

■■■■■■■■■■
論 文
■■■■■■■■■■

Ni-Al-Fe 3 원계합금의 미세조직 및 기계적 특성

최답천* · 배대성

Microstructures and Mechanical Properties of Ni-Al-Fe Ternary Alloys

Dap-Chun Choi[†] and Dae-Sung Bae

Abstract

Mechanical properties and microstructures of the Ni-Al-Fe and Ni-Al-Fe-(B, Zr) alloys which containing 10~30at.%Fe, 0.1at.%B and/or 0.1at.%Zr have been investigated. The experimental results showed that the microstructures of Ni₂₅Al were changed from a single phase γ to dual phase γ and β by addition of 27at.%Fe. Ni₄₅Al, however, kept the single β phase even though Fe was added upto 30at.%. The hardness of Ni₂₅Al were increased from H_RC 70 to H_RC 39 by addition of 27at.%Fe. In the case of Ni₄₅Al which have H_RC 37, the hardness was decreased by 10at.%Fe addition, but increased with 30at.%Fe. The yield strength and ultimate compressive strength in the compressive test have showed a similar trend with the hardness change. The strain to fracture was 14% at maximum and achieved in Ni₂₅Al-27at.%Fe and Ni₂₅Al-27at.%Fe-0.1at.%B alloys. The Ni₄₅Al showed a relatively low strain to fracture as 4%. The impact absorption energy of Ni₂₅Al increased from 0.74 kg-m to 1.81 kg-m by addition of 27at.%Fe. In case of Ni₄₅Al, the addition of 10at.%Fe and 10at.%Fe with small amounts of B and Zr did not change significantly the impact absorption energy of 0.60 kg-m, whereas the addition of 30at.%Fe with small amounts of B and Zr increased it slightly. In fracture tests, both of two basic materials showed the same intergranular fracture but by adding Fe it changed to the cleavage fracture mode or co-existing of cleavage and intergranular fractures.

Keywords: Ni-Al-Fe ternary alloys, Microstructures, Mechanical properties, Intergranular fracture, Cleavage fracture.

(Received November 8, 2004; Accepted December 20, 2004)

1. 서 론

내열 구조용 금속간화합물 재료는 내열성, 내충격성, 비강도, 비강성 및 내부식성 등의 여러 가지 엄격한 성능이 요구되며 주로 aluminide 및 silicide가 많다. 그 중 Ni-Al계 금속간 화합물은 비중이 스테인리스강이나 Ni기 초합금과 같은 현재 상용되고 있는 고온구조용 재료보다 낮으며, 내산화성 및 내황화성등 화학적 안정성이 뛰어나며, 용점이 높고 고온강도도 우수하나 실온연성 및 인성이 부족하다는 점이 문제가 되고 있다. Ni-Al계 금속간화합물중 Ni₃Al계는 Aoki[1]가 Ni₃Al에 B를 미량 첨가하여 상온 연성을 크게 개선한 획기적인 결과를 발표한 이후, 미국과 일본을 중심으로 실용화를 위한 연구가 활발히 진행되어 왔다.

그리고 NiAl[2]은 비강도, 내산화성 등이 Ni₃Al보다 우수하고, 결정구조가 단순하며, 조성범위가 넓은 안정성 있는 고온재료로 특히, 우주 항공재료로 유망하나 NiAl은 자체의 독립 슬립계 부족으로 상온에서 매우 취약하다. 이를 해결하기 위해 Ni-Al계에 Fe, Cr, Cu, Ag, Nd, Mn 및 Co등[3-8]을 첨가하여 미세조직을 제어함에 의해 기계적 성질의 향상을 도모하고 있으며, 특히 Ni-Al계에 Fe를 첨가하거나 Ni-Al-Fe계에 Ti, Cr등을 첨가하여 미세조직 및 기계적성질을 개선키 위한 연구[5,9-14]가 많이 수행되고 있다. 그러나 상기 합금의 미세조직 및 기계적성질에 미치는 B 및 Zr의 영향에 관한 연구결과는 거의 없다.

본 연구에서는 화학양론 단상(γ) Ni₃Al계에 실온 연·인성이 좋은 것으로 보고된[8,12] 조성을 참조하여

전남대학교 신소재공학부(Dept. of Materials Science and Engineering, Chonnam National Univ., Chonnam, 500-843 Korea)
[†]E-mail : dcchoi@chonnam.chonnam.ac.kr

Fe를 27at.%첨가하고, 비화학양론 단상(β) Ni-45at.% Al계에 Fe를 10at.% 또는 30at.%를 첨가한 후 입계 강화 원소로 B 및 Zr을 각각 0.1at.% 첨가하여 미세 조직과 구성상 및 기계적성질과 파면조사를 통하여 Fe 및 B와 Zr의 첨가로 인한 미세조직 및 기계적 특성의 변화로부터 내열구조용 재료로서의 가능성을 모색하였다.

2. 실험 방법

본 연구에서는 원재료로 Ni은 순도 99.91%의 분말(미국, Cerac Co.)을, Fe는 99.96%의 전해철 분말(미국, SCM Co., A-210)을, Al은 순도 99.98%의 주괴를 적당한 크기로 절단한 후 초음파 세척한 것을, B은 순도 99.5%의 입상(미국, Cerac Co.)을, 그리고 Zr은 순도 98%의 입상(미국, Cerac Co.)을 Table 1에 나타난 화학조성대로 각각 10^{-4} g까지 칭량한 후 용해용 시료로 하였다. 위와 같이 준비된 시료를 아크 용해로(한국, (주)에이스 진공)내의 수냉 Cu hearth에 장입하여 진공처리한 후 4N급의 고순도 Ar가스 분위기하에서 용해하였다. 시료는 무게 35 g, 길이 35 mm, 두께 12 mm 정도의 bar상으로 용해전 후의 중량차가 0.2% 이하인 것만을 선택하여 고순도 Ar가스 분위기하 1000°C에서 7일간 균질화 열처리한 후 노냉하였다. 이어서 시험 목적에 맞게 각각 절단한 시편은 SiC연마지로 #2000까지 습식연마하고, 1.0 및 0.3 μm 크기의 Al_2O_3 분말로 정연마한 후 초음파 세척하여 Ni_3Al 계 화합물은 Kalling 부식액(2 gCuCl₂-40 mlHCl-50 ml methanol-40 mlH₂O)으로, NiAl계 화합물은 2 mlHF-49 mlH₂O-25 mlmethanol-25 mlHNO₃ 조성의 부식액으로 부식시킨 후 광학현미경으로 미세조직의 변화를 관찰하였다. 그리고 각 시료에 대한 변화 및 생성상을 확인해 보기 위해 XRD 및 SEM & EDS 분석을 행하였다. 경도는 로크웰경도계로 각 측정부위에 대하여 C-scale로 7회 측정후 평균하였으며, 상은 항복강도, 최대 압축강도 및 파괴까지의 변형률은 만능인장 시험기(미국, United Calibration Co., SFM-20)로 정연마된 $4 \times 4 \times 8 \text{ mm}^3$ 의 크기의 시편에 대해 최대하중 1400 MPa에서 변형속도($\dot{\epsilon}$) = $1.67 \times 10^{-2} \text{ S}^{-1}$ 로 측정하였으며, 상은 항복강도는 0.2% offset값으로 하였다. 그리고 각 시료의 파괴거동은 0.2 kg-m(W=800 g, R=25 cm)용량의 미니 샤르피 충격 시험기로 시편을 파단

