

|||||||
論 文
 |||||

Al-15Cu-1Mg합금의 일방향응고시 시편의 길이변화에 따른 응고거동변화

문 철 희

Effects of the Alloy Length on the Growth Behavior of Directionally Solidified Al-15Cu-1Mg Alloy

Cheol-Hee Moon

Abstract

Al-15Cu-1Mg alloys have been directionally solidified in 3mm diameter alumina tubes under the conditions of 760 °C of furnace temperature and 12 cm/hr of furnace moving velocity(V). By analyzing the evolution of the temperature profiles along the alloy length, the position of the solid/liquid interface, temperature gradient(G) and local growth velocity (R) were determined. These growth characteristics were compared for 6, 10, 14 cm length alloys. Steady state growth region was obtained in 15 cm length alloy, not in 6, 10 cm.
 (Received May 8, 1997)

1. 서 론

일방향응고(DS: Directional Solidification)법은 성장 속도(R)와 고상/액상 계면에서의 온도구배(G)가 일정하게 유지되게 하는 방법으로 응고와 관련된 많은 분야에서 중요하게 연구되어지고 있다. 예를 들면, 응고 후 조직에 영향을 미치는 인자들을 연구하기 위하여 일방향응고가 연구되어지고 있으며[1-4], 터빈 블레이드와 같은 제품의 제조 혹은 전자재료로의 용도로서 단결정을 성장시키는 Bridgman법과도 밀접한 관련이 있다. 이와같은 일방향응고조직은 응고거동에 따라 미세조직의 scale과 모양, 방향성 등이 달라지므로 응고거동을 이해하는 것이 중요한 과제가 된다. 일방향 응고시 응고거동에 영향을 주는 인자들로는 시편의 직경, 시편합금의 열전도도, 튜브의 열전도도, 로온도, 냉각수의 온도, 시편의 길이 및 시편을 움직이는 속도(V) 등이 알려져 있다[5]. 이들 중에서 시편의 길이에 대해서는 일반적으로 시편의 길이가 너무 짧은 경우에는 균일한 응고조직을 얻기가 힘들다고 알려져 왔으나[6], 구체적으로 시편의 길이가 응고거동에 어떠한 영향을 미치는가에 대해서는 보고되어 있지 않다.

일방향응고합금의 응고거동을 파악하는데 있어서 중요한 인자는 시편의 온도분포, 고상/액상 계면의 위치, 계면에서의 온도구배(G), 고상의 성장속도(R) 등이 있다. 일방향응고에서 고상의 성장은 시편을 고정된 채 가열로를 일정한 속도(V)로 움직이든지, 이와는 반대로 가열로를 고정된 채 시편을 동일한 속도(V)로 움직임으로 인하여 얻어진다. 그런데 많은 연구자들은 일방향응고합금의 응고거동을 이해하는데 있어서 고상의 성장속도(R)가 로(혹은 시편)의 이동속도(V)와 동일하여 응고과정 중 시편의 고상/액상 계면의 위치가 로에 대하여 변하지 않는 조건인 정상상태의 응고 조건(steady state growth condition)을 가정하여 응고거동을 해석해왔다[3, 7, 8]. 그러나 이는 시편의 고상부와 액상부가 무한하게 길고 로와 냉각장치도 무한하게 길어야 한다는 조건을 필요로 하는 가정이다. 실제로는 많은 경우에 있어서 정상상태와는 달리 성장속도 R이 시간에 따라 변하는 천이거동을 나타내며[6], 응고가 진행됨에 따라 시편전체에 걸친 온도프로파일이 계속 변하므로 고상/액상계면에서의 온도구배(G)와 고상의 성장속도(R)도 일정한 값을 나타내지 않게 된다. 그런데 특정부위에서의 냉각속도(°C/sec)는 R

(cm/sec)과 $G(^{\circ}C/cm)$ 의 곱이므로 이러한 경우에는 균일한 응고조직을 얻기가 힘들다.

이와같이 일방향응고합금에서 R과 G를 파악하는 것은 응고후 조직의 scale과 모양을 예상하는 데 있어 중요한 수단이며, 응고거동을 해석하는데 있어서 기본이 되는 작업이다. R과 G를 구하는 방법으로는 일방향응고시의 열흐름과 열평형에 대한 모델을 세워서 이를 통하여 R과 G를 구하는 방법[9-11]과 실험을 통한 방법[12-14] 등이 알려져 있으나, 모델링의 경우에는 단순화를 위한 가정이 많으므로 실제 실험치와 차이는 부분이 있을 수 있고 기타 실험의 경우에도 각자가 문제점을 가지고 있다. 따라서 본연구에서는 시편내부에 장치한 열전대(thermocouple)를 통하여 응고과정이 진행됨에 따라 시편길이방향으로의 온도프로파일이 어떻게 변화하는지를 파악하고 이를 통하여 고상/액상 계면의 위치 및 R과 G값을 계산하였으며, 시편의 길이가 6, 10, 14 cm인 경우에 대하여 이들을 비교함으로써 시편의 길이가 응고거동에 미치는 영향에 대하여 조사하였다. 본 연구에서 사용한 합금의 조성은 Al-15Cu-1Mg(wt.%) 합금으로서 이는 3원계합금에서 균일한 미세조직을 얻기위한 연구[15]와 병행할 수 있도록 선택한 합금조성이다.

