

## 기계적 합금화된 ODS NiAl에서 분산상 및 기지상의 조대화 거동

어순철 · 주진호\*

충주산업대학교 재료공학과, 성균관대학교 금속공학과\*

### Coarsening of Dispersoid and Matrix Phase in Mechanically Alloyed ODS NiAl

Soon-Chul Ur and Jin Ho Joo\*

Department of Materials Science and Engineering, Chung Ju National University,  
Chungju, 380-702, Korea

\*Department of Metallurgical Engineering, Sung Kyun Kwan University,  
Suwon, 440-746, Korea

(Received February 25, 1997)

**ABSTRACT** NiAl powders containing oxide dispersoids have been produced by mechanical alloying process in a controlled atmosphere using high energy attrition mill. The powders have been consolidated by hot extrusion and hot pressing followed by isothermal annealing to induce microstructure coarsening to improve high temperature properties. Grain growth and dispersoid coarsening kinetics have been investigated as functions of annealing time and temperature. Coarsening of dispersion strengthen NiAl and dispersoid has been discussed. Some clues of secondary recrystallization have been investigated. Mechanical property measurements have been also made and correlated with the microstructures.

### 1. 서 론

B<sub>2</sub> 구조의 규칙화, NiAl 금속간 화합물은 현재 gas turbine blade 등에 사용되고 있는 초내열합금(super-alloy)의 단점을 보완, 대체할 수 있는 차세대 고온용 구조재료로의 잠재력을 가진 재료이다. 이러한 장점으로는 상대적으로 높은 용점(1648°C), 낮은 밀도(5.95 g/cc), 우수한 내산화성과 높은 열전도성 등이 있으나, 주요한 NiAl은 금속간화합물의 통상의 속성인 상온 연성이 크게 부족하고, 순수 단상, 다결정 미세조직의 경우 creep 강도가 낮은 단점이 있다.<sup>1)</sup> 이러한 단점들을 보완하기 위하여 복합재료의 형태나, 분산강화입자(dispersoid)를 첨가한 분산강화합금 형태를 통한 개선 방안이 제시되었으며,<sup>1,2)</sup> 이들은 기계적 합금화(mechanical alloying: MA)공정을 통한 합금제조에 의해 그 가능성이 구체화되고 있다.<sup>3,4)</sup> 기계적 합금화공정은 조직의 극미세화에 의한 기계적 성질과 인성의 개선, 제3원소의 첨가시 균일한 분산효과

및 미세 산화물의 *in-situ* 형성에 의한 분산강화 효과를 크게 기대할 수 있으며, 현재 산화물 분산강화(oxide dispersion strengthened: ODS) 초내열합금 및 금속간화합물 등의 고강합금 제조에 응용되고 있는 신기술이다.<sup>3,5)</sup>

기계적 합금화 기술을 NiAl 합금제조에 응용하였으며, Ni 및 Al 단원소 혼합분말을 high energy attrition mill을 사용하여 분위기속에서 MA NiAl기 산화물 분산강화 금속간 화합물을 제조하였다. 제조된 분말은 열간압축(hot pressing: HP)과 열간압출(hot extrusion: EX)방법으로 성형하였다. 성형된 MA NiAl은 평균 결정립도 0.5 μm의 등축상(equiaxed)의 미세조직으로 균일하게 분포된 평균직경 10~100 nm의 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dispersoid를 포함하고 있다.<sup>4)</sup> MA 재료는 NiAl의 경우 결정입도의 미세화로 인해 von-Mises 항복조건을 만족시키는 추가의 독립슬립계(independent slip system)가 작동되어 금속간화합물의 취약점인 상온연신율의 향상이 보고되었으며,<sup>4,6)</sup> superalloy와 금속간화

합물의 경우, 미세하게 분포된  $Al_2O_3$  dispersoid는 상온에서의 기계적 성질을 향상시킬 뿐아니라, 고온에서도 전위이동의 장애물로 작용하고, 입계 미끄럼 (grain boundary sliding)을 방지하여 creep성질을 향상시키는 역할을 하는 것으로 알려져 있다.<sup>4,5)</sup> 또한 Ni기 초내열 ODS합금에 있어서 입계미끄럼을 방지하고 횡방향 파단(transverse rupture)을 최소화 하기 위하여 결정립의 조대화 또는 방향성 결정립성장을 유도하여 creep 성질을 크게 개선하고 있는바, MA NiAl 등의 재료에서도 일방향응고(directional solidification) 및 이차재결정(secondary recrystallization: SRx)에 의한 일방향 결정립성장(directional recrystallization)에 대한 연구가 활발히 진행되고 있다.<sup>1,7)</sup>

