

Rene 80 주조블레이드에서 격자상수의 결정 및 격자어긋남의 관찰

안성욱

한국과학기술연구원 특성분석센터
(1993. 8. 30. 접수)

Determination of Lattice Parameters and Observation of Lattice Misfits on Rene 80 Cast Blades

Seong-Uk An

Advanced Analysis Center, Korea Institute of Science and Technology, #39-1, Hawolgok-Dong, Seongbuk-Gu,
136 · 791 Seoul, Korea

(Received Aug. 30, 1993)

요약 : Rene 80 주조블레이드가 고온에서 사용중에 사용 온도에 의해 γ' 이라는 석출물이 기지 (γ) 내에서 생성되기 때문에 고온강도는 그 석출물에 좌우된다. 즉, 석출물의 격자상수는 기지의 격자상수보다 크기 때문에 석출물이 생성되거나 성장할 때에 γ - γ' 격자어긋남(lattice misfit)에 의해 전위가 발생한다고 일반적으로 알려져 있다. 이러한 격자어긋남은 석출물(γ')의 크기가 클수록 원형→사각형→판상형으로 바뀌어 가면서 증가한다. 따라서 본 연구에서는 이러한 격자어긋남의 양을 주사투과전자현미경에서 수렴성 빔전자 회절(CBED)을 사용하여 측정하여, 석출물과 인접한 기지의 전위밀도의 증가가 기지 내에서 석출물이 생성하고 성장함에 따른 격자어긋남이 원인인가를 관찰하였다.

ABSTRACT : By the real use of Rene 80 cast blades at high temperature γ' precipitates in the matrix(γ) mainly due to the operating temperature. These precipitates play main role for strengthening of the blades. Generally known that dislocation density increases due to γ - γ' mismatch by the generation and growth of the precipitates, because the lattice parameter of γ' is higher than that of γ . These lattice parameters of γ and γ' are determined through the CBED (Convergent Beam Electron Diffraction) method by STEM (Scanning Transmission Electron Microscope) in this work. And also studied, whether and how much the dislocation density increases by the generation and growth of the precipitates.

Key words : Rene 80 cast blade, γ' precipitate, lattice misfit, CBED

1. 서론

항공기용 가스터빈 블레이드는 엔진이 작동할 때 연료의 연소에 의해 약 700°C 이상의 고온에서 회전원심

력 (>4만 rpm)을 유지하여야 하므로 높은 하중을 받게 된다. 따라서 블레이드는 고온강도가 높아야 하며, 이를 위하여 대개 Ni-Cr-Al계 니켈계 초합금의 주조품이 사용된다. 그리고 초합금의 고온강도는 합금첨가

원소로서 (Al+Ti) 등을 6~8wt.% 이상 첨가하며, 700°C 이상의 고온에서 기지(γ)에 Ni₃(Al, Ti)(γ')형의 석출물을 형성시킴으로써 고온강도가 유지된다. 이러한 고온강도는 또한 석출물의 크기와 양 및 모양과 결정방향 및 γ - γ' 격자어긋남(lattice misfit)² 등에 크게 영향을 받는다. 즉, Blum 등¹은 석출물의 크기와 양으로 합금의 강도를 이론화하였고, Kuhn³ 등은 SRR 99 합금에서 크립변형과 강도를 X-선 회절법으로 측정 한 γ - γ' 격자어긋남으로 설명하였으며, 특히 Mirkin 등²은 γ - γ' 격자어긋남이 합금의 고온수명에 치명적인 것으로 보고하고 있다. 더욱이 700°C 이상의 고온에서는 Ni-Cr-Al계 합금에서 γ' 석출물이 필연적으로 생성되고 성장하기 때문에 γ' 의 생성과 성장에 따라 합금의 기계적 특성변화를 정확하게 분석하기 위하여 γ - γ' 격자어긋남을 측정하여야 한다. 예를 들면, 제트엔진 블레이드로 많이 사용되는 Rene 80은 Table 1이 보여 주는 바와 같이 γ' 을 생성하는 Al+Ti의 첨가 원소량이 약 8wt.%이므로, 고온에서 작동중 필연적으로 γ' 석출