Table 1. Chemical compositions of Ni-Al alloys.

Alloy No.	Chemical Composition (at.%)				
	Ni	Al	Fe	B	Zr
(a)	bal.	25			
(b)	bal.	25	27		
(c)	bal.	25	27	0.1	
(d)	bal.	25	27		0.1
(e)	bal.	45			
(f)	bal.	45	10		
(g)	bal.	45	30		
(h)	bal.	45	10	0.1	
(i)	bal.	45	30	0.1	
(j)	bal.	45	10		0.1
(k)	bal.	45	30		0.1

하여 충격치를 구한 후 SEM(일본, JEOL, JSM5200)으로 파단면을 조사하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1 미세 조직 및 상분석

Fig. 1은 Ni-25at.%Al(이하 Ni25Al) 및 Ni-45at.%Al(이하 Ni45Al)에 Fe를 첨가하고 열처리한 후의 미세조직의 변화를 나타내며, 0.1at.% B 및 Zr의 첨가 유무에 따른 미세조직은 차이가 없어 나타나지 않았다. Fig. 1에서 기본조성 Ni25Al합금 (a)는 단상의 조대한 의사 등축정을 보이고 있으나 Ni25Al에 Fe를 27at.% 첨가한 합금(이하 Ni25Al27Fe) (b)에서는 등축정에서 수지상으로 변화하였는데 Ni25Al에 Fe를 20at.%에서 32.5at.%까지 첨가하고 어닐링한 때는 2상으로 이루어진 수지상조직을 나타내고, 수지상은 규칙 bcc구조의 β 상(B2)으로, 수지상사이는 기지상이 fcc상(γ 상)으로 이루어져 있다는 Tsau등[13,15]의 보고와 일치하고 있다. 그리고 기본조성 Ni45Al합금 (c)는 단상의 조대한 의사 등축정을, Ni45Al에 Fe를 10at.%와 30at.% 첨가한 합금(이하 각각 Ni45Al10Fe 및 Ni45Al30Fe) (d)와 (e)는 Ni25Al에 Fe를 첨가한 경우와 달리 의사 등축정을 나타내고 있는데 이는 Fe가 Al과 Ni의 각 부격자점에 완전 치환 고용되어 단상인 β 상으로 존재하기 때문인 것으로 생각된다. 그리고 B과 Zr은 현재까지는 없으나 결정립을 약간 미세화시키는 경향을 나타냈다.

Fig. 2는 Ni-25Al합금 및 Ni-45Al합금과 여기에 Fe

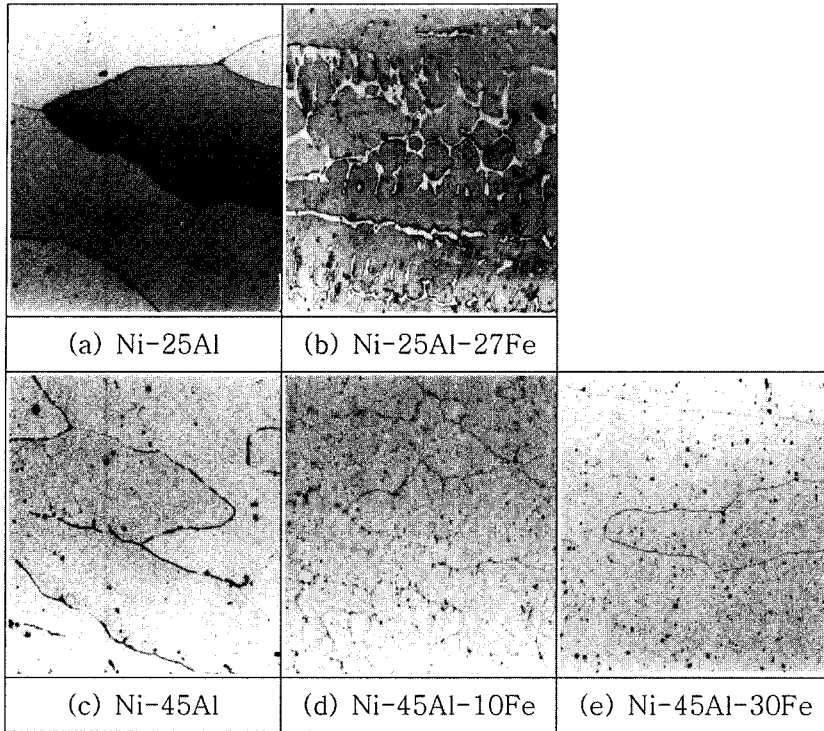


Fig. 1. SEM micrographs of Ni-Al alloys heat treated at 1000°C for 7 days.

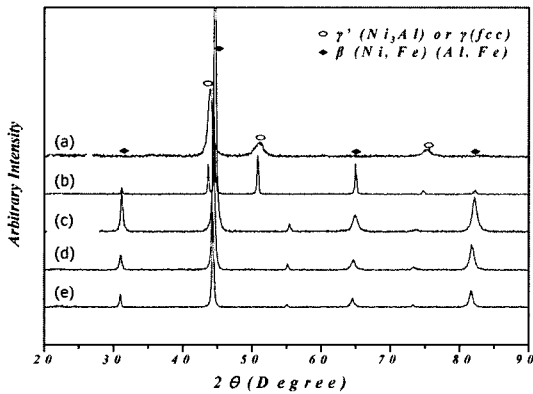


Fig. 2. X-ray diffraction patterns of Ni-Al alloys ; (a) Ni-25Al, (b) Ni-25Al-27Fe, (c) Ni-45Al, (d) Ni-45Al-10Fe, (e) Ni-45Al-30Fe