본 연구에서는 열간성형된 MA NiAl의 정상 결정립성장(normal grain growth: NGG)과 이차재결정화 기구를 규명하기 위한 단계로서, 특정조건하에서의 항온열처리(isothermal annealing)를 실시하였고 이에 따르는 결정립성장거동과 dispersoid의 성장거동을 조사하였다. 또한 항온열처리 조건에 따르는 미세경도값의 변화를 조사하여 조직변화와의 상관관계를 추정하고, 미세조직의 변화를 항온열처리 시간과 온도에 대한 함수관계로 고찰하여 결정립성장의 역학관계(kinetics)를 조사하였다.

2. 실험방법

화학양론적인 NiAl을 구성하도록 -200 mesh Ni과 -325 mesh Al 단원소 분말을 혼합한 후, Szegvari 형의 high energy attrition mill을 사용하여 Ar 분위기속에서 기계적합금화 공정을 실시하였다. milling 초기 단계에서는 Al의 scaling 현상을 방지하고, cold welding 및 fracturing을 증진시키기 위해 액체질소 냉각을 실시하였으며, 이 후 공정은 수냉방식을 사용하였다. MA원료 후 분말의 화학조성을 Table 1에 나타내었다.

Milling이 끝난 후 분말을 -325 mesh로 분급한 다음 열간압출 및 열간압축의 방법으로 성형하였다. 열간압출의 경우 800℃, 진공에서 잔류혼입가스를 제

거한 후 mild steel can에 봉입하여 1127℃에서 16:1의 비율로 압출하였다. 열간압축은 내경 2.5 cm의 원통형상의 고강도 흑연 다이를 사용하여 50톤 유압프레스에서 실시하였으며, 압력은 60 MPa, 온도는 1000℃와 1050℃로 2시간 동안 실시하였다. 마찰을 줄이기 위해 SiC와 Boron Nitride 도료로 다이 내부와 plunger 및 punch를 도포하였으며, 공정중에 산화를 억제하기 위하여 시스템에 Ar 가스를 공급하면서 가압, 가열을 행하였다. 시편명은 열간압출의 경우 MAEX로, 1000℃에서 열간압축한 것은 MAHP1으로, 1050℃에서 열간압축한 것은 MAHP2로 지정하였다.

열간성형된 MA NiAl의 결정립과 dispersoid의 성장거동을 분석하기 위해, 진공로에서 1000℃~1450℃의 온도범위로 각각 1 시간 동안 항온열처리를 실시하였으며, 승온속도는 250℃/min으로 냉각은 공냉으로 하였다. 또한 미세구조의 성장역학(growth kinetics)을 분석하기 위해, 1350℃, 1380℃, 1410℃에서 시간의 함수로 항온열처리를 실시하였다.

각 조건별 항온열처리에 따르는 미세조직관찰은 광학현미경을 사용하였으며, etching은 33% HNO<sub>3</sub>, 33%HCl, 33% acetic acid 혼합용액을 사용하였다. 결정립도의 측정은 선형교차측정법(linear intercept method)을 사용하였으며, 각 시편별로 4 번씩 측정하여 그 평균값을 사용하였다. dispersoid의 분율  $f_v$ 가 일정할 때의 dispersoid의 크기  $r$ 은 spacing  $\lambda_p$ 와  $\lambda_p=4(1-f)/3f$ <sup>8)</sup>의 관계와 같이 단순비례 함수로 나타내어 지므로, dispersoid 성장율은 dispersoid spacing을 선형교차 측정법을 이용하여 대체 환산하였다. 또한 각 조직별 미세경도(Hv)를 측정하여 항온열처리 온도, 시간에 따르는 결정입도와 dispersoid spacing과의 함수관계를 조사하였다. 미세경도 측정은 500 gf, 15초로 각 시편당 12 회씩 실시하여 최대값과 최소값을 제외한 평균치를 사용하였다.

3. 실험결과 및 고찰

열간 성형된 MA NiAl은 그림 1과 같이 광학현미경

Table 1. Chemical compositions of as-milled MA NiAl powder

Element	Ni	Al	H	O	C	N	Fe	Ti
Atomic %	47.46	49.60	218 ppm	2.6	0.04	0.064	0.12	0.63



Fig. 1. TEM micrograph of as-extruded MA NiAl (MAEX), transverse section.

