

## 論文

### 자전고온반응에 의한 금속간화합물/금속 적층복합재료의 제조공정변수가 미세조직에 미치는 영향

김희연\*, 정동석\*\*, 홍순형\*

### The Effect of Fabrication Process Parameters on the Microstructures of Intermetallic/Metal Laminated Composite by Self-propagating High-temperature Synthesis

Hee-Yeoun, Kim\*, Dong-Seok Chung\*\*, and Soon-Hyung Hong\*

#### ABSTRACT

In this paper, intermetallic/metal laminated composites have been successfully produced that utilizes SHS reactions between Ni and Al elemental metal foils. The reaction between Ni and Al started from the nucleation and growth of  $\text{NiAl}_3$  and was followed by the diffusional growth of  $\text{Ni}_2\text{Al}_3$  between Ni and  $\text{NiAl}_3$ . The SHS reaction was thermodynamically analyzed through the final volume fraction of the non-reacted Al related with the initial thickness ratio of Ni:Al and prior heat treatment. Thermally aging these laminates resulted in formation of a functionally gradient series of intermetallic phases. Microstructure showed that the intermetallic volume percent was 82, 59.5, 40% in the 1:1, 2:1, 4:1 thickness ratio specimen. Main phases of the intermetallic were  $\text{NiAl}$  and  $\text{Ni}_3\text{Al}$  having higher strength at room and high temperatures.

#### 초 록

본 논문에서는 Ni과 Al 금속박판 사이의 자전고온반응을 이용한 금속간화합물/금속 적층복합재료의 제조시 제조공정 조건이 최종 미세조직에 미치는 영향을 연구하였다. 열분석을 통하여 Ni과 Al사이의 반응은 먼저  $\text{NiAl}_3$ 가 핵생성-성장 기구에 의해 생성된 후 다시  $\text{Ni}_2\text{Al}_3$ 로 확산변태됨을 확인하였다. 자전고온반응을 열역학적으로 해석하여 금속박판의 두께비(Ni:Al) 및 반응전 열처리와 반응후 미세조직에서 잔류한 Al의 부피분율과의 관계를 정립하였다. 후열처리 공정에 의해  $\text{Ni}/\text{Ni}_3\text{Al}/\text{NiAl}$ 의 적층구조와 각 두께비에서 82%(1:1), 59.5%(2:1), 40%(4:1)의 부피분율을 가지는 금속간화합물/금속 적층복합재료를 얻을 수 있었다.

**Key Words:** 자전고온반응(Self-propagating High-temperature Synthesis), 적층복합재료(Laminated Composite), 금속간화합물/금속(Intermetallic/metal), 니켈-알루미늄(Ni-Al)

#### 1. 서 론

일반적으로 Al, Ti등의 경량금속소재는 연성과 인성은

좋으나 강도 및 내열특성에 한계를 가지고 있다. 반면에  $\text{TiAl}$ ,  $\text{NiAl}$ 과 같은 금속간화합물은 탄성계수와 강도가 높으며 creep 특성이 우수하나 인성이 낮고 가공성이 좋지

\*+ 한국과학기술원 재료공학과, 교신저자(E-mail:chungha1@kaist.ac.kr)

\*\* 창원기능대학, 재료과

\* 한국과학기술원 재료공학과

않아 생산비가 많이 드는 단점이 있다. 이러한 금속간화합물과 금속의 각각의 장점을 극대화하기 위해 금속간화합물/금속 적층복합재료의 새로운 개념의 신소재가 최근 제안되고 있으며, 이로부터 금속간화합물의 장점인 높은 강도와 탄성계수 및 creep특성을 유지하면서 금속 층의 존재로 과거인성을 획기적으로 향상시킬 수 있는 새로운 금속간화합물/금속 적층복합재료의 개발이 가능하다.

금속간화합물/금속 적층복합재료의 개념은 최초로 Z. A. Munir에 의해 제안되었고[1], 종래에는 이러한 복합재료를 무가압함침법, 가압주조법, 분말야금법, 스퍼터링법 등으로 주로 제조하여왔다. 최근에 Ni, Ti, Fe, Al과 같은 금속 박판을 적층하여 고온에서 자전고온반응(SHS)에 의해 금속간화합물 층을 형성하여 적층복합재료를 제조하려는 새로운 시도가 미국, 일본을 중심으로 진행되어 왔다[2]. 자전고온반응에 의한 적층복합재료의 제조기술은 시판되는 공업용 금속 판재를 이용하여 자전고온반응을 일으켜서 자체 발열 반응에 의하여 금속간화합물/금속 적층복합재료를 만드는 제조기술이며 기존 제조공정보다 대형 부품을 만드는데 유리하며 near-net shape 제조가 가능하고 생산비가 저렴하기 때문에 경제적인 차세대 생산공정으로 가장 유망한 기술 중 하나이다. 그러나, 제조공정 조건이 까다롭고, 미세조직을 정밀하게 조절하기가 어려워 이와 관련된 연구가 절실히 요구되고 있는 실정이다.

