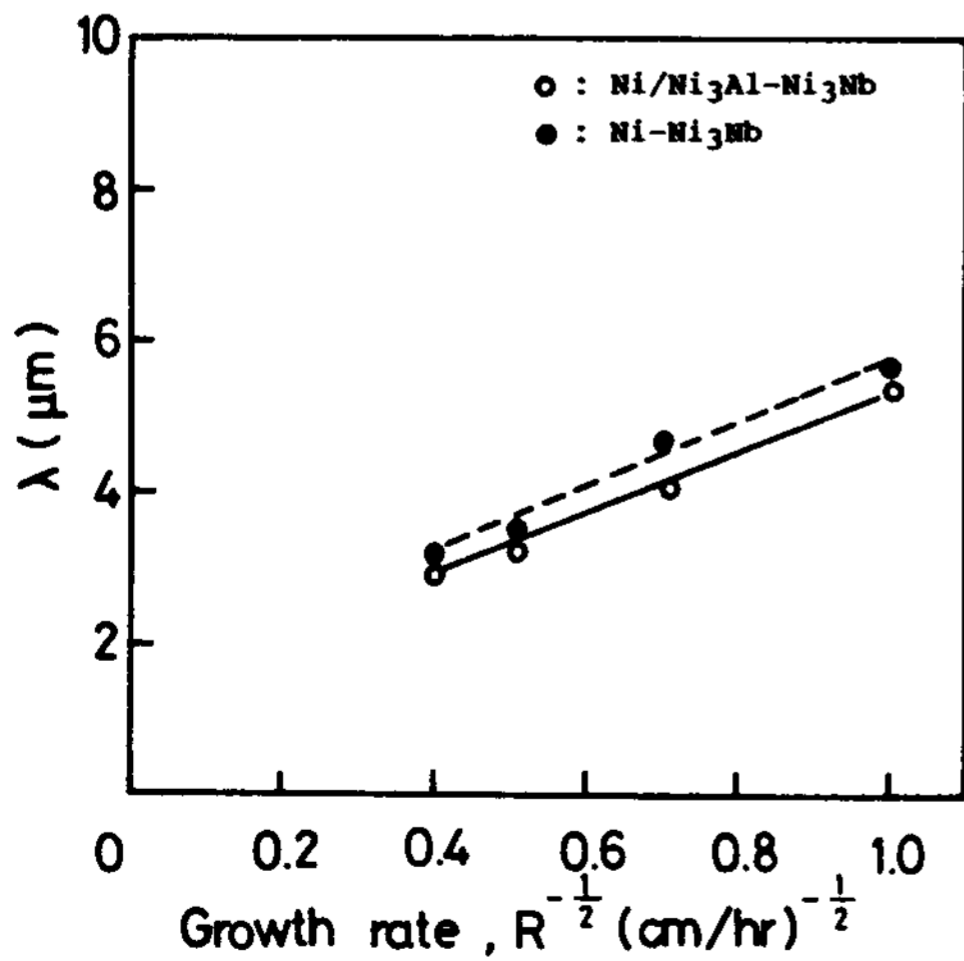


Fig. 2. Variation of interlamellar spacing( $\lambda$ )with growth rate (R) for indicated eutectic composite.

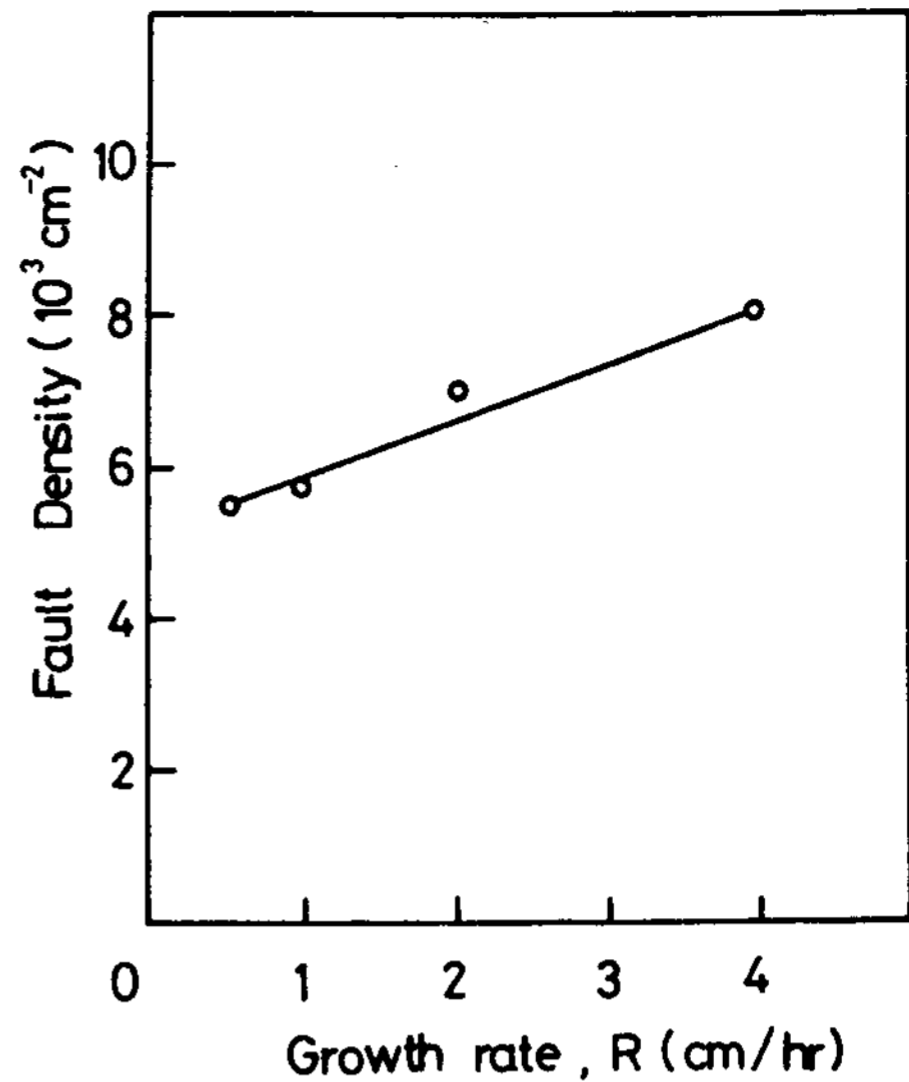
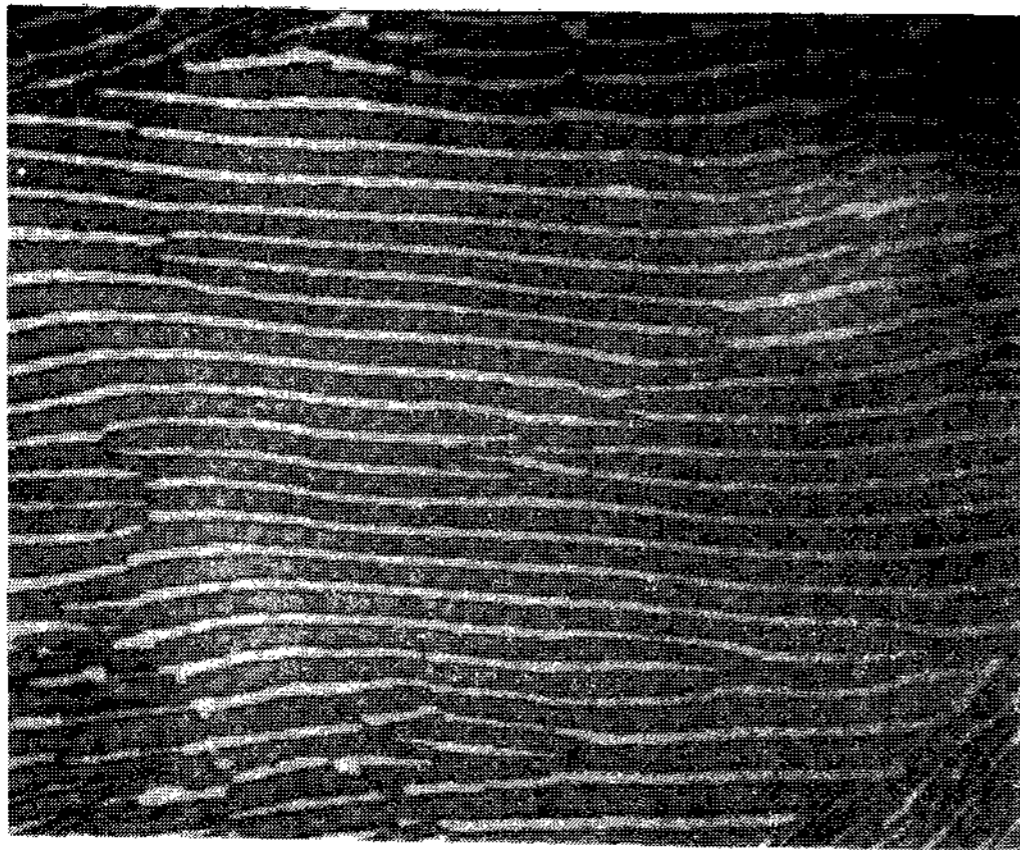


