

〈論 文〉

# 분무성형공정에 의한 세라믹미립자 강화형 금속간화합물 복합재료의 고온파괴거동

정 강\* · 김두환\*\* · 김호경\*\*\*

(1994년 1월 13일 접수)

## High Temperature Fracture Mechanisms in Monolithic and Particulate Reinforced Intermetallic Matrix Composite Processed by Spray Atomization and Co-Deposition

Kang Chung, Doo-Hwan Kim and Ho-Kyung Kim

**Key Words :** Intermetallic Matrix Composite(금속간화합물 복합재료), Matrix(기지), Reinforcement(강화재), Cavity(공동), Creep Cavitation(크리프 캐비테이션), Power Law Creep(지수법칙 크리프), Damage(손상), Interfacial Reactions(계면화학반응)

### Abstract

Intermetallic-matrix composites(IMCs) have the potential of combining matrix properties of oxidation resistance and high temperature stability with reinforcement properties of high specific strength and modulus. One of the major limiting factors for successful applications of these composite at high temperatures is the formation of interfacial reactions between matrix and ceramic reinforcement during composite process and during service. The purpose of the present investigation is to develop a better understanding of the nature of creep fracture mechanisms in a Ni<sub>3</sub>Al composite reinforced with both TiB<sub>2</sub> and SiC particulates. Emphasis is placed on the roles of the products of the reactions in determining the creep lifetime of the composite. In the present study, creep rupture specimens were tested under constant stresses ranging from 180 to 350 MPa in vacuum at 760°C. The experimental data reveal that the stress exponent for power law creep for the composite is 3.5, a value close to that for unreinforced Ni<sub>3</sub>Al. The microstructural observations reveal that most of the cavities lie on the grain boundaries of the Ni<sub>3</sub>Al matrix as opposed to the large TiB<sub>2</sub>/Ni<sub>3</sub>Al interfaces, suggesting that cavities nucleate at fine carbides that lie on the Ni<sub>3</sub>Al grain boundaries as a result of the decomposition of the SiC<sub>p</sub>. This observation accounts for the longer rupture times for the monolithic Ni<sub>3</sub>Al as compared to those for the Ni<sub>3</sub>Al/SiC<sub>p</sub>/TiB<sub>2</sub> IMC. Finally, it is suggested that creep deformation in matrix appears to dominate the rupture process for monolithic Ni<sub>3</sub>Al, whereas growth and coalescence of cavities appears to dominate the rupture process for the composite.

\*정회원, 여수수산대학 기계공학과

\*\*서울산업대학교 건설구조공학과

\*\*\*홍익대학교 부설 트라이볼로지 연구센터

### 1. 서 론

최근 금속간화합물은 고온재료로서 많은 관심을

맡고 있다. 특히 니켈알루미늄이드( $Ni_3Al$ )는 온도가 증가함에 따라 증가하는 강도, 낮은 비중량, 우수한 산화저항력, 보론을 첨가함으로써 향상된 연성 등으로 각광을 받고 있다.<sup>(1-3)</sup> 한편, 최근에는 금속간화합물의 기계적 성질을 향상시키기 위하여 불연속적이거나 연속적인 세라믹 강화재로 된 금속간화합물 복합재료(Intermetallic Matrix Composite, IMC) 개발에 많은 노력을 기울이고 있다.<sup>(4)</sup> 특히, 제조비용이 낮고 거의 등방향 성질을 가지고 가공성이 양호한 불연속 강화형 복합재에 관한 연구가 많이 진행중에 있다.

본 연구에서는 불연속 세라믹미립자 강화형 금속간화합물 복합재료를 제조하기 위하여 분무성형법(spray atomization and co-deposition)을 이용하였다. 본 제조법은 미립화(atomization)시의 효율적인 열전달과 함께 비교적 낮은 제조온도로 인하여 기지(matrix)와 세라믹 강화재(reinforcement)간의 해로운 계면반응작용을 줄일 수 있고 급냉응고법으로 야기되는 미세결정입자구조, 고용원소의 첨가량 증가, 조대한 편석방지 등의 잇점으로 인하여 여러 유익한 성질을 가질 수 있다.<sup>(5)</sup>

니켈알루미늄이드는 고온에서 입체공동(cavity)의 발생, 성장 및 서로간의 연결(coalescence)로 파괴된다고 알려져 있다.<sup>(6)</sup> 그러므로, 크리프 캐비테이션(creep cavitation)은 니켈알루미늄이드 복합재의 수명을 결정하는 주요 기구라 할 수 있다. 고온에서 이러한 복합재의 효과적인 사용에 장애가 되는 주요 요인은 복합재 제조시와 고온에서 사용시에 나타나는 기지와 세라믹 강화재간의 화학반응에 의한 취성의 계면생성이다. 일반적으로 계면층은 복합재의 기계적 성질에 해롭다. 그러나, 이러한 니켈알루미늄이드 복합재의 고온파괴거동에 있어서 계면층에 역할에 관한 연구는 거의 전무한 상태이다.