본 연구에서는 Ni/Al시스템에서 자전고온반응에 의한 금속간화합물/금속 적층복합재료를 제조하기 위하여 열분석을 통하여 자전고온반응을 열역학적으로 해석하였다. 또한, 진공가압성형(VHP)을 이용하여 시편을 제조하고 사용된 금속박판의 두께비, 반응전 열처리, 후열처리 조건들이 미세조직에 미치는 영향들을 분석하였다. 이를 통하여, 미세조직을 제어함과 동시에 결함이 최소화된 특성이 우수한 적층복합재료의 제조 조건을 연구하고자 하였다.

## 2. 실험방법

### 2.1 소재

실험에 사용된 금속박판은 일본 Nilaco 사의 99.9% 이상 순도의 Ni(100 $\mu\text{m}$ ), Al(100, 50, 25 $\mu\text{m}$ ) 박판을 사용하였으며, 시편제조시 표면오염에 의한 기공생성을 최소화하기 위해 아세톤에서 10분이상 초음파 세척하였다.

### 2.2 열분석

금속박판 사이의 자전고온반응과정을 관찰하기 위하여 각 두께비별(Ni:Al=1:1, 2:1, 4:1)로 Ni과 Al 박판을 교대로 적층하여 600°C에서 1시간동안 확산접합시켜 제조한 시편

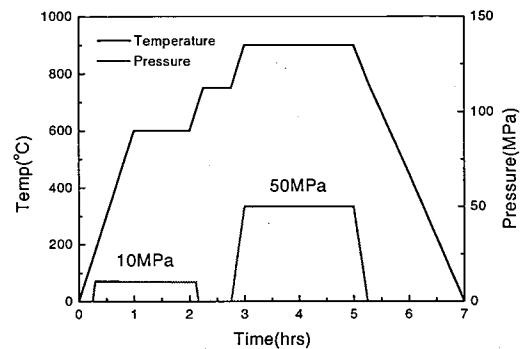


Fig. 1 Typical thermomechanical process of intermetallic/metal laminated composite.

을 DTA(Mettler-Toledo TGA/SDTA851e)를 이용하여 5, 10, 20, 50, 100°C/min의 등속 가열 실험을 행하였다. 각 반응의 활성화에너지자를 계산하기 위하여 Kissinger[3]에 의해 제안된 식을 사용하였다.

$$\frac{d \ln(h/T_p)}{d(1/T_p)} = -\frac{Q}{R}$$

여기서  $h$ 는 승온속도,  $T_p$ 는 피크온도,  $Q$ 는 활성화에너지,  $R$ 은 기체상수이다.

### 2.3 적층복합재료 제조

Fig. 1에 금속간화합물/금속 적층복합재료의 일반적인 공정조건을 나타내었는데, 확산접합단계, 반응단계, 후열처리단계 등으로 구성되어 있다. Ni과 Al박판을 교대로 배열하여 약 1mm두께로 적층한 후 VHP내에서 Fig. 1과 같은 조건으로 고온 가압하여 두께비별로 3가지 종류의 시편을 제조하였다. 적층된 박판의 중심부에 Thermocouple을 삽입하여 반응동안 시간에 따른 온도변화를 측정하여 점화온도(Ti) 및 발열온도(Ta)를 결정하였다. 열처리 온도 및 시간, 가압력 등 공정변수들이 최종 미세조직에 미치는 영향을 조사하기 위해 반응온도(750°C)에서 유지시간(0~1.5hr), 후열처리 온도(900°C, 950°C)에서의 유지시간(1hr, 2hr), 가압력(50MPa, 100MPa)을 변화시킨 후 미세조직을 분석하였다.

### 2.4 미세조직 분석

DTA 및 VHP 공정시 각 조건에서 시편의 미세조직을 광학현미경(Leica DMLM) 및 주사현미경(Philips XL30)을 이용하여 관찰하였고, 각 영역에서의 조성은 EDS(EDAX)를 이용하여 분석하였다. 생성된 금속간화합물의 결정구조는 중성자회절장치(HRPD, Ge(331)) 및 X선회절장치(Rigaku, CuK $\alpha$ )를 이용하여 분석하였다.