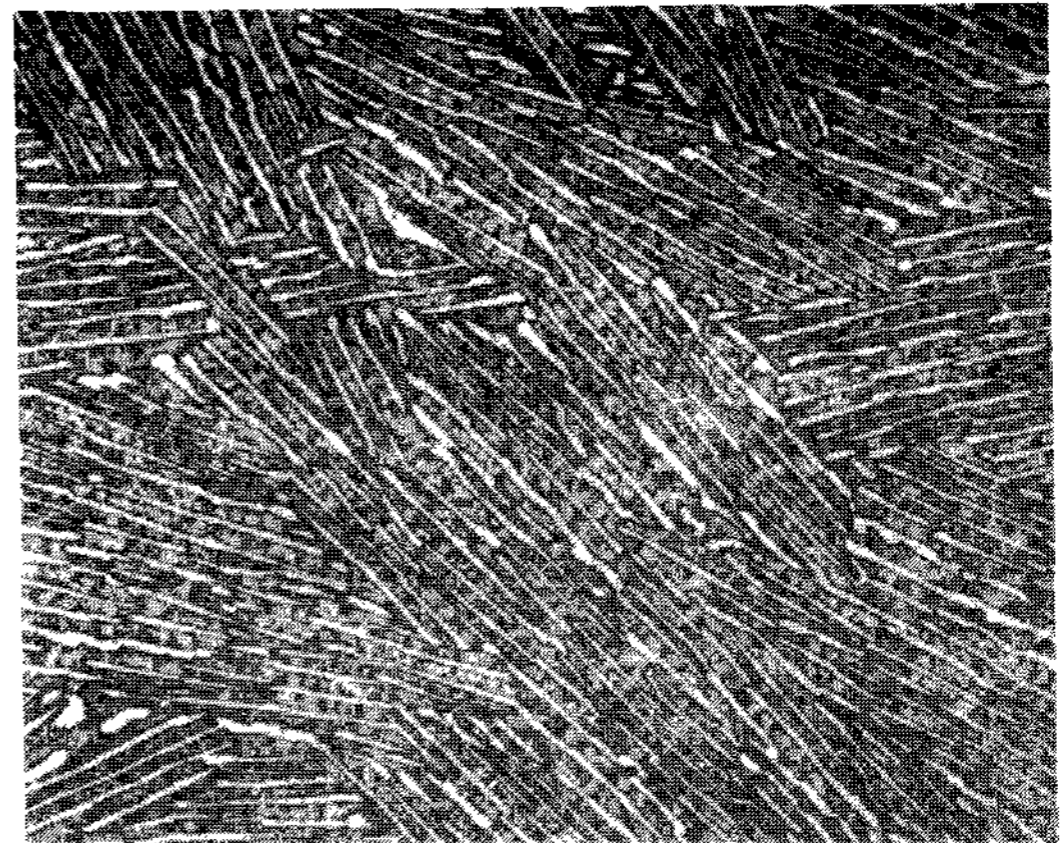
Fig. 3. Variation of fault density with growth rate in Ni / Ni<sub>3</sub>Al-Ni<sub>3</sub>Nb eutectic composite.

Photo 2는 3원계 Ni / Ni<sub>3</sub>Al- Ni<sub>3</sub>Nb 공정 복합재료에 있어서 일방향응고 성장속도에 따른 미세조직의 변화를 나타낸 것으로서, 성장속도가 증가함에 따라서 층상간격의 미세화를 보이는데 (a-c) R=10cm / hr의 성장속도에서는 정렬되지 못한 층상조직을 나타내고 있다. 이것은 결국 본 연구에서 사용된 일방향 응고장치의 온도 구배(G)가 크지 못하기 때문에 성장속도 (R)가 커지면 상대적으로 (G/R)값이 작아져서 정렬되지 못한 조직을 나타내는 것으로 사료된다. 즉 성장속가 커지면 고액계면 전방의 불순물이나 제 2원소들이 충분히 확산할 수 있는 시간적 여유가 없어짐으로 인하여 조성적 과냉이 일어나는 반면에 고액계면에서의 온도구배가 커지면 그 조성적 과냉을 극복시켜줌으로써 정렬된 공정조직을 나타내게끔 한다. M.C Flemings 등<sup>3)</sup>에 따르면 정상상태 성장조건하에서 plane front 응고를 위한 임계(G/R)값은 25K<sub>h</sub> / cm<sup>2</sup>이라고 보고하였다. 또한 Cr이나 Nb농도가 공정 trough에서 벗어나면 임계(G/R)값은 그만큼 더 커져야 한다고 보고하였다.<sup>17)</sup>