2. 실험방법

Fig. 1은 본연구에서 시편의 제조에 사용된 일방향응고장치의 개략도이다. 로의 길이는 41 cm, 내부에 냉각수가 순환되고 있는 냉각부의 길이는 7 cm정도이며 로와 냉각부는 서로 밀착되어 있다. 원통형 로에 4세트의 열선이 감겨져 있으며 각각에 위치하고 있는 열전대를 통하여 온도를 조절함으로써 로길이 방향으로 로내부온도가 일정하고 냉각부근처에서는 효과적인 냉각에 필요한 온도프로파일을 가지도록 조절하였다. 로의 온도는 본 연구에서 사용한 Al-15Cu-1Mg(wt.%)합금의 액상선의 온도가 610 °C 정도임을 고려했을 때 용해에 충분한 온도인 760 °C로 고정하였다. Al-15Cu-1Mg(wt.%)합금이 사용되었으며 조성에 맞게 제조된 모합금을 원하는 시편의 길이가 되도록 중량을 재서 알루미늄튜브에 집어 넣었다. 실험에 사용된 도가니로는 내경이 3 mm, 외경이 4.5 mm인 알루미늄튜브(Fig. 1에서 튜브 1)가 사용되었으며 이 튜브내에 장착된 합금은 로내에서 완전히 용해된 후 튜브는 고

정한 채 로를 윗방향으로 일정한 속도(V)로 움직임으로써 튜브내의 용융합금이 로에 밀착된 냉각부로 들어가게 되어 일방향응고조직이 얻어지도록 하였다. 그림에서 d는 가열로와 시편의 상대적인 위치를 나타내기 위하여 도입한 변수로 시편의 아래끝이 냉각부내로 얼마나 깊이 들어가 있는 상태인지를 나타낸다. 즉 Fig. 1에서 d는 시편의 아래끝 위치와 가열로의 아래끝 위치와의 간격을 의미하며, 혼동을 피하기 위하여 d가 음수인 경우는 시편의 아래끝이 가열로내에 있는 경우를, d가 양수인 경우는 시편의 아래끝이 냉각부내로 들어온 경우를 표시하도록 한다. 로의 움직임을 시작하기 전 모든 시편은 $d = -2$ cm, 즉 시편의 아래끝이 로바닥에서 2 cm위에 있게 하여 모든 시편을 액상으로 만든 후 로를 움직여서 시편의 아래부분부터 서서히 응고되도록 하였다. 로의 움직임은 수직방향으로 설치된 축을 따라서 속도가 균일한 모터와 기어를 사용하여 일정한 속도(V)로 제어되었으며 본 실험의 경우에는 $V = 12$ cm/hr로 고정하였다.

로의 움직임에 따른 시편내부온도의 변화를 측정하기 위하여 100 μ m 굵기의 가는 열전대가 사용되었으며 이는 직경 1 mm의 알루미늄 보호대(Fig. 1에서 튜

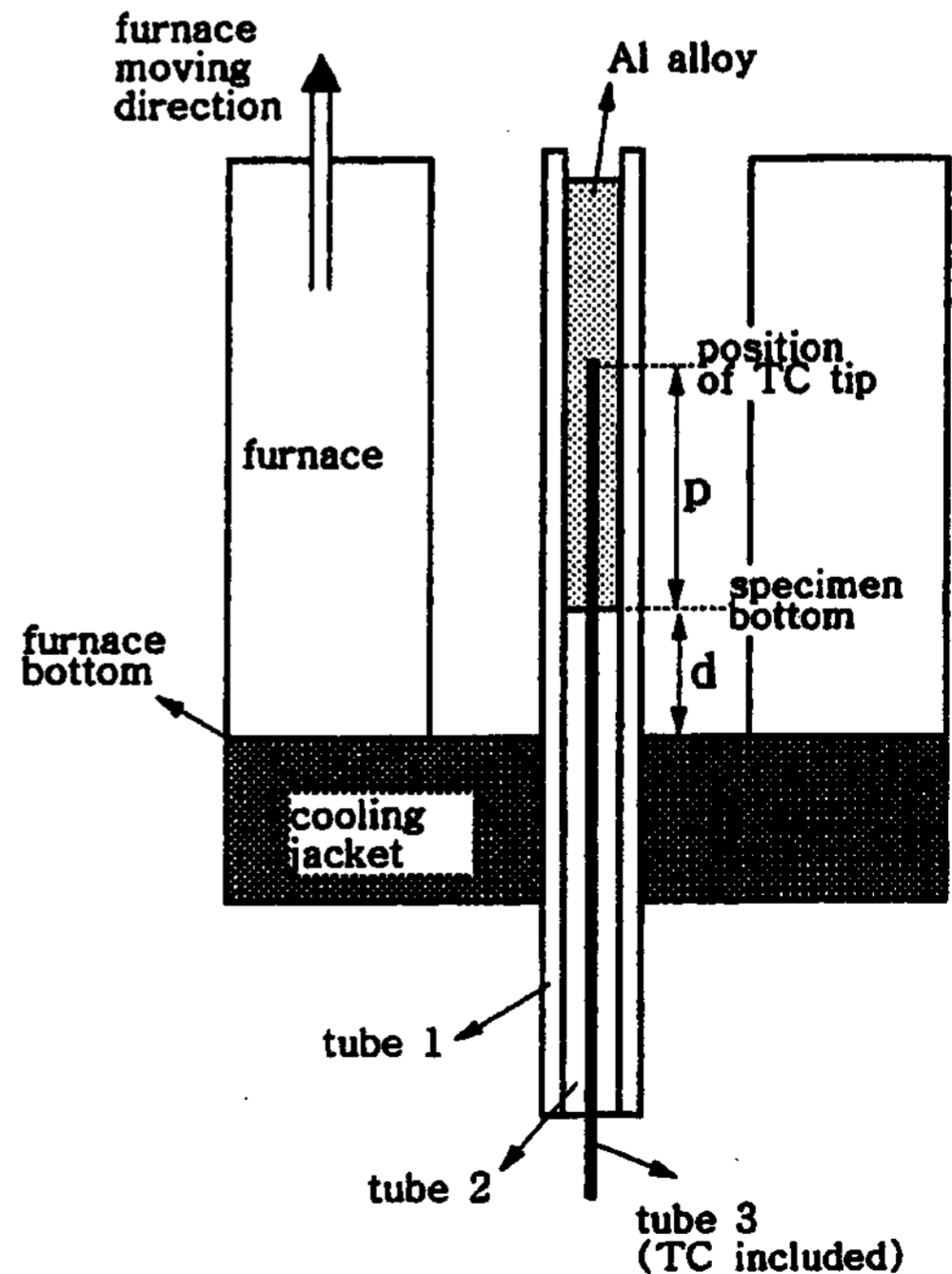


Fig. 1. Schematic drawings of the apparatus for directional solidification.