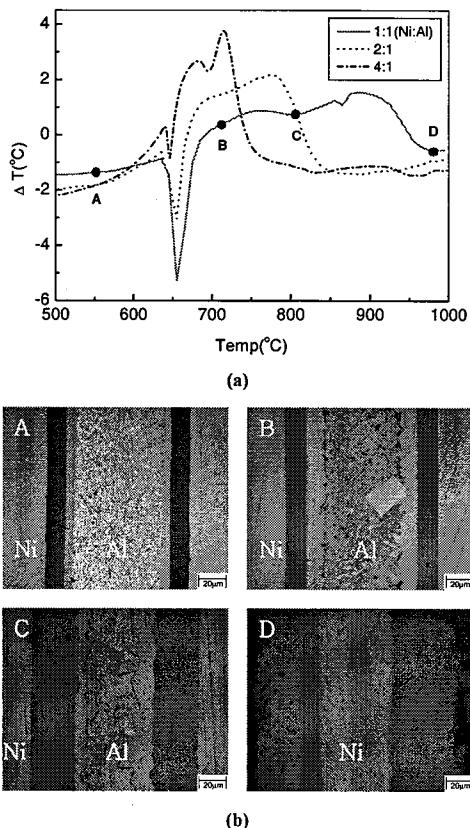


Fig. 2 (a) DTA thermogram of diffusion bonded specimen at the heating rate of  $20\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$  (b) Microstructure at each point of the DTA thermogram in 1:1 specimen.

## 2.5 미세경도 측정

Microvickers 경도기(하중 25g)를 사용하여 제조공정변수에 따른 적층복합재료의 위치별 미세경도변화를 측정 및 비교하였다.

## 3. 결과 및 고찰

### 3.1 Ni/Al 사이의 반응경로

Ni과 Al박판사이의 자전고온반응은 주로 일정온도로 승온 후에 Al이 용해됨과 동시에 Thermal Explosion mode로 발생하는 것으로 알려져 있다[4]. Fig. 2(a)는 각 시편의 DTA 실험결과인데, 본 실험에서는 반응의 시작온도( $T_i$ )는 Al 용점( $660\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) 근방에서 시작되어 이후 두개의 발열피크가 나타났다. 1:1두께비를 가지는 시편의 DTA곡선에서 A, B, C, D로 표시된 각 온도에서 미세조직을 분석한 결과

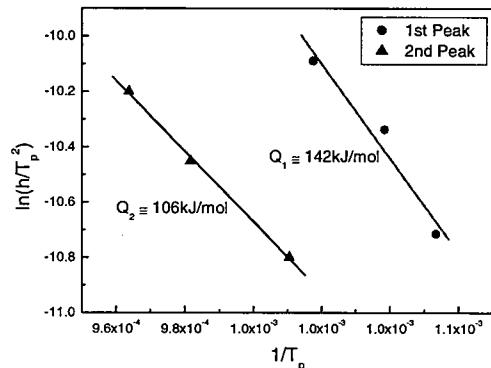
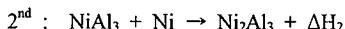
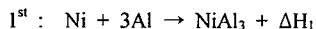


Fig. 3 Activation energy of the each reaction deduced from the Kissinger model[S] in 4:1 specimen.

(Fig. 2(b)), Ni과 Al사이의 반응은 아래와 같이 진행됨을 확인하였다.



즉, 천이액상의 Al내에서 먼저  $\text{NiAl}_3$ 가 핵생성(B) 및 성장(C)된후 다시  $\text{Ni}_2\text{Al}_3$ 로 확산변태(D)되는 과정을 거치게 되며 이것은 Fig. 3과 같이 승온속도를 변화시킬 때, 발열피크의 이동을 반응의 활성화 에너지와 연계시킨 일차원적 확산반응에 적용되는 Kissinger 모델[3]로 계산한 활성화 에너지로부터 확인할 수 있는데, 1<sup>st</sup> 피크의 활성화 에너지는 약 142kJ/mol로서 문헌상에 나타난  $\text{NiAl}_3$ 의 활성화에너지(140~170kJ/mol)[8]와 비슷한 크기를 나타내며, 2<sup>nd</sup> 피크의 활성화 에너지는 약 106kJ/mol로서  $\text{NiAl}_3$ 로부터  $\text{Ni}_2\text{Al}_3$ 가 생성될때의 활성화 에너지이다.

### 3.2 자전고온반응에 대한 두께비의 영향

자전고온반응의 열역학적 특성을 결정짓는 변수로는 점화온도( $T_i$ )와 발열온도( $T_a$ )인데, 이것은 금속박판의 두께비에 의존하여 최종 생성물의 미세조직을 결정하므로, 이에 관한 열역학적 계산이 필요하다.