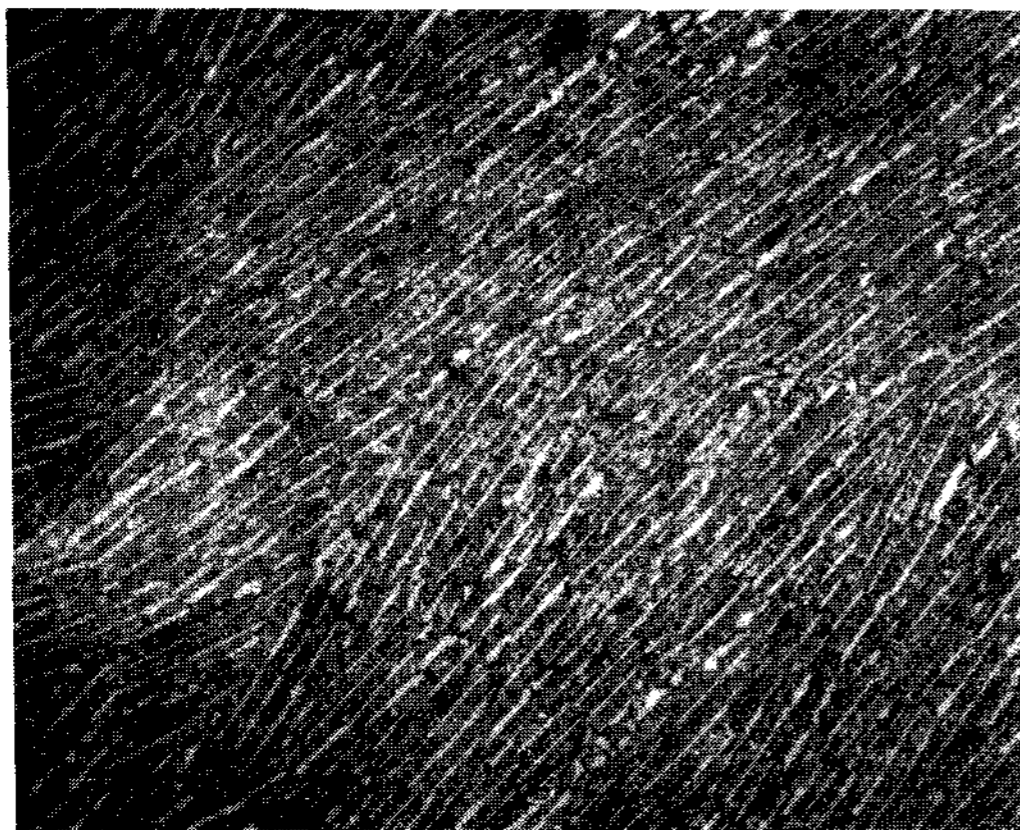
Fig.2는 2원계 Ni-Ni<sub>3</sub>Nb, 3원계 Ni / Ni<sub>3</sub>Al-Ni<sub>3</sub>Nb 공정복합재료에서 일방향응고 성장속도에 따른 층상간격의 변화를 나타내는데 두 합금계에서 모두 " $\lambda^2 R = 상수$ "라는 관계식에 비교적 잘 일치하고 있는 것을 볼수 있다. 한편 3원계 합금에 Cr을 6wt.%



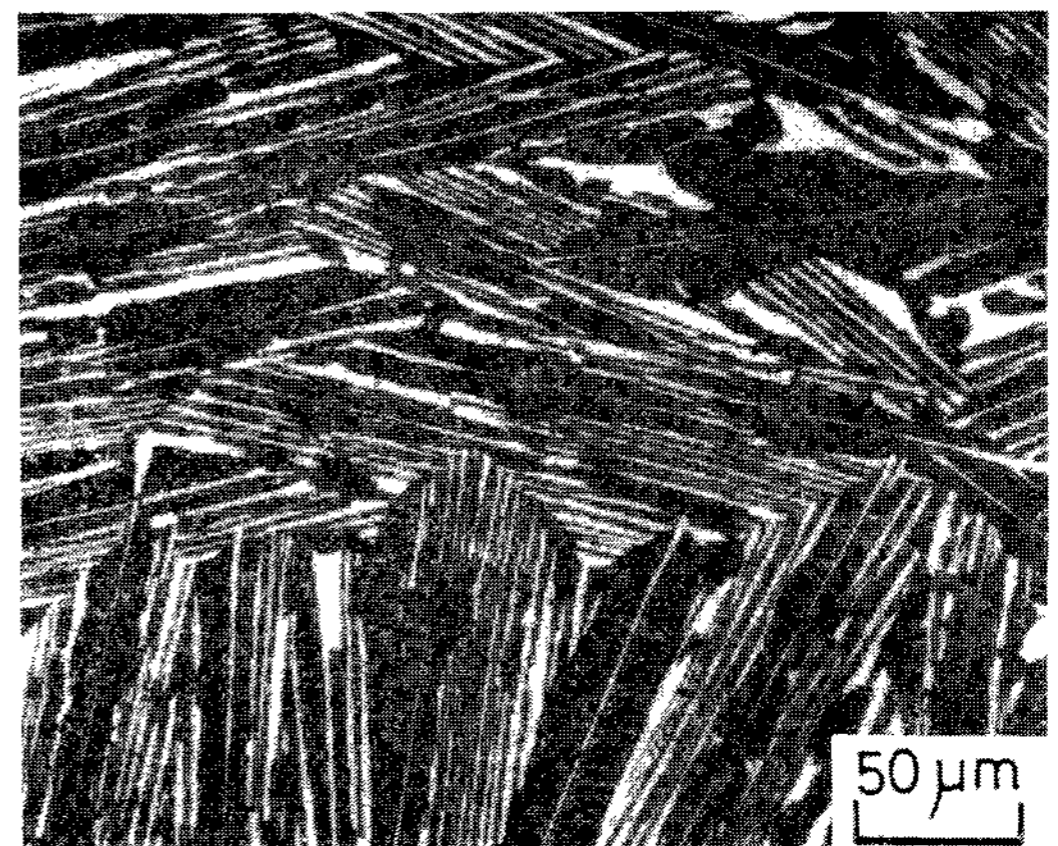
(a)



(b)



(c)



(d)

**Photo.2** Variation of as-grown Ni / Ni<sub>3</sub>Al-Ni<sub>3</sub>Nb eutectic microstructures with growth rate(R).

(a) R=0.5cm / hr

(b) R=1cm / hr

(c) R=4cm / hr

(d) R=10cm / hr

첨가했을 경우 (이때의 합금조성은 Ni-20wt.% Nb-2.5wt.% Al 6wt.% Cr) Cr 무첨가시보다 동일한 성장조건하에서 층상간격의 감소를 가져왔다고 M.C. Flemings 등은 보고하였다.<sup>17)</sup>

### 3.2 성장속도에 따른 경도변화

Fig.4는 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. 여기서 보면 성장속도가 커짐에 따라서 경도값이 상승하다가 10cm / hr의 성장속도에서는 두 공정복

합재료에서 모두 경도값의 감소를 나타내고 있다. 이와같이 6cm / hr의 성장속도일 때까지 경도값이 증가하는 이유는 Fig.2 에서 보는 바와같이 성장속도가 증가함에 따라 층상간격이 작아짐으로 인해서 결국 상경계의 면적이 커져서 상경계서의 구속효과의 정도가 커지기 때문이라 사료되고, 10cm / hr의 성장속도에서 경도값이 감소한 것은 Photo 2의 조직사진에서 보는 바와같이 그 미세조직이 정렬된 층상조직을 나타내지 못하는 것에 그 이유가 있는 것으로 사료된다. 한편 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 이유

