

모재 분말 혼합 삽입재를 이용한 니켈기 초내열합금의 천이액상확산접합에 있어서 가열속도가 접합부에 미치는 영향

Effects of heating rate on the bonded interlayer in base metal powder mixture used transient liquid phase diffusion bonded Ni-base superalloy

김성욱*, 장중철**, 김재철**, 이창희*

* 한양대학교 공과대학 신소재공학부

** 한전 전력연구원 발전연구실

1. 서 론

TLP 접합 공정에서 모재와 삽입금속 사이에서의 확산을 통하여 액상 삽입금속은 고온에서 등온으로 유지 시 등은 응고된다.

D.S.Duvall은 느린 가열시 매우 빠른 속도로 가열 시 보다 낮은 온도에서 dissolution이 완료되고 응고가 발생할 것으로 예상하였다.[1] 저자들은 이미 앞서 삽입재 만을 사용하여, 가열 도중 dissolution과 solidification 과정에 대하여 연구한 바 있다.[2] Wide gap의 경우에는 공정시간을 단축시키기 위해 모재 분말을 첨가하는데, 모재 분말의 표면은 액상과의 접촉 면적을 증가시키는 역할과 gap의 부피를 줄이는 역할을 한다. 따라서 wide gap에서의 TLP 접합 공정은 주로 첨가되는 모재 분말과 액상 삽입재와의 표면반응에 의해 결정된다.[3] 따라서, 본 연구에서는 니켈기 초내열 합금의 TLP 접합부에서 가열시 첨가 모재 분말과 액상 삽입재 사이의 상전이 현상에 대하여 연구하고자 하였다.

2. 실험방법

모재로 니켈기 초내열 합금인 GTD-111을 사용하였고, 삽입재로 Ni-B-Si계 AMDRY 780을 사용하였다. 사용된 재료의 화학조성은 표 1과 같다. 진공 주조된 13φ봉을 와이어 커팅으로 두께 3mm로 절단하여 쿠폰 형상으로 준비하였고, 표면은 에머리페이퍼 2000번까지 연마하여 와이어 커팅으로 인한 산화물을 제거하였다. 모재성분 첨가 분말로는 GTD-111과 거의 유사한 성분의 IN738을 이용하였다. 분말은 평균 70 μ m의 입도를 가지고 있으며, 가스 분무제조법으로 제조되어 형상은 구형이며, 내부는 미세한 수지상 구조를

가지고 있는 것으로 파악되었다. A780 삽입재는 모재분말과 유사한 크기를 가지며, 혼합 시 균일한 혼합이 이루어졌다. 모재 분말 혼합 삽입재는 모재 분말(60wt%) : 삽입재(40wt%)로 혼합하였고, paste형태로 적용하기 위해 Microbraz 바인더를 적용하였다. 가열속도의 영향을 파악하기 위해 각 시편은 1000~1180 $^{\circ}$ C의 범위에서 가열되었고, 접합온도에 도달 즉시 급랭을 실시하였다. 가열은 진공 유도 가열로(3 \times 10 $^{-5}$ torr)를 이용하여 가열속도를 10, 1, 0.5, 0.1 $^{\circ}$ C/sec로 달리하여 실시하였다. 접합부는 1.2g CuCl $_2$ +10ml HCl+10ml ethanol 용액으로 에칭을 실시하여 광학 및 전자현미경을 이용하여 관찰하였다. 접합부 내의 상분율은 500배 배율로 상분석기를 이용하여 분석하였고, 혼합 삽입재의 용융반응을 파악하기 위해 DSC를 이용하여 Ar분위기에서 가열속도를 달리하여 가열 중 변화를 관찰하였다.

3. 실험결과 및 고찰

가열하는 동안 모재 분말과 액상 삽입재와의 반응을 파악하기 위해 DSC 분석을 실시하였다. Fig.1에 보여주는 바와 같이 AMDRY 780 삽입재는 가열 중 용융반응에 의해 Si-Ni 및 B-Ni 두 개의 피크를 가진다. 모재 분말을 첨가 시 피크는 가열속도에 따라 약간 이동하며, 액상 삽입재와 모재분말과의 반응으로 인한 세 번째 피크가 1060~1190 $^{\circ}$ C의 범위에서 나타났다. 각각의 온도 범위는 표 2에 나타내었다. 빠른 가열의 경우 대부분의 dissolution은 용점저하원소인 B의 확산에 의해 발생하며, 비교적 고온에서 발생하는 것으로 파악되었다. 한편, 가열속도가 느려짐에 따라 세 번째 피크는 더 낮은 온도 영역으로 이동