를 첨가한 합금에 대한 XRD 분석결과를 나타내며, 0.1at.% B 및 Zr의 첨가한 경우 분석결과는 첨가치 않은 경우와 차이가 없어 나타내지 않았다. Fig. 2(a)의 Ni25Al합금은 분석결과 γ' peak만이 존재하고 있는데 이는 Ni-Al 2원계 상태도의 25at.%Al에서 L1₂격

자구조를 갖는 $\gamma'(Ni_3Al)$ 단상으로 존재하는 것으로부터 확인 할 수 있다. 그리고 Fig. 2(b)의 Ni25Al27Fe합금은 γ' 또는 $\gamma(fcc)$ 상 외에 B2격자구조의 $\beta(NiAl)$ peak이 나타나고 있는데 이는 Fig. 3의 상온에서의 3원계 상태도[16]의 조성점 A(at.%를 wt.%로 환산)에서 $\gamma'+\beta$ 의 2상 혼합조직으로 존재하고 있는 것으로부터 확인할 수 있으며, S.Guha등[5]은 Ni-20Al-30Fe합금에서, Tsau등[9]은 Ni-25Al-xFe 주조합금에서 수지상은 단상 규칙 $\beta(B2구조)$, 수지상사이의 영역은 γ' (불규칙 fcc)+규칙 β 의 공정조직이고, 작은 준안정 γ' (규칙 fcc)의 석출상이 수지상사이의 γ 상 기지내에 존재한다고 보고하고 있다. 그러나 Tsau와 Yeh[13]는 Ni-25Al-xFe합금을 어닐링처리하면 γ' 석출상은 γ 기지내로 용해되고 β 수지상 또한 더 낮은 규칙도를 가지므로 35at.%이하의 Fe함량을 갖는 합금의 수지상사이 영역은 3상 상태(β 상 입자+ γ 상 기지+ γ' 석출상)로부터 2상상태(β 상 입자+ γ 상 기지)로 변화한다고 보고하고 있다. 따라서 본 연구에서는 Ar가스 분위기하 1000°C에서 7일간 균질화 열처리한 후 노랭하였기 때문에 Fe-25Al합금은 규칙 γ 상이나, Fe-25Al-27Fe합금

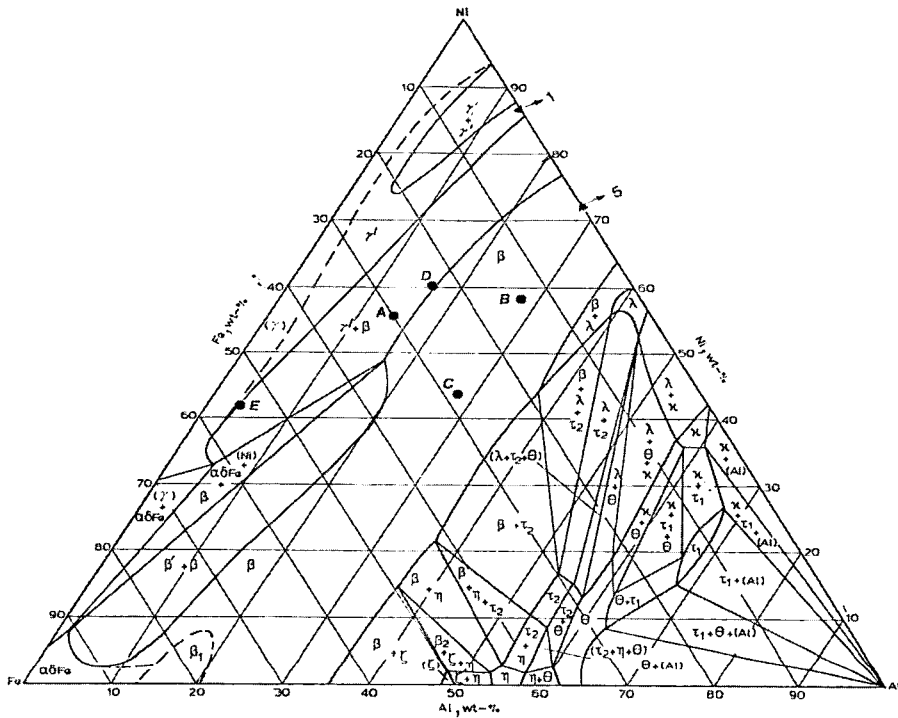


Fig. 3. Ternary phase diagram of Ni-Al-Fe system at room temperature (wt.%);

- A : Ni-25Al-27Fe(Ni-13.5wt.%Al-30.2wt.%Fe) B : Ni-45Al-10Fe(Ni-27.5wt.%Al-12.7wt.%Fe)
- C : Ni-45Al-30Fe(Ni-27.9wt.%Al-38.5wt.%Fe) D : Ni-27Al-22Fe(Ni-14.7wt.%Al-24.8wt.%Fe)
- E : Ni-8Al-53Fe(Ni-4wt.%Al-54.2wt.%Fe)

의 경우 수지상은 규칙 β , 수지상사이는 불규칙 γ 상기 지에 β 입자가 존재하는 두상 혼합조직인 것으로 판단 된다. 그리고 Fig. 2(c)의 Ni45Al에서는 B2구조의 β (NiAl)단상 peak만이 나타났는데 이는 Ni-Al 2원계 상태도로부터 확인 할 수 있으며, Fe를 10 및 30%첨 가한 합금인 Fig. 2(d), (e)도 역시 β 단상을 나타냈는데 이는 Fig. 3의 3원계 상태도의 조성점 B와 C와 같이 Fe를 10at.%와 30at.%를 첨가해도 β 단상 영역 내에 존재한다는 것으로부터 확인 할 수 있다. 여기서 Fig. 2의 β 상은 peak의 강도가 거의 같고, peak의 회절각이 거의 변화하지 않는 것으로 보아 Fe가 B2격자 내의 Ni 및 Al 부격자점에 치환하여 완전 고용되어 있는 (Ni,Fe)(Al,Fe)로 생각된다. 또한 그림에는 없으나 B 및 Zr과 관련된 peak는 검출되지 않았는데 이는 첨 가된 B 및 Zr량이 γ 및 β 의 고용한 이내로 미량 첨 가되었기 때문으로 보인다.