S. Miura등[5]은 분말시편에 대해 최종 미세조직을 예측하기 위해 열역학적 평형식을 유도하여 적용한 사례가 있으며, 본 연구에서는 금속박판사이의 반응에 적용하기 위해 실험적결과에 기초한 몇가지 가정들을 추가하였다. Fig. 2(a) 및 C.T. Liu등[6]의 결과에 의하면 점화온도는 두께비에 관계없이  $650\text{ }^{\circ}\text{C}$ 로 거의 일정하므로, 아래와 같은 가정 하에 발열온도와 각 상의 부피분율을 관계짓는 열역학적 평형식을 유도하였다. 이때,  $\alpha, \beta, \gamma, \delta$ 는 반응전 Ni, 반응 후 Ni, Al,  $\text{NiAl}_3$ 의 부피분율이며, 각 상의 엔탈피( $H$ )는 문헌[7]에 보고된 자료를 사용하였다.

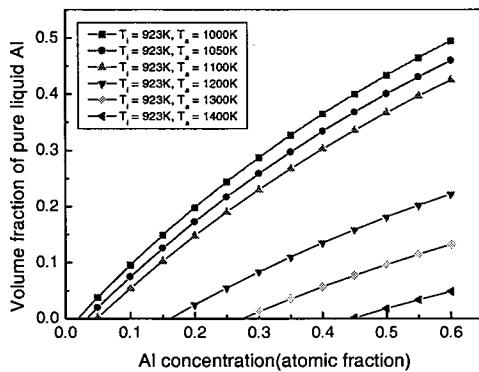


Fig. 4 The thermodynamic calculation result of volume fraction of pure liquid Al with respect to the Al concentration.

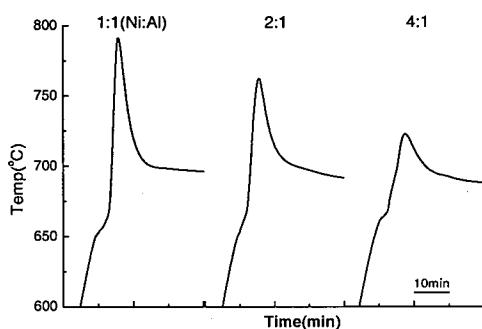


Fig. 5 Temperature-time plot during reaction with respect to the thickness ratio.

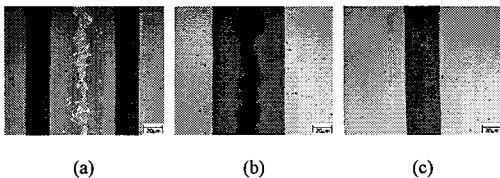


Fig. 6 Microstructure of reacted specimen with thickness ratio (Ni : Al) of (a) 1:1( $V_f, Al \approx 4\%$ ) (b) 2:1( $V_f, Al = 0$ ) (c) 4:1( $V_f, Al = 0$ )

- ①  $T_i = 923K$
- ② No prior H.T. before reaction
- ③ No volume change during reaction
- ④ Reaction product is only  $NiAl_3$

$$\begin{aligned} Q(T_i) &= Q(T_a) \\ Q(T_f) &= \alpha H^s_{Ni}(T_f) + (1 - \alpha) H^s_{Al}(T_f) \\ Q(T_a) &= \beta H^s_{Ni}(T_a) + \gamma H^s_{Al}(T_a) + \delta H^s_{Ni, Al}(T_a) \end{aligned}$$

위 식으로부터 Ni-Al조성과 발열온도의 변화에 대한 반응 후 잔류한 Al 액상의 부피분율을 계산한 결과를 Fig. 4

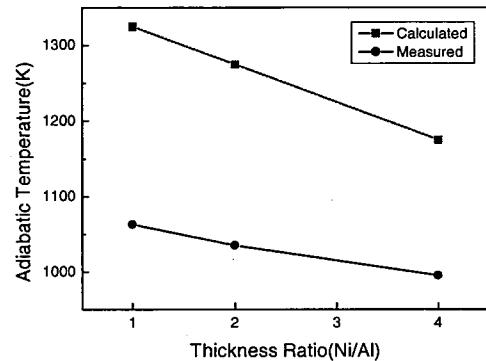


Fig. 7 Comparison of calculated and experimentally measured values of Ta during reaction.

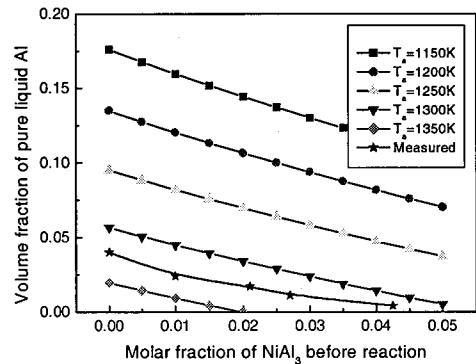


Fig. 8 The thermodynamic calculation result of volume fraction of pure liquid Al with respect to prior heat treatment in 1:1(Ni:Al) specimen.