브 3)를 이용하여 용해가 시작되기 전에 미리 시편내부에 위치되었다. Fig. 1에 표시된 p 는 시편내부에서 열전대의 위치를 나타내는 변수로서 시편의 맨 아래끝 위치를 0으로 하여 열전대선단(thermocouple tip)의 위치를 표현한 것이다. 이 경우 튜브 1과 튜브 3의 사이에는 많은 공간이 있어 합금의 용해시 이 틈으로 흘러내릴 것이므로 내경이 1 mm이고 외경이 3 mm인 튜브 (Fig. 1에서 튜브 2)를 튜브 1과 튜브 3의 사이에 끼워 넣어서 용해된 합금이 흘러내리지 않도록 하였다. 열전대보호대인 튜브 3을 시편내부로 일정길이 p 만큼 삽입하면 시편내에서 위치가 p 인 점의 온도를 읽게 되며, 따라서 로를 움직이면서 이 점의 온도변화를 측정하면 p 점에 대한 냉각곡선을 얻게 된다. 그런데 시편의 응고거동을 살펴보기 위해서는 시편전체에 걸친 온도측정이 필요하므로 본 실험에서는 동일한 시편에 대하여 열전대의 위치를 변화시키며 반복실험하는 방법을 사용하였다. 즉, 시편내 어떤 위치 p 에 대한 냉각곡선이 얻어진 후 튜브 1을 시편이 완전히 재용해되는 위치인 $d=-2$ cm까지 이동하였고, 이 상태에서 튜브 3을 다음 위치 p' 으로 이동하여 p' 에 대한 냉각곡선을 다시 얻는 방법을 반복하였다. 여기서 동일한 시편을 사용하는 이유는 이와같은 실험의 경우 장치의 resetting 및 시편의 교환으로 인한 실험편차를 없애기 위해서이다. 또한 열전대를 아래쪽으로부터 삽입함으로 인하여 용탕에 담그는 경우 발생할 수 있는 열전대를 통한 열전달 등과 같은 문제를 최소화할 수 있었다. 이와같은 실험을 전체시편의 길이방향으로 1 cm간격으로 반복실험하여 각 위치에 대한 냉각곡선을 얻었으며 이를 분석하여 시편의 응고거동을 해석하였다.

3. 결과 및 토의

3.1 시편내 여러 위치에서의 냉각곡선

Fig. 2-Fig. 4는 길이가 6, 10, 14 cm인 시편에 대하여 열전대의 위치 P 를 시편길이방향으로 1 cm간격으로 변화시키며 각 점에서의 냉각곡선을 구한 것이다. 모든 경우에 있어 시편은 $d=-2$ cm 위치에서 10분 정도 유지하여 완전히 용해시킨 후 로를 움직이며 온도변화를 측정하였다. 그림에서 냉각곡선과 합금의 액상선 온도인 610°C 가 만나는 점은 열전대가 610°C 를 나타내는 순간, 즉 고상의 선단부가 열전대가 있는 위치에 도달하는 순간을 의미하며, 이때의 x 좌표는 그