Fig. 4는 Ni-25Al합금 및 Ni-45Al합금과 여기에 Fe 를 첨가한 합금의 EDS 분석결과를 나타낸 것이다. 전

술한 XRD결과와 비교 검토하면 Fig. 4(a)는 Ni25Al 합금의 경우로 γ (Ni₃Al)단상을 나타내며, (b)는 Ni25Al27Fe합금으로 β 와 γ 이 2상이 혼합 공존하는 3원계상태도 Fig. 3의 A점에 해당되는 조성을 갖고, 이를 EDS분석결과 중 point 1의 조성은 D점에 해당 되며 β 영역의 가장자리에 위치하므로 β 상이나 전술한 바와 같이 Fe는 Ni과 Al 어느 격자점에 치환하여 들어 갈 수 있으므로 (Ni,Fe)(Al,Fe)으로 볼 수 있으며, point 2 및 3의 조성은 E점에 해당되며 γ 상 영역의 가장자리에 위치하므로 fcc구조의 γ 상으로 생각된다. 그림으로는 나타내지 않았으나 Ni25Al27Fe에 0.1at.%B 또는 0.1at.%Zr을 첨가한때도 Ni25Al27Fe합금과 동일 하게 γ 와 β 2상이 혼합 공존하였다. 그리고 Fig. 4(c) 및 (d)의 Ni45Al10Fe 및 Ni45Al30Fe합금은 EDS 분석결과가 각 조성의 함량과 일치하고, β 상만이 나타나는 것을 보아 Fe가 전량 Al 및 Fe 부격자 점에 고용 되어 있는 (Ni,Fe)(Al,Fe)으로 보인다.

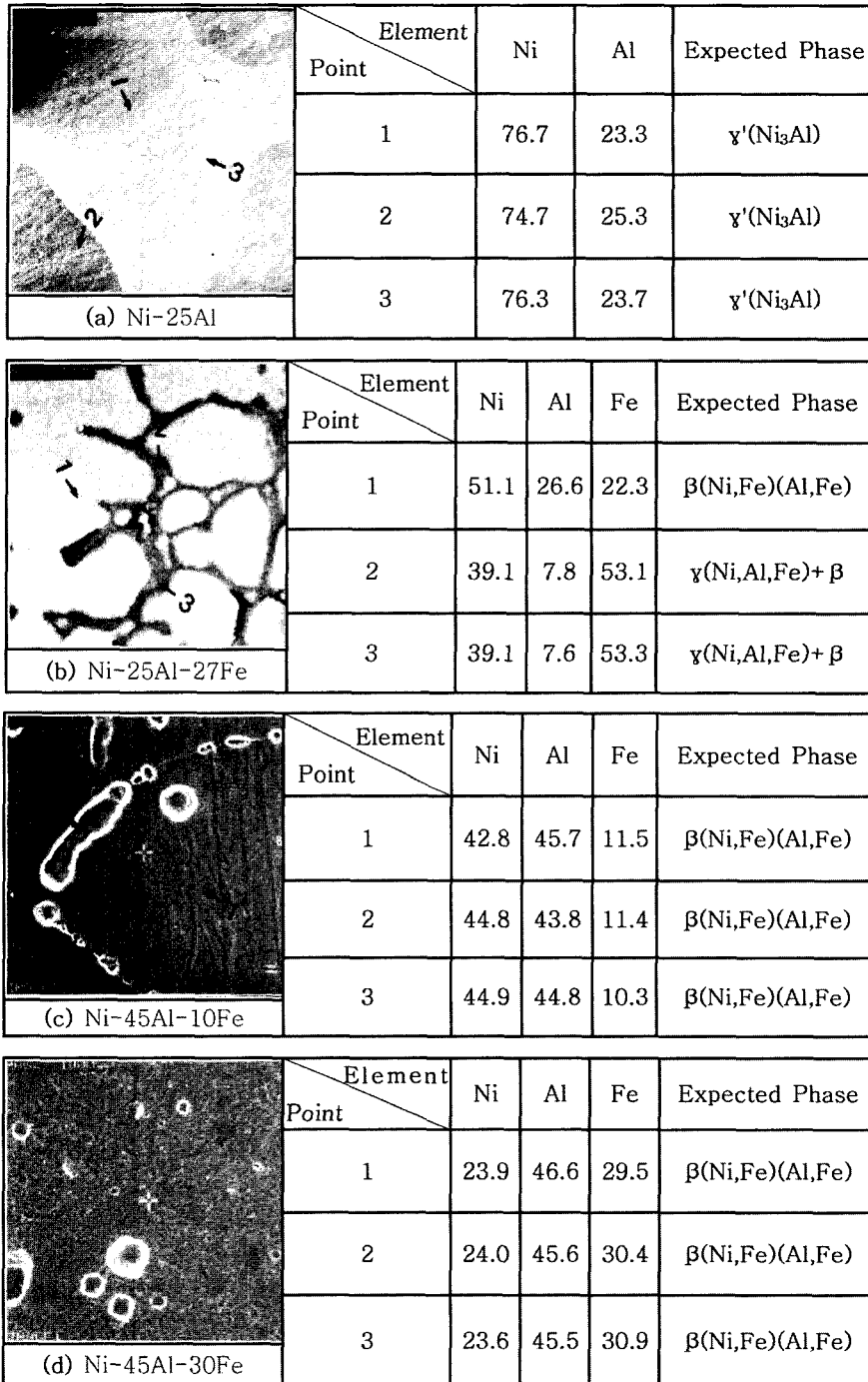


Fig. 4. Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDS) data of Ni-Al alloys.

3.2. 기계적 특성

Fig. 5는 Ni25Al, Ni25Al27Fe, Ni45Al, Ni45Al10Fe

및 Ni45Al30Fe합금 및 여기에 0.1at.%B 또는 0.1 at.%Zr을 첨가한 합금의 록크웰 경도의 변화를 나타낸

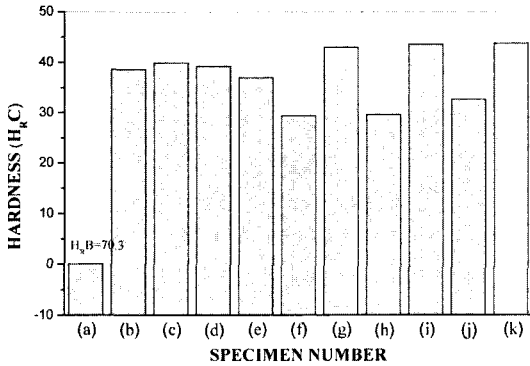


Fig. 5. Rockwell hardness of Ni-Al alloys ; (a) Ni-25Al, (b) Ni-25Al-27Fe, (c) Ni-25Al-27Fe-0.1B, (d) Ni-25Al-27Fe-0.1Zr (e) Ni-45Al, (f) Ni-45Al-10Fe, (g) Ni-45Al-30Fe, (h) Ni-45Al-10Fe-0.1B, (i) Ni-45Al-30Fe-0.1B, (j) Ni-45Al-10Fe-0.1Zr, (k) Ni-45Al-30Fe-0.1Zr