에 나타내었다. Al 농도가 감소(즉 Ni/Al두께비의 증가)함에 따라 그리고 발열온도가 증가함에 따라 반응 후 잔류한 Al액상의 부피분율이 감소하였다.

Fig. 5는 VHP에서 시간에 따른 온도변화를 측정한 곡선인데,  $T_i$ 는 두께비에 무관하게 거의 일정한 650°C의 온도를 나타내지만,  $T_a$ 는 시편의 두께비가 증가함에 따라 감소하였다.  $T_i$ 는 주로 계면에서의 반응에 대한 저항성에 비례하는데, 확산접합시 일정한 압력(10MPa)으로 가압하므로 두께비에 무관하게 거의 일정한 값을 가지게 된다. 또한, Al 내로 Ni이 일부 확산되어, 순수한 Al의 용점보다 약간 낮은 온도에서 반응이 시작된다.

Fig. 6에 반응 후 미세조직을 나타내었는데, 1:1시편의 경우, Al이 소량( $V_f \approx 4\%$ )잔류하였으나, 2:1 및 4:1시편의 경우에는 Al이 완전히 반응함을 확인하였다. Fig 6에 나타난 미세조직으로부터 각 상의 부피분율을 측정하여 위 관계식으로부터  $T_a$ 를 계산하고, 실험치와 비교하여 Fig. 7에 나타내었다.  $T_a$ 의 경우, 실험치는 계산치와 거의 유사한 경향을 나타내며 두께비가 증가함에 따라 감소하였다. 계산치보다

실험치가 약 150~200°C 정도 낮은 값을 나타내는 것은 온도 측정시 시편에서의 열손실에 의한 것으로 추측되며, 이론적으로 계산된 최대 발열온도는 약 1325°C였는데, 이는 C.T. Liu 등[6]에 의해 측정된 결과(1350°C)와 거의 유사하다. 결론적으로 자전고온반응에 대한 두께비의 영향을 설명하기 위한 열역학적 계산은 정성적으로 타당한 것으로 생각된다.

### 3.3 자전고온반응에 대한 반응전 열처리의 영향

자전고온반응은 반응초기 계면상태에 크게 의존하는데, 보통 계면에 존재하는 산화물등에 의한 반응저항성을 최소화하기 위해 분말시편의 경우 환원처리를 수행하는 것이 일반적이다. 금속박판을 사용하는 본 연구에서는 특별히 환원처리 등을 행하지 않고, 반응전 600°C에서 일정시간동안 확산접합 공정을 통하여 반응저항성을 최소화시키므로, 자전고온반응의 열역학적 계산시 반응전 열처리 공정에 의해 생성된 금속간화합물을 반드시 고려하여야 한다.

반응전 열처리에 의해 계면에 생성된 금속간화합물과 반응후 잔류한 Al의 부피분율을 관계짓는 열역학적 평형식을 아래와 같은 가정하에 유도하였다. 이때,  $\alpha, \beta, \gamma, \delta, \zeta, \eta$ 는 반응전 Ni, Al, NiAl<sub>3</sub>, 반응후 Ni, Al, NiAl<sub>3</sub>상의 부피분율을 나타낸다.

- ①  $T_i = 923K$
- ② Only NiAl<sub>3</sub> formation by prior H.T.
- ③ No volume change during reaction
- ④ Reaction product is only NiAl<sub>3</sub>

$$\begin{aligned} Q(T_s) &= Q(T_o) \\ Q(T_s) &= \alpha H'_{Ni}(T_s) + \beta H'_{Al}(T_s) + \gamma H'_{NiAl_3}(T_s) \\ Q(T_o) &= \epsilon H'_{Ni}(T_o) + \xi H'_{Al}(T_o) + \delta H'_{NiAl_3}(T_o) \\ \alpha + \beta + \gamma &= 1 \end{aligned}$$

반응 후 Al이 잔류한 Fig. 6(a)의 1:1 시편의 경우에 위식을 적용하였다. 반응전후에 미세조직을 분석하여 반응전 생성된 금속간화합물의 양에 따른 반응후 잔류한 Al의 부피분율을 측정하고 계산치와 비교하여 Fig. 8에 나타내었다.