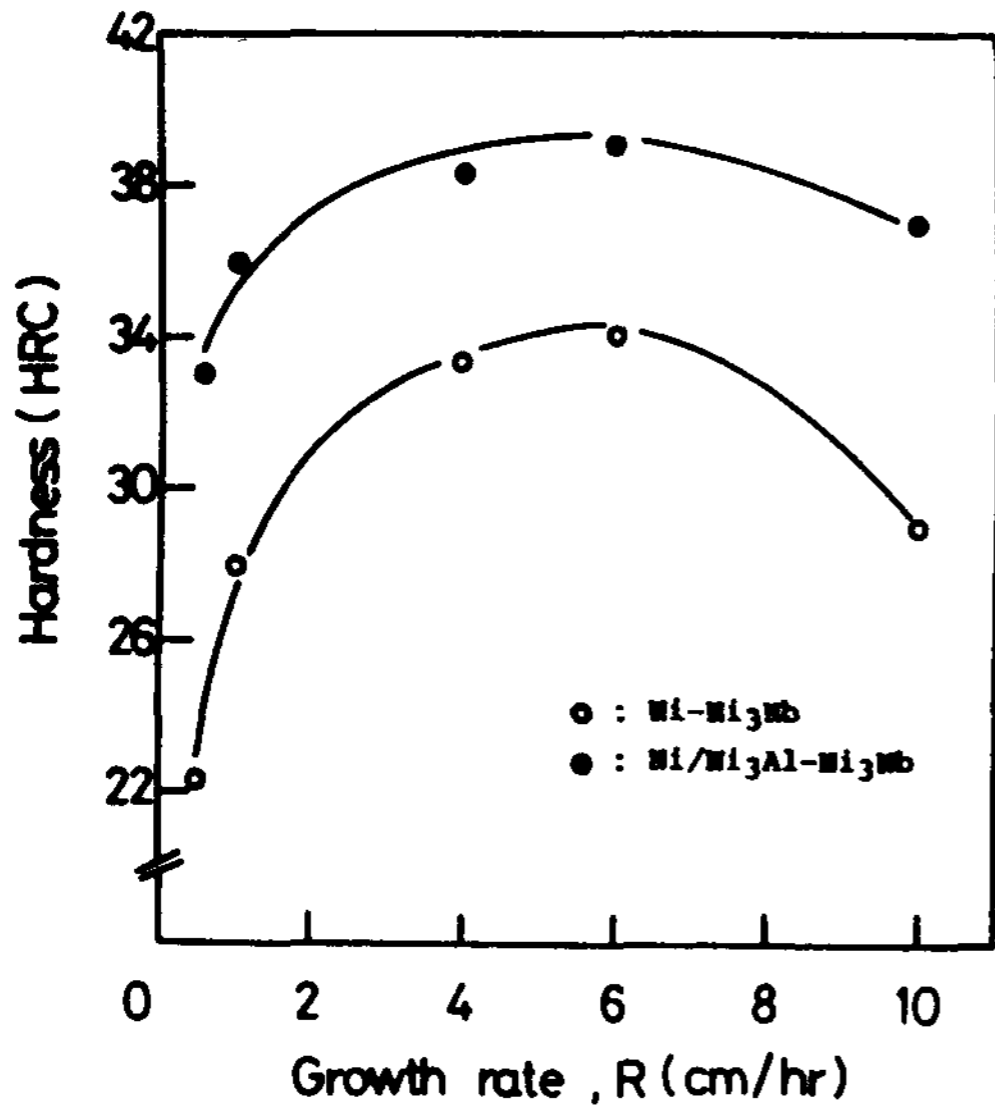


Fig. 4 Variation of hardness(HRC)with growth rate(R) for indicated eutectic composite.

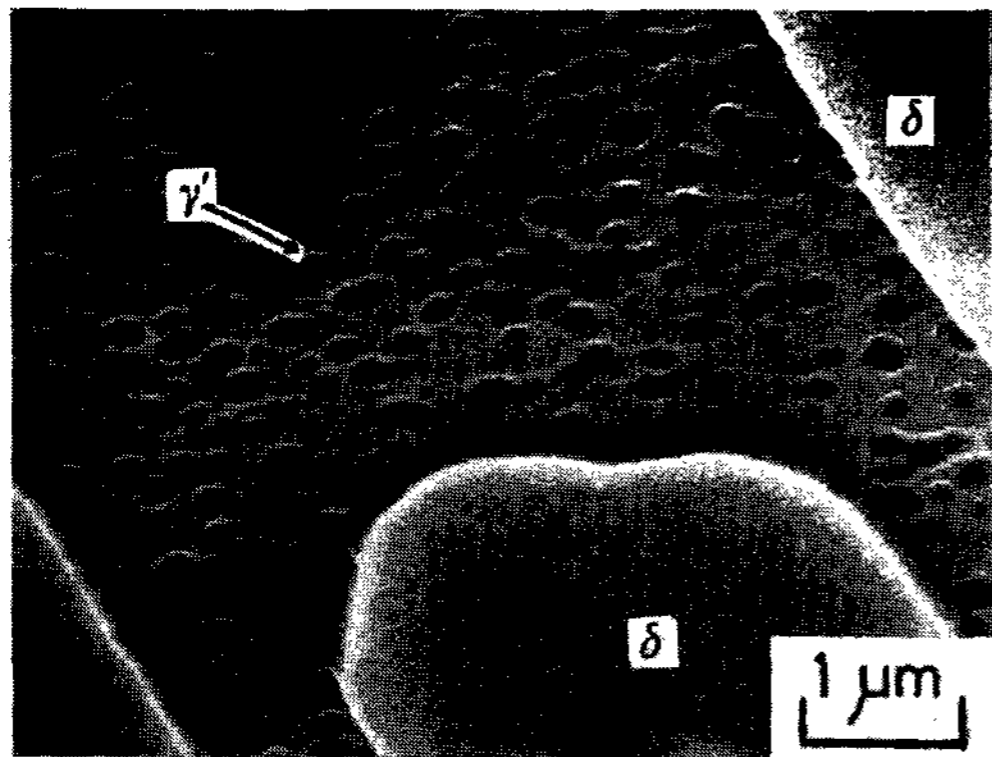


Photo.3.Scanning electron microscopy showing  $\gamma'$  in Ni / Ni<sub>3</sub> Al-Ni<sub>3</sub> Nb eutectic composite. (x10,000)

는 Photo 3 에서 보는 바와같이 Ni / Ni<sub>3</sub>Al-Ni<sub>3</sub>Nb 3 원계 공정복합재료의 Ni-rich 기지상에는 상당량의 Ni<sub>3</sub>Al ( $\gamma'$ ) 석출물이 석출되어 있어서 경도증가에 크게 기여한 것으로 사료된다.

이와 같이  $\gamma/\gamma'-\delta$  공정복합재료는  $\gamma-\delta$  공정복합 재료와는 달리 Al의 첨가로 인하여 일방향응고시 고상선 이하로 냉각될 때 기지상인 Ni-rich 고용체 로 부터  $\gamma'$ 이 석출됨으로써 전형적인 초내열합금형  $\gamma/\gamma'$  기지조직을 나타내어 강화상으로 존재하는 Ni<sub>3</sub>Nb ( $\delta$ ) 상과 더불어 복합재료에 부가적인 강화 효과를 부여하고 있다.

N.S.Stoloff 등<sup>18)</sup>은 Ni / Ni<sub>3</sub>Al-Ni<sub>3</sub>Nb 공정복합재 료에 6% Cr 첨가 했을때 Cr 무첨가시보다  $\gamma'$ 크기 가 더욱 미세해지고 균일한 크기를 가지며 석출장 소는 Cr 무첨가시 Ni 기지상에 균일하게 석출하는 데 반해서 6% Cr 첨가시에는  $\gamma-\delta$ 상경계에 집중적 으로 석출한다고 보고하였다. 또 R.W. Hertzberg 등<sup>19)</sup>은 2.5% Al 첨가시가 1.5% Al 첨가시보다 더욱 미 세한  $\gamma'$  크기를 가지며 2.5%Al 첨가시의 평균  $\gamma'$  크 기는 0.1 - 0.2 $\mu$ m의 범위에 있다고 보고하였는데 본 연구에서도 Photo 3에서 보는 바와같이 기지상에 균일하게  $\gamma'$ 이 존재하고 그 크기도 대략 0.2 $\mu$ m 정도 이므로 앞의 연구자들과 거의 동일한 결과를 나타 내고 있다.