다. Fig. 5에서 Ni25Al은 경도가 70H_RC로 상당히 낮았으나, Ni25Al27Fe합금에서는 39H_RC로 상당히 증가하였고, 여기에 0.1at.%B를 첨가한 합금에서는 경도가 약간 증가하나 0.1at.%Zr을 첨가한 합금에서는 거의 변화가 없어 이들 원소의 미량첨가는 정도에는 큰 영향이 없었다. 그리고 Ni45Al합금은 경도가 37H_RC로 Ni25Al합금의 70H_RC에 비해 상당히 높아 B2구조의 Ni45Al합금이 L1₂구조의 Ni25Al합금보다 경하였다. 또한 여기에 Fe를 10at.%첨가한 Ni45Al10Fe합금에서는 29H_RC로 약간 낮아지나 30at.%첨가한 Ni45Al30Fe에서는 43H_RC로 경도가 Ni45Al합금보다 크게 증가하였다. 이상으로부터 Ni25Al에 Fe를 첨가하면 강도가 증가하는 것은 전술한바와 같이 Ni25AlFe합금은 수지상 조직을 나타내고 수지상은 β, 수지상사이는 γ+β로 구성되는데 상술한바와 같이 주 구성상인 규칙 β상은 37H_RC, γ상은 70H_RC로 β상이 γ상보다 훨씬 경하기 때문에 즉 경도가 증가한 것으로 판단된다. 그리고 Ni45Al에 Fe를 10at.% 첨가하면 경도가 29H_RC로 약간 낮아지나 30at.% 첨가한 Ni45Al30Fe에서는 43H_RC로 경도가 크게 증가하는 것은 Ni45Al-xFe 3원계 합금에서 강도의 조성의존성은 Fe의 치환위치와 강한 관계가 있고 Fe가 10at.%인 때 제일 규칙 바른 배열을 하는 것으로 판단하고 있는 Mabuchi등[17]의 보고로부터 10at.%Fe에서 경하고 융점이 높은 NiAl과 연성이 있는 FeAl의 특징을 겸비한 배열을 이루기 때문에 경도가 약간 감소하며 30at.%에서 강도가 증가하는 것은 Fe량의 증가에 의한 고용강화효과의 증대로 생각된다.

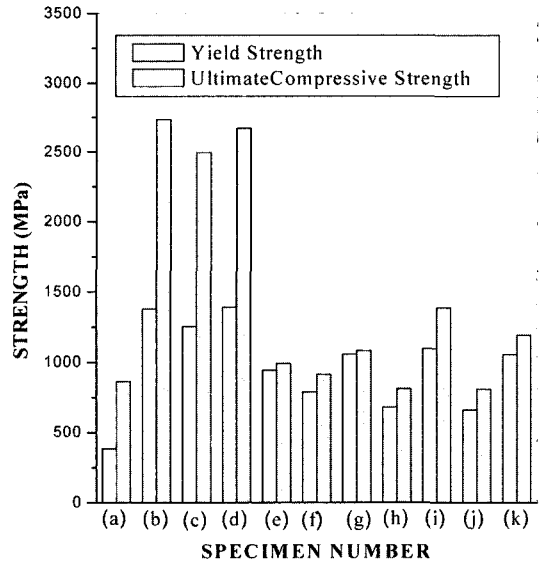


Fig. 6. Yield Strength(YS) and Ultimate Compressive Strength (UCS) at $1.67 \times 10^{-2}S$ of Ni-Al alloys ; (a) Ni-25Al, (b) Ni-25Al-27Fe, (c) Ni-25Al-27Fe-0.1B, (d) Ni-25Al-27Fe-0.1Zr (e) Ni-45Al, (f) Ni-45Al-10Fe, (g) Ni-45Al-30Fe, (h) Ni-45Al-10Fe-0.1B, (i) Ni-45Al-30Fe-0.1B, (j) Ni-45Al-10Fe-0.1Zr, (k) Ni-45Al-30Fe-0.1Zr

Fig. 6은 Ni25Al, Ni25Al27Fe, Ni45Al, Ni45Al10Fe 및 Ni45Al30Fe합금 및 여기에 0.1at.% B 또는 0.1at.%Zr을 첨가한 합금을 상온에서 압축시험 한때 항복강도 및 최대 압축강도의 변화를 나타낸다. Fig. 6에서 Ni25Al합금은 항복강도가 388 MPa, 최대압축강도가 872 MPa로 낮으나 여기에 27Fe를 첨가한 Ni25Al27Fe합금은 각각 항복강도가 1378 MPa, 최대 압축강도가 2861 MPa로 크게 증가하며, 전술한 정도의 변화와 그 경향이 일치하였고 Ni25Al27Fe에 B 또는 Zr를 첨가한 합금은 Ni25Al27Fe합금에 비해 약간 낮거나 비슷한 값을 나타내어 B과 Zr의 첨가효과는 나타나지 않았다. 여기서 Fe첨가에 의한 항복강도 및 압축강도의 증가는 상술한바와 같이 Fe첨가에 의해 경한 β상이 생성된 때문으로 생각된다. 그리고 Ni45Al합금은 항복강도가 941 MPa이나 여기에 Fe를 10at.%Fe를 첨가한 합금은 789 MPa로 감소하고, 30at.%로 다량첨가하면 1062 MPa로 크게 증가하여 전술한 정도값과 비슷한 경향을 보이고 있는데 이는 상술한 정도에서의 검토내용과 동일한 이유 때문인 것으로 생각된다. 그러나 Ni45Al10Fe합금에 B과 Zr를 첨가하면 강도가 더욱 감소되고 30Fe에 B과 Zr를 첨가하면 강도가 더욱 증

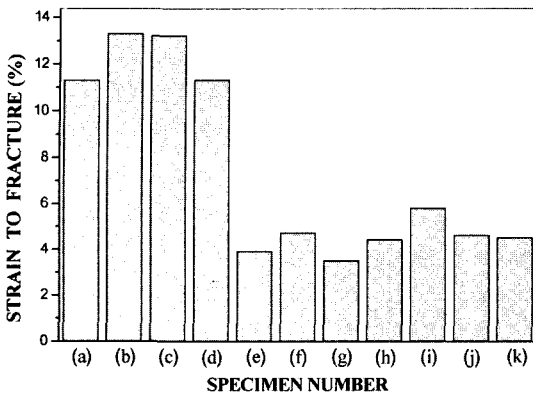


Fig. 7. Strain to fracture at $1.67 \times 10^{-2} S$ of Ni-Al alloys ; (a) Ni-25Al, (b) Ni-25Al-27Fe, (c) Ni-25Al-27Fe-0.1B, (d) Ni-25Al-27Fe-0.1Zr (e) Ni-45Al, (f) Ni-45Al-10Fe, (g) Ni-45Al-30Fe, (h) Ni-45Al-10Fe-0.1B, (i) Ni-45Al-30Fe-0.1B, (j) Ni-45Al-10Fe-0.1Zr, (k) Ni-45Al-30Fe-0.1Zr

가하였는데 이는 Fe첨가량에 따라 B과 Zr의 고용강화 효과가 달리 나타난 것으로 추측되나 그 이유에 대해서는 추후 연구가 필요할 것으로 생각된다.

