

## 論 文

L<sub>12</sub> 형 Ni<sub>3</sub>Fe 합금에서 규칙격자와 불규칙격자의 재결정거동

최종술·강석희\*

연세대학교 공과대학 금속공학과

\*동부제강(주) 기술연구소

Recrystallization Behaviors of Ordered and Disordered Structures  
in L<sub>12</sub> Type Ni<sub>3</sub>Fe Alloy

C.S. Choi and S.H. Kang\*

Dept. of Metallurgical Engineering, Yonsei University

\*Dongbu Steel Co. Ltd., Technical Research Lab.

## ABSTRACT

Recrystallization behaviors of ordered and disordered structures in L<sub>12</sub> type Ni<sub>3</sub>Fe alloy were studied through hardness measurement and differential thermal analysis.

When the disordered structure was isothermally aged at 480°C below order-disorder transition temperature, the hardness of the structure was increased due to progressive ordering with increasing aging time.

The hardness of the disordered structure was increased rapidly with increasing deformation degree up to 10%, and then gradually increased with further deformation degree, while the hardness of the ordered structure was increased rapidly with increasing deformation degree up to 10%, showing a constant hardness value up to 50% and gradually decreased with further deformation degree.

The hardness of the ordered structure was higher than that of the disordered structure at all same deformation degrees.

The recrystallization temperature of the ordered and disordered structures were decreased with increasing deformation degree. At the same deformation degrees, the recrystallization temperature of the ordered structure was lower than that of the disordered structure.

## 1. 서 론

일반적인 금속 및 합금은 온도가 상승할수록 강도가 저하하는 성질을 나타내지만, L<sub>12</sub>형 또는 B<sub>2</sub>형과 같은 규칙격자 합금은 고온일수록 높은 강도(positive temperature dependance of strength)를 나타낸다는 것이 알려진 이래, 규칙격자합금의 강도에 관한 연구<sup>(1-5)</sup>가

활발히 수행되어 왔다.

또한, 어떤 합금의 가공경화는 규칙격자일 때가 불규칙격자일 때보다 크다는 것이 알려졌다. 그 이유를 설명하기 위하여 여러 이론<sup>(6-8)</sup>이 제안된 바 있는데, 이론마다 약간의 차이점은 있지만 공통적으로는 규칙격자내에 존재하는 APB(antiphase domain boundary)가 전위 이동에 대한 장애물로 작용하기 때문이라고 설명하고

있다. 이와 같이 규칙 및 불규칙격자에서 가공경화가 서로 다르다는 것은 재료가 일정량의 가공을 받았을 때 재료내에 함유되는 축적 에너지가 서로 차이를 의미한다. 따라서 일정량의 가공을 받은 규칙상태와 불규칙상태의 재결정 거동이 다를 것으로 예상된다.

지금까지 합금의 재결정에 미치는 규칙-불규칙변태의 영향에 대해서는 약간의 연구가 수행된 바 있다. 즉, Vidoz 등은<sup>9)</sup> L1<sub>2</sub>형 Ni<sub>3</sub>Fe 합금을 불규칙상태에서 냉간 가공한 후 규칙-불규칙변태점 직하에 가열하였을 때 규칙변태로 인하여 재결정이 억제된다고 하였다. 같은 L1<sub>2</sub>형 구조를 갖는 Cu<sub>3</sub>Au의 경우에서도 초기에는 재결정이 발생하지 않았으나<sup>10)</sup>, 장시간 가열후에 재결정이 일어난다고 하였다<sup>11)</sup>. 이와 같이 규칙격자의 형성이 진행됨에 따라 재결정이 억제되는 현상은 APB에 의해서 재결정의 핵생성과 성장이 방해받기 때문이라고 추정하고 있다.

이러한 재결정과 규칙-불규칙변태의 상호관계에 대한 연구는 그후 다소 진행된 바 있지만, 초기상태가 규칙격자와 불규칙격자일 때 합금의 재결정거동이 어떻게 다른가에 대한 연구는 지금껏 이루어진 바 없는 실정이다. 따라서 본 연구에서는 규칙격자 합금의 재결정거동에 관한 기초연구로서, 규칙-불규칙변태를 하는 L1<sub>2</sub>형 Ni<sub>3</sub>Fe 합금을 마련하여 열처리에 의해 상온에서 규칙격자 및 불규칙격자를 만든 다음, 일정량의 가공을 주어서 경도 측정과 DTA 시험에 의해서 이 두 상태의 재결정거동을 조사하였다.