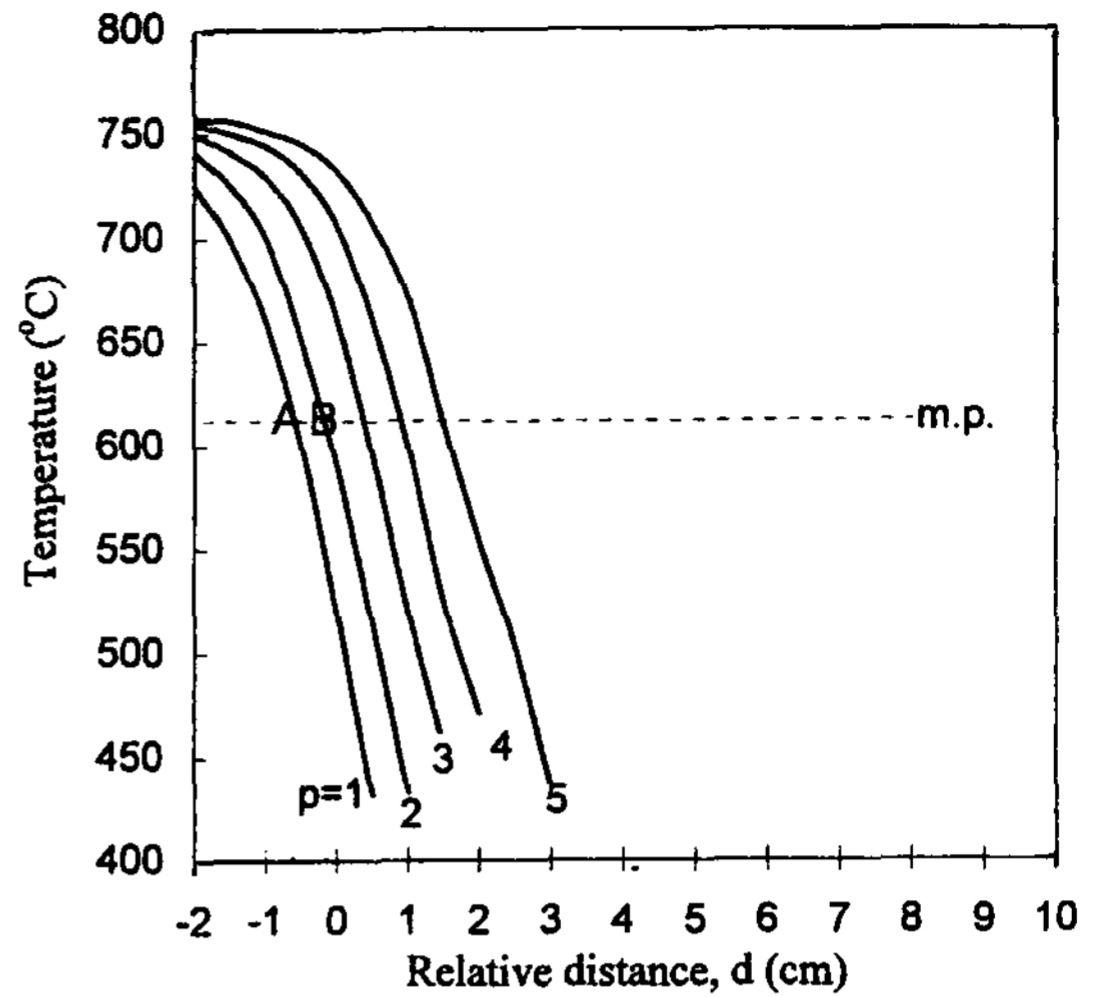


Fig. 2. Cooling curves for the 6cm length alloy (760°C furnace temperature, $V=12$ cm/hr).

순간의 d 값(즉, Fig. 1에서 시편과 로의 상대적인 위치)을 나타낸다. 또한 냉각곡선의 기울기($^{\circ}\text{C}/\text{cm}$)는 정해진 점에서의 온도가 로움직임에 따라 어떻게 변하는가를 나타낸다. 여기서 유의할 점은 이 기울기는 시편의 길이방향으로 분포되어 있는 온도의 기울기 G ($^{\circ}\text{C}/\text{cm}$)와는 다르다는 점이다. 그러므로 전자의 경우는 G 와 구별하여 G^* 로 표기하기로 한다.

3.2 고상/액상 계면의 위치

Fig. 2, Fig. 3, Fig. 4의 냉각곡선 상에서 액상선의

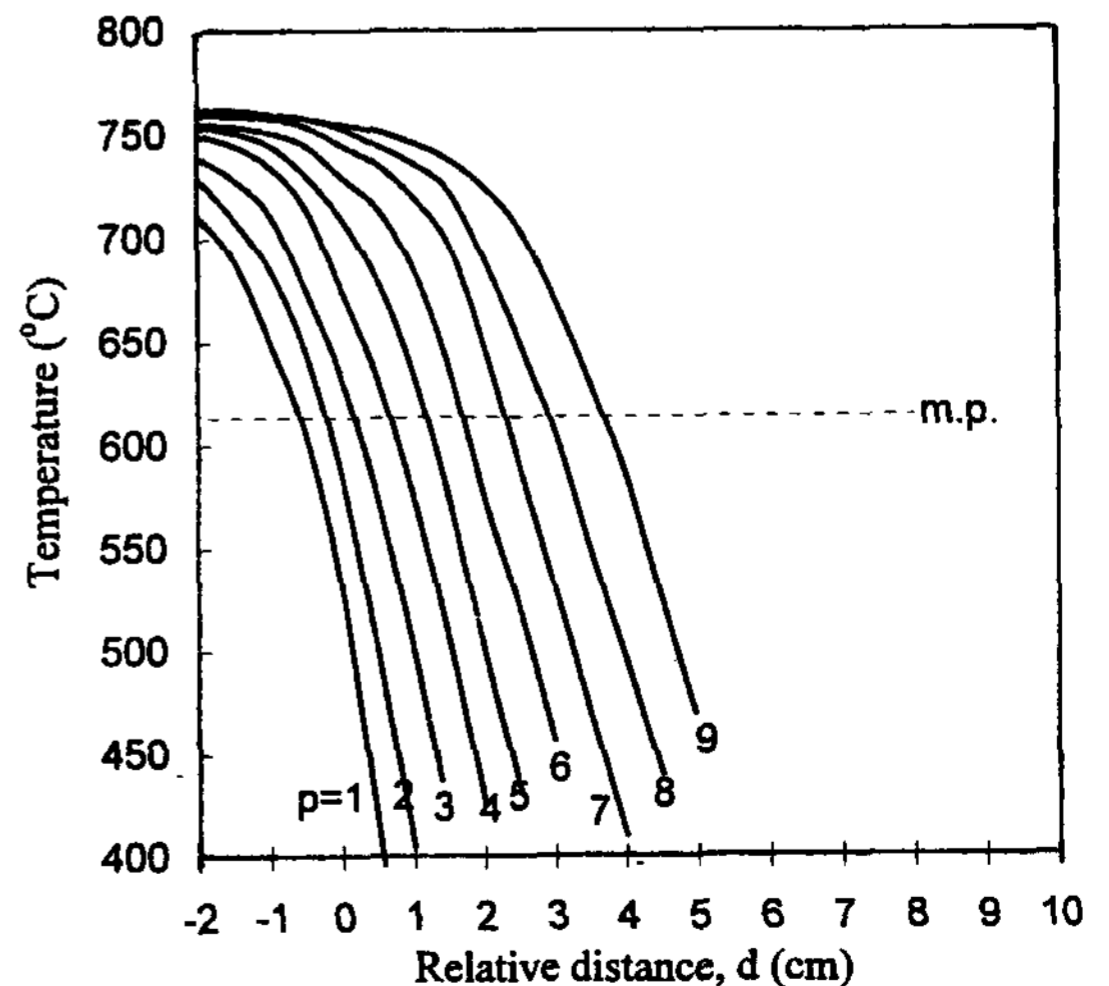


Fig. 3. Cooling curves for the 10cm length alloy (760°C furnace temperature, $V=12$ cm/hr).