Fig. 7은 Ni25Al, Ni25Al27Fe, Ni45Al, Ni45Al10Fe 및 Ni45Al30Fe합금 및 여기에 0.1at.%B 또는 0.1at.%Zr을 첨가한 합금을 상온에서 압축시험 한때 파단까지의 변형률의 변화를 나타낸다. 본 실험은 압축 시험이기 때문에 변형률을 지표로 직접적인 연성 평가는 어려우나 응력-변형률 곡선의 형상 및 균열이 발생할 때까지의 변형률을 비교함에 의해 어느 정도의 연성평가를 행할 수 있다. 여기서 Ni25Al합금은 변형률이 11%정도이며, Fe를 첨가하면 2%정도 상승하고, B 첨가하면 역시 비슷하게 변형률이 향상되나, Zr을 첨가한 때 변형률의 차이는 거의 없었다. 이로부터 Ni25Al27Fe합금과 여기에 0.1at.%B를 첨가한 때가 파괴까지의 연성이 가장 좋음 알 수 있다. 이는 Misra [18] 등에 의하면 Fe첨가로 인해 연성 상 γ 와 경한 상 β 가 생성되는데, 상온변형시 연성 상 γ 이 먼저 변형되어 전위가 이 부분에 집적되고, 이 전위가 상온에서 경한 상 β 에 전위 이동을 유발시켜 상온 연성을 갖게 하는 것으로 보고하고 있다. 그러나 상기 두 합금에서 B첨가에 의한 변형률의 차이는 나타나지 않았는데 이는 B의 유용한 효과는 화학양론에 의존하고, Ni₃Al의 연성증가는 25at.%Al 이하에서만 효과가 있다는 보고[19,20]를 감안하면 Fe첨가에 의한 Ni의 함유량 감소로 B의 효과가 거의 나타나지 않거나, 고용한

이상 첨가된 B이 결정립계에 편석하여 입계를 강화하므로서 파괴모드를 입계파괴로부터 입내파괴로 변화시키기 때문에 연신률이 증가한다는 보고[16,21]로부터 본 연구에서 첨가된 B량이 고용한 이내이기 때문에 B의 효과가 나타나지 않은 것으로 생각된다. 그리고 Ni45Al의 경우는 Ni25Al보다 상당히 낮은 3.9%의 변형률을 보이고 있고, Ni45Al에 10Fe, 30Fe, 10Fe-0.1B, 10Fe-0.1Zr 및 30Fe-0.1Zr을 첨가한 때는 변형률이 4% 내외로 거의 큰 변화는 없었으며, Ni45Al30Fe-0.1B의 경우만 변형률이 약6%로 향상되었는데 Fe를 30%로 다량 첨가한 때 Zr첨가에서는 변화가 없으나 B첨가시에만 향상되는 이유에 대해서는 추후 더 연구해야 할 과제로 생각된다.

3.3. 충격 시험 및 파괴 양상

Fig. 8은 Ni25Al과 Ni25Al27Fe 및 Ni45Al, Ni45Al10Fe 및 Ni45Al30Fe합금과 여기에 0.1at.% B 또는 Zr을 첨가한 합금에 대해 미니 샤르피 충격 시험기를 사용하여 측정된 값을 표준값으로 환산 보정한 흡수 에너지값을 나타낸다. Fig. 8에서 Ni25Al의 흡수 에너지 값은 0.74kg-m이었으나 Ni25Al에 27at.%Fe를 첨가한 Ni25Al27Fe합금은 1.81kg-m으로 3배정도 크게 상승하였으며, 여기에 B 또는 Zr을 0.1at.%첨가한 합금은 1.93 kg-m정도로 약간 상승하였다. 그리고 Ni45Al 및 여기에 Fe를 10at.%와 30at.% 첨가한 Ni45Al10Fe와 Ni45Al30Fe합금의 흡수에너지는 0.57

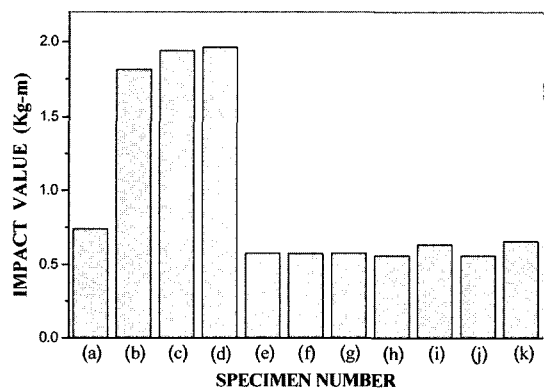


Fig. 8. Impact absorption energies(kg-m) of Ni-Al alloys ; (a) Ni-25Al, (b) Ni-25Al-27Fe, (c) Ni-25Al-27Fe-0.1B, (d) Ni-25Al-27Fe-0.1Zr (e) Ni-45Al, (f) Ni-45Al-10Fe, (g) Ni-45Al-30Fe, (h) Ni-45Al-10Fe-0.1B, (i) Ni-45Al-30Fe-0.1B, (j) Ni-45Al-10Fe-0.1Zr, (k) Ni-45Al-30Fe-0.1Zr

kg-m정도로 Fe첨가에 다른 변화는 없었다. 그러나 Ni45Al10Fe에 B 또는 Zr을 0.1at.% 첨가한 때는 약간 감소하고 Ni45Al30Fe에 첨가한 때는 0.63 및 0.65 kg-m정도로 다소 증가하여 다소 긍정적인 영향을 나타냈다. 상술한바와 같이 Ni25Al합금에 Fe를 첨가한 때 흡수에너지가 크게 상승한 이유는 2상중 연성인 FCC γ 상이 취성인 BCC β 상의 슬립을 억제하는 효과에 의한 것으로 생각되고, Ni45Al에 첨가한 때는 첨가량의 다소에 관계없이 거의 같은 값을 나타내는 것으로 판단된다.