## 2. 실험방법

본 연구에 사용된 Ni<sub>3</sub>Fe 합금은, 고주파유도로써 전해철과 전해니켈을 장입하여 용해한 후 미량의 Si, Mn, Al을 첨가하여 탈산 및 탈황처리를 행한 다음 봉상의 잉곳으로 주조하였다. 이것을 1100°C로부터 열간 압연하여 직경 약 15mm의 환봉으로 만든 후 10×10mm의 단면을 갖는 사각주로 밀링가공하였으며, 합금의 조성을 분석한 결과는 Table 1과 같다. 사각주로부터

Table 1. Chemical Composition of Alloy Used (wt%).

Fe	C	Mn	Si	S	Ni
26.03	0.01	0.09	0.06	0.002	bal

초기 두께가 0.3 mm, 0.33 mm, 0.43 mm, 0.6 mm, 1.0 mm, 3.0 mm인 판상 시편을 제작한 다음, 900°C에 가열하여 시편 절단시에 시편내부에 도입될 수 있는 잔류응력을 제거하였다. 불규칙격자를 얻기 위한 열처리는 Ni<sub>3</sub>Fe 합금을 850°C에서 수냉하였으며, 규칙격자를 얻기 위한 열처리는 수냉한 시편을 KNO<sub>3</sub> 50 : NaNO<sub>3</sub> 50의 염욕중에서 480°C에서 장시간 가열하였다. 상온에서 불규칙격자 및 규칙격자를 갖는 각종 두께의 시편을 0%, 10%, 30%, 50%, 70%, 90% 냉간 압연하여 최종 두께가 약 0.3 mm가 되도록 하였다. 이때 압연은 여러 회수에 의해 이루어졌으며 1회 압연율은 2%이었다. 재결정거동을 조사하기 위한 등시 열처리는 100~900°C사이에서 150°C간격으로 진공중에서 1시간씩 가열하여 수냉하였다. 경도측정은 Rockwell B scale 또는 100 g 하중의 미소경도기를 사용하였으며, 시편의 경도값은 10회 측정후 최대치와 최소치를 제외한 나머지의 평균값으로 하였다. 규칙화과정을 조사하기 위하여 3°C/min의 가열속도로 DSC 시험하였으며, 재결정온도를 구하기 위하여 20°C/min의 가열속도로 DTA 시험도 하였다. 그리고 규칙화정도를 조사하기 위하여 중성자 회절시험도 하였다.

## 3. 실험결과 및 고찰

### 3.1. 규칙격자 및 불규칙격자의 제조

Ni<sub>3</sub>Fe 합금을 850°C에서 1시간 용체화처리하여 상온수에 급냉한 후 480°C에서 등온시효한 후 상온에서 경도를 측정하였다. Fig.1은 480°C에서 200시간까지 가

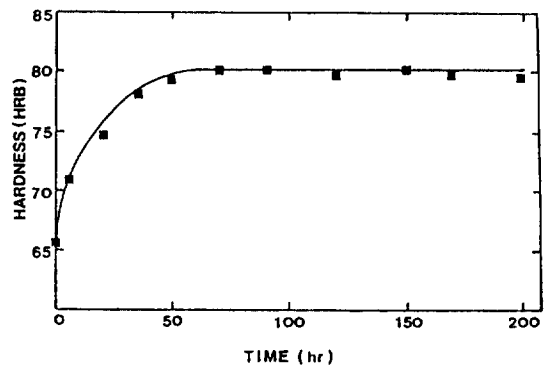


Fig.1. Hardness change by isothermal aging at 480°C in Ni<sub>3</sub>Fe alloy.