상으로는 그 입도를 판명할 수 없을 정도의 극미세조직으로 평균 결정립도  $0.5 \mu\text{m}$ 의 등축상(equiaxed)의 조직으로, 균일하게 분포된 평균직경  $10\sim 100 \text{ nm}$ 의 *in-situ* 형성된  $\text{Al}_2\text{O}_3$  dispersoid를 포함하고 있으며, 조립자(coarser particle)는 주로 입계에, 미립자(finer particle)는 입계, 입내 전반에 걸쳐 내재되어 있는 bimodal distribution의 형태로 관측되었다. 화학분석결과 산소함량을 근거로 하여 계산한  $\text{Al}_2\text{O}_3$  dispersoid의 부피분율은 milling 조건에 따라  $4\%\sim 6\%$ 의 범위에 있는 것으로 추정되었다.

MA 법으로 제조한 ODS 내열재료는 기본적인 합금설계 고려사항인 고용체강화, 석출경화 및 분산강화 효과 외에 이차재결정화를 통한 일방향 결정립 성장을 유도하여 입계미끄러움을 방지하고 횡방향 파단(transverse rupture)을 최소화 하여 creep 성질을 크게 개선하고 있다.<sup>3)</sup> 결정립 성장은 크게 정상결정립 성장과 이차재결정화로 대별되며 정상결정립 성장은 균일한 평균 결정립의 증가를 나타내는 반면 이차재결정화는 특정조건에서의 결정립 seed가 성장이 억제된 주변의 다른 결정립의 입계에너지를 구동력으로 하여 선택적으로 성장하며, 불연속적으로 매우 빠른 속도로 진행되므로 ODS 합금에 있어서 동시 발생적인 dispersoid의 성장을 억제하며 결정립 조대화를 이루

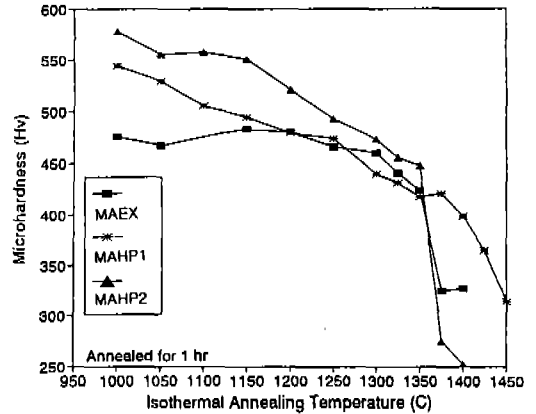


Fig. 2. Microhardness(Hv) as a function of annealing temperature for 1 hour annealing.

기 때문에 creep 성질 향상에 기여하는 것으로 알려져 있다.<sup>7,9)</sup>

미세 정도값을 항온열처리온도의 함수로 나타내어 이차재결정화가 일어남을 확인하는 실험이 자주 활용되고 있는데, 이는 특정온도(이차재결정화온도:  $T_{SRX}$ )에서 이차재결정이 급격하게 일어남으로 인해 정도값이 급격하게 감소하는 점을 인식하기 위한 것이다.<sup>10)</sup> 열간 형성된 MA NiAl에 있어서 이를 확인하기 위해 진공로에서  $1000\text{C}\sim 1450\text{C}$ 의 온도범위,  $50\text{C}$  간격으로 각각 1 시간씩 항온 열처리를 실시한 후 미세정도값의 변화를 조사하였다. 그림 2에 나타난 바와 같이 MAEX와 MAHP1은  $1375\text{C}$  근방에서 Hv 값이 급속히 감소한 반면 MAHP2는 점진적으로 감소함을 알 수 있었다. 이 급격한 Hv의 감소는 그림 3. (a), (b)에 나타난 바와 같이 확연한 결정립 성장과 관련됨을 알 수 있으며, 이와 더불어 dispersoid의 성장이 수반되었음을 알 수 있다. 또한 MAHP2에 있어서도 정도값의 급격한 변화는 없지만 광학 현미경에 의한 미세조직 관찰 결과  $1375\text{C}$  근방에서 결정립의 성장이 확인되었다. 본 MA NiAl에서의 결정립 성장에 수반된 Hv의 급격한 감소가 다른 ODS 초내열합금에서 관찰되는 이차재결정화거동<sup>10)</sup>과 유사하지만, 이 결과만으로 이차재결정화 여부를 확인하기는 어렵다. 따라서 결정립과 dispersoid의 성장기구를 규명하기 위해 각기 다른 온도에서 일정시간별로 항온열처리를 실시하여 Hv 변화와 미세조직의 성장거동을 관찰하였다.