Fig. 7의 결과와 유사하게, 실험치는 계산치와 거의 유사한 경향을 나타내며, 반응전 열처리에 의해 NiAl<sub>3</sub>의 양이 증가함에 따라 반응후 잔류한 Al의 부피분율은 감소하였다. 그러나, 장시간 열처리후에도 AI의 부피분율감소효과는 크지 않으므로, 실제로 VHP내에서 시편을 제조할 경우, 자전고온반응의 반응온도를 증가시킬 필요가 있다.

### 3.4 후열처리 공정조건에 따른 미세조직의 변화

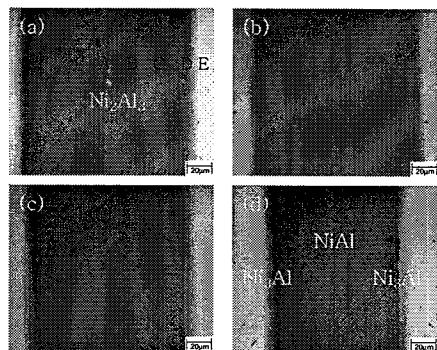


Fig. 9 Microstructure of post heat-treated 1:1 specimen.

- (a) 600°C(1hr)-750°C(0.5hr)-900°C(2hr, 50MPa)
- (b) 600°C(1hr)-750°C(1hr)-900°C(2hr, 50MPa)
- (c) 600°C(1hr)-750°C(1hr)-950°C(2hr, 50MPa)
- (d) 600°C(1hr)-750°C(1hr)-950°C(2hr, 100MPa)

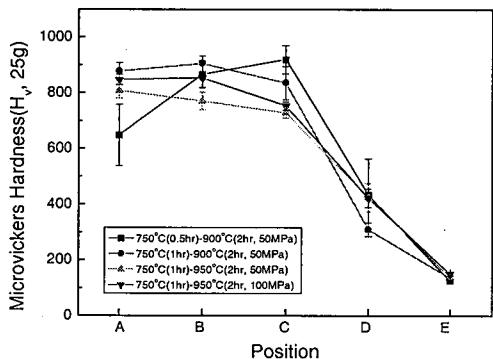


Fig. 10 Microvickers hardness at the remarked position A, B, C, D, E (Fig. 9) of post heat-treated 1:1 specimen.

Fig. 6의 미세조직으로부터 Ni/Al사이의 반응으로부터 생긴 상은 NiAl<sub>3</sub> 및 Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub>상임을 알았다. 이러한 상들은 Ni-Al계 금속간화합물중에서 매우 취약하여 적층복합재료에서 바람직하지 않은 성질들이므로, 상온 및 고온강도가 우수한 NiAl 및 Ni<sub>3</sub>Al상으로 변태시키기 위해 추가적으로 후열처리 공정이 필요하다.

VHP내에서 적층복합재료를 제조하기 위하여 먼저 DTA 및 열역학적 계산 결과를 기초로 반응온도를 750°C로 정하고, 두께비에 따라 반응시간을 달리하였다. 또한, 반응시 금속간화합물 내부에 생성된 기공을 최소화하고, 강도와 인성이 우수한 NiAl 및 Ni<sub>3</sub>Al상을 얻기위해 가압하에 후열처리공정을 행하였다.

Fig. 9에 1:1두께비를 가지는 시편에서 제조공정조건에 따른 최종 미세조직을 나타내었다. 반응온도에서의 유지시간과 후열처리 온도가 증가함에 따라 반응직후 금속간화합물 내부에 존재하였던 NiAl<sub>3</sub>와 Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub>상들이 고온강도가 우수한 NiAl 및 Ni<sub>3</sub>Al상들로 변태되었다. 또한, Fig. 9(a)의 각

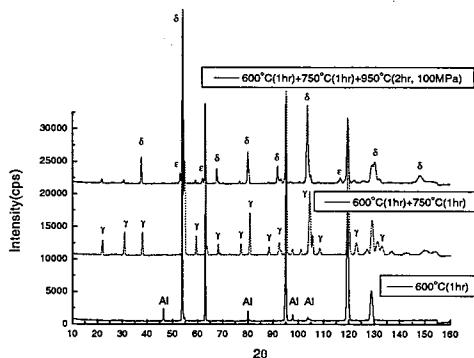


Fig. 11 Neutron diffraction spectra of 1:1 specimen at the each process condition.