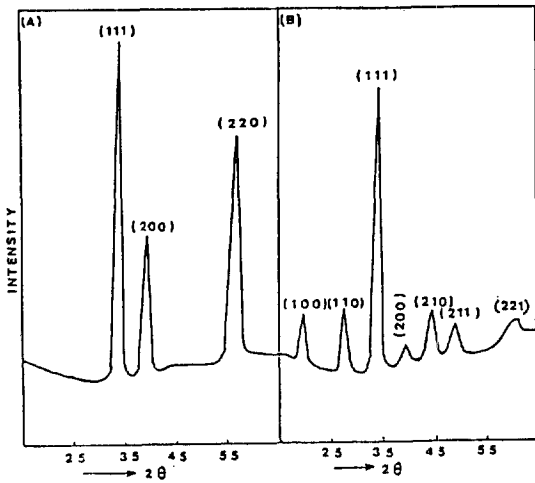


Fig. 2. Neutron diffraction patterns of Ni<sub>3</sub>Fe alloy. (a) disordered, (b) ordered.

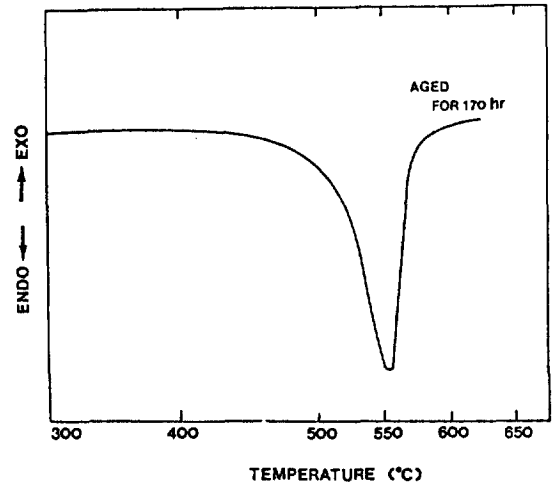


Fig. 3. DSC curve for the Ni<sub>3</sub>Fe alloy aged at 480°C for 170 hrs.



(a)



(b) 150 μm

Photo 1. Microstructures of the disordered and ordered Ni<sub>3</sub>Fe alloys. (a) disordered, (b) ordered.

열한 후 경도의 변화를 나타낸 것으로, 약 50 시간까지는 경도가 시간과 더불어 증가하다가 그 이후 시간에서는 거의 일정한 경도값을 나타내었다. 초기에 경도가 증가하는 것은 불규칙격자로부터 규칙격자가 생성됨에 따라 APB(antiphase domain boundary)가 생기고 이것이 전위의 이동을 방해하기 때문이라고 생각된다<sup>13)</sup>. Fig. 2는 규칙격자의 형성을 확인하기 위하여 중성자 회절시험한 것으로, 850°C에서 수냉한 (a)의 경우는 불규칙격자의 FCC 회절선만이 나타나 있는데 대해서, 480°C에서 170 시간 시효처리한 시편은 규칙격자선(superlattice line)이 추가로 (100), (110), (210), (211), (221)면에서 나타나 있음을 알 수 있다. 200 시간 시효처리한 시편도 170 시간 시효처리한 시편과 거의 같은 양상의 회절선을 나타냈기 때문에, 이 연구에서는 170 시간 시효처리한 시편을 규칙격자 시편으로 사용하였다.

Photo.1은 850°C에서 급냉한 불규칙격자와 480°C에서 170 시간 시효처리한 규칙격자의 광학현미경 조직사진이다. 사진에서 볼 수 있는 바와 같이 광학현미경으로는 규칙격자와 불규칙격자의 조직을 구별할 수 없음을 알 수 있다.

Fig.3은 480°C에서 170 시간 시효처리한 Ni<sub>3</sub>Fe 시편을 DSC 시험한 결과인데 규칙-불규칙변태점(T<sub>c</sub>)이 약 565°C임을 알 수 있다.

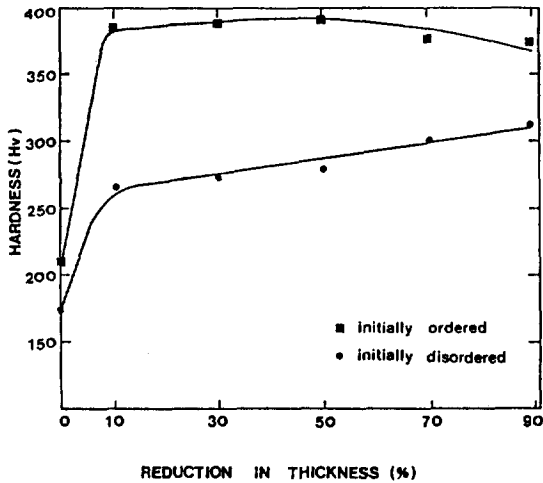


Fig. 4. Relation between hardness and deformation degree in Ni<sub>3</sub>Fe alloy.