### 3.3 고온에서 미세조직의 열적 안정성

Photo 4는 0.5cm / hr의 성장속도로 일방향응고시 킨 시편을 1150 $^{\circ}$ C에서 532시간 항온 열처리를 행한 후의 조직을 나타낸 것이다. 여기서 보면 as-grown 미세조직에서 성장결함이었던 부위에서 Ni<sub>3</sub>Nb상이 끊어져서 점점 뒤로 후퇴 (retraction)하고 있는 것 을 볼 수 있고 특히 어떤 Ni<sub>3</sub>Nb platelet는 그 두께가 커져가고 있는데 반해서 그 이웃한 platelet는 점점 소멸해가는 과정을 볼수 있다. 즉 조직의 변화는 Ni<sub>3</sub> Nb 상 platelet 의 끝부분에서 Ni<sub>3</sub>Nb상의 소멸과 이 에 따른 인접한 Ni<sub>3</sub>Nb상 platelet의 두께 증가에 의 하여 이루어진다는 것을 알 수 있다. 그리고 Photo 5 (a)는 R=1cm / hr의 성장 속도로 일방향응고시킨

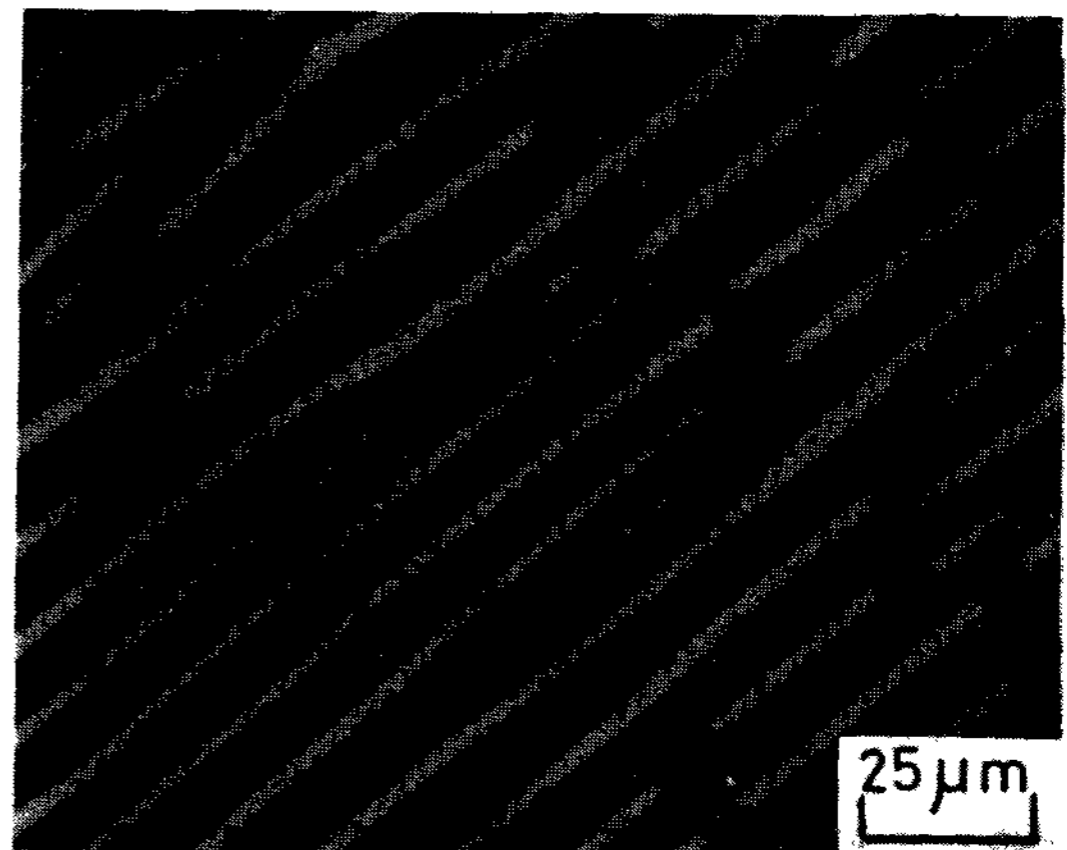
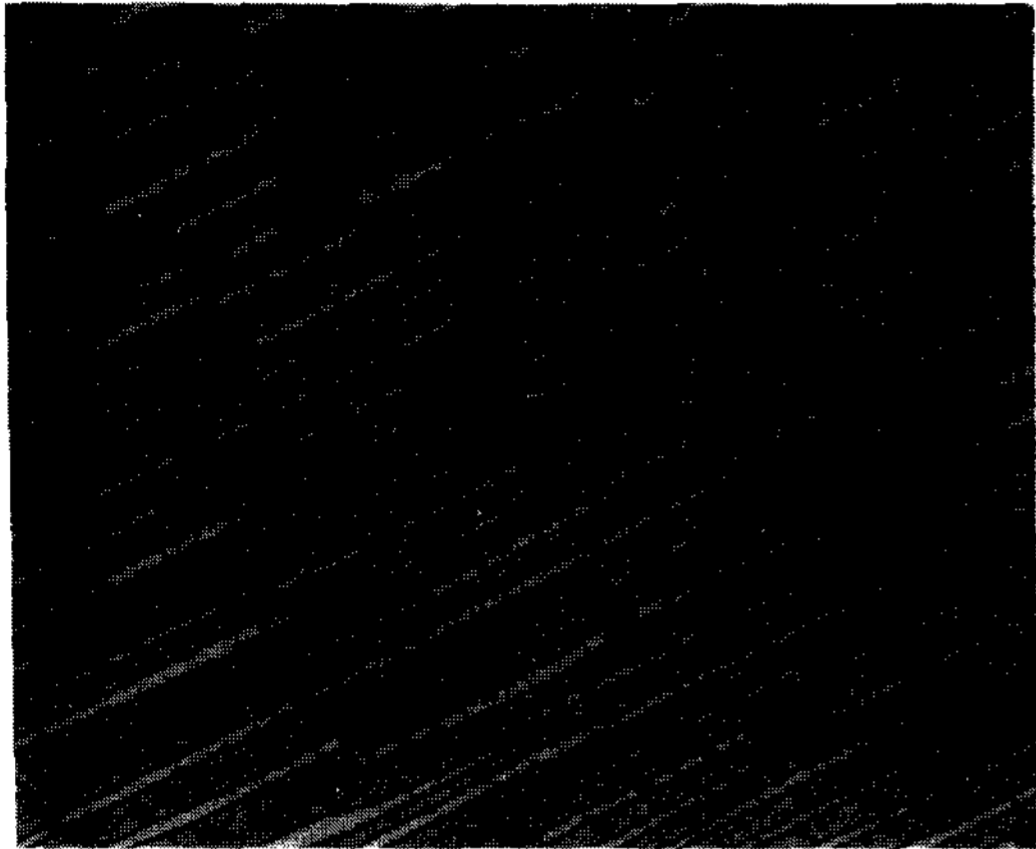
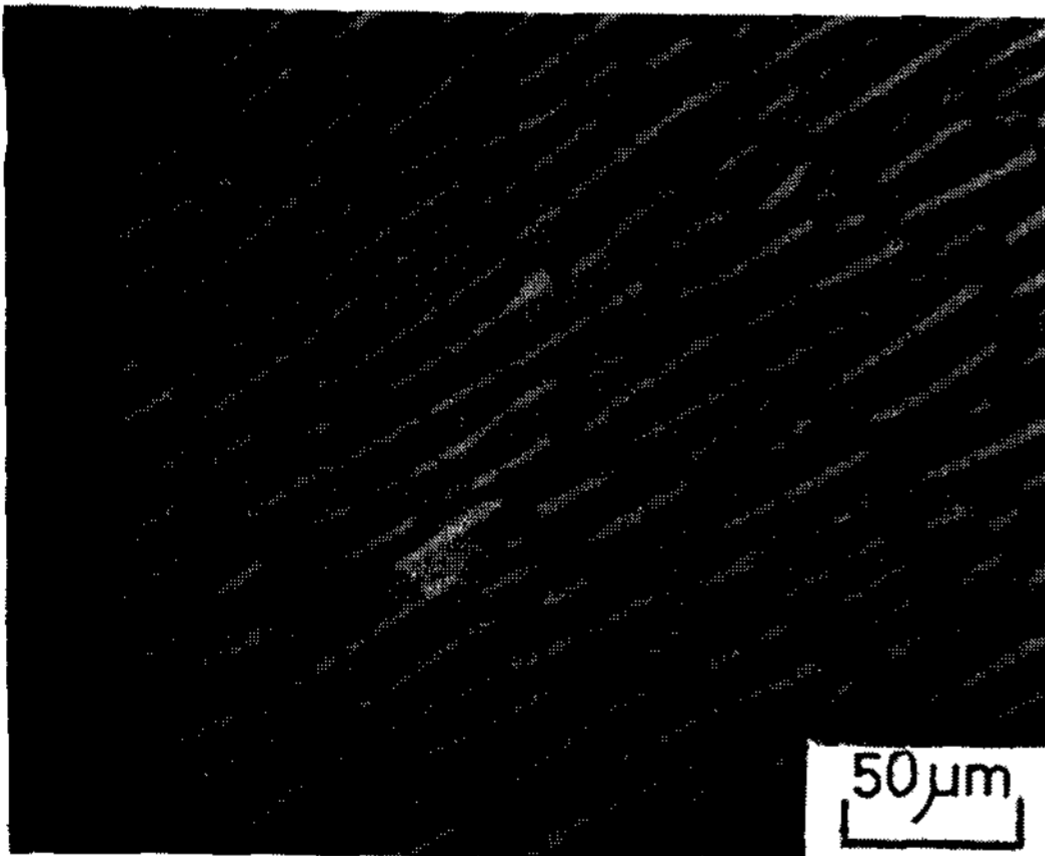