그러므로, 본 연구의 목적은 분무성형공정으로 제조한 비강화형  $Ni_3Al$ 과  $Ni_3Al$ 이 기지로 된 복합재의 고온파괴거동을 이해하고 특히, 본재료의 수명을 결정하는데 있어서 기지와 강화재 사이의 화학반응의 부산물인 계면층의 영향에 관하여 중점을 두었다.

## 2. 실험방법

### 2.1 시험재

본 연구에 사용된  $Ni_3Al$ 은 미국의 Oak Ridge

National Laboratory로부터 공급받았으며 그 화학적 성분은 8.0Al, 7.7Cr, 0.85Zr, 3.0Mo, 0.005B, bal Ni(wt.%)이며 복합재의 경우  $3\mu m$  정도의  $\alpha$ 상의 SiC 미립자와  $10\mu m$  정도의  $TiB_2$  미립자를 강화재로 사용하였다. 니켈알루미늄이드 가지는 분무성형중에 고압의 질소가스로 인하여 액적으로 분산되고 동시에 SiC와  $TiB_2$  미립자가 분사되었다. 비강화 니켈알루미늄이드와 강화복합재는 분무성형 공정시 생기는 미세한 기공을 없애기 위하여  $1200^\circ C$ 에서 9:1의 압출비로 압출하였다. 세라믹 강화재의 부피비율은 상분석(image analysis) 및 산성용해(acid dissolution) 기술을 이용하여 측정된 결과 12.7%로 나타났다.  $Ni_3Al$ 과 세라믹계면의 화학성분과 미세조직은 EDS(energy dispersive X-ray spectroscopy)가 장치된 주사형 전자현미경(Model HITACHI S-500)과 투과형 전자현미경(Model Philips CM20)을 사용하였다.

### 2.2 고온파괴시험

인장 크리프시험은 게이지 구경과 길이가 각각 3.18 mm, 15.88 mm로 가공하였으며, 고온파괴시험은 진공상태( $10^{-3}$  Pa)하에서 데이터획득시스템(data acquisition system)을 이용, 크리프시에 작아지는 구경에 의한 응력증가를 보상하여 일정한 응력으로 180~350 MPa 범위에서 시행하였다. 시험후 시험편의 미세조직내에 크리프 손상(creep damage)의 정도와 위치를 결정하기 위하여 시험편을 하중방향으로 절단, 주사형 전자현미경(SEM)을 이용하여 관찰하였다.

## 3. 실험결과 및 고찰

### 3.1 미세조직 관찰

비강화재 니켈알루미늄이드의 미세조직은 Fig. 1에서와 같이 평균 결정립형상비(grain aspect ratio)가 약 5이고 결정립 폭이  $25\mu m$  정도인 가느다란 형상을 하고 있다. 그리고, Fig. 1에서 보듯이 열간압출(hot extrusion) 후 압출방향과 직각방향의 입계에 약간의 미세균열이 관찰되었다. X선 회절본(X-ray diffraction pattern)과 EDS를 통하여 본재료는 완전한 규칙적 배열상(ordered phase)이 아니라  $Ni_3Al(\gamma')$ 상과  $Ni(\gamma)$ 상이 분포되어 있음을 확인하였다.  $Ni_3Al(\gamma')$ 상과  $Ni(\gamma)$ 상의 EDS의 결과는 Fig. 2(a), (b)와 같으며 Fig. 2(c)는  $Ni_3Al$ 상

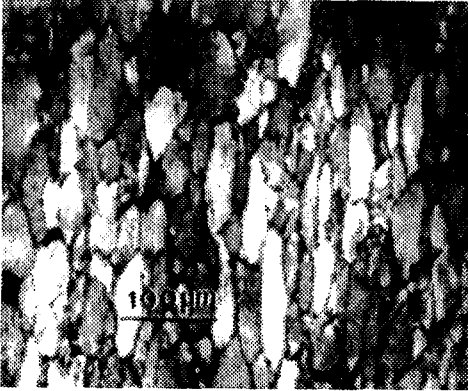


Fig. 1 Microstructure of the unreinforced  $Ni_3Al$  following hot extrusion at 1473 K

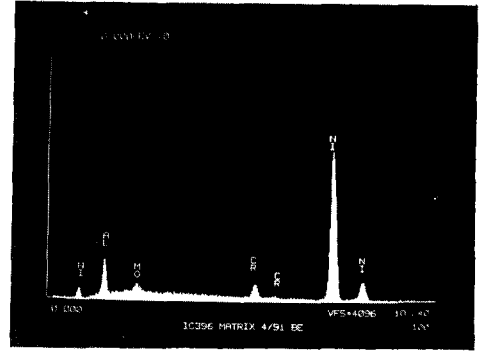
의 X선 회절본으로 강한 반사점들은 면심입방격자 (f.c.c)의 [110]주축을 나타내며 약한 반사점들은 과도격자(superlattice) 반사점을 보여주고 있다.