Table 1. Chemical composition of Rene 80 in wt.%⁴

Ni	Cr	Ti	W	Mo	Co	Al	C	B
bal.	14.0	5.0	4.0	4.0	9.5	3.0	0.17	0.015

물을 생성하게 된다. 이때 석출물이 기지에서 생성하여 성장할 때 우선 30nm보다 작은 구형의 상태로 생성되고 그 석출물의 크기가 성장함에 따라 입방체와 판상형으로 모양이 바뀌며, γ' 의 격자상수는 γ 에서보다 0.2~1.25% 큰 것으로 알려져 있다(Table 2 참고).⁵ 이러한 격자어긋남으로 말미암아 석출물 주위에는 많은 전위가 형성된다고 보고되고 있으며, 즉 Kuhn 등은 석출물에 가까운 기지와 먼 기지를 관찰하였으며, 석출물에 가까울수록 기지의 전위밀도가 상승하였고, 양 영역의 격자상수를 측정 한 결과 전위밀도는 전위가 많이 집적되는 방향으로 격자상수가 크다는 것을 실험적으로 증명하였다.³ 그러므로 Ni-Cr-Al계 합금으로 하중하에서 고온에서 장시간 유지하게 되면 고온강도가 하중에 의해 발생된 전위의 집적에 의한 것인지, 혹은 석출물 생성과 성장에 따른 부피팽창에 의한 전위의 집적에 의한 것인지를 분간하기가 어렵다. 따라서 본

Table 2. Lattice mismatch between γ and γ' according to the precipitates shape

	spherical	cubic	platelike
mismatch ⁴	0~0.2%	0.5~1.0%	1.25%

연구에서는 격자어긋남이 가장 뚜렷하게 잘 나타나는 합금으로 알려진 Rene 80 주조블레이드를 사용하여 γ 와 γ' 의 격자상수를 측정하였다. 특히, 약 2,000시간 동안 항공기에 장착하여 실제로 사용된 블레이드를 분석함으로써 석출물의 생성과 성장발전에 의한 전위의 발생량과 하중에 의해 발생한 전위밀도를 비교하고자 하였다. 본 연구에서는 주사투과전자현미경(STEM : Scanning Transmission Electron Microscope)에서 얻어진 수렴성 빔전자회절(CBED : Convergent Beam Electron Diffraction)상을 이용하여 격자상수를 측정하였다.

종래의 투과전자현미경은 정밀하게 빔을 시편에 수렴시킬 수 있는 lense system이 없거나 시편의 오염을 줄일 수 있는 고진공이 아니므로 CBED pattern을 쉽게 얻을 수 없었으나, 최근에 twin lense system을 사용하여 고진공에서 작동하는 주사투과전자현미경

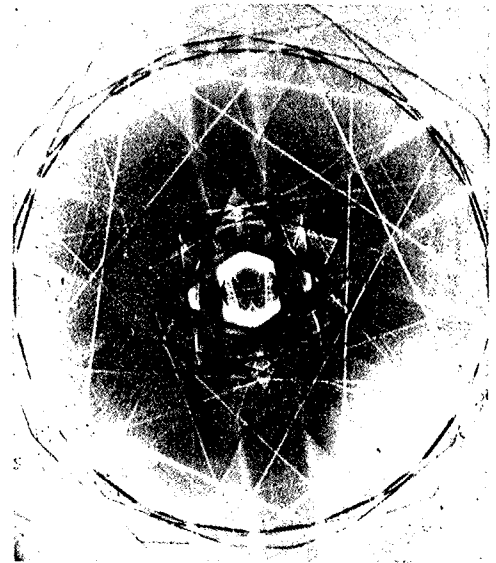


Fig. 1. CBED whole pattern of [114] zone axis on γ' precipitate of Rene 80 cast blade

(CM 30) 등의 최신형 장비가 개발되어 CBED pattern을 용이하게 얻을 수 있게 되어 이 CBED 기술이 재료연구에 활용하게 되었다.

수렴성 빔전자회절(CBED)이란^{7, 8}, 평범한 빔을 이용하여 회절상을 얻는 시야제한 회절과는 달리 빔을 시편에 수렴시킴으로써 회절무늬를 얻는 방법이다. (Fig. 1). 시야 제한 회절 방법에서는 $0.5\mu\text{m}$ 이하의 미세한 석출물은 실제로 분석하기가 어려우나, 수렴성 빔전자회절의 기술을 이용하면 공간 분해능이 증가하여 30nm 정도의 미세한 조직의 분석도 가능하다. 이외에 수렴성 빔전자 회절 기술의 응용으로는 HOLZ (Higher Order Laue Zone) 선을 이용하여 국부적인 부분의 격자상수를 0.001\AA 의 오차로 정확하게 측정할 수 있다.

