

**기계적 합금화된 산화물 분산상과 니켈기 초내열 합금의
열처리에 의한 미세조직 및 기계적 성질 제어**
(Control of microstructure and mechanical properties by heat
treatment of a mechanically alloyed ODS Ni-base superalloy)

한국과학기술원 류호진*, 홍순형

1. 서론

니켈기 초내열 합금은 우수한 고온 강도와 높은 부식 저항성의 특성을 가짐으로서, 항공기용 제트 엔진 및 산업용 가스 터빈 엔진의 부품 소재로 사용되고 있다. 그러나 현재 사용되고 있는 니켈기 초내열 합금은 1000℃ 이상의 온도에서는, 강도에 크게 기여하는 γ' 석출물의 조대화(coarsening) 및 용해(dissolution)로 인하여 강도가 급격히 감소하는 단점이 있다. 이러한 단점을 개선하기 위해, 기계적 합금화(mechanical alloying) 법을 이용하여 니켈기 초내열 합금 내에 고온에서도 안정한 산화물을 미세하게 분산시킨 산화물 분산 강화(ODS) 초내열 합금이 개발되어, 900℃ 이상에서 기존의 단결정 초내열 합금보다 우수한 강도를 얻을 수 있었으나 900℃ 이하의 온도에서 기존의 단결정 초내열 합금보다 크리프 파단 강도가 낮았다. 본 연구에서는 산화물 분산 강화 초내열 합금의 중간 온도의 강도를 향상시키기 위해 중간 온도의 강도에 가장 큰 영향을 미치는 γ' 석출물의 크기와 분포를 열처리에 의해 제어하는 방법을 제시하고 그에 따른 기계적 성질의 변화를 분석하여 최대의 강도를 얻는 열처리 조건을 제시하였다.

2. 실험방법

본 연구에서 사용된 니켈기 초내열 합금의 조성은 Table 1과 같고 Inco Alloys International, Inc에서 기계적 합금화된 후 열간 압출된 직경 19mm의 초내열 합금 봉재를 제공받았다. 열간 압출 시 동적 재결정에 의해 미세한 결정립을 가지는 열간 압출 봉재의 고온 강도를 향상시키기 위해 1300℃의 관상로를 이동속도 65mm/hr로 통과시키면서 2차 재결정에 의해 결정립 조대화를 일으키는 방향성 소둔 열처리를 하였다. 열처리 조건 변화가 미세조직 변화에 미치는 영향을 관찰하기 위해 용체화 처리 온도와 시효 온도 954℃에서의 시효 처리 시간을 변화시켰으며 γ' 석출물의 크기 및 분포를 SEM을 이용하여 관찰하였다. 길이 6mm와 직경 4mm의 실린더형 압축 시험 시편과 표점거리 15mm와 직경 3mm의 봉상 인장 시험 시편을 제작하여, 시험 온도 760℃, 변형률 속도 10^{-4} /s로 Instron을 사용하여 압축 및 인장 시험을 하였다.

Table 1. Chemical composition of specimens

element	Ni	Co	Cr	Al	Ti	Ta	Mo	W	Re	B	Zr	Y ₂ O ₃
wt%	Bal.	5	8	5.5	1	6	1	8	2	0.03	0.01	0.9

3. 실험결과 및 고찰

용체화 처리 전의 방향성 소둔 열처리된 미세조직은 1300℃의 소둔 온도로부터 천천히 냉각되어 γ' 석출물의 크기는 1 - 3 μm 으로 관찰되었다. 1270℃부터 1250℃까지 5℃간격으로 2시간 동안 용체화 처리한 후 상온까지 수냉한 결과 γ' 석출물의 solvus 온도가 1255℃와 1260℃ 사이에 존재하는 것을 확인할 수 있었다. 1260℃보다 높은 온도에서 용체화 처리를 하였을 경우에는 γ' 석출물의 크기가 약 0.1 μm 으로 미세하며, 석출물이 균일 분포(uniform distribution)를 나타내었고, 반면에 1255℃보다 낮은 온도에서의 용체화 처리는 방향성 소둔 시 형성된 1 μm 이상의 크기를 갖는 조대한 γ' 석출물과 용체화 처리 후 공냉 시 형성된 0.1 μm 정도의 크기를 갖는 미세한 γ' 석출물이 혼합되어 있는 이중 분포(bimodal distribution)를 나타내었다.