Fig. 3은 열간압출한 SiC/TiB<sub>2</sub>강화형 Ni<sub>3</sub>Al의 미세조직으로 비교적 강화재들이 고르게 분포되어 있음을 알 수 있다. Fig. 3의 등축정 형상을 통하여 Ni<sub>3</sub>Al기지가 열간압출시 압출방향으로 길게 늘어선 결정립이 재결정화 되었음을 알 수 있다. 그리고, TiB<sub>2</sub>가 가지의 입계에 주로 존재한다는 사실은 이 입자들이 압출시에 기지에서 결정립의 성장을 억제했음도 알 수 있다.

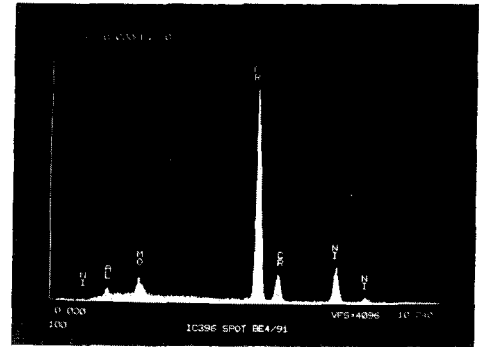
SEM과 EDS를 이용하여 TiB<sub>2</sub>와 Ni<sub>3</sub>Al기지 사이에 이중의 계면이 존재하며 TiB<sub>2</sub> 안쪽으로 Cr이 첨가된 Ni<sub>3</sub>Ti구조의 반응계면이, 그 바깥쪽은 Ni이 풍부한 Al<sub>3</sub>Ni형의 상이 생성되었음을 관찰하였고, 그 계면사이에 길이가 0.4~0.9 μm, 폭이 0.1~0.4 μm인 미세기공들이 존재하였다. (Fig. 4 참조) 한편, SiC강화재의 경우 제조과정 중 화학적으로 분해되어 크기가 축소되거나 소멸되었고, X선 회절 해석장치가 장착된 투과형 전자현미경(TEM)을 이용하여 SiC의 분해로 Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>형의 크롬탄화물이 생성되었음을 발견하였다. (Fig. 5 참조) 최근, Chou와 Nieh<sup>(7)</sup>는 SiC가 Ni<sub>3</sub>Al과 1000°C에서의 풀림과정시 계면에 여러층의 화학반응층이 존재함을 관찰하였다.

### 3.2 크리프거동

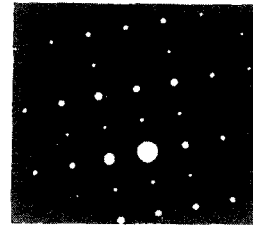
Ni<sub>3</sub>Al과 그 복합재의 300 MPa에서의 크리프곡선은 Fig. 6에서와 같다. 이들 크리프곡선은 역크



(a)



(b)



(c)

Fig. 2 (a) EDS of Ni<sub>3</sub>Al( $\gamma$ ) phase  
(b) EDS of Ni( $\gamma$ ) phase  
(c) X-ray diffraction pattern of Ni<sub>3</sub>Al( $\gamma$ ) phase

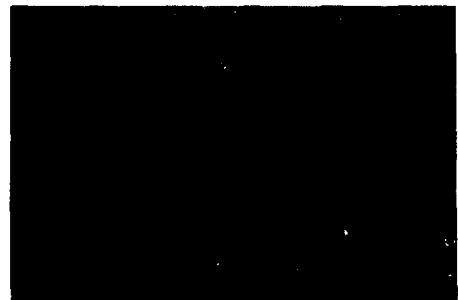
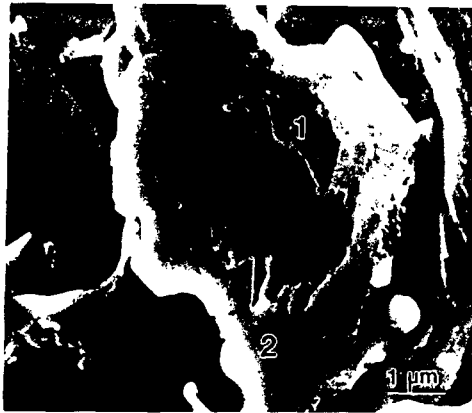


Fig. 3 Microstructure of spray deposited Ni<sub>3</sub>Al/SiC/TiB<sub>2</sub> IMC following hot extrusion at 11437 K



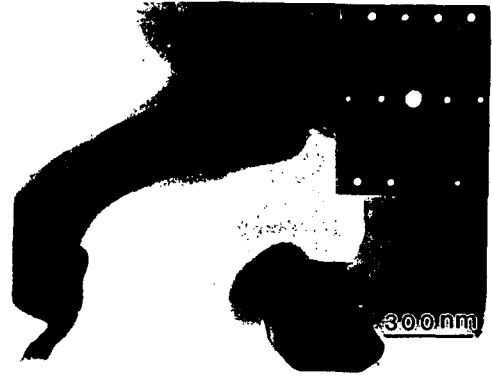
(a)



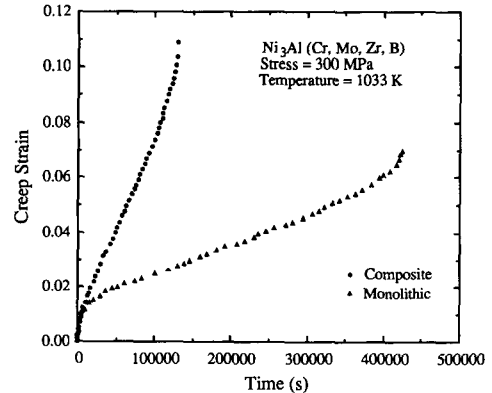
(b)