Photo.4. Transverse microstructure of Ni / Ni<sub>3</sub>Al-Ni<sub>3</sub>Nb eutectic composite(x400) : isothermally ann-ealed at 1150 $^{\circ}$ C for 532hr.

시편을 1150°C에서 532시간 항온열처리한 경우의 조직이고 Photo 5(b)는 R=4cm/hr의 시편을 1150°C에서 532시간 항온열처리를 행한 후의 조직을 나타낸 것이다.



(a)



(b)

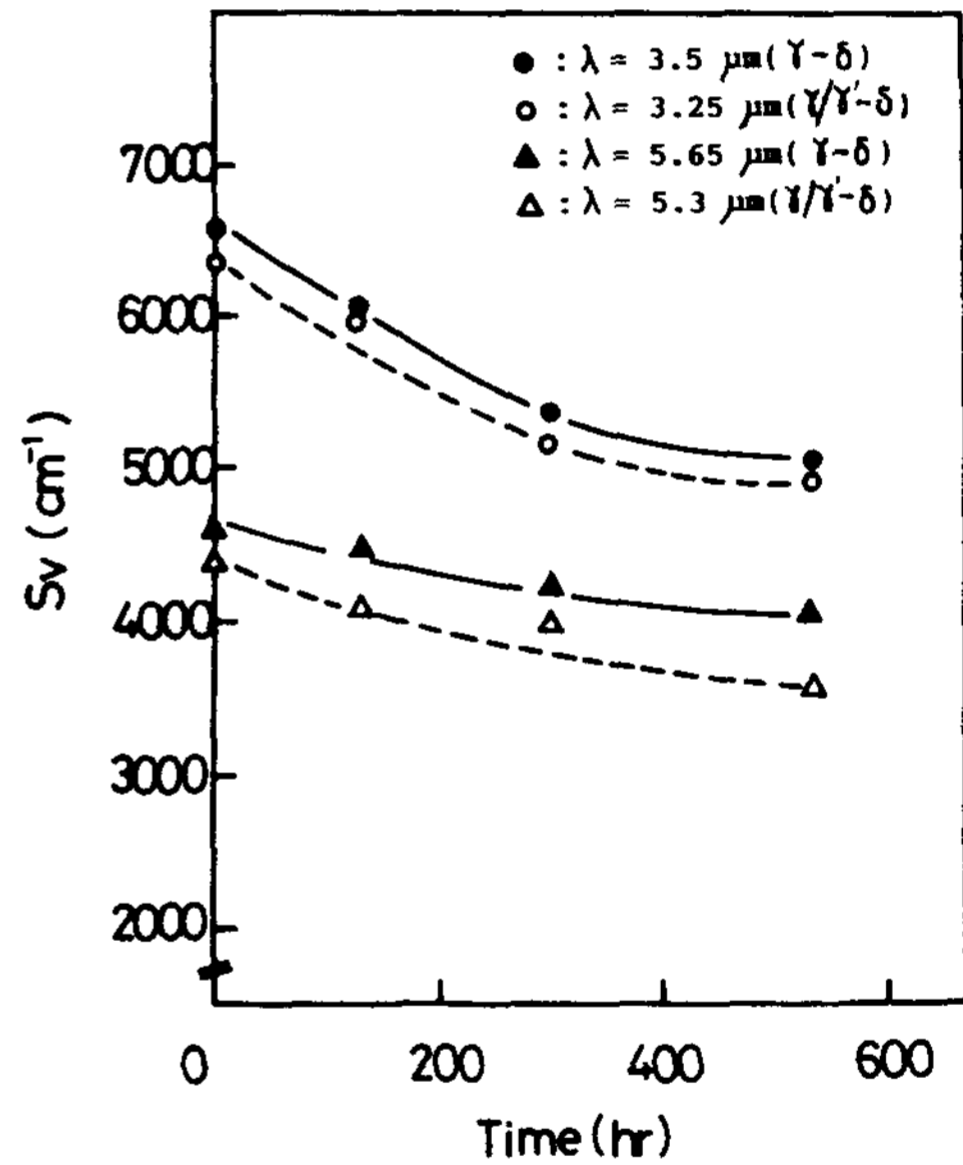
**Photo.5.** Microstructures of Ni / Ni<sub>3</sub> Al-Ni<sub>3</sub> Nb eutectic composite isothermally annealed at 1150°C for 532hr.

(a) R=1cm/hr      (b) R=4cm/hr

여기서 보면 성장속도가 큰것, 즉 총상간격이 작은 시편의 경우가 Photo 5 (b)에서 보는 바와같이 조직의 조대화정도가 심한것을 알 수 있고 더우기 Ni<sub>3</sub>Nb 상 platelet가 Photo5 (a) 보다 더 많은 부위에서 끊어져서 후퇴하고 있는것을 볼 수 있다. 이것은 Fig. 3에서 나타낸 바와같이 성장속도가 증가함에

따라서 성장결함밀도가 커져서 위와같이 더욱 많은 부위에서 후퇴가 일어났으리라 사료된다.

한편 Fig.5는 조직의 조대화 정도를 나타내는 척도로써 상경계 ( $\gamma - \delta$ 계면)면적  $S_v$  를 항온열처리 시간에 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 총상간격이 작으면 작을수록 조직의 조대화정도가 심한것을 알 수 있다. 또한 공정복합재료에서 총상간격이 비슷한 경우에는 조대화정도의 차이를 나타내지 못했는데 이것으로 보아 Ni / Ni<sub>3</sub>Al - Ni<sub>3</sub>Nb 공정복합재료의 기지상에 존재하는 석출물  $\gamma'$ 이 조대화 수단인 원자의 확산을 방해하지 못한다는 사실을 알 수 있다.