본 연구에서는 300keV 용량의 Philips사의 CM 30을 이용하여 CBED pattern을 구하고, 이로부터 Rene 80 초합금에서의 γ 와 γ' 석출물 간의 격자어긋남을 측정하였으며, 본 실험에서 사용된 전압은 150keV였다.

2. 실험방법

2. 1. Misfit의 측정원리

Fig. 1은 전형적인 CBED pattern으로서 γ' 석출물의 [114] 정대축에서 얻은 whole pattern을 보여 주고 있다. 이 pattern에서 보이는 디스크는 condenser aperture의 상이며, 그 크기는 condenser aperture의 크기와 시편에 빔이 수렴되는 각도에 의해 좌우된다.

그리고 디스크들로 이루어진 pattern은 Ewald구가 0차의 역격자 평면과 교차하여 생긴 Zero Order Laue Zone(ZOLZ)이며, 비갈쪽의 ring은 Ewald구가 2차의 역격자 평면과 교차하여 생긴 HOLZ(Higher Order Laue Zone) ring, 가운데 디스크는 bright field 디스크이다. bright field 디스크내의 선들이 HOLZ선이며, 0.001\AA 정도의 격자상수의 변화에도 HOLZ선의 위치가 민감하게 이동하므로 격자상수의 측정에 이용된다.

따라서, 본 실험에서는 격자어긋남을 결정하기 위하여 γ 와 γ' 의 격자상수를 bright field 디스크내의 HOLZ선을 이용하여 결정하고 이로부터 γ 와 γ' 의 격자어긋남을 결정하였다. 격자상수를 결정하기 위해서는 시편의 국부적 부분(γ , γ')

에서 실험으로 얻은 HOLZ선과 격자상수를 변화시켜 가며 computer simulation으로 얻은 HOLZ선을 비교 하였으며, 이때 실험으로 얻은 HOLZ선이 computer simulation으로 얻은 HOLZ선과 일치되는 격자상수를 그 부분의 격자상수로 결정하였다.

CBED simulation을 위해서는 DFT라고 하는 program을 이용하였다.

2. 2. HOLZ선의 관찰

CM 30 투과전자현미경을 이용하여 CBED pattern(상)을 얻기 위해서는 시편의 eucintricity를 맞춘 후 microprobe와 nanoprobe align을 정확히 해야 한다. 그리고 HOLZ선을 관찰하기 위해서는 높은 면지수를 가진 면에서도 회절이 일어나야 하므로 낮은 가속 전압(100kV, 150kV)과 high index zone에서 실험하는 것이 좋으며, 분석하고자 하는 부분의 크기에 따라 알맞은 probe의 크기를 결정하고 C2(CM 30에서의 beam intensity nub)를 조절하여 빔을 시편에 수렴시킨 후 회절상을 얻는다. 이때의 회절상이 CBED pattern인데, CBED상을 얻은 후에는 condenser aperture의 크기를 조절하고, mode(microprobe, nanoprobe)를 잘 선택하여 적절한 크기의 디스크를 얻어야 한다. HOLZ선을 관찰하기 위해서는 디스크들이 서로 겹하기 직전이 가장 좋다. 디스크의 크기는 condenser aperture의 크기가 클수록, 수렴각도가 클수록 커지며, CM 30에서는 nanoprobe mode에서의 빔 수렴각도가 microprobe mode에서보다 더 크므로 nanoprobe mode에서 디스크의 크기가 더 커진다. 그리고 CBED pattern이 정확히 대칭이 되기 위해서는 빔이 정확히 zone axis에 와야 하며, 미세하게는 condenser aperture를 약간 이동시켜 정확하게 CBED pattern의 대칭을 맞춘다. 대칭이 정확히 맞고 원하는 크기의 디스크를 가진 pattern을 얻은 후에는 camera length를 조절하여 원하는 부분(HOLZ선 관찰시는 bright field 디스크)이 가장 잘 나오게 한 후, CM 30의 sensor를 이용하여 측정된 노출시간을 manual로 setting한 후 사진을 찍는다. 본 실험에서는 가속전압을 150kV로 하고 [114] zone에서 실험하였다. 실험 mode는 nanoprobe mode였으며, probe size는 3.6nm 이었고, condenser aperture의 크기는 $200\mu\text{m}$ 를 사용하였다.