**Fig. 4** The interfacial reaction zone formed around the TiB<sub>2</sub> particulates: (a) SEM image, (b) TEM bright field image with the diffraction patterns for two distinct interfacial reaction layers, labeled '1' and '2'

리프 (inverse creep)가 거의없이 정상 변형률 (steady state strain rate)을 보이고 있어 일반적인 Ni<sub>3</sub>Al의 곡선과 다르다. 보편적으로 역크리프는 Ni<sub>3</sub>Al에 있어서 약간의 크리프변형 후에 나타난다.<sup>(8)</sup> Ni<sub>3</sub>Al은 강화 (hardening)를 나타내는 초기의 표준크리프 (normal creep) 곡선 다음에 정상상태를 거쳐 연화 (softening)를 나타내는 역크리프가 왜 나타나지는 확실하지 않다. 역크리프는 Kear-Wiltsdorf라고 하는 서로 엉켜 움직이지 못하는 상태의 전위들이 시간이 경과하면서 확산에 의하여 입방슬립면 (cube slip plane)에서 전위가 미끄러져 나감으로써 생기는 일종의 연화과정이다.<sup>(8)</sup> 만일 제조시 충분히 많은 전위들이 입방슬립면에 생성됐다면 이와같은 과정을 생략하고 바로 초기의 표준크리프곡선을 거쳐 연화와 강화가 균형을 이루는 정상상태



**Fig. 5** Chromium carbide observed in IMC, the X-ray diffraction pattern revealed a Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>-type crystal structure



**Fig. 6** Typical creep strain vs. time curves for the monolithic and composite materials

에 이를 수 있다.

Fig. 7에서는 작용응력에 대한 정상 변형률 (steady state strain rate)을 보여주고 있다. 최소제곱분석법 (least square fit analysis)을 이용한 지수법칙 (power law) 크리프식은

$$\begin{aligned} \dot{\epsilon} &= 3.4 \times 10^{-16} \sigma^{3.44} \text{ Ni}_3\text{Al 경우} \\ &= 1.2 \times 10^{-15} \sigma^{3.50} \text{ Ni}_3\text{Al/SiC/TiB}_2 \text{ 경우} \end{aligned}$$

여기서,  $\sigma$ 는 MPa 단위이다. 두 재료의 지수법칙 크리프식의 응력지수 (stress exponent)는 약 3.5로 두 재료의 크리프변형은 주로 전위의 활강 (glide) 과정에 의해 좌우됨을 알 수 있다. 그러나, Ni<sub>3</sub>Al 복합재가 비강화 Ni<sub>3</sub>Al에 비해 6배 빠르게 크리프가 일어남을 보였다. 크리프강도에 있어서 Ni<sub>3</sub>Al 복합재가 왜 비강화 Ni<sub>3</sub>Al보다 약한지 확실하지

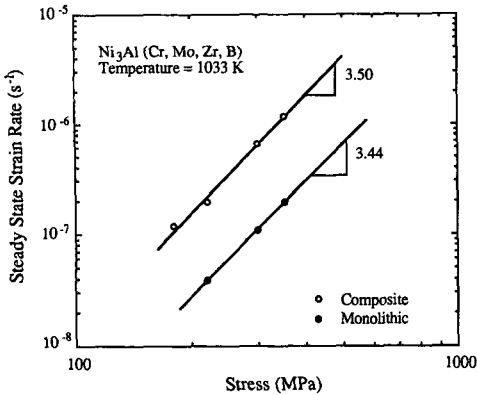


Fig. 7 Strain rate vs applied stress for the monolithic and composite materials

않으나 미세조직 관찰을 통하여 몇가지 이유를 들 수 있다.

일반적으로 복합재 강화는 역응력(back stress)을 유발하는 탄성변형에 의하여 보충되는 부재의 소성변형의 차이에 기인한다. 그것은 국부적인 부적합조건(incompatibility) 응력을 방지하기 위하여 기지와 강화재 사이의 하중을 전달하는데 지장이 없다고 가정함으로써 가능하다. 그러나, 약한 계면은 하중전달에 있어서 문제점을 야기시켜 결과적으로 복합재의 거동에 영향을 미친다. 다시말해 계면이 아주 약해서 하중전달을 제대로 못하면 그 복합재는 기지만의 소재보다 약하게 된다. 이미 서술했듯이 복합재료 제조공정시 SiC입자의 부분적인 분해와 TiB<sub>2</sub>와 Ni<sub>3</sub>Al 계면사이의 취약한 층이 생성함으로써 복합재가 약해졌다고 말할 수 있다.