**Fig. 5.** Variation of interface area( $S_v$ )with isothermal annealing time at 1150°C

이상의 결과를 종합해 볼때 조직의 변화, 즉  $\delta$  platelet 의 조대화 현상을 다음기구로써 설명할 수 있다. Fig.6에 나타낸 바와같이  $\delta$ platelet는 성장 결함부위에서 먼저 변화되기 시작하며, 계속해서 분해되어 얇은  $\delta$  platelet는 그 끝부분이 점점 소멸하고 주위의 인접한  $\delta$  platelet는 점점 두꺼워지게된다. 이것은 얇은  $\delta$  platelet에서 분해된 원자들이  $\gamma$ 기지상을 통해 이웃한  $\delta$  platelet 로 확산하는 것을 의미한다. 이러한  $\delta$ 상 조대화 과정의 구동력이 계면에너지 감소일지라도 이 과정은 Thomson-Frendlich 식에 의

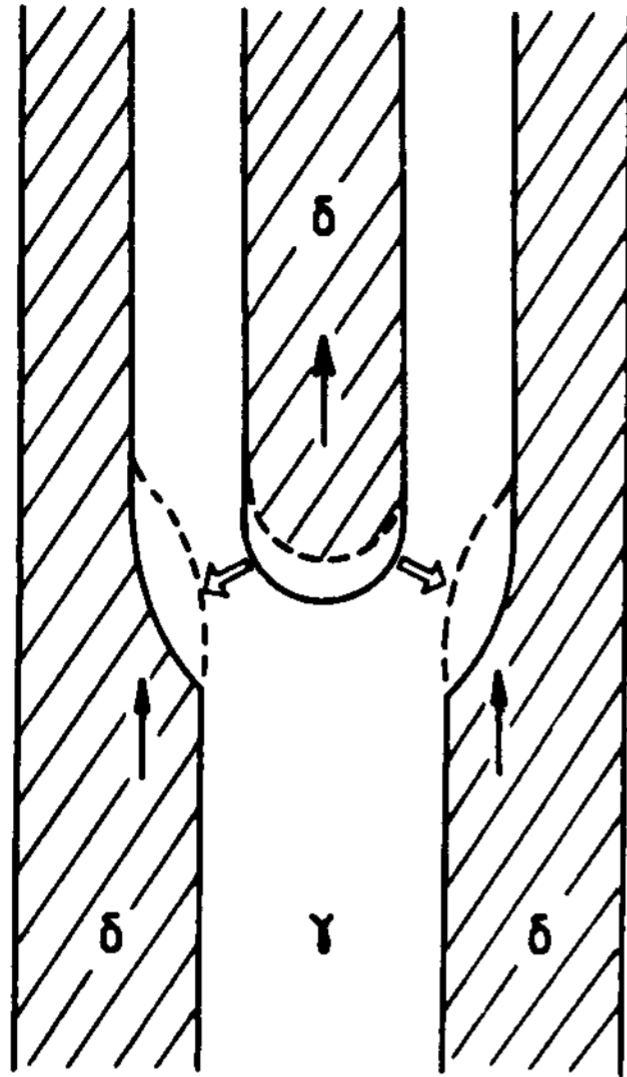


Fig. 6. The coarsening mechanism for lamellae : dotted lines represent the interface after isothermal exposure.

해 설명될 수 있다.<sup>19), 20)</sup> 이는 곡면위에서의 성분의 농도가 곡면의 곡률과 관계된다는 이론으로 더 큰 곡률반경을 갖는 두꺼운 δ platelet 와 작은 곡률반경의 얇은 δ platelet 사이에 농도기울기가 존재한다는 것이다. 즉 작은 곡률반경을 갖기 위해서 계면의 면적이 감소된다. 이와 같은 조대화 과정을 생각하면 결과식으로 다음식을 얻는다.<sup>15)</sup>

$$\frac{1}{S_v} - \frac{1}{S_0} = \frac{K Dt}{T}$$

- 여기서 K : 상수
- D : 확산계수
- t : 열처리 시간
- T : 절대온도

즉 조대화속도는 열처리 시간에 직선적으로 비례함을 알 수 있다. 또한 이 이론에 의하면 단위부피당 계면면적의 감소율은 계면면적의 자승에 비례한다. 이러한 계면면적의 감소율이 계면면적이 감소함에 따라 감소하는 것을 Fig.5에서 확인할 수 있다.

Fig.7에 1150°C에서 열처리에 의한 (1/S<sub>v</sub>-1/S<sub>0</sub>)를 시간에 대해서 그려보았을 때 거의 직선적으로 비례하고 있는 것을 볼 수 있는데 층상간격이 작은 경우가 직선의 기울기가 크다는 사실을 알 수 있다.

즉 이 사실은 층상간격이 작으면 조대화가 급속히 진행된다는 것을 의미하고 있다.

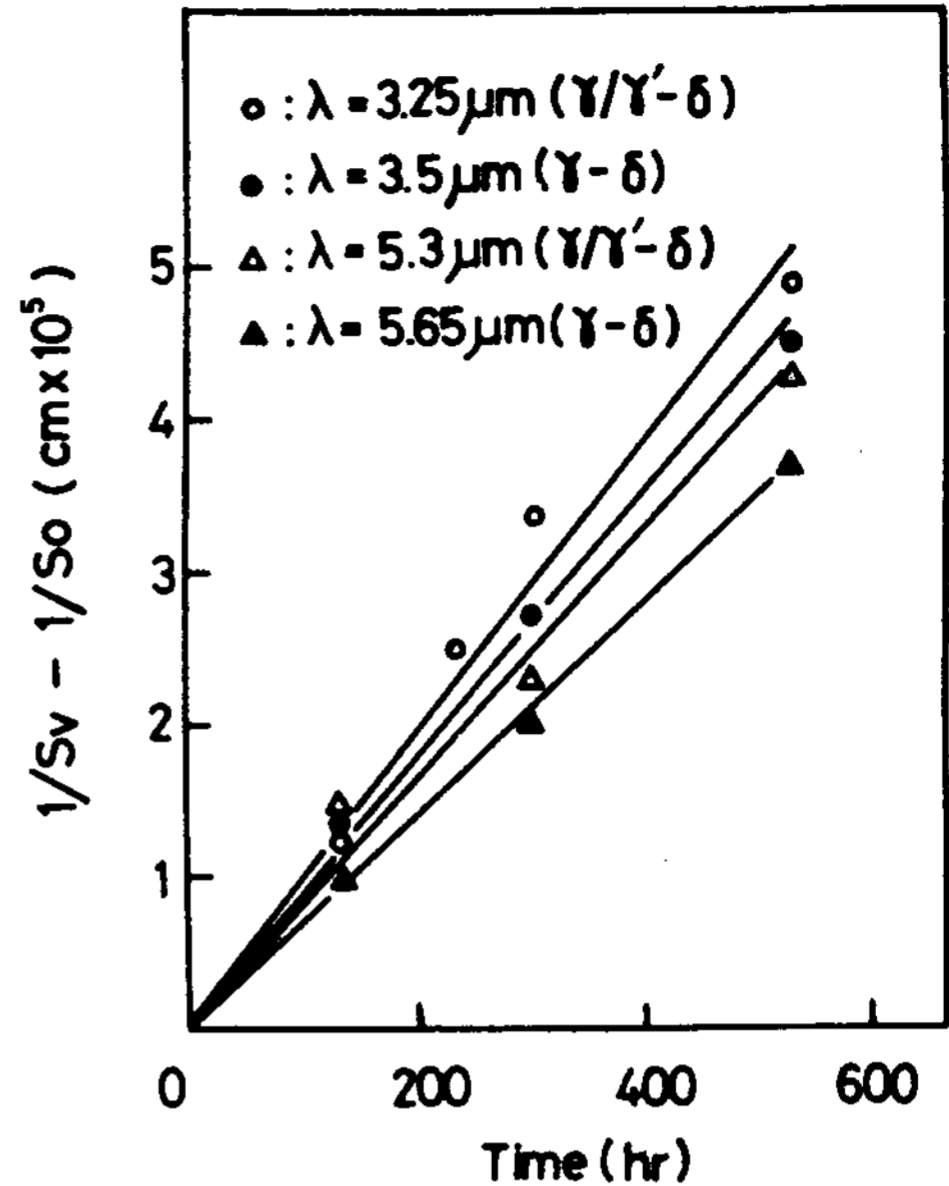


Fig. 7. plot of 1/S<sub>v</sub>-1/S<sub>0</sub> vs. isothermal annealing time.