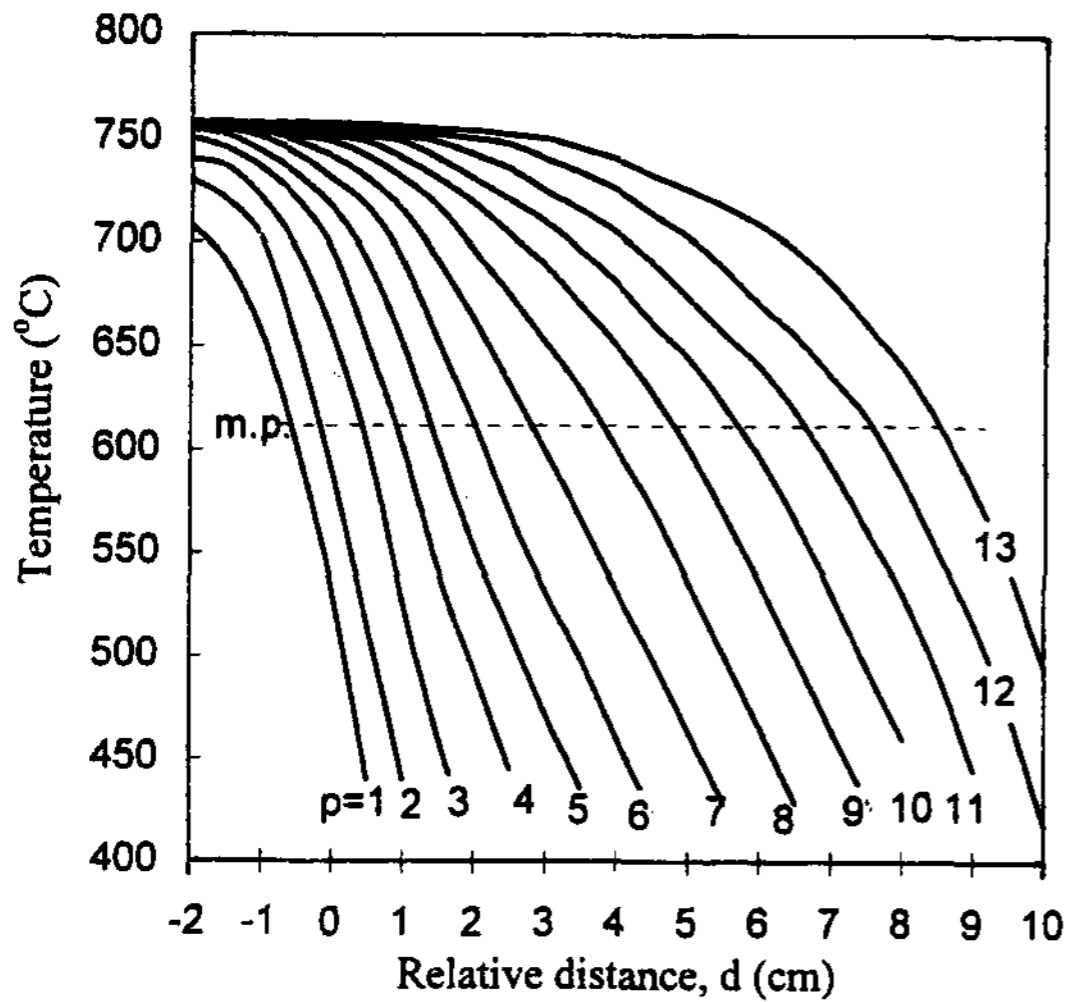


Fig. 4. Cooling curves for the 14cm length alloy (760°C furnace temperature, V=12 cm/hr).

온도인 610°C 등온선과의 교점을 통하여 고상/액상 계면의 위치를 비교할 수 있다. 예를 들어 d=0(즉 시편의 아래끝이 로바닥과 동일선상에 놓여 있는 순간) 일 때 고상/액상 계면이 어디에 위치하는 가를 비교해 보면, 길이가 6, 10, 14 cm인 시편내부에서 각각 p=2.3, 2.5, 2.4 cm인 위치에 있음을 알 수 있으므로 길이를 달리하여도 별다른 차이가 없음을 알 수 있다.

3.3 고상의 성장속도 비교

Fig. 2에서 두 점 A, B는 p값이 각각 1 cm와 2 cm인 두 곳에 고상/액상 계면이 도달하는 순간을 의미하며, 각각의 경우 d값이 -0.6 cm와 -0.2 cm이므로 시편의 하단이 로내부의 0.6 cm, 0.2 cm 위치에 있음을 알 수 있다. Fig. 5는 두 경우에 대하여 로와 시편의 위치, 고상/액상계면의 위치 등을 나타낸 것이다. 본연구에서 사용한 Al-15Cu-1Mg 합금의 경우는 액상선의 온도가 610°C이고 3원계공정온도는 505°C이므로 실제 고상/액상 계면의 모양은 직선이 아니라 셀모양이나 수지상일 가능성이 높다. 따라서 여기서 언급하는 고상/액상 계면이란 고상의 선단을 의미한다. Fig. 5(a)와 (b)를 비교해 보면 시편이 d=-0.6 cm에서 d=-0.2 cm로 0.4 cm 만큼 냉각장치를 향하여 움직이는 동안에(실제로는 로가 움직이지만) 고상은 1 cm에서 2 cm로 1 cm만큼 성장함을 알 수 있다. 여기서 d의 변화량은 V이며 고상의 성장속도는 R이므로 이 부분의 응고조직은 R/V=2.5인 조건에서 형성되었음을 알 수 있다. 이와같이