3. 실험결과 및 고찰

본 실험결과는 사용하기 전과 실제로 약 2,000시간 Rene 80 주조블레이드에서 크고 작은 석출물의 격자상수를 측정하였으며, 그 결과는 석출물의 크기나 모양에 무관하게 Fig. 2와 같았다.

Fig. 2에 Rene 80 초합금의 기지(γ)와 석출물(γ')을 보여 주는 bright field image 사진과 기지(γ)와 석출물(γ')에서 각각 얻은 HOLZ선, 그리고 가속전압을 150kV, 기지(γ)의 격자상수를 3.592Å, 석출물(γ')의 격자상수를 3.585Å로 입력하여 각각 computer simulation한 HOLZ선을 나타내었다. computer simulation한 HOLZ선의 동그라미한 부분을 보면 γ 와 γ' 에서 HOLZ선이 이동한 것을 볼 수 있고 실험적으로 얻은 HOLZ선과도 잘 일치하는 것을 알 수 있다. 따라서

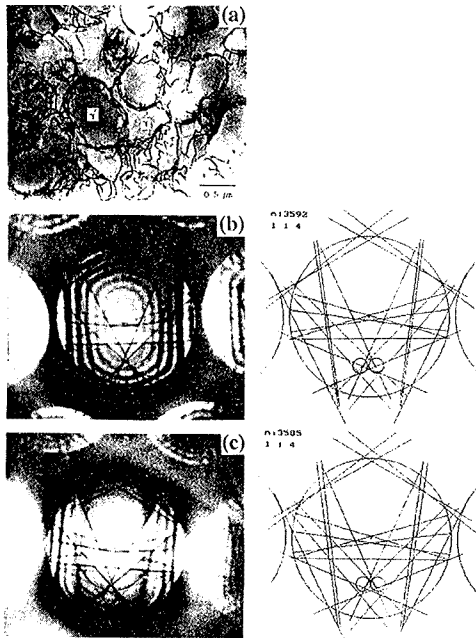


Fig. 2. (a) TEM bright field images of matrix (γ) and γ' precipitates, (b) Obtained HOLZ lines from γ (left) and computer simulated HOLZ pattern with $a=3.592\text{\AA}$ (right), (c) Obtained HOLZ lines from γ' (left) and computer simulated HOLZ pattern with $a=3.585\text{\AA}$ (right)

기지(γ)의 격자상수는 3.592Å, 석출물(γ')의 격자상수는 3.585Å이며,

$$\text{misfit} = (a_{\gamma'} - a_{\gamma}) / a_{\gamma} = -0.0027$$

이다.

이와 같은 실험결과는 Rene 80의 격자어긋남을 격자어긋남에 의한 전위⁹를 이용하여 측정하거나 X선¹⁰을 이용하여 측정된 결과가 약 +0.002인 것과 비교하면 그 크기 뿐 아니라 격자어긋남의 부호조차도 반대였다. 즉, 오랫동안 일반적으로 Ni-Cr-Al계 초내열합금에서 석출물(γ')이 기지(γ)에서 형성되어 성장할 때 Rene 80인 경우 석출물의 격자상수가 기지의 격자상수보다 약 +0.2% 크기 때문에 석출물 주위에는 석출물의 부피팽창에 의한 전위가 발생하므로 전위 밀도가 높다고 알려져 왔다. 그러나 Fig. 2의 본 연구 결과는 석출물이 기지에서 생성되어 성장할 때 -0.27%의 부피 수축이 일어남을 알 수 있다. 그러므로 본 연구에서는 석출물 주위의 전위 밀도는 석출물 생성에 의한 부피팽창이 아니고 부피수축에 기인한다고 결론을 내릴 수 있다.