3.2. 가공도에 따른 경도변화

Fig. 4는 규칙격자와 불규칙격자에 대하여 가공도에 따른 경도변화를 조사한 것으로서, 불규칙격자의 경우 10%가공도까지는 경도값이 급히 증가하고 그 이후에는 완만한 증가를 보이고 있는데 대해서, 규칙격자의 경우는 10%까지는 불규칙격자보다 더 급한 경도증가를 보이며 50%까지 약간의 경도 증가현상을 보이다가 그 이후의 고가공도에서는 경도값이 오히려 감소함을 알 수 있다. 이와 같이 규칙격자의 경우 저가공도에서 경도값이 급격히 증가하는 것은 규칙격자내에 존재하는 APB에 의해 전위의 이동이 방해받기 때문이라 생각되며, 약 50%이상의 고가공도에서는 Cohen과 Bever<sup>3)</sup>가 보고한 바와 같이 규칙격자가 소성변형에 의해 파괴되어 불규칙격자로 바뀌기 때문에 APB에 의한 전위이동의 방해효과가 상실되어<sup>3)</sup> 경도값이 감소하는 것으로 생각된다.

3.3. 동시 열처리에 따른 경도변화

Fig. 5는 규칙격자 및 불규칙격자를 상온에서 30% 냉간가공한 후 각 온도에서 동시 열처리한 다음 온도에 따른 경도값을 상온에서 측정된 결과이다. 규칙격자의 경우가 불규칙격자보다 더 급한 경도감소현상을 보이고 있으며, 불규칙격자의 경우 200~300°C 온도구간에서 경도증가현상이 나타나고 있다. Vidoz<sup>8)</sup>등이 불규칙격자가 가공을 받으면 규칙화속도가 빠르게 된다고 보고한

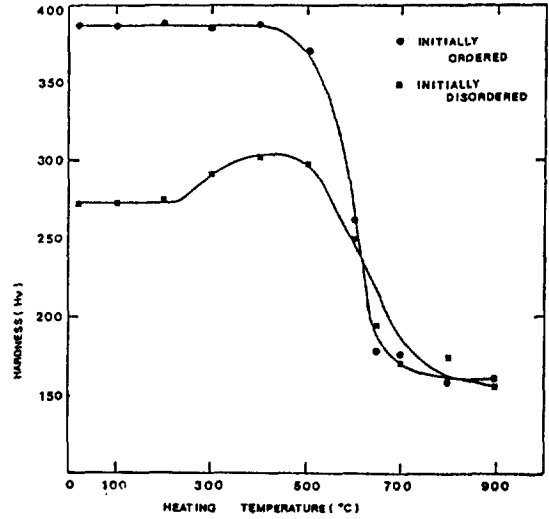


Fig. 5. Hardness change of 30% cold rolled ordered and disordered Ni<sub>3</sub>Fe alloys with heating temperature.

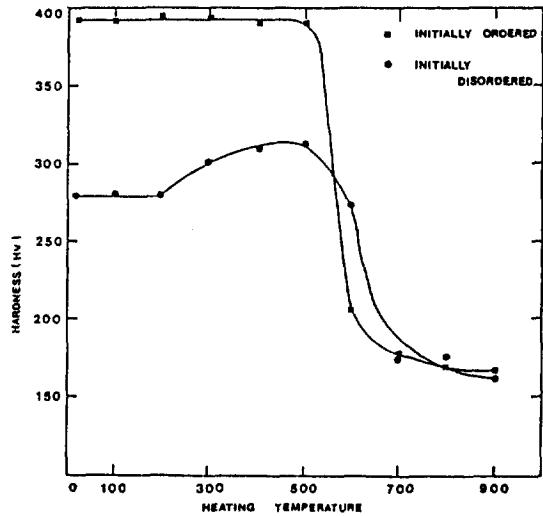


Fig. 6. Hardness change of 50% cold rolled ordered and disordered Ni<sub>3</sub>Fe alloys with heating temperature.