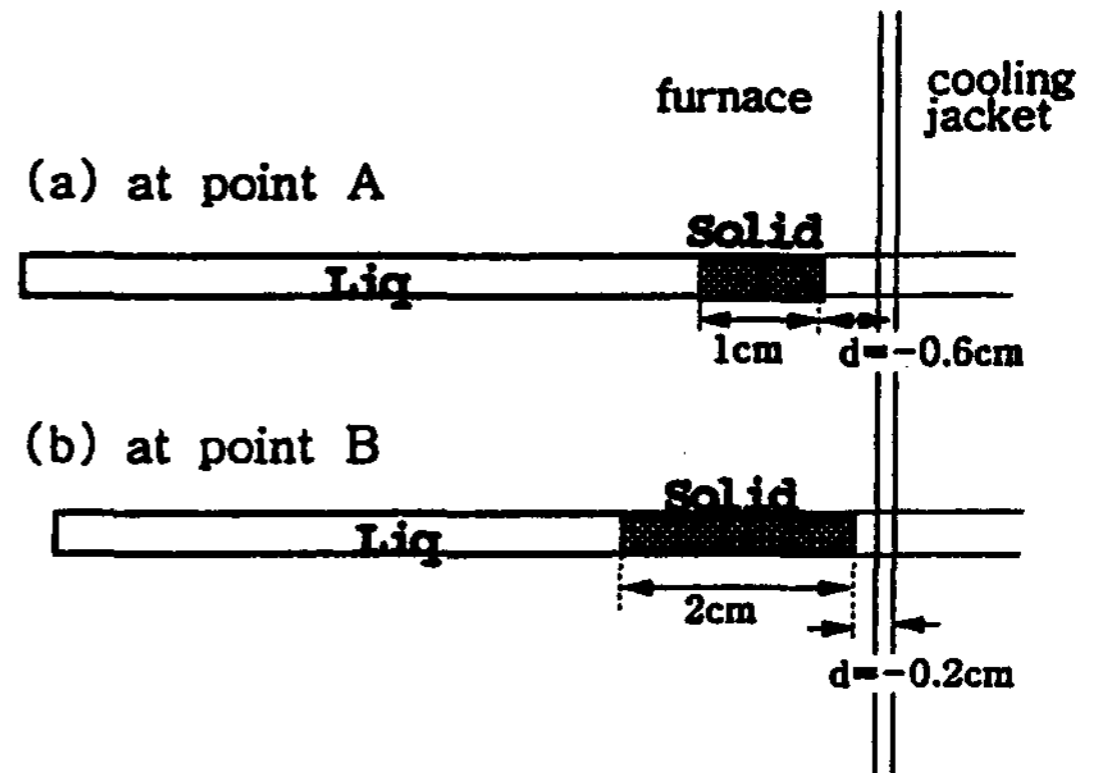


Fig. 5. A schematic drawing which shows the movement of S/L interface during the solidification. (a) point A, (b) point B.

Fig. 2-4에서 인접한 냉각곡선은 시편내에서 1 cm의 간격을 두고 있는 두 위치에 대한 냉각곡선이므로, 이들 사이의 간격이 1 cm라면 이 부분의 국부적인 성장속도 R이 V와 동일한 경우이며, 간격이 n cm라면 성장속도 R은 V의 1/n배라고 말할 수 있다. 여기서 V는 실험상수이므로 R/V만 알면 R을 쉽게 구할 수 있다. 이와같은 방법을 사용하면 시편전체에 걸친 응고속도의 변화를 파악할 수 있다. Fig. 6은 이와같은 방법에 의하여 길이가 6, 10, 14 cm인 시편 각각에 대하여 시편길이에 걸친 R/V값의 분포를 비교해 놓은 것이다. 길이가 6 cm인 경우에는 시편전체에 걸쳐서 R/V값이 2±0.5정도이며, 길이가 14 cm인 경우에는 응고초기

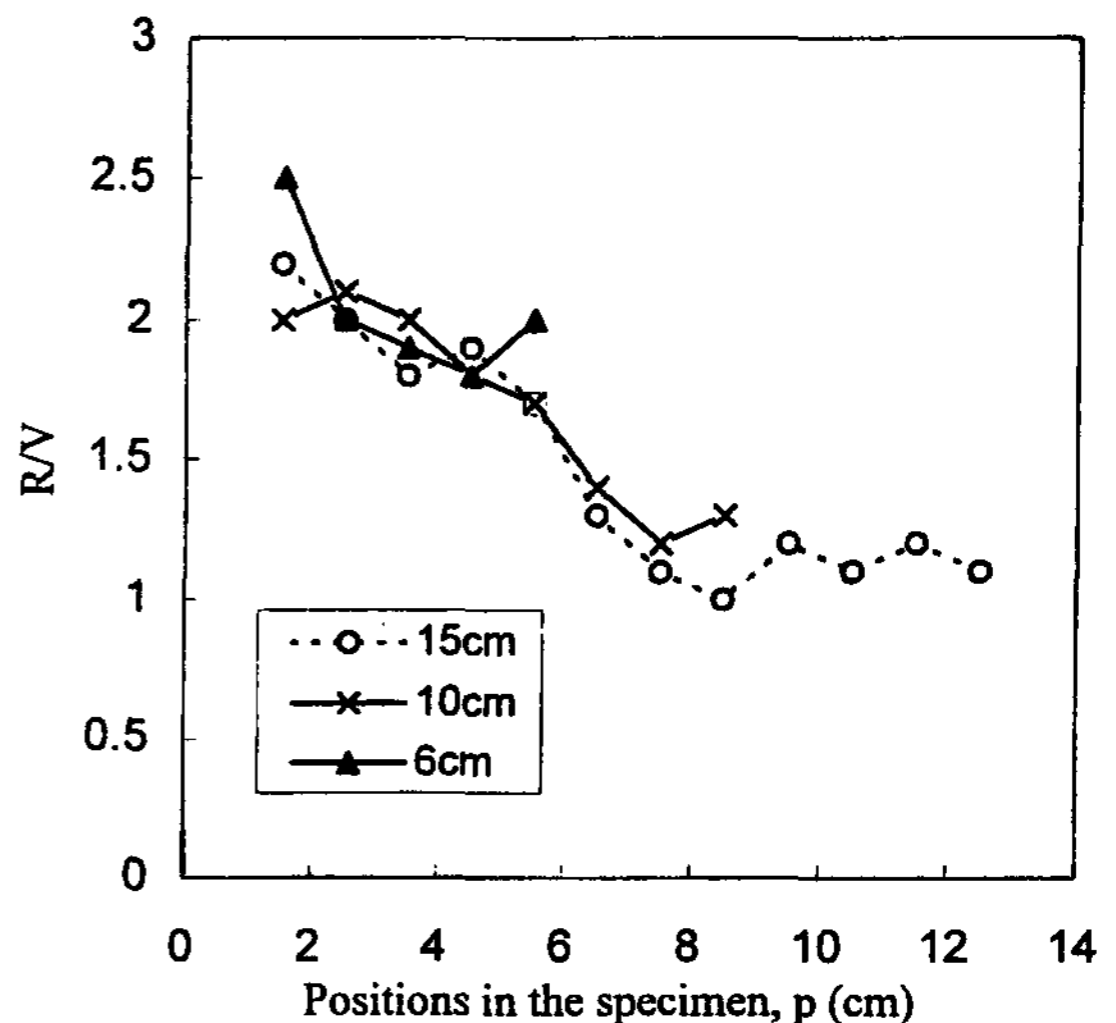


Fig. 6. Comparison of R/V values of different lengths of alloys.