각 온도별로 항온열처리 주기에 걸친 Hv는 그림

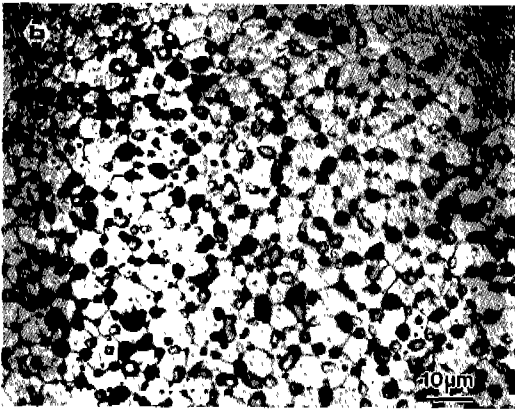
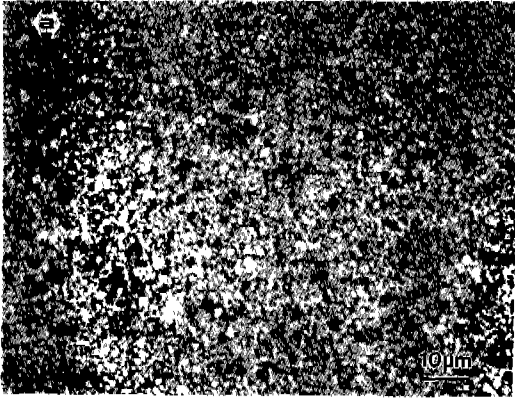


Fig. 3. Optical micrograph of transverse section of MAEX, annealed for 1 hr at (a) 1350°C and (b) 1375°C.

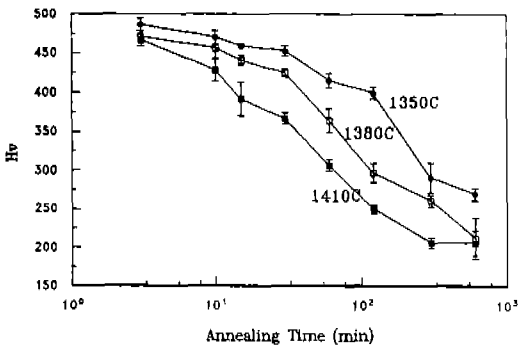


Fig. 4. Microhardness as a function of annealing time at three different temperatures in MAEX.

4에서와 같이 점진적인 감소를 보였다. 이 연화거동을 미세조직변화와 연계하여 관찰하여 본 바 그림 5와 그림 6에 나타난 바와 같이 결정립 성장과 dispersoid성장 kinetics가  $D=kt^n$ 의 형태로 열처리 시간에 의존함을 알 수 있었다. 이러한 형태의 결정립

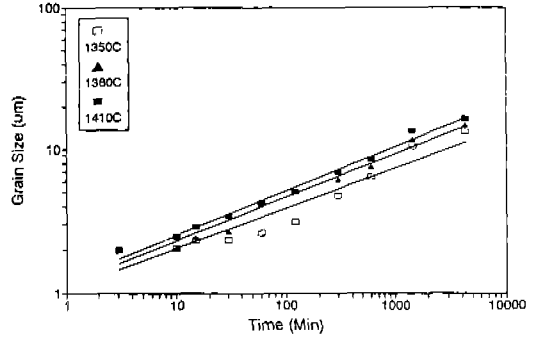


Fig. 5. Log plot of grain size as a function of annealing time.

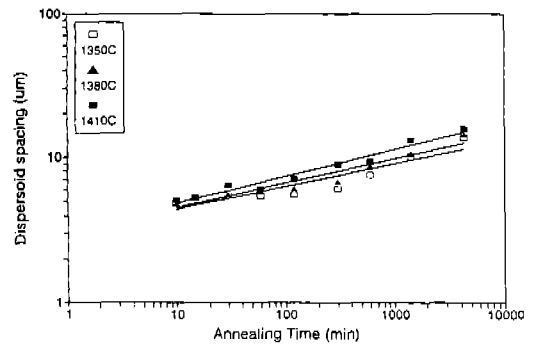


Fig. 6. Log plot of dispersoid spacing as a function of annealing time.