바와 같이, 이 현상은 이 온도범위에서 불규칙격자의 일부가 규칙화됨에 의해 나타난 현상이라 생각된다. Fig. 6은 50% 냉간가공을 한 경우로서 역시 규칙격자가 불규칙격자보다 더 급한 경도감소현상을 보이며,

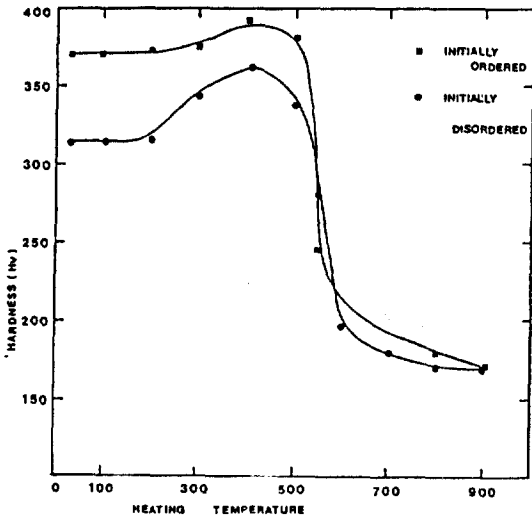


Fig. 7. Hardness change of 90% cold rolled ordered and disordered  $Ni_3Fe$  alloys with heating temperature.

300~400°C 온도범위에서 경도증가현상이 나타나는 것은 심한 가공에 의해 상온에서 규칙격자의 일부가 파괴되어 불규칙격자로 되었다고 이 온도범위에서 다시 규칙격자로 변태함에 의해 나타난 현상이라고 생각된다. Fig. 7은 90% 냉간가공한 경우로서 역시 규칙격자가 불규칙격자보다 더 급한 경도감소현상을 보이고 있으며, 규칙격자에서도 300~400°C 온도범위에서 경도증가현상이 나타나는 것은 심한 가공에 의해 상온에서 규칙격자의 일부가 파괴되어 불규칙격자로 되었다가 이 온도 범위에서 다시 규칙격자로 변태함에 의해 나타난 현상이라고 생각된다.

Fig. 5~Fig. 7에서 볼 수 있는 바와 같이 규칙격자 및 불규칙격자에서 온도에 따른 경도 증가현상이 나타났기 때문에, 규칙격자 및 불규칙격자의 재결정 온도를 경도-온도곡선으로부터 구하기는 어렵다. 따라서 DTA 시험으로 재결정 온도를 결정하기 위하여 상온에서 50%, 70% 및 90% 냉간가공한 시편을 DTA 시험하였다. Fig. 8~Fig. 10은 DTA 시험한 결과인데, 각 곡선에서 발열피크가 나타났으며, 이것은 재결정시에 재료내에

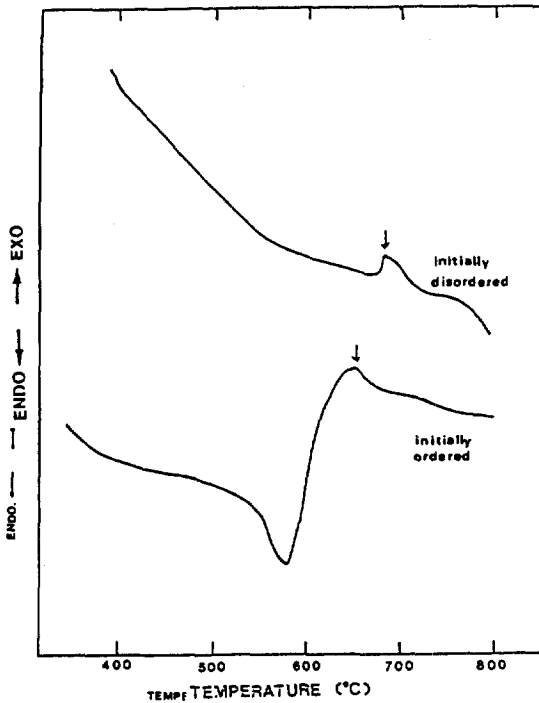


Fig. 8. DTA curves of ordered and disordered  $Ni_3Fe$  alloys after deformation of 50% by cold rolling. (Heating rate: 20°C/min). Arrow mark indicates recrystallization temperature.