전위밀도를 비교하기 위하여 2,000여 시간 동안 항공기에 직접 사용하였던 주조 블레이드는 고온에서 충분히 크립변형에 의해 열간 변형이 되었으므로, 사용 직전의 주조 블레이드의 석출물과 전위밀도를 비교하였다. Fig. 3은 사용 전의 블레이드를 투과전자현미경으로 관찰한 전위구조이며, 전위밀도와 석출물의 구조를 분리하여 관찰하기 위하여 (A) bright field와 (B) dark field로 나타내었다. Fig. 3에 의하면 0.3 μm 보다 작은 미세한 석출물에서는 전위가 관찰되지 않으므로 전위밀도가 낮으나, 0.5 μm 보다 큰 석출물 주위에는 전위들이 많이 보이므로 전위밀도가 높음을 알 수 있다. 또한 큰 석출물들과 근접한 영역에는 미세한 석출물들이 관찰되지 않는데, 이는 미세한 석출물들이 큰 석출물로 흡수되면서 석출물 성장을 하였기 때문으로 사료된다. Fig. 4는 2,000여 시간 동안 사용된 주조블레이드의 구조이며, 사용 조건은 약 600~900°C의 온도에서 엔진의 작동원심력에 의한 하중으로 크립변형된 것으로 사료된다. 때문에 고온의 영향으로 0.3 μm 보다 작은 석출물은 발견되지 않고, 그보다 큰 둥근 사각형이거나, 이들 석출물이 가지런히 혹은 γ 자형의 석출물들만 관찰되는 것으로 보아 사용 전의 미세한 석출물들이

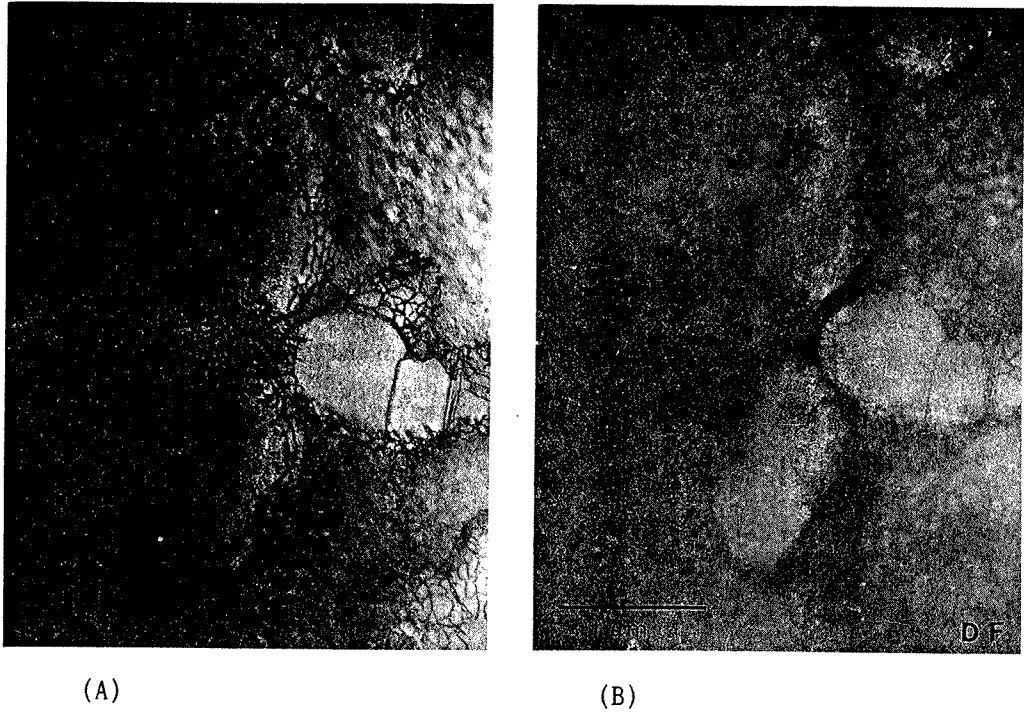


Fig. 3. TEM microstructure of Rene 80 cast blade before service : (A) bright field (BF) image and (B) dark field image of γ'

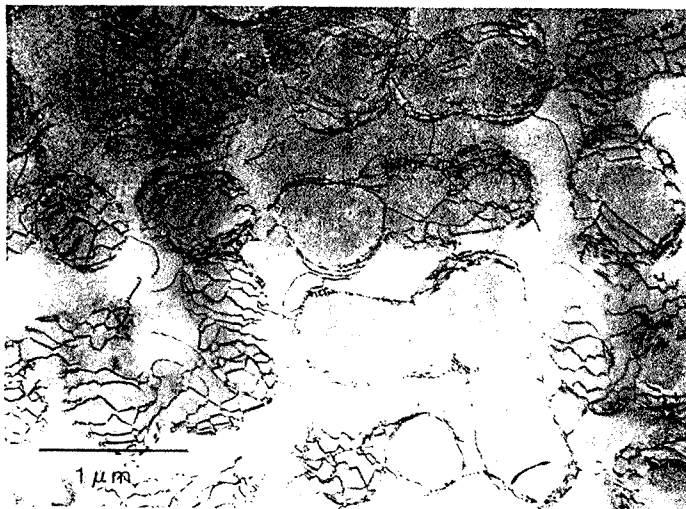


Fig. 4. TEM microstructure of Rene 80 cast blade after 2,000 hours service in the real aircraft engine