하였는데, 이는 느린 가열 동안 B이 확산될 만큼 충분한 시간이 있었기 때문에 낮은 온도에서도 충분히 확산될 수 있었던 것으로 보인다. 세 번째 피크의 면적을 계산한 결과 1°C/sec에서 14.39J/g, 0.25°C/sec에서 9.37J/g, 0.1°C/sec에서 6.42J/g으로 가열 속도가 느려짐에 따라 면적이 더 감소하였다. 이는 잘 알려진 바와 같이 dissolution이 발생하는 양은 온도 및 삼입재와 모재의 조성과의 관련이 있으며, 빠른 가열의 경우 B이 확산될 만큼 충분한 시간이 없기에 dissolution 반응은 더 높은 온도로 이동하고, 온도가 증가 할수록 액상 평형 농도는 더 낮아지므로 dissolution 양은 증가하게 된다. 따라서 dissolution으로 인하여 발생하는 흡열량은 보다 고온에서 dissolution 반응이 발생하는 빠른 가열의 경우 증가하고, 낮은 온도에서 주로 dissolution 반응이 발생하는 느린 가열의 경우 감소하는 것으로 보인다.

Fig.2는 peak 온도에 따라 상온의 접합부에서 관찰되는 공정상의 면적비를 그래프로 나타낸 것이다. 고온에서의 잔류 액상의 양을 측정하기 어렵기 때문에 액상의 급랭조직인 공정상을 이용하여 간접적으로 잔류액상의 양을 비교하고자 하였다. 빠른 가열의 경우 peak 온도가 증가함에 따라 공정상의 양이 약간 증가하는 것으로 나타났는데 이는 온도 증가에 따라 dissolution 반응이 계속적으로 발생하고 있음을 나타낸다. 반면, 느린 가열 시에는 공정상의 비율이 peak 온도에 따라 감소하였고, 이는 온도 증가 시 dissolution 반응이 끝나고 응고 반응이 시작되고 있음을 의미한다. Fig.3에 이와 같은 현상에 대하여 간단한 상태도를 이용하여 나타내었다. 각 가열속도에 따른 곡선은 접합부 내 평균 조성의 변화를 나타낸다. 가열 속도가 빠른 경우 반응은 액상선의 오른쪽 액상영역에서 주로 이루어지며, 액상의 평형 농도를 유지하기 위해 첨가된 모재 분말 및 접합계면에서 dissolution 반응이 발생한다. 따라서 접합부 내의 액상의 양은 증가하게 된다. 하지만 느린 가열의 경우에는 보다 낮은 온도에서 dissolution 반응이 끝나게 되고, 접합부의 조성은 상태도 상의 고-액 공존 영역으로 진행되므로 곧 응고 반응이 일어난다. 따라서 액상의 양은 감소하게 되고, 가열 속도가 느리면 느릴수록 이

러한 응고반응이 더 진행되므로 상온에서 관찰되는 공정상의 면적비는 감소하는 것으로 나타났다. Fig.4는 0.1°C/sec의 가열속도로 가열시 접합부에서의 미세조직을 나타낸 것이다. 1020°C에서 첨가된 모재 분말은 원래의 형태를 가지고 있으며, 용융된 삼입재가 첨가 분말의 gap을 채우고 있다. 1080°C에서는 첨가 모재 분말의 표면이 액상 삼입재에 의해 분해되어 떨어져 나갔으며, 원래의 분말은 크기가 상당히 축소된 형태를 나타낸다. 모재 분말은 dissolution시 주로 분말의 결정립계를 따라 우선적으로 액상이 침투하여 분해된다. 1150°C에서는 가열동안 등은 응고된 gamma 상의 조직이 조대화 된 것을 보여주며, gamma 상은 첨가 모재 분말과 등은 응고된 gamma 상의 혼합상으로 형성된 것으로 생각되거나 확산에 의한 성분의 균질화에 의해 두 상을 구분하기는 힘들다.

0.1°C/sec의 느린 가열 속도로 가열시 접합부 내에서 모재 분말과 액상과의 반응에 대하여 Fig.5와 같이 개략도로 나타내었다. 가열시 삼입재는 공정온도에서 액상으로 용융되고 첨가 모재 분말을 둘러싸게 된다. 모재 분말과 접촉된 액상은 dissolution 과정에서 결정립계를 따라 우선적으로 침투하여 결정립의 분해가 발생한다. 결정립의 분해는 모재 분말의 접촉 면적을 증가시키는 역할을 하므로 dissolution 반응이 가속화되어, 1100°C 근처에서 응고반응이 시작된다. 보다 높은 온도로 계속 가열시 상태도 상의 고-액 영역에서의 유지시간 증가로 인하여 등은 응고 gamma 상은 조대화된다.

4. 결 론

가열속도가 빠른 경우 액상의 조성이 평형 액상의 조성보다 높기 때문에 온도 증가에 따라 dissolution이 발생하였다. 그러나 가열속도가 느린 경우, dissolution은 보다 낮은 온도에서 빠르게 종료되었고, 곧 응고가 발생하였다. 첨가된 모재분말은 dissolution과정에서 더 작은 결정립 형태로 분해되어 저융점원소의 확산면적을 증가시켜 반응을 촉진시키는 역할을 함으로써 느린 가열동안 모재분말의 비표면적 증가 및 유지시간 증가 효과로 인하여 dissolution-solidification 천

이온도를 낮추는 역할을 하였다.