성장을 정상결정립 성장이라 하며,<sup>9)</sup> 여기에서  $D$ 는 평균결정립도( $\mu\text{m}$ ),  $t$ 는 열처리시간,  $n$ 은 시간지수(time exponent)이며,  $k$ 는 비례상수이다. 선형보정법(linear regression method)을 사용하여 그림 5의 결정립성장 곡선을 해석한 결과 다음의 식을 얻었다.

$$D_{1350^\circ\text{C}} = 1.07 t^{0.29}$$

$$D_{1380^\circ\text{C}} = 1.15 t^{0.30}$$

$$D_{1410^\circ\text{C}} = 1.23 t^{0.31}$$

위 식에서 시간지수가 0.5 이하이고, 온도의 증가와 더불어 증가하는 현상은 단상의 NiAl에서의 정상결정립성장<sup>11)</sup>과 유사하며, 또한 시간지수가 전형적인 분산강화(DS) 합금의 정상결정립성장 시간지수값(통상 1/3~1/4의 범위임)<sup>9,12)</sup>과 일치함을 알 수 있다. 이차재결정화의 경우에는 incubation time 이후의 시간지수가 보통 1 이상임을 감안할 때,<sup>13)</sup> 위의 성장거동은 정상결정립성장으로 해석할 수 있다. 정상결정립 과정에 수반된 확산기구를 분석하기 위하여 이 성

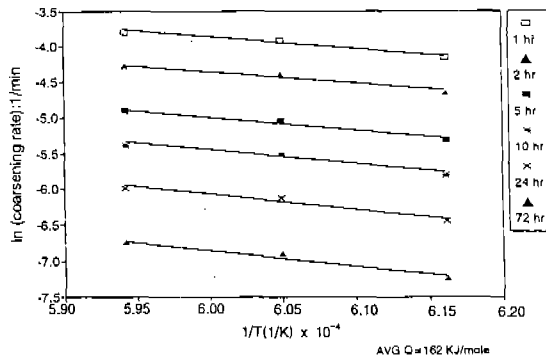


Fig. 7. An Arrhenius plot of log(growth rate) versus reciprocal temperature for NGG in MA NiAl.

장곡선을 그림 7과 같이  $\dot{D} = \dot{D}_0 \exp(-Q_a/RT)$ 로 표현되는 Arrhenius plot으로 재구성하였다. 여기에서  $\dot{D}$ 는 결정립 성장속도( $\text{min}^{-1}$ ),  $\dot{D}_0$ 는 결정립 성장속도에 관한 비례상수( $\text{min}^{-1}$ ),  $Q_a$ 는 결정립 성장을 위한 결보기 활성화에너지(apparent activation energy)이며, 나머지는 통례와 같다. 이 그래프의 기울기로부터 계산하여 얻은 활성화 에너지는 162 kJ/mole 이며, 이는 단상 NiAl에서의 계면확산에 의한 정상결정립성장 활성화에너지,<sup>11)</sup> 70 kJ/mole, 보다 크다는 것을 알 수 있다. 이러한 결과는 DS합금에서 일반적으로 예측되는 현상으로, DS합금에서는 통상 계면이동기구(boundary migration mechanism)에 따라 활성화에너지값이 변화하며 이 값은 계면확산 활성화에너지( $Q_b$ )보다 크고 자기확산(self diffusion)을 위한 활성화에너지값에 근사하다고 알려져 있다.<sup>14)</sup> 참고로 NiAl에서의 Ni의 자기확산 또는 Ni-Al계에서의 상호확산(inter-diffusion)을 위한 활성화에너지는 175-440 kJ/mole의 범위이고, 평균 225 kJ/mole임이 보고되었다.<sup>2,15)</sup>

같은 방법으로 MA NiAl의 결정립 성장에 수반된 dispersoid의 성장곡선을 그림 6과 같이 나타내었다. 여기에서 dispersoid의 크기  $r$ 은 spacing  $\lambda_p$ 와  $\lambda_p = 4(1-f)/3f$ <sup>6)</sup>의 관계와 같이 단순비례 함수로 나타내어 지므로, dispersoid 성장율은 dispersoid spacing( $\mu\text{m}$ )을 사용하였다. 또한 dispersoid의 분율  $f$ 는 일정하며, 현미경 관찰시 확인되는 조립자(coarser particle)만을 기준으로 하였고 미립자(finier particle)는 NGG과정중 dragging에 의하거나 particle coarsening기구에 의해 소멸되는 것으로 가정하였다. 선형보정법(linear regression method)을 사용하여 그림 6의 입자성장 곡선

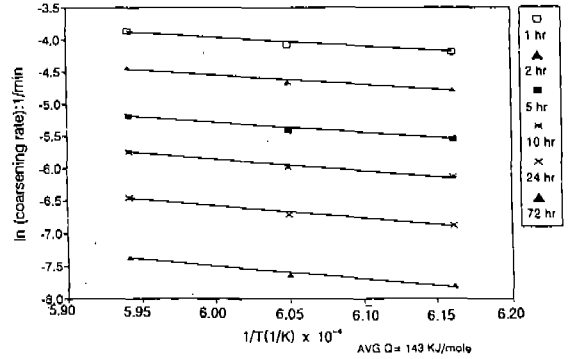


Fig. 8. An Arrhenius plot of log(coarsening rate) versus reciprocal temperature for dispersoid coarsening during NGG in MA NiAl.