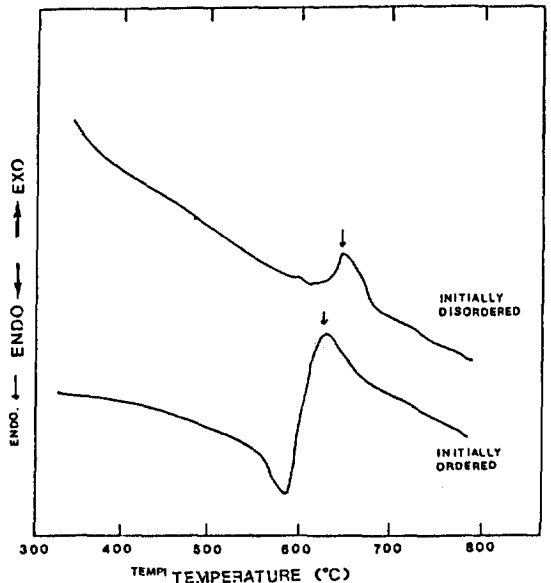


Fig. 9. DTA curves of ordered and disordered  $Ni_3Fe$  alloys after deformation of 70% by cold rolling. (Heating rate: 20°C/min). Arrow mark indicates recrystallization temperature.

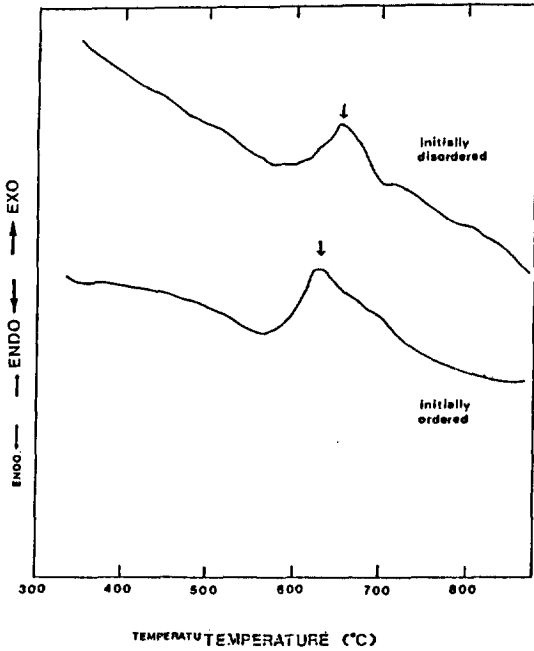


Fig.10. DTA curves of ordered and disordered Ni<sub>3</sub>Fe alloys after deformation of 90% by cold rolling. (Heating rate: 20°C/min). Arrow mark indicates recrystallization temperature.

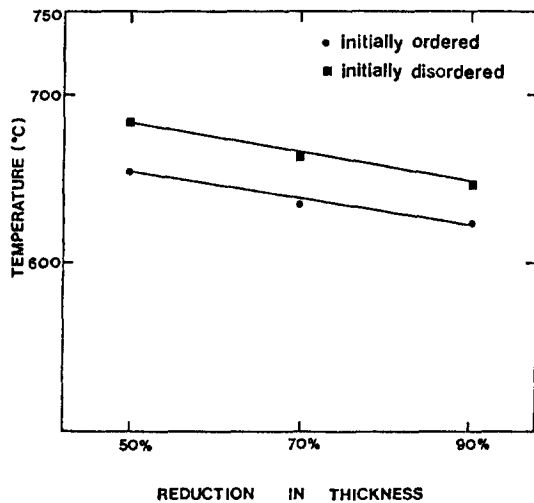


Fig.11. Relation between recrystallization temperature determined from DTA curve and deformation degree for the ordered and disordered states in Ni<sub>3</sub>Fe alloy.

저장되어 있던 축적에너지가 방출함에 의해 나타난 것이다. 피크온도를 재결정온도라 가정할 때 Fig.8~Fig.10에서 볼 수 있는 바와 같이 재결정온도는 불규칙격자가 규칙격자보다 높음을 알 수 있다. Fig.11은 재결정온도를 가공도에 대해 나타낸 것이다. 두 상태 모두 가공도가 증가할수록 재결정온도는 낮아지고 동일 가공도에서 불규칙격자의 재결정온도가 규칙격자의 재결정온도보다 높다.