에는 R/V값이 2정도로 길이가 6, 10 cm인 경우와 별 다른 차이가 없으나 응고가 진행됨에 따라 계속 감소하는 천이거동을 보이며, p가 7 cm이상인 부분에 있어서는 R/V값이 1에 가까운 값으로 일정하게 된다. 이는 14 cm시편의 경우 응고 후반부에서는 응고조건이 정상상태(steady state growth condition: R/V=1)에 가깝다는 것을 의미한다.

3.4 G* 값 및 냉각속도

Fig. 2-4에서 냉각곡선의 기울기 G*는 시편이 액체 상태에서 응고되어가는 과정에서 온도변화를 보여주고 있으며 여기서 합금의 응고과정에 직접적인 영향을 미치는 것은 액상선 온도인 610 °C에서의 G*이다. 이를 비교해 보면 다음과 같다. 길이가 6 cm인 경우에는 p=1, 2, 3, 4, 5 cm에 대하여 기울기가 160±20 °C/cm로서 비슷한 분포를 보이고 있다. 여기서 구한 냉각곡선의 기울기와 로이동속도 V(본실험의 경우에는 12 cm/hr)를 곱하면 그 위치에서의 냉각속도(°C/sec)를 나타내게 되므로 이를 계산하면, 시편전체에 걸쳐 냉각속도가 0.5 °C/sec정도로 비교적 균일한 값을 가짐을 알 수 있다. 이와는 대조적으로 길이가 14 cm인 경우에는 초반부의 기울기는 6 cm의 경우와 비슷하나 시편의 후반부로 갈수록 기울기가 작아져서 p=8 cm 이후에서는 70±10 °C/cm의 기울기(이 경우의 냉각속도는 0.23 °C/sec임)를 나타내었다.

3.5 고상/액상 계면에서의 온도구배 G

여기서는 V를 달리하였을 때 고상/액상 계면에서의 온도구배 G(°C/cm)가 어떻게 달라지는가를 살펴보도록 하겠다. Fig. 2-4의 냉각곡선을 이용하여 G값을 측정하는 방법은 다음의 두가지를 생각할 수 있다. 첫째는 x축은 p값을, y축은 온도를 나타내도록 Fig. 2-4의 데이터를 재구성하는 방법이다. 즉, Fig. 2-4의 냉각곡선은 온도를 d의 함수로 나타낸 것으로서 여러 개의 p값에 대한 냉각곡선이 주어져 있으므로 이 온도값들을 고정된 d에 대하여 관찰하면, 시편이 로에 대하여 d만큼의 위치에 있게 되는 순간의 시편 전체에 걸친 온도분포를 p의 함수로 표시할 수 있다[15]. 이러한 온도분포가 응고가 진행됨에 따라 어떻게 변화하는지를 알기 위해서는 서로 다른 d값에 대한 온도분포를 비교하면 되며, 이렇게 얻은 온도분포곡선상에서 온도가 610 °C인 점에서의 온도기울기를 측정하면 고상/

액상 계면에서의 온도구배 G를 구할 수 있다. 둘째는, G*(°C/cm)를 이용하는 방법이다. 앞에서 설명하였듯이 G*는 냉각곡선상에서의 온도기울기를 의미하므로 여기에 로이동속도인 V(cm/sec)를 곱하면 시편의 냉각속도(°C/sec)를 구할 수 있다. 또한 G의 경우는 실제로 시편의 길이방향으로 존재하는 온도분포곡선의 기울기를 의미하므로 여기에 고상의 성장속도 R(cm/sec)을 곱해도 시편의 냉각속도를 구하게 된다. 따라서

$$\text{냉각속도}(^{\circ}\text{C}/\text{sec}) = G^* \times V = G \times R \quad (1)$$

의 관계에서 $G^* = G \times (R/V)$ 이므로 냉각곡선의 기울기인 G*와 냉각곡선간의 간격을 이용하여 측정된 R/V 값을 알면 동일 위치에 대한 G값도 구할 수 있다. 이와같이 냉각곡선으로부터 G값을 구하는 방법은 두가지가 있으며 여기서는 후자의 방법을 이용하여 G값을 구하였다. Fig. 7은 길이가 각각 6, 10, 14 cm인 시편에 대하여 이와같은 방법으로 시편내 여러 위치에서의 G값을 비교한 것이다. 그림에서 알 수 있듯이 길이가 6, 10, 14 cm인 각 경우에 있어 G값은 약 70 °C/cm로 동일한 것으로 파악되었으며, G*값이 시편내 위치에 따라 큰 변동을 보였던 14 cm 시편의 경우에도 시편전체에 걸쳐 G값은 큰 변화가 없는 것으로 나타났다. 이러한 결과는 본실험에서 액상/고상계면에서의 온도기울기는 길이에 상관없이 비슷한 값을 가지며 시편내의 각 위치에 대해서도 큰 차이가 없음을 의미한다. 따라서 식 (1)을 고려하면, 14 cm 길이인 시편의