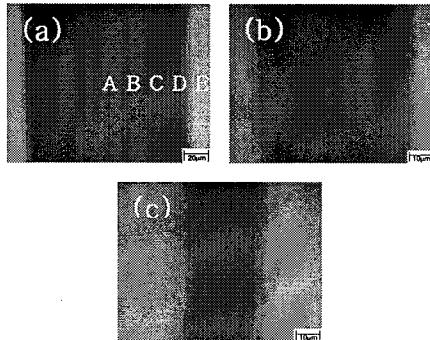


Fig. 12 Microstructure of post heat-treated specimen.  
 (a) 1:1 (600°C(1hr)-750°C(0.5hr)-950°C(2hr, 50MPa))  
 (b) 2:1 (600°C(1hr)-750°C(0.5hr)-950°C(2hr, 50MPa))  
 (c) 4:1 (600°C(1hr)-750°C(0.5hr)-900°C(2hr, 50MPa))

영역(A, B, C, D, E)으로부터 측정한 미세경도 실험결과 (Fig. 10)로부터, 가압력이 증가함에 따라 내부 기공이 감소하여 조직이 치밀해지므로, 금속간화합물 영역내에서는 경도가 균일해지는 것을 확인하였다.

1:1두께비를 가지는 시편에서 Fig. 1의 각 공정직후 존재하는 상들의 결정구조를 중성자회절을 통하여 측정한 결과를 Fig. 11에 나타내었다. 확산접합단계에서 존재하였던 Al이 반응온도에서 Ni와 반응하여  $Ni_2Al_3(\gamma)$ 가 생성되며, 최종 후열처리 공정을 거치며  $NiAl(\delta)$ 상이 생성되는 것을 확인하였다.

각 두께비별로 제조공정조건에 따른 최종 미세조직을 비교하여 Fig. 12에 나타내었다. Fig. 12(a)에 표시된 각 위치에서의 경도를 비교한 결과, 모든 시편에서 금속간화합물내에서는 균일한 경도를 나타내며, 내부기공이 최소화된 미세조직이 얻어졌음을 확인하였다(Fig. 13). 두께비가 증가할수록 경도가 감소하는 이유는 금속간화합물 두께가 감소 할수록 경도기의 압자에 의한 소성변형에 대한 구속력이 감소하기 때문인 것으로 판단된다.

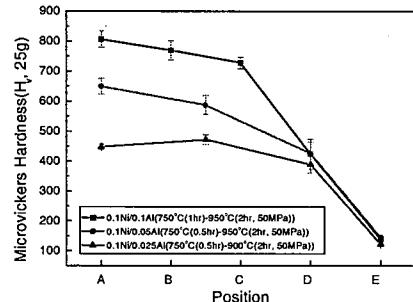


Fig. 13 Microvickers hardness at the remarked position A, B, C, D, E (Fig. 11) of post heat-treated specimen.

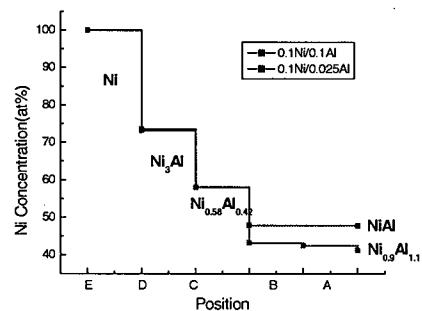


Fig. 14 EDS result at the remarked position A, B, C, D, E (Fig. 11) of post heat-treated specimen.

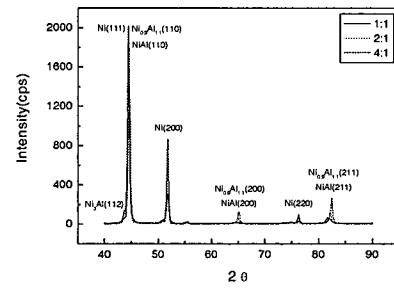


Fig. 15 XRD result of post heat-treated specimen. (a) Scan Range : 40°-90° (b) Scan Range : 74°-85°

EDS(Fig. 14)와 XRD(Fig. 15)로 분석한 결과, 모든 두께비에서 Ni/Ni<sub>3</sub>Al/NiAl/Ni<sub>3</sub>Al/Ni의 적층구조임을 확인하였다. Ni<sub>3</sub>Al상과 NiAl상 사이에는 Al-rich NiAl상중의 하나인 Ni<sub>0.58</sub>Al<sub>0.42</sub>( $a=2.871\text{ \AA}$ )상이 존재하였다. 1:1 두께비를 가지는 시편의 NiAl상은 주로 Ni<sub>0.9</sub>Al<sub>1.1</sub>( $a=2.867\text{ \AA}$ )상이며, 두께비가 커질수록 Ni농도가 증가하여 NiAl( $a=2.888\text{ \AA}$ )상으로 변태되어, 4:1 두께비를 가지는 시편은 NiAl상의 결정구조를 가짐을 확인하였다.(Fig. 15(b)) 이것은 후열처리 공정이 750°C에서 반응직후의 미세조직(Fig. 6)인 Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub>/Ni 사이의 확산변태에 관계되는 공정이므로, 두께비가 커질수록 Ni이 확산되는 거리가 짧아지기 때문에 Ni-rich NiAl상이 주요한 상임을 알 수 있다.