Fig. 9는 상기 합금을 상온에서 미니 샤르피 충격 시험기로 파단 후 SEM으로 관찰한 파면을 보여준다.

Fig. 9에서 Ni25Al은 γ 상영역의 화학양론적 조성의 합금으로 완전한 입계파괴를 나타내고 있다. 그러나 여기에 27at.%Fe를 첨가하면 입계에서 부채꼴 모양 또는 방향을 갖는 상당히 미세한 깃털 모양(cleavage feather marking)의 파면이 존재하는 벽개파괴로 파괴양상이 변화하였고, 상술한 흡수에너지와의 관계로부터 이런 미세한 깃털 모양의 파면은 파괴가 일어날 때 어느 정도 충격에너지를 흡수하고 균열전파를 억제하여 인성향상에 기여하는 것으로 생각된다. 그리고 Ni45Al 합금은 Ni25Al합금과는 달리 입계파면과 부분적으로 벽개파면이 혼재한 파면을 나타냈는데 화학 양론적 NiAl에서는 입계 파괴가 주된 파괴이며, 화학양론에서 벗어날수록 벽개파괴로 파괴양상이 변화한다는 보고

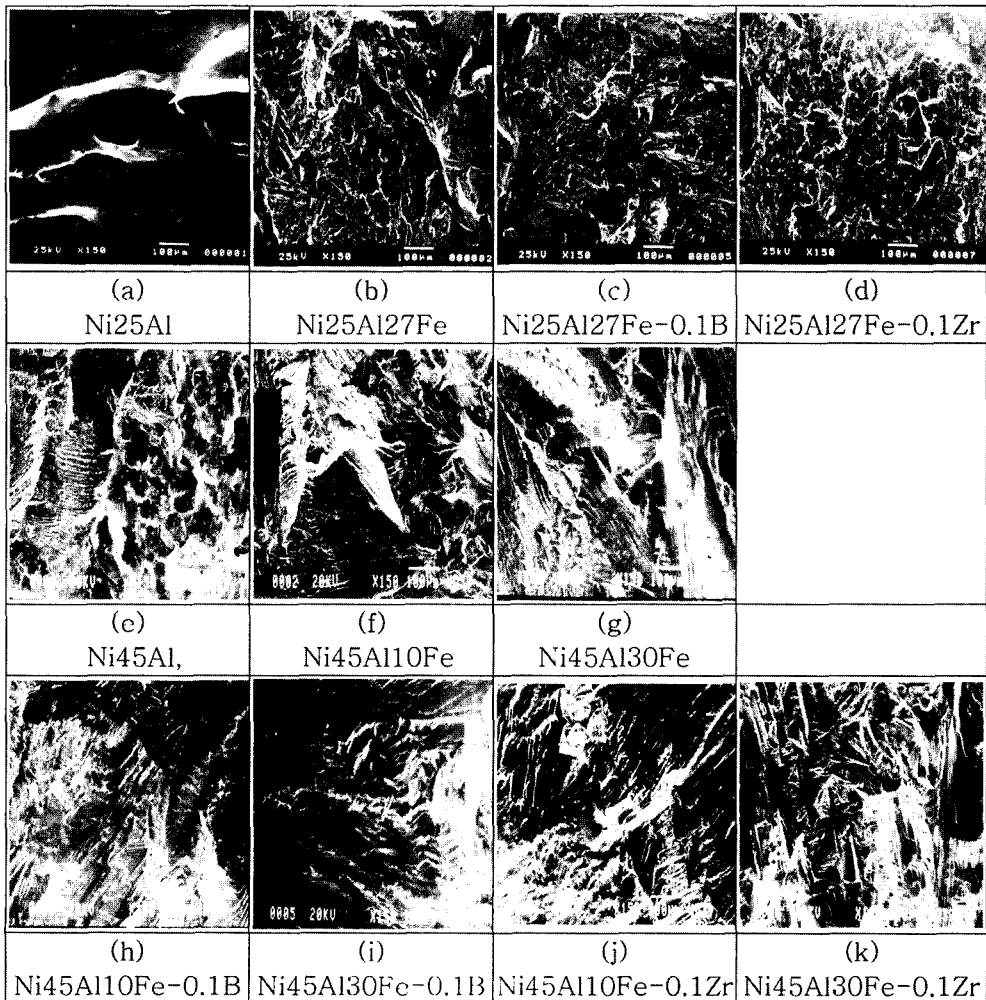


Fig. 9. Fracture surfaces of Ni-Al alloys

[22]와 파괴 변형속도가 클 때 입계·벽개파괴가 혼재하는 양상을 나타낸다는 보고[23]와 일치하는 양상을 보였다. 그리고 Ni45Al합금에 Fe 또는 Fe와 B 또는 Zr을 복합 첨가한 때는 벽개파괴가 주 파괴양상이었으나 그중 Ni45Al10Fe합금은 대부분 굵고 기다란 일방향성의 벽개단으로 구성되어 있고 이러한 파면은 파괴시 균열 발생 및 전파를 억제시키는데 큰 역할을 하지 못한 것으로 보인다. 또한 Ni45Al30Fe합금에 B 또는 Zr을 첨가한 합금은 벽개단이 더 짧고 엉켜있는 데, 이 때문에 흡수에너지가 약간 개선된 것으로 생각된다.

4. 결 론

γ 단상 영역의 Ni25Al과 β 단상 영역의 Ni45Al 합금에 10~30at.%Fe 및 0.1at.%의 미량 B과 Zr을 첨가한 때 합금의 미세조직 및 기계적 성질의 변화에 대한 연구결과는 다음과 같다.

가. 미세조직은 Ni25Al의 경우 γ 단상이었으나 여기에 27at.%Fe를 첨가한 때는 γ 와 β 의 두상 혼합조직을 나타냈으며, Ni45Al 및 여기에 Fe를 10at.% 또는 30at.%첨가한 때 모두 β 단상이었고 결정립크기에 대한 미량원소(B, Zr)의 영향은 크지 않았다.