을 해석한 결과 다음의 식을 얻었다.

$$\begin{aligned} \lambda_p, 1350\text{C} &= 3.089 t^{0.15} \\ \lambda_p, 1380\text{C} &= 3.097 t^{0.17} \\ \lambda_p, 1410\text{C} &= 3.174 t^{0.18} \end{aligned}$$

이 결과는 평균 입자간격이 온도의 상승과 더불어 선형으로 증가하고 시간지수가 1/4이하임을 보여주고 있는데, 이는 입자성장이 입계확산에 의해 지배된다고 가정하는 Ostwald ripening 이론에서 제기된 일반적인 시간지수값(1/4)보다 작은값이다.<sup>16)</sup> 또한 결정립 성장곡선의 해석과 마찬가지로 그림 8과 같이 Arrhenius plot으로 부터 dispersoid의 성장을 위한 활성화에너지를 계산한 결과 143 kJ/mole을 얻었으며 이는 NiAl에서 Ni의 입계확산을 위한 활성화에너지의 범주에 있는 것으로 추정되었다.<sup>2,15)</sup> 위의 결과들을 토대로 하여볼 때, 본 실험의 입자성장과정에는 NGG동안 입계의 이동에 의한 입자의 dragging과, 나아가 입자간의 조우(encounter) 및 합체화(coalescence)과정이 수반되었다고 사료된다. 이와 같은 사실은 그림 3(b)에서와 나타난 바와 같이 NGG과정에서 입자간 접촉을 통한 목의 형성과 입계모서리에의 입자가 집적됨을 통하여 확인할 수 있다. 또한 최근의 TEM 조사 결과 진공열간압축시편에서 결정립성장과 더불어 입계근처에 입자비존재대(disperoid free zone)의 형성이 확인되어 이같은 particle dragging현상을 반증하고 있다.<sup>17)</sup> 참고로, Ni기지에서 Ag 입자의 coalescence실험을 통해 입자의 합체화 (particle coalescence) model이 제시된바 있는데,<sup>16)</sup> 이에 따르면 입자 성장 kinetics가 시간지수 1/4을 따르며, 입자성장 활

성화에너지가 132 kJ/mole로서 Ni의 입계확산 활성화 에너지의 범위에 있는 것으로 조사된다.

제2상 분산상화 합금에서 최대 결정립성장크기 (limiting grain size:  $R_{\infty}$ )는  $R_{\infty}=2r/3f$ 로 제한됨이 Zener에 의해 제기되었다.<sup>18)</sup> 여기서  $r$ 은 입자의 반지름 ( $\mu\text{m}$ )이고  $f$ 는 입자의 부피분율이다. 입자의 부피분율이 일정하며, 입자의 크기가 더 이상의 열처리에 의해 크게 증가하지 않는다고 가정할 때 MA NiAl에서의 정상결정립 성장에 의한 최대결정립성장크기는 다음과 같이 계산할 수 있다.

$$R_{\infty}=2r/3f=2 \times 0.05 \mu\text{m}/3 \times 0.05=0.67 \mu\text{m}$$

for as-hot consolidated condition

$$R_{\infty}=2 \times 1.5 \mu\text{m}/3 \times 0.05=20 \mu\text{m}$$

for fully grain coarsened condition

열간성형된 MA NiAl의 평균입도가 0.5  $\mu\text{m}$ 이고, 1410 $^{\circ}\text{C}$ 에서 32시간 동안 항온열처리를 실시한 시편의 평균입도는 약 18  $\mu\text{m}$ 로서 모두 다 Zener의 한계 크기의 범위 안에 있음을 알 수 있다.

일반적으로 Inconel MA6000 등 기계적합금화 초내열합금의 경우 극미세구조가 지니고 있는 자체의 입계에너지(grain boundary energy)만으로 이차재결정화가 충분히 구동됨이 보여지고 있으나,<sup>5,10)</sup> 본 MA NiAl의 경우 단순 항온열처리만으로는 이차재결정화를 진행시키기가 어려웠으며 이는 입계에너지만으로는 이를 위한 구동력이 충분치 않음을 추정할 수 있었다. 그러나 단순 항온열처리시 열간압축된 시편에서는 정상결정립성장만이 확인된 반면 열간압축된