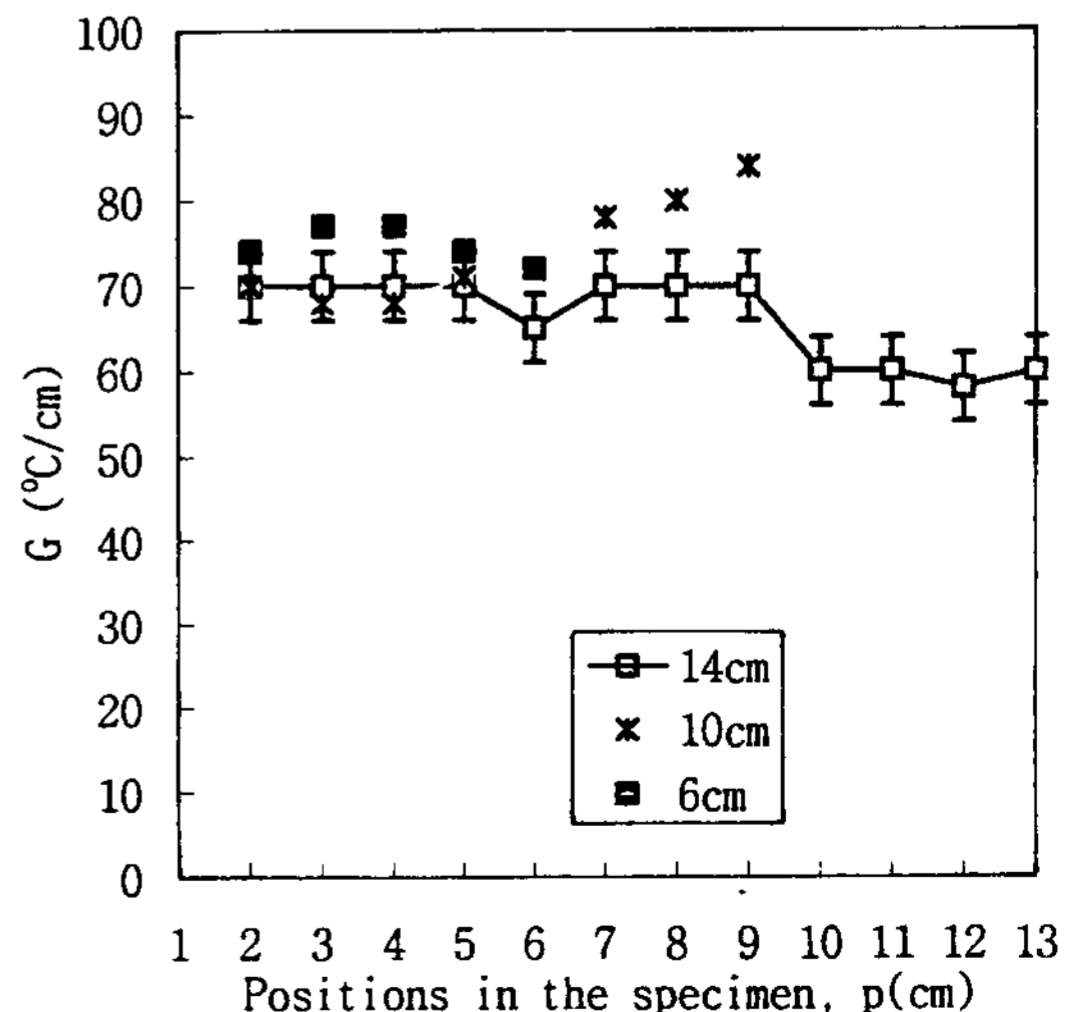


Fig. 7. Comparison of G values of different lengths of alloys.

경우 시편내의 위치에 따라 G*값이 크게 달라지는 것은 각 위치에서 G는 동일하지만 고상의 성장속도 R이 다르기 때문인 것으로 이해할 수 있다.

4. 결 론

길이가 6, 10, 14 cm인 시편에 대하여 시편내부의 여러 위치에서의 냉각곡선을 구하고 이를 분석하여 응고거동을 비교한 결과 다음과 같은 결론을 얻을 수 있었다.

1) 시편의 초반부에 대해서는 길이에 관계없이 G*, G, R 등의 응고거동이 비슷한 것으로 나타났다.

2) 고상의 성장속도 R을 측정된 결과 14 cm 시편의 경우 응고 후반부에서는 정상상태(R/V=1)에 가까운 응고거동을 나타내었다. 그러나 6 cm, 10 cm 길이의 시편에서는 정상상태 응고거동을 보이지 않았다.

3) 14 cm 길이인 시편의 경우 시편내의 위치에 따라 G*값이 크게 달라지는 것은 각 위치에서 G는 동일하지만 고상의 성장속도 R이 다르기 때문인 것으로 이해할 수 있다.

참 고 문 헌

[1] M. H. Burden and J. D. Hunt, J. Crystal Growth, 22

(1974), 99

[2] I. R. Hughes and H. Jones, J. Mater. Sci., 11 (1976), 1781

[3] R. M. Sharp and A. Hellawell, J. Crystal Growth, 5 (1969), 155

[4] M. A. Taha, Metal Sci., 13 (1979), 9

[5] N. A. Mahallawy and M. Farag, J. Crystal Growth, 44 (1978), 251

[6] T. W. Clyne, J. Crystal Growth, 50 (1980), 684

[7] T. Okamoto and K. Kishitake, J. Crystal Growth, 29 (1975), 137

[8] T. Edvardsson, H. Fredericksson and I. Svensson, Metal Sci., 10 (1976), 298

[9] R. J. Naumann, J. Crystal Growth, 58 (1982), 554

[10] T. Jasinski, W. M. Rohsenow and A. F. Wit, J. Crystal Growth, 61 (1983), 339

[11] T. Jasinski and R. J. Naumann, J. Crystal Growth, 66 (1984), 469

[12] L. R. Morris and W. C. Winegard, J. Crystal Growth, 6 (1970), 61

[13] D. Walton, W. A. Tiller and W. C. Winegard, Trans. AIME, 203 (1955), 1023

[14] K. Kakimoto and T. Hibiya, J. Crystal Growth, 91 (1988), 509

[15] 문철희, 한국금속학회지, 게재예정