이것은 규칙격자내의 APB가 전위 이동을 방해하기 때문에 동일 가공도에서 재료내에 도입된 축적에너지가 규칙격자의 경우가 불규칙격자보다 크기 때문에, 다음의 식(1) 및 식(2)에 의해 재결정의 핵생성과 성장이 촉진되기 때문이다.

$$\gamma_c = \frac{2\gamma}{\Delta E_s} \dots\dots\dots (1)$$

여기서  $\gamma_c$ 는 재결정핵의 임계반경,  $\gamma$ 는 재결정핵과 가공된 기지와의 계면에너지,  $\Delta E_s$ 는 냉간가공시에 재료내에 도입된 축적에너지이다.

$$G = \frac{D_B}{KT} \cdot \frac{\Delta E_s}{\lambda} \dots\dots\dots (2)$$

여기서, G는 재결정핵의 성장속도,  $D_B$ 는 결정입계에서의 자기 확산계수, K는 Boltzmann 상수, T는 절대 온도,  $\lambda$ 는 결정입계 두께,  $\Delta E_s$ 는 축적에너지를 각각 나타낸다.

#### 4. 결 론

L1<sub>2</sub>형 Ni<sub>3</sub>Fe 합금을 마련하여 열처리에 의해 상온에서 규칙격자 및 불규칙격자를 만든 다음, DTA 시험과 경도측정을 통해서 이 두 상태의 재결정 거동을 조사하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

- 1) 불규칙격자는 약 10%가공도까지는 경도가 급히 증가하다가, 그 이후에서는 가공도의 증가와 더불어 경도가 완만하게 직선적으로 증가하였다. 규칙격자의 경우는 약 10%가공도까지는 경도가 불규칙격자보다 더 급히 증가하며 약 50%까지는 약간의 증가가 있고 그 이후부터는 가공도와 더불어 경도가 감소하였다.
- 2) 90%까지의 각 가공도에서 규칙격자의 경도가 불규칙격자의 경도보다 높았다.
- 3) 냉간가공된 불규칙격자를 각 온도에서 동시가열했

을 때 재결정이 일어나기 직전의 온도구간에서 정도 증가현상이 나타났으며, 이것은 가공을 받은 불규칙격자로부터 가열시에 규칙화가 일어났기 때문이라 생각된다.

4) 가공도가 증가할수록 규칙격자 및 불규칙격자 모두 재결정온도는 감소하였으며, 동일 가공도에서 규칙격자의 재결정온도는 불규칙격자의 재결정온도보다 낮았다. 이것은 규칙격자내의 많은 수의 APB가 냉간가공시에 전위이동을 방해하기 때문에 재료내에 도입된 축적에너지가 불규칙격자보다 규칙격자가 더 크기 때문이다.

#### 「후 기」

이 연구는 1987년도(1987.5.25-1989.5.24) 과학재단 기초연구(일반)비로 이루어진 것이다.

#### 5. 참고문헌

1. M. Yamaguchi and Y. Umakoshi : J. Mater. Sci., 15 (1980), 2448.
2. S. Takeuchi and E. Kuramoto : Acta Met., 21 (1973), 415.
3. T. Saburo, T. Hamana, S. Nenno and H. Pak : Japan. J. Appl. Phys., 16 (1977), 2-67.
4. D.M. Wee and T. Suzuki : Trans. JIM, 20 (1979), 634.
5. P.H. Thornton, R.G. Davies and T.L. Johnston : Met. Trans., 1 (1970), 207.
6. A.E. Vidoz and L.M. Brown : Phil. Mag., 7 (1962), 1167.
7. B.H. Kear and H.G.F. Wilsdorf : Trans. AIME, 224 (1962), 382.
8. P.A. Flinn : Trans. AIME, 218 (1960), 145.
9. A.E. Vidoz and D.P. Lazarevic and R.W. Cahn : Acta Met., 11 (1963), 17.
10. A.L. Ward and D.E. Mikkola : Met. Trans., 3 (1972), 1479.
11. W.B. Hutchison, F.M.C. Besag and C.V. Honess : Acta Met., 21 (1973), 1685.
12. B.A. Greenberg and Yu. N. Gornostirev : Scripta Met., 19 (1985), 1357.
13. J.B. Cohen and M.B. Bever : Trans. AIME, 218 (1960), 155.