시편에서는 그림 9와 같이 최대 수 mm 입도의 이차재결정화가 간헐적으로 일어남이 확인되었다. 기 고된바와 같이 MA NiAl 열간압축시편에는 특정한 집합조직(texture)이 없으나 열간압출시편에는 강한 <110> fiber texture가 확인된바 있어,<sup>4,6)</sup> 집합조직의 존재가 이차재결정화에 영향을 준 것으로 간주할 수 있다. 간헐적인 이차재결정화는 공정온도가 다른부위 보다 다소 낮을 수 있는 열간압출부의 미단부에서만 발견되었으며 주로 미세결함 또는 crack과 연관하여 발생하였다. 일반적으로 낮은 온도에서의 압출시 상대적으로 높은 잔류변형에너지(residual strain energy)가 존재하는데,<sup>20)</sup> 이 잔류변형에너지 또는 crack 주위에 남아 있는 잔류변형에너지가 이차재결정화를 위한 추가의 구동력으로 작용하였다고 사료된다. 이차재결정화는 Zener의 한계크기를 훨씬 초과하여 매우 짧은시간안에 진행하였음을 알 수 있고, 정상결정립기구와는 달리 particle dragging과 coalescence기구에 의하지 않고 입계파열기구(boundary break-away mechanism)에 의해 입자가 입내에 상대적으로 미세한 크기로 남아있음을 확인할 수 있다. 보다 상세한 MA NiAl의 이차재결정화거동은 별도로 보고하였다.<sup>19)</sup>

본 항온열처리 실험을 통하여 일정범위의 결정립도와 입자간격을 얻을 수 있었는데 이를 미세경도와 연계하여 상관관계를 조사하였다. 기계적성질(Hv)이 결정립도 D( $\mu\text{m}$ ) 및 입자간격  $\lambda_p$ ( $\mu\text{m}$ )과 Hall-Petch관계를 따른다고 가정하여 그림 10과 같이 도식하여본바 잘 일치함을 알 수 있었고 선형보정법을 이용하여 다음과 같은 관계식을 얻었다.

$$Hv=-129.7+215.6D^{-1/2}+804.6 \lambda_p^{-1/2}$$

이 결과는 MA NiAl에서 미세경도가 결정립도보다

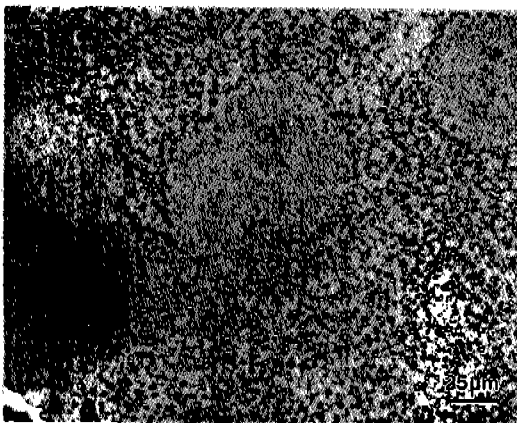


Fig. 9. Optical micrograph showing occasional SRx during simple isothermal annealing at 1410 $^{\circ}\text{C}$  for 1 hour.

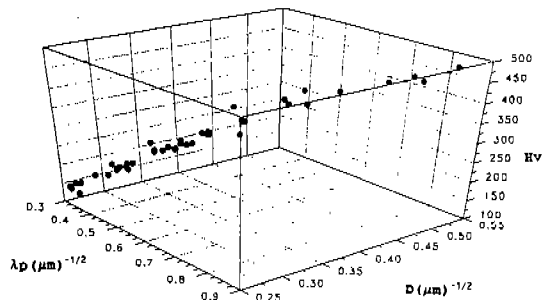


Fig. 10. Microhardness as functions of grain size(D) and dispersoid spacing ( $\lambda_p$ ).

는 dispersoid의 입자간격에 보다 강한 함수관계에 있는 것을 나타내고 있으며 이는 또한 이 재료의 강화 수단으로 결정립도의 제어보다는 dispersoid의 부피 분율과 입자의 크기를 조절하는 편이, 보다 효율적이라는 것을 제시하고 있다.

#### 4. 결 론

기계적 합금화법으로 MA NiAl기 산화물 분산강화 금속간화합물 분말을 제조하였으며 열간압축 및 열간압출법으로 열간성형하였다. 열간성형된 MA NiAl의 정상 결정립성장과 이차재결정화 기구를 규명하기 위한 단계로서, 특정조건하에서의 항온열처리를 실시하였고 이에 따르는 결정립성장거동과 dispersoid의 성장거동을 조사하였다. 또한 항온열처리 조건에 따르는 미세경도값의 변화를 조사하여 조직 변화와의 상관관계를 추정하고, 미세조직의 변화를 항온열처리 시간과 온도에 대한 함수관계로 고찰하여 결정립성장의 역학관계(kinetics)를 조사한바 다음과 같은 결론을 얻었다.