한편, 크리프가 전위의 활강(glide) 과정에 의하여 지배될 때, 크리프변형률은 이동 가능한 전위(mobile dislocation)의 수와 그들의 평균속도에 의하여 좌우된다.<sup>(9)</sup> 그러므로, 초기의 변형률은 전위밀도(dislocation density)가 증가하면 증가하게 된다. 그러나, 활강과정이 크리프거동을 좌우하지만 회복과정(recovery process)이 다시 주어진 작용 응력에 평형을 만들기 위하여 전위의 양을 줄이게 될 것이다. 복합재료의 경우 열간압출시 기지와 강화재간의 계면에서의 불균일한 변형으로 재결정을 일으킬 만한 전위밀도가 국부적으로 집중되어 재결정이 일어난 후에 결정립이 자라고 이것으로 인하여 최종적으로 비교적 전위밀도가 비강화 Ni<sub>3</sub>Al 기지에 비하여 낮게 된다. 그러나 비강화 Ni<sub>3</sub>Al의 경우 기지에서 좀더 균일하게 변형이 일어나

서 재결정을 일으킬 만한 충분한 전위밀도를 가지지 못한다. 이같은 가정은 복합재의 경우의 등축정 결정립모양과 비강화 Ni<sub>3</sub>Al 경우의 압출방향에 따라 기다란 결정립형상을 하고 있는 것으로 알 수 있다. 그러므로, 비강화 Ni<sub>3</sub>Al이 복합재에 비하여 좀더 높은 전위밀도를 가지고 있다고 가정할 수 있다. 크리프가 전위의 활강과정에 의하여 지배될 때 초기 전위밀도가 높은 재료는 크리프가 좀더 빨리 일어나게 된다. 그러므로, 본 두 재료의 크리프속도에 관한 문제는 전위밀도에 의한 것이라고는 볼 수 없다.

Fig. 1에서와 같이 비강화 Ni<sub>3</sub>Al은 압출방향에 수직인 결정입계에 약간의 미세균열을 지닌 기다란 결정립으로 구성되어 있으며 복합재료의 경우 Fig. 3에서 보듯이 등축정 결정립구조를 가지고 있다. 이미 서술했듯이 복합재의 결정립 크기는 약 10 μm이고 비강화재의 경우 결정립폭이 25 μm이고, 결정립의 길이와 폭의 비가 약 5이다. 만일, 입계간미끄러짐(grain boundary sliding)이 전체 변형에 주요한 역할을 한다면 비강화 Ni<sub>3</sub>Al에 비해 좀더 미세하고 등축적인 구조를 갖는 복합재가 비강화 Ni<sub>3</sub>Al보다 크리프속도가 빠르게 될 수 있다고 설명할 수 있다.<sup>(10)</sup>

### 3.3 고온파괴거동

Fig. 8에서 두 재료의 고온파괴수명을 응력의 함수로 표시하였다. 주어진 응력하에서 비강화 Ni<sub>3</sub>Al이 Ni<sub>3</sub>Al 복합재보다 고온파괴수명이 길다는 것

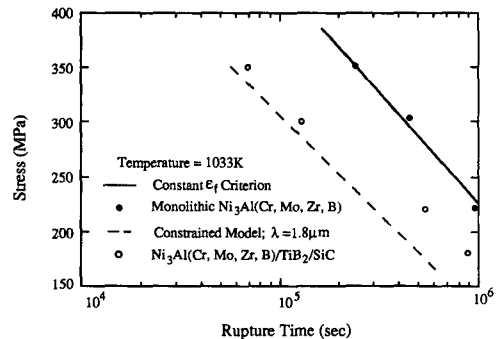


Fig. 8 Rupture time vs. applied stress for the monolithic and composite materials at 1033 K. The solid and dashed lines represent the values predicted by a constant creep rupture strain criterion and a constrained cavity growth model, respectively

을 알 수 있다.

비강화  $Ni_3Al$ 의 경우 기지의 변형이 이미 존재하는 미세균열의 성장을 도와서 파괴가 일어났음을 알 수 있다. 왜냐하면, 응력에 관한 고온파괴수명과 정상 변형률식이 서로 비슷한 함수지수 관계를 가지고 있기 때문이다. 즉, 온도와 미세조직이 일정한 상황에서

$$Tr = A' \sigma^{n'} \quad (1)$$

$$\dot{\epsilon} = A \sigma^n \quad (2)$$

여기서,  $Tr$ 은 고온파괴수명이고 비강화  $Ni_3Al$ 의 경우  $n=3.5$ ,  $n'=3.2$ 이다. 그리고 비강화  $Ni_3Al$ 의 경우 측정된 기지변형률에 해당되는 Monkman-Grant 상수<sup>(11)</sup>가 항상 일정(=0.043)함을 알 수 있다. 그러므로, 시편이 어떠한 임계 기지변형률(matrix strain(=0.043))에 도달했을때 파괴가 일어난다. 복합재의 경우  $n' \neq n$ 임을 통하여 비강화  $Ni_3Al$ 와는 좀더 다른 파괴과정이 일어났음을 알 수 있다. 이와 같은 추론은 다음장에서 논하기로 하겠다.