시효 처리 시간의 변화에 대한 γ' 석출물 크기의 변화를 관찰한 결과, 석출물의 크기가 시효 처리 시간의 증가에 따라 증가하였으며 0.16 μm 에서 0.36 μm 까지 크기를 변화시킬 수가 있었다. γ' 석출물의 부피 분율을 측정된 결과 시효 처리 시간에 따른 무게 분율은 65%로 변화가 거의 없었기에 시효 처리 동안 γ' 석출물은 조대화(coarsening) 현상을 나타내는 것으로 분석되었다.

γ' 석출물의 크기의 변화에 따른 압축 항복 강도의 변화를 측정된 결과, 석출물의 크기가 0.16 μm 에서 0.25 μm 까지인 범위에서 γ' 석출물의 크기가 증가할수록 항복 강도가 점점 낮아지다가 γ' 석출물의 크기가 0.28 μm 일 때 항복 강도가 증가한 후 γ' 석출물 크기가 증가함에 따라 항복 강도는 다시 감소하였다. 이러한 변형 거동은 규칙화된 석출물이 변형될 때 임계 크기를 경계로 그보다 작은 석출물은 전위쌍의 전단에 의해 변형이 일어나고 그보다 큰 석출물은 Orowan looping에 의한 전위의 우회로 인해 변형이 일어나기 때문인 것으로 분석되었다.

γ' 석출물의 분포의 변화에 따른 항복 강도의 변화를 분석하기 위하여 용체화 열처리 온도를 조절하여 γ' 석출물의 분포를 변화시킨 후 인장시험을 하였다. 인장 시험에서 구한 항복 강도의 실험결과와 미세조직에 대한 rule-of-mixture를 통해 예측된 결과를 비교한 결과 정비례의 관계를 갖는 것으로 분석되었고 이로써 초내열 합금의 항복강도를 미세조직을 통하여 예측하는 식을 제시할 수 있었고 최대의 항복 강도는 최대의 전단 응력을 나타내는 크기의 γ' 석출물이 균일하게 분포할 때 나타남을 알 수 있었다. 본 연구의 결과로써 최대 항복 강도 조건을 얻는 열처리 조건은 γ' 석출물을 균일하게 분포시키고 미세하게 하는 것으로써, 실험에 의하면 1270 $^{\circ}\text{C}$ 의 용체화 처리 온도와 954 $^{\circ}\text{C}$ 에서 2시간의 시효처리 시간의 조건에 해당되었다.

4. 결론

용체화 처리의 온도 변화로서 γ' 석출물의 분포를 조절할 수 있었으며 1260 $^{\circ}\text{C}$ 이상의 온도에서는 균일 분포를 형성하였고 1255 $^{\circ}\text{C}$ 이하의 온도는 이중 분포를 형성하였다. 시효 처리의 시간 변화는 γ' 석출물의 크기를 변화시켰으며 시효처리 초기부터 확산에 의해 제어되는 조대화 단계로 들어갔고 석출물의 크기를 0.16 μm 에서 0.36 μm 까지 변화시킬 수 있었다. 항복강도를 결정하는 변형기구는 0.25 μm 까지의 크기에서는 전위쌍에 의한 γ' 석출물의 전단이었으며 0.28 μm 이상의 크기는 Orowan looping에 의한 변형이었다. γ' 석출물의 분포에 따른 초내열 합금의 인장강도를 측정된 결과 rule-of-mixture를 사용하여 예측한 결과와 일치하는 결과를 얻을 수 있었다. 초내열 합금의 항복강도를 최대화하는 열처리 조건은 균일한 분포의 미세한 γ' 석출물을 형성시키는 1270 $^{\circ}\text{C}$ 의 용체화 처리온도와 954 $^{\circ}\text{C}$ 에서 2시간의 시효처리 시간으로 확립되었다.

참고문헌

1. C.T. Sims, N.S. Stoloff, W.C. Hagel, "Superalloys II", John Wiley & Sons, 1987, New York
2. J.S. Benjamin, Proc. Inter. Conf. on ODS Superalloys by MA, 1981, New York
3. B. Reppich, Acta Metall., 30 (1982) 87
4. H. Mughrabi, Materials Science Technology vol. 6 "Plastic deformation and fracture of materials", VCH, 1993, Weinheim
5. B. Reppich, W. Kuhlein, G. Meyer, D. Puppel, M. Schulz, G. Schumann, Mater. Sci. Eng., 83 (1986) 45