1) 1375°C 근방에서 급격한 Hv의 감소와 더불어 결정립성장이 관찰되었으나 growth kinetics분석결과  $D = kt^n$ 의 형태를 따르는 정상결정립성장으로 확인되었으며, 시간지수가 대략 0.3 범위에 있으며 열처리온도 상승에 따라 증가하는 분산강화재료의 정상결정립성장기구의 전형적인 형태를 나타내었다. 결정립성장을 위한 활성화 에너지는 162 kJ/mole으로, 단상 NiAl에서의 계면확산에 의한 정상결정립성장 활성화에너지 보다 큰 값으로서 결정립 성장시 입계의 이동이 입자와의 상호작용에 의해 영향을 받았음을 나타내었다.

2) 정상결정립 성장에 수반된 입자성장도 확산에 의한 정상성장의 형태를 보였으며, 시간지수가 1/4이하로서 Ostwald ripening 이론의 일반적인 시간지수값 보다 작게 나타났다. 또한 dispersoid의 성장을 위한 활성화에너지는 143 kJ/mole이며 이는 NiAl에서 Ni의 입계확산을 위한 활성화에너지의 범위에 있으며, 입자성장과정에는 NGG동안 입계의 이동에 의한 입자의 dragging과, 입자간 조우(encountering) 및 합체화(coalescence)과정이 수반되었다고 추정되었다.

3) 특정조건하에서 이차재결정화가 간헐적으로 관

찰되었으며, 이를 위하여 집합조직의 존재와 잔류변형에너지의 형태로 공급되는 추가의 구동력이 필요하다는 것을 추정할 수 있었다.

4) 기계적성질(Hv)은 결정입도 및 입자간격에 Hall-Petch관계를 만족시키며, 결정립도보다는 입자크기 또는 입자간격이 미세경도에 상대적으로 큰 영향을 주는 것으로 나타났다. 이는 이 재료의 강화수단으로 결정립도의 제어보다는 dispersoid의 부피분율과 입자의 크기를 조절하는 것이 보다 효율적이라는 것을 제시하고 있다.

#### 참 고 문 헌

1. R. Darolia: J. of Metal, **3** (1991) 44.
2. R. D. Noebe, R. R. Bowman and M.V. Nathal: Int. Mat. Rev., **38** (1993) 193.
3. J. D. Whittenberger: J. Mater. Res., **5**(12) (1990) 2819.
4. M. Dollar, S. Dymek, S. J. Hwang and P. Nash: Metall. Trans., **24A** (1993) 1993.
5. E. Arzt and R. F. Singer: Proc. of 5th Int. Symp. on Superalloys, TMS of AIME (1984) 367.
6. S. Dymek, M. Dollar, S. J. Hwang and P. Nash: Mater. Sci. and Eng., **A152** (1992) 160.
7. S. C. Ur, G. T. Higgins and P. Nash: Scripta Metall., **34**(1) (1996) 53.
8. R. F. Decker: Metall. Trans., **4**(11) (1973) 2495.
9. M. Hillert: Acta Metall., **13** (1965) 227.
10. K. Kusnomi, K. Sumino, Y. Kawasaki and M. Yamazaki: Metall. Trans., **21A** (1990) 547.
11. G. R. Haff and E. M. Schulson: Metall. Trans., **13A** (1982) 1563.
12. G. T. Higgins: Metal Sci., TMS, **8** (1974) 143.
13. C. Antonione, F. Marino, G. Riontino and M. C. Tabasso: J. of Mater. Sci., **12** (1977) 747.
14. P. Gordon and R. A. Vandermeer: *Recrystallization, Grain Growth and Textures*, H. Magolin, ed, ASM Int., (1966) 457.
15. S. Shankar and L. L. Seigle: Metall. Trans., **9A** (1978) 1467.
16. S. C. Yang, G. T. Higgins and P. Nash: Mater. Sci. and Tech., **8**(1) (1992) 10.
17. S. G. Pyo, N. J. Kim and P. Nash: *Rapidly Quenched Metals*, Sendai, Japan, (1993) 8.
18. C. Zener: *private communication to C. S. Smith*, Trans. Am. Inst. Min. Engrs., **175** (1948) 37.
19. 어순철: 한국재료학회지, **6**(12) (1996) 1248.
20. R. F. Singer and G. H. Gessinger: Metall. Trans., **13A** (1982) 1563.