#### 3.4 캐비테이션 손상 형상

본 복합재의 경우 입계와 기지간이 계면의 공동이 발생할 만한 곳이다. 그러므로, 어떤 곳에 주로 먼저 발생하는지 확인할 필요가 있다. 파괴된 시편을 길이방향으로 잘라서 SEM을 이용하여 복합재의 미세조직내의 크리프손상의 위치와 정도를 결정하였다. 파괴가 일어나 완전히 손상이 일어난 후에 미세조직으로부터 공동이 어디서 주로 발생되었는지를 확인하기에는 어려움이 있다. 그러므로, 응력이 상대적으로 아주 적게 받은 파괴시편편의 그립(grip)부분을 잘라서 SEM으로 관찰하였다.

일반적인 그립부분의 조직 사진은 Fig. 9와 같다. 본 그림에서 보듯이  $TiB_2$ 와  $Ni_3Al$ 계면보다  $Ni_3Al$ 기지의 입계에서 공동이 발생하여 성장했음을 볼 수 있다. SEM을 통하여 본 복합재료의 입계에 많은 탄화물이 존재함을 확인하였다.  $SiC$ 입자의 화학적 분해로부터 생긴 작은 탄화물(carbide)들이 존재하는 입계에서 공동이 발생하였음을 볼 수 있다. 한편,  $TiB_2$ 와  $Ni_3Al$ 계면에서의 공동수가 많지 않다는 것은 본 계면에는 좀더 접합강도가 크다는 것을 의미한다.

고응력하에서의 크리프손상(=300 MPa, Fig. 10 참조)과 비교하여 저응력하에서의 크리프손상(=

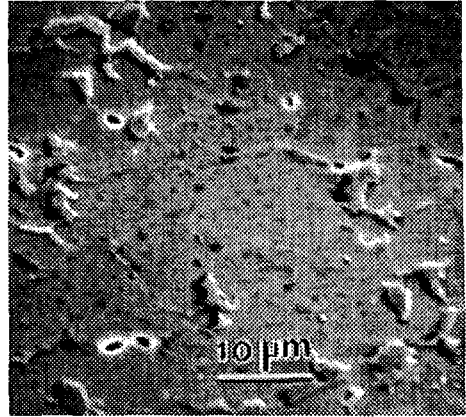


Fig. 9 SEM micrograph for a grip section area of the composite material tested under 300 MPa at 1033 K. The tensile stress axis is in the vertical deirection for this micrograph

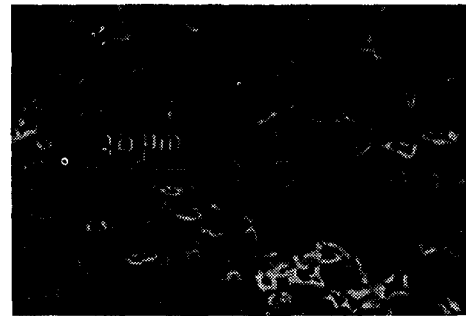


Fig. 10 The SEM micrograph for a gage section area of the composite material tested under 300 MPa at 1033 K. The tensile stress axis is in the vertical direction for this micrograph

180 MPa, Fig. 11 참조)은 좀더 작은 공동과 미세균열로 이루어져 있다. 이 사실은 저응력에서는 연속적인 공동발생, 고응력에서는 하중시작 즉시 공동발생에 기인한다고 볼 수 있다. 즉, 180 MPa의 경우 전체 크리프수명을 통하여 계속적으로 확률과정(stochastic process)에 의한 공동이 일어난 듯하다. 그러므로, 하중을 가하자마자 대부분의 공동이 발생하는 경우와 비교하여 대부분을 차지하는 매우 작은 공동과 미세균열이 있어야 한다. 이 사실은 약한 계면(즉,  $SiC$ 보강재/기지)의 접합강도가 보다 크다는 것을 의미한다. 그러므로, 크리프가 일어나면서 입계에 응력집중이 생겨 점차적으로 계면이 파괴된다고 여겨진다. 입계와 기지/ $TiB_2$  입자 계면에 존재하는 공동의 크기에 대하여 공동의 상



Fig. 11 The SEM micrograph for a gage section area of the composite material tested under 180 MPa at 1033 K. The tensile stress axis is in the vertical direction for this micrograph

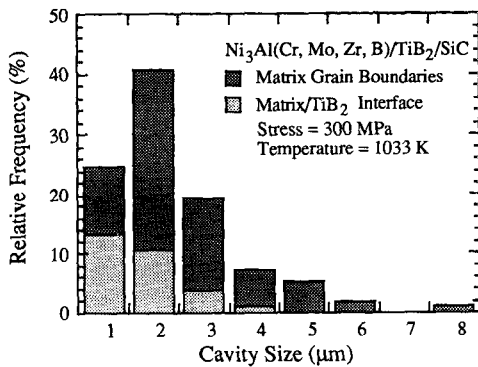


Fig. 12 Distribution of cavities in a composite specimen tested to rupture at 300 MPa