오랫동안 사용중에 모두 성장한 것으로 결론지을 수 있다. 사용한 블레이드의 전위 구조는 사용 전과 비교할 때, 미세한 석출물이 채워졌던 영역이 사용중에 비교적 큰 석출물로 채워짐으로써 전위밀도가 다소 증가하였다. 그외에 석출물 주위를 감싸고 있는 전위들의 간격은 사용 전보다 더욱 치밀하고 질서가 정연한 것으로 보아 크립변형에 의해 전위밀도가 다소 증가한 것을 알 수 있다.

4. 결 론

1) Ni-Cr-Al계 초내열합금인 Rene 80 주조 블레이드에서, 석출물(γ')과 기지(γ)의 격자어긋남은 현재까지 약 +0.2%인 것으로 알려져 왔으나, 본 연구에서는 -0.27%였다. 즉, (+)값의 격자어긋남에 의해 석출물 주위에 전위 밀도가 높다고 알려져 왔으나, 본 연구결과의 격자어긋남은 반대로 (-)값이 관찰되었으며,

$$\text{misfit} = (a_s - a_m) / a_s = -0.0027$$

이는 기지에서 석출물이 형성되거나 성장할 때 격자의 수축에 의해 전위밀도가 높아지는 것에 기인한 것으로 판단된다.

2) 사용 전의 블레이드 구조에서는 $0.3\mu\text{m}$ 보다 작은 미세한 석출물들이 큰 석출물 사이를 거의 채우고 있었으며, 미세한 석출물이 있는 영역에는 전위가 거의 관찰되지 않았다. 그러나 사용된 블레이드에서는 미세한 석출물이 발견되지 않았으며, 이는 고온에서 사용중에 미세한 석출물들이 성장했기 때문인 것으로 판단된다.

3) 사용된 블레이드에서 석출물들은 둥근 사각형 모양이거나, 이들이 일련으로 혹은 γ 자형으로 방향성을 가지며(대개 직각) 성장하는 것으로 관찰되었다.

4) 사용된 블레이드의 전위구조는 사용 전에서보다 석출물 주위의 전위간 간격이 보다 일정하고 치밀하므로 전위밀도가 다소 높다. 그 이유는 사용 전에 미세한 석출물이 차지하였던 영역에 비교적 큰 석출물이 채워지면서, 이러한 석출물 성장에 의한 격자어긋남의 증가로 전위밀도가 상승한 것으로 사료된다.

참고문헌

1. W. Blum and B. Reppich, *Creep Behaviour of Crystalline Solids*, vol. 3, in the Series Progress in Creep and Fracture edited by B. Wilshire and R. W. Evans, Pineridge Press, Swansea, U. K., (1985) pp. 83-135
2. I. L. Mirkin and O. D. Kancheev, *Met. Sci. Heat Treat. Nos. 1 and 2* (1967) pp. 10-13
3. H. -A. Kuhn, H. Biermann, T. Unger and H. Mughrabi, *Acta Metall.* vol. 39, No. 11(1991) pp. 2783-2794
4. C. T. Sims, *J. Met.*, October 1966
5. C. T. Sims and W. C. Hagel, *The Superalloys*, John Wiley & Sons, 1972, New York, pp. 102
6. 성장모 : '분석투과 전자 현미경의 이론과 실험', 1991, 반도출판사
7. D. C. Joy, A. D. Romig, J. I. Goldstein : '*Principles of Analytical Electron Microscopy*', 1986, New York, Plenum Press
8. D. B. Williams : '*Practical Analytical Electron Microscopy in Materials Science*', 1984, Philips
9. S. D. Antolovich, P. Domas and J. L. Strudel : *Metall. Trans. A*, 10(1979)1859
10. 이목영, 황선근 : *대한금속학회지*, Vol. 30, No. 6 (1992)706