후 기

본 연구는 한전 전력연구원 5개 발전회사 협약 과제 (과제번호: 01GS09)의 지원으로 수행되었음.

참고문헌

1. D.S.Duvall, W.A.Owczarski and D.F.Paulonis : Weld. Journal, Vol.53, (1974), p.202
2. W.H.Choi, S.W.Kim, C.H.Lee, J.C.Jang : Mater. Sci. Forum, Vol.449-452, (2004), p.133
3. E.Lugscheider, Th.Schittny and E.Halmoy : Weld. Journal, Vol.68, (1989), p.9s

Table 1 Chemical compositions of base metal and insert materials (wt.%)

GTD-111	14	9.5	3.0	0.01	4.9	1.5	3.8	0.1	-	2.8	-	bal
IN738	16	8.5	3.4	0.01	3.4	1.7	2.6	0.17	0.9	1.7	-	bal
A780	-	-	-	3.2	-	-	-	-	-	-	4.5	bal

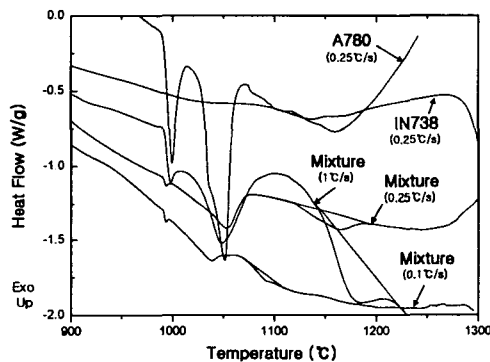


Fig.1 DSC curves of the used materials for bonding

Table 2 The range of transition in insert materials [°C]

	Peak 1	Peak 2	Peak 3
IN738(0.25°C/sec)	1285-1319	-	-
A780 (0.25°C/sec)	991~999	1029~1051	-
Mixture (1°C/sec)	992~998	1025~1048	1134~1186
Mixture (0.25°C/sec)	990~994	998~1053	1120~1165
Mixture (0.1°C/sec)	991~993	996~1039	1067~1094

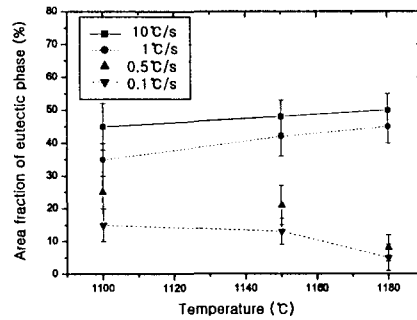


Fig.2 Area fraction of the eutectic phase with temperature

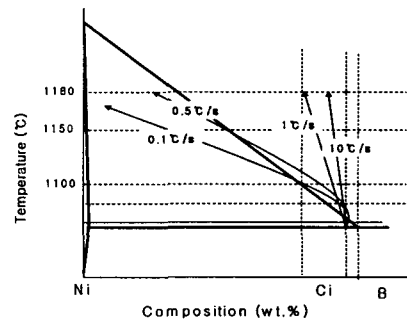


Fig.3 Simple phase diagram for heating stage

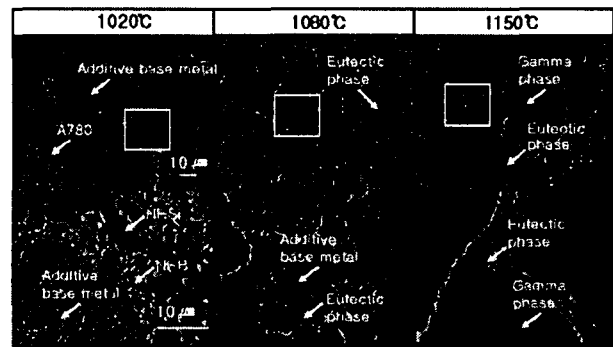


Fig.4 Microstructure of bonded interlayer in the slow heating (0.1°C/sec)

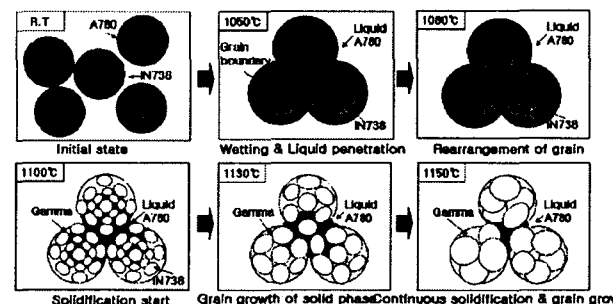


Fig.5 Schematic diagram of the slow heating (0.1°C/sec)