Photo 6은 1150°C 에서 532시간 항온열처리를 행하였을 때 공정입계 (Eutectic Grain Boundary : EGB) 부위를 나타낸 것으로써 입내에서는 성장 결함부위에서 후퇴가 상당히 진행되었는데도 불구하고 EGB에서는 후퇴의 흔적을 찾아볼 수가 없었다. 즉 이것은 층상조직의 조대화기구는 성장결함부위에서 δ platelet의 후퇴에 의해서 지배적으로 일어난다는 사실을 입증해주는 또 다른 증거라 할 수 있다.

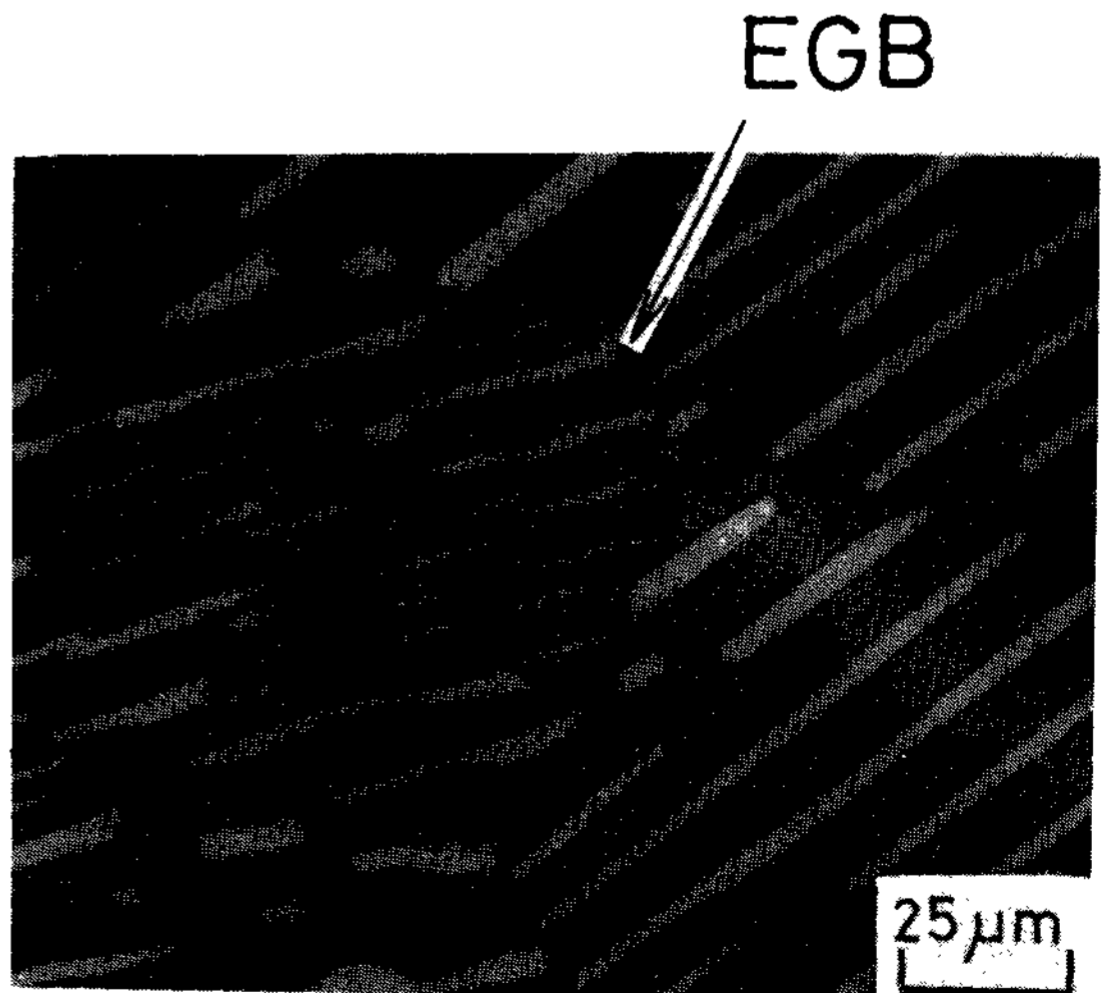


Photo.6. Microstructure showing no retraction at eutectic grain boundary(x400) : isothermally annealed at 1150°C for 532hr.



#### 4. 결 론

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

1. 일방향응고 성장속도가 증가함에 따라서 층상 간격은 감소하였는데 " $\lambda^2R = 상수$ "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 공정복합재료보다 모든 성장조건하에서 더 큰 경도값이 나타났다.
3. 고온에서 항온열처리시 층상조직의 조대화 과정은 성장결함부위에서 시작하여 인접한  $\delta$ 상 platelet로 원자확산을 통하여 일어난다.
4. 층상간격이 작으면 성장결함밀도가 크고 확산 거리가 짧으므로 층상조직의 조대화속도가 상승함을 보였다.

#### 후 기

본 연구는 1987년도 문교부 자유공모과제 학술연구 조성비에 의하여 연구되었기에 이에 감사를 드립니다.

#### References

1. 堂山昌男, 山本良一: "複合材料", 東京大學出版會(1984) 105

2. W.A. Johnson, N.S. Stoloff : Met. Trans., 11A(1980) 307
3. M.M. Farag, R.Matera, M. C. Flemings : Met. Trans., 10B (1979)381.
4. P.E.Bretz, R.W. Hertzberg : J.Mater. Sci., 14 (1-979) 265
5. A.M.Sriramamurty, D. Banerjee and S.N. Tewari : Acta Metall., 30(1982)1231
6. J.M.Tartaglia, N.S. Stoloff : Met. Trans., 12A (1-981) 1119
7. H.Yoshizawa, K.Wakashima, S.Umekawa, T. Suzuki : Scripta Met., 15(1981)1091
8. A.M. Sriramamurty, S.T. Tewari : Met. Trans., 15A (1984) 1905
9. D.C. Houghton, D.R.H. Jones : Acta Metall., 27 (1979)1031
10. J.R. Davies, T.H. Courtney, M.A. Przystupa : Met. Trans., 11A(1980) 323.
11. G.Garmong, C.G. Rhodes : Acta Metall., 22(1974) 1373
12. M. Ignat, R.Bonnet : Acta Metall., 22(1983) 1991
13. Jin Junje, K.F.Kobayashi, P.H. Shingu : Met. Trans., 15A (1984) 307
14. A.U. Seybolt, J.E. Burke : "Experimental Metallurgy" John Wiley & Sons(1953) 13
15. L.D. Graham and R.W. Kraft : Trans. Met. Soc. AIME, 236(1966) 94
16. R.T. Quinn, R.W. Kraft and R.W. Hertzberg : Trans. ASM, 62(1969) 38
17. M.A. Neff, B.A. Rickinson, K. P. Young, and M. C. Flemings : Met. Trans., 9B(1978)469
18. J.E. Grossman and N. S. Stoloff : Met. Trans., 9A (1978)117
19. G.W. Greenwood : Acta Metall., 4(1956) 243
20. H.E. Cline : Acta Metall., 19(1971) 481