Table 1에 본 실험으로 얻은 적층복합재료의 미세조직을 정량적으로 나타내었는데, 1:1 두께비 시편의 경우 약 82.4%, 2:1 두께비 시편의 경우 약 59.5%, 4:1 시편의 경우 약 40% 정도의 부피분율을 가지는 금속간화합물층을 얻을 수 있었다.

Table 1 Summary of microstructure in Intermetallic/Metal laminated composites

Thickness ratio (Ni:Al)	Final Thickness ( $\mu\text{m}$ )		Volume %		Intermetallic phases present
	Metal	Inter-metallic	Metal	Intermetallic (NiAl/Ni <sub>3</sub> Al)	
1:1	30	140	18	78/4	
2:1	48	68	40	53/6.5	NiAl, Ni <sub>3</sub> Al
4:1	72	45	60	33/7	

## 결 론

본 연구에서는 자전고온반응에 의한 금속간화합물/금속적층복합재료를 제조시 제조공정변수가 최종 미세조직에 미치는 영향을 조사하기 위하여 금속박판의 두께비와 열처리 조건을 중심으로 열역학적인 계산을 수행하고, 이를 바탕으로 시편을 제조하여 미세조직을 분석한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1) 열분석 결과, Ni과 Al사이의 반응은 먼저 NiAl<sub>3</sub>가 핵 생성 및 성장기구에 의하여 생성되며, 이것이 다시 Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub>로 확산변태하는 반응경로를 나타내었다.

2) 반응이 시작되는 점화온도(T<sub>i</sub>)는 두께비에 관계없이 650°C 정도로 거의 일정하였고, 두께비가 증가할수록 빌열온도(T<sub>s</sub>)는 감소하였다. 열역학적 평형식에 의해 두께비가 감소할수록, 반응전 열처리 시간이 증가할수록 반응후 잔류한 Al의 부피분율은 감소함이 예측되었으며, 실험치는 열역학적 계산치와 비슷한 경향을 나타내었다.

3) 자전고온반응에 의해 생성된 최종 미세조직은 모든 두께비에서 Ni/Ni<sub>3</sub>Al/NiAl/Ni<sub>3</sub>Al/Ni의 적층구조를 가졌다. 최종 미세조직에서 얻어진 금속간화합물의 부피분율은 두께비가 1:1인 시편에서는 82%, 2:1인 시편에서는 59.5%, 4:1인 시편에서는 40%의 부피분율을 얻었으며, 이러한 상들은 상은 및 고온에서 강도가 우수한 NiAl 및 Ni<sub>3</sub>Al상으로 구성되어있음을 확인하였다.

## 후 기

본 연구는 한국과학기술기획평가원이 지원하는 국제 공동연구과제로 수행한 것이며 지원에 감사드립니다.

## 참고문헌

- U. Anselmi-Tamburini and Z. A. Munir, "The propagation of a solid-state combustion wave in Ni-Al foils," *J. Appl. Phys.*, Vol. 66, No. 10, 1989, pp. 5039-5045.
- J.C. Rawers, D.E. Alman, J.A. Hawk, "Overview: Layered Metal/Intermetallic Composites Formed by SHS Reactions," *Int. J. Self-Prop. High Temp. Synth.*, Vol. 2, No. 1, 1993, pp. 12-24.
- H.E. Kissinger, *Anal. Chem.*, Vol. 29, 1957, pp. 1702-1706.
- K. Morsi, "Review: reaction synthesis processing of Ni-Al intermetallic materials," *Mat. Sci. & Eng.*, Vol. A299, 2001, pp. 1-15.
- S. Miura, T. Ohashi, Y. Mishima, "Amount of liquid phase during reaction synthesis of nickel aluminides," *Intermetallics*, Vol. 5, 1997, pp. 45-59.
- P. Zhu, J.C.M. Li, C.T. Liu, "Combustion reaction in multilayered nickel and aluminum foils," *Mat. Sci. & Eng.*, Vol. A239-240, 1997, pp. 532-539.
- O. Kubaschewski et al, "Materials Thermochemistry," 6<sup>th</sup> Ed., Pergamon Press, Oxford, 1993.
- L. Battezzati, P. Pappalepore, F. Durbiano and I. Gallino, "Solid state reactions in Al/Ni alternate foils induced by cold rolling and annealing," *Acta mater.*, Vol. 47, No. 6, 1999, pp. 1901-1914.