대적 빈도를 두 개의 다른 응력에 대하여 Fig. 12와 13에서 표시하였다. 300 MPa에 해당되는 Fig. 12에서 보듯이 기지/TiB<sub>2</sub> 입자계면에서의 공동이 발생한 곳에 대한 상대적 빈도수가 기지입계에서의 것보다 아주 적음을 알 수 있다. 그리고, 가장 작은 공동의 빈도가 전체 공동수에 작은 부분을 차지하고 있음을 보여주고 있다. 다시 말해 300 MPa에서 파괴된 시편의 경우 하중을 가하자마자 많은 수의 공동이 발생하여 점차 자라서 크기가 큰 공동과 미세균열이 전체 공동수에 차지하는 비율이 크다고 생각된다. 그러므로 760°C에서 기지와 탄화물의 계면의 접합강도가 300 MPa 이하라고 추측할 수 있다. 그러나, Fig. 13에서의 조그만 공동이 전체 공동의 많은 부분을 차지한다는 것은 180 MPa 하에서 고온파괴 실험한 시편의 경우 크리프수명의 어느 정도까지 공동이 지속적으로 발생했음을 보여주고 있다. Fig. 12와 13을 통하여 탄화물과 기지사

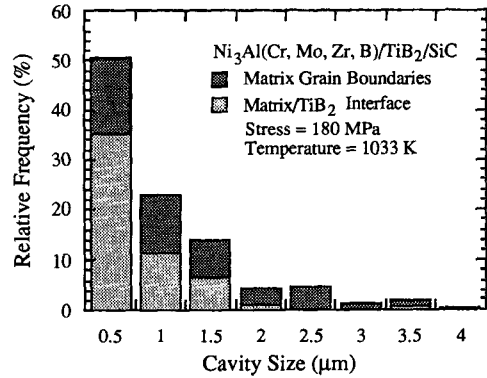


Fig. 13 Distribution of cavities in a composite specimen tested to rupture at 180 MPa

이의 계면접합강도는 760°C에서 180 MPa와 300 MPa 사이에 있음을 가정할 수 있다. 이같은 가정은 하중을 가한 즉시 순간적으로 공동의 발생에 기초한 고온파괴수명 해석에서 논할 것이다. 한편, SiC강화재 없이 복합재료를 본 연구에서와 동일한 조건에서 제조한다면 고온파괴수명이 훨씬 연장된다는 것을 본 결과를 통하여 유추할 수 있다.

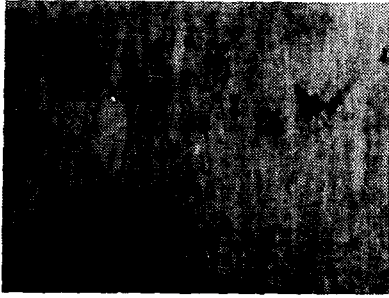
### 3.5 고온파괴수명 해석

만일 공동이 크리프수명 초기에 발생한다면 공동이 서로 합쳐지는 시간은 공동성장 속도를 적분하면 얻을 수 있다. Ridel<sup>(12)</sup>에 따르면 고립된 경계면 (boundary facet)에서의 공동결합 (cavity coalescence) 시간은 다음과 같이 주어진다.

$$Tr = 0.006 \frac{h(\psi) k T \lambda^3}{\Omega \delta D_b \sigma} + \frac{0.4 h(\psi) (1+3/n)^{0.5} \lambda}{\dot{\epsilon} d} \quad (3)$$

여기서, Ni<sub>3</sub>Al의 경우  $h(\psi) = 0.61$ , <sup>(13)</sup>  $k$ 는 Boltzmann 상수,  $T$ 는 절대온도,  $\lambda$ 는 공동간격,  $\Omega$ 는 원자부피,  $\delta D_b$ 는 입계두께와 확산계수의 곱,  $\sigma$ 는 수직으로 작용하는 응력,  $n$ 은 지수법칙 크리프식의 응력 지수이며  $d$ 는 결정립크기이다. 식(3)의 첫번째 항은 확산률이 제어상태 (rate controlling) 일때 구속이 없는 상황에서의 결합시간이며, 두번째 항은 공동이 발생하지 않은 부분에 의한 공동성장을 억제하는 효과에 해당된다.

실험한 시편이 그림부분의 SEM사진을 통하여 측정된 결과 평균은 1.8 μm이었다. 복합재에 대하여 윗식으로부터 응력에 관하여 고온파괴수명을 나타내면 Fig. 8과 같다. 고응력 범위에서 구속 공동



**Fig. 14** The micrograph showing a polished cross-section of the monolithic material tested under 300 MPa at 1033 K. The tensile stress axis is in the vertical direction for this micrograph

성장모델(constrained cavity growth model)은 수명을 거의 정확히 예측하지만 저응력 범위에서는 실제 수명보다 약 2배 정도 낮게 예측하였다. 고응력 범위에서는 왜 식(3)이 잘 예측하는지 정확하게 알 수는 없지만 전장에서 서술했듯이 고응력 범위에서는 공동이 최초의 하중시에 순간적으로 발생하여 본 모델의 가정과 일치함에 기인되었다고 볼 수 있다. 그러나, 저응력 범위에서는 지속적인 공동발생으로 인하여 본 모델에서 예측한 수명보다 길게 나타나는 것으로 사료된다. 비강화  $Ni_3Al$ 의 경우 기지의 크리프변형이 고온파괴의 과정들을 주도한 것으로 나타난다. 이것은 Fig. 14에서 보듯이 이미 존재한 미세균열에서 비교적 큰 COD(crack opening displacement)에 의하여 증명된다. 이 경우 결정립내의 크리프변형이 어떤 입계치(즉, M.G. 상수 = 0.043)에 이를 때 파괴가 일어난다. 그러므로 크리프변형이 수명을 주도했다고 볼 수 있다. 이같은 방법으로 유추한 비강화  $Ni_3Al$ 재료의 고온 수명은 Fig. 8에서 실선으로 나타냈으며 이같은 정상 크리프변형을 파괴기준(criterion)에 적용함으로써 정확하게 실제수명을 예측하였다.