나. 경도는 Ni25Al은 H_R 70정도이었고, 27at.%Fe첨가로 인하여 경도가 급격히 상승하였다. 그리고 Ni45Al은 H_R 37정도이었고, 여기에 10at.%Fe를 첨가한 때 경도가 더 낮아졌으나 30at.%Fe를 첨가한 때 경도는 더 증가하였다. 항복강도와 최대압축강도는 경도의 변화와 경향이 일치하였다. 파괴까지의 변형률은 Ni25Al에 27at.%Fe와 27at.%Fe-0.1at.%B를 첨가한 때가 14%정도로 가장 좋았고, Ni45Al의 경우는 Ni25Al보다 상당히 낮은 4%정도를 나타냈다.

다. 충격흡수에너지는 Ni25Al은 0.74 kg-m이었으나 Ni25Al에 27at.%Fe를 첨가한 때는 1.81 kg-m로 2.5배 정도 증가하였다. 그리고, Ni45Al 및 여기에 10at.% Fe 및 10at.%Fe와 미량원소(B, Zr)를 복합 첨가한 때는 0.60 kg-m정도로 거의 같은 값을 나타냈으나 30at.%Fe와 미량원소(B, Zr)를 복합 첨가한 때는 약간 향상되었다. 파괴거동은 Ni25Al과 Ni45Al은 모두 입계 파괴를 나타냈으나 Fe를 첨가한 때는 입계파괴와 벽개파괴가 혼재하거나 벽개파괴로 파괴양상이 변화하였으며, 미량 원소인 B와 Zr은 큰 영향을 미치지 않았다.

참 고 문 헌

- [1] K. Aoki and O. Izumi : J. Japan Inst. Metals., "Improvement in Room Temperature Ductility of the L12 Type Intermetallic Compound Ni₃Al by Boron Addition", 43 (1979) 1190-1196.
- [2] D. B. Miracle : Acta Metallurgica et Materialia, "Overview No. 104 The physical and mechanical properties of NiAl", 41(3) (1993) 649-684.
- [3] K. Ishida, R. Kainuma, N. Ueno, and T. Nishizawa : Metallurgical transactions A, "Ductility Enhancement in NiAl (B2)-base alloys by microstructural control", 22A (1991) 441-446.
- [4] S.-J. Jeon and H.-C. Lee : Materials Science and Engineering, "Effect of copper alloying on the deformation behavior of B2 NiAl intermetallic compounds", A153 (1992) 392-397.
- [5] S. Guha, P. R. Munroe and I. Baker : Materials Science and Engineering, "Room temperature deformation behavior of multiphase Ni-20at.%Al-30at.%Fe and its constituent phase", A131 (1991) 27-37.
- [6] W. L. Ren, J. T. Guo, G. S. Lia and J. Y. Zhou : Materials Letter, "Effect of Nd on microstructure and mechanical properties of NiAl-based intermetallic alloy", 57 (2003) 1374-1379.
- [7] J. Zhou and J. T. Guo : Materials Letter, "Effect of Ag alloying on the microstructure of NiAl", 56 (2002) 178-182.
- [8] C. L. Fu, C. T. Liu, Xun-Li Wang, M. Krcma, J. A. Fernandez-Baca : "Magnetism-induced solid solution softening in NiAl with Co, Fe, Mn, and Cr solute atoms; theory and experiment, Intermetallics", 12 (2004) 911-919.
- [9] C. H. Tsau, J. S. C. Jang and J. W. Yeh : Materials Science and Engineering, "Microstructures and mechanical behaviors of Ni-Al-Fe intermetallic compounds", A152 (1992) 264-268.
- [10] C. H. Tao, X. H. Zhao, S. K. Wang, S. Q. Zhang and M. G. Yan : "Effect of Ti addition on microstructure of Ni-Al-Fe System Alloy, Scripta Metallurgica et Materialia", 32(3) (1995) 475-480.
- [11] C.-H. Tsau, J. S.-C. Jang and J.-W. Yeh : Materials Science and Engineering, "The effect of chromium additions on the mechanical properties of Ni-25Al-27.5Fe-based intermetallic compounds", A192/193 (1995) 204-210.
- [12] R. Kainuma, S. Imano, H. Ohtani and K. Ishida : Intermetallics, "Microstructural evolution in ductile β (B2) + γ (L1₂) Ni-Al-Fe alloys", 4 (1996) 37-45.
- [13] C.-H. Tsau and J.-W. Yeh : Materials Chemistry and Physics, "The composite microstructures effect on the mechanical properties of Ni-25Al-xFe intermetallics" 68 (2001) 142-148.
- [14] P. R. Munroe, M. George, I. Baker and F. E. Kennedy : Materials Science and Engineering, "Microstructure, mechanical properties and wear of Ni-Al-Fe alloys", A325 (2002) 1-8.

- [15] C.-H. Tsau : Materials Chemistry and Physics, "The Effects of interface on the mechanical properties of Ni-Al-Fe intermetallics", 75 (2002) 296-300.
- [16] G. V. Raynor and V. G. Rivlin : Phase Equilibria in Iron Ternary Alloys, The institute of metals, Brookfield, The institute of metals North American Publications Center (1988) 107-121.
- [17] Y. Mabychi, H. Hosoda, Y. T., Yoshinao Mishima and T. Suzuki: J. Japan Inst. Metals, "Effects of boron addition on the mechanical properties of Ni-Fe-Al ternary β phase", 62(10) (1998) 912-918.
- [18] A. Misra, S. Hartfield-Wunch and R. Gibala : Proceedings of International Symposium on Intermetallics compounds Structure and Mechanical Properties(JIMIS-6), O. Izumi Ed., June 17-20 (1991) 597.
- [19] S. Ochiai, Y. Mishiyama, M. Yodogawa and T. Suzuki : Trans. Japan Inst. Met., "Mechanical Properties of Ni₃Al with Ternary Addition of B-subgroup Elements", 27 (1986) 32-40.
- [20] C. T. Liu, C. L. White and J. A. Horton : Acta Metallurgica, "Effect of boron on grain- boundaries in Ni₃Al", 33 (1985) 213-229.
- [21] C. L. White, R. A. Padgett and C. T. Liu S. M. Yalisove : Scripta Metallurgica, "Surface and grain boundary segregation in relation to intergranular fracture: Boron and sulfur in Ni₃Al", 18 (1984) 1417-1420.
- [22] K. H. Hahn and K. Vedula : Scripta Metallurgica, "Room temperature tensile ductility in polycrystalline B2 NiAl", 23 (1989) 7-12.
- [23] T. Takasugi, O. Izumi and N. Masahashi : Acta Metallurgica, "Electronic and structural studies of grain boundary strength and fracture in L12 ordered alloys II - On the effect of third elements in Ni₃Al alloy", 33(1985)1259-1269.