#### 4. 결 론

(1) 미세조직 관찰결과 SiC강화재는 복합재료 분무성형시 기지인  $Ni_3Al$ 과 화학반응이 활발히 일어나며 분해되어 입계에 다른 탄화물상을 형성하였으며,  $TiB_2$ 입자의 경우  $Ni_3Al$ 과의 사이에 두 가지의 상을 형성하였다.

(2) 비강화  $Ni_3Al$ 재료의 경우 열간압출 결과 평

균 결정립형상비(grain aspect ratio)가 약 5인 기지인 결정립형상을 하고 압출방향에 수직인 입계에 약간의 미세균열이 존재하였다.

(3) 두 재료 모두 지수법칙 크리프의 응력지수가 3.5로 크리프 기구가 주로 전위의 활강과정에 의하여 좌우되었음을 알 수 있다. 그러나, 복합재의 경우 기지와 세라믹 강화재 특히 SiC강화재와의 화학반응으로 생성된 취약한 계면 영향으로 비강화  $Ni_3Al$ 보다 크리프 변형속도가 빨랐다.

(4) 비강화  $Ni_3Al$ 이 복합체보다 고온파괴수명이 길게 나타났다. 미세관찰을 통하여 SiC강화재의 화학분해로 생성된 미세한 탄화물들이 입계에 존재하여 공동발생원이 되었다. 이 결과 막대한 입계상의 공동이 성장하여 본 복합재의 수명을 비강화  $Ni_3Al$ 보다 짧게 만들었다. 한편, 비강화  $Ni_3Al$ 의 경우 기지인  $Ni_3Al$ 의 크리프변형이 고온파괴수명을 주도하였다.

#### 참고문헌

- (1) Stoloff, N. S., 1989, "Physical and Mechanical Metallurgy of  $Ni_3Al$  and its Alloys," *International Materials Reviews*, Vol. 134, pp. 152 ~ 183.
- (2) Lall, C., Chin, S. and Pope, D. P., 1979, "The Orientation and Temperature Dependence of the Yield Stress of  $Ni_3(Al, Nb)$  Single Crystals," *Metal Transaction*, Vol. 10A, pp. 1323~1332.
- (3) Izumi, O. and Takasugi, T., 1988, "Mechanisms of Ductility Improvement in  $L1_2$  Compounds," *Journal of Materials Researches*, Vol. 13, pp. 426~440.
- (4) German, R. M. and Bose, A., 1989, "Fabrication of Intermetallic Matrix Composites," *Materials Science and Engineering A107*, pp. 107 ~ 116.
- (5) Morris, D. G. and Morris, M. A., 1991, "Rapid Solidification of  $Ni_3Al$  by Osprey Deposition," *Journal of Materials Researches*, Vol. 6, pp. 361 ~ 365.
- (6) Schneibel, J. H. and Martinez, L., "Crack-Like Creep Cavitation in a Nickel Aluminide," *Acta Metallurgica*, Vol. 37, pp. 2237~2244.
- (7) Chou, T. C. and Nieh, T. G., 1990, "Solid State



- Reactions between  $\text{Ni}_3\text{Al}$  and  $\text{SiC}$ ," *Journal of Materials Researches*, Vol. 5, pp. 1985~1994.
- (8) Hemker, K. J., 1991, *A Study of High Temperature Deformation of the Intermetallic Alloy  $\text{Ni}_3\text{Al}$* , Ph. D Dissertation Stanford University.
- (9) Bendetsky, L., Rosen, A. and Mukherjee, A. K., 1985, "Creep and Dislocation Substructure," *International Materials Reviews*, Vol. 30, pp. 1~15.
- (10) Hsia, K. J., Parks, D. M. and Argon, A. S., 1991, "Effect of Grain Boundary Sliding on Creep Constrained Boundary Cavitation and Creep Deformation," *Mechanics of Materials*, Vol. 11, pp. 43~62.
- (11) Dyson, B. F. and Leckie, F. A., 1988, "Physically Based Modeling of Remanent Creep Life," *Materials Science and Engineering A103*, pp. 111~114.
- (12) Riedel, H., 1987, *Fracture at High Temperatures*, Springer-Verlag.
- (13) Kim, H. K., Lavernia, E. J. and Earthman, J. C., 1992, "Mechanisms of Grain Boundary Cavitation in  $\text{Ni}_3\text{Al}$ ," *Acta Metallurgica*, Vol. 40, pp. 1933~1043.