

IN738LC 합금의 열간 노출 및 재생 열처리에 따른 미세조직과 응력 파단 특성의 변화

최백규¹ · 주동원 · 김인수 · 장중철* · 조창용

한국기계연구원 내열재료그룹

*한전전력연구원 발전연구실

Effect of Thermal Exposure and Rejuvenation Treatment on Microstructure and Stress Rupture Properties of IN738LC

B. G. Choi[†], D. W. Joo, I. S. Kim, J. C. Chang* and C. Y. Jo

Korea Institute of Machinery and Materials, 66 Sangnam-dong, Changwon 641-010

*Korea Electric Power Research Institute, 103-16 Munji-dong, Yusong-gu, Taejeon 305-380

(2001년 6월 14일 받음, 2001년 9월 17일 최종수정본 받음)

Abstract Effects of thermal exposure and rejuvenation treatment on the microstructural evolution and the stress-rupture properties of IN738LC have been investigated. The role of precipitates on the stress-rupture properties has been analyzed through microstructural observations. Thermal exposure at 982°C for 1000 hours gave rise to precipitation of σ phase and coarsening of γ' . The microstructural degradation with thermal exposure at 982°C deteriorated stress rupture properties of the alloy. All the existing phases except MC carbides have completely dissolved into the matrix with homogenization treatment at 1200°C for 2 hours. Microstructure and stress-rupture properties of the thermal exposed specimens have been successfully rejuvenated by the proposed treatment.

Key words: IN738LC, Stress rupture, Thermal exposure, Precipitation behavior, Rejuvenation

1. 서 론

IN738LC 합금은 Ni기 합금으로 16% 정도의 Cr을 함유하여 고온 내산 화성, 내식성이 우수하고 3.4%의 Al과 Ti를 함유하여 약 40vol%의 γ' 상이 석출되므로 900°C까지의 고온에서 강도가 우수하여 발전용 가스터빈 부품 소재로 널리 사용되고 있다.^{1~3)}

이 합금의 미세조직은 주요 강화상인 γ' 상 외에 응고중 Ti, Ta 등과 C가 결합하여 형성되는 MC, 열처리나 사용중에 MC 탄화물이 기지와의 반응에 의해 형성되는 $M_{23}C_6$ 또는 M_6C 등의 상으로 구성되어 있다. 특히 $M_{23}C_6$ 는 MC의 γ 기지와의 반응에 의해 형성된 후 고온에서 장시간 노출에 의해 $(Cr, Mo)_x(Ni, Co)_y$ 형태의 TCP (topologically close packed) 상인 σ 상의 핵생성 장소 역할을 하기도 한다. 이는 $M_{23}C_6$ 에서 C를 제거하고 원자 간격이 약간 조정되면 σ 상과 동일한 결정구조를 갖기 때문이다.⁴⁾ 일반적으로 Ni기 초내열합금에서 $M_{23}C_6$ 는 결정입계에 석출하여 고온변형시 입계 미끄럼을 방지하여 크리프 수명을 향상시키는 것으로 알려져 있으나^{5,6)}, 본 합금이 고온 구조용 재료로 장시간 사용될 경우 $M_{23}C_6$ 는 σ 상의 형성과 같은 조직 변화를 일으키므로

기계적 특성과 수명에 영향을 줄 수 있다.

한편 발전용 터빈 블레이드는 매우 고가인 소모성 부품으로 파손되기 전의 보수 및 재생에 대한 관심이 높아지고 있다. 터빈 블레이드의 보수 및 재생 방안으로는 크리프나 열피로 (thermal fatigue) 등에 의해 손상된 부분을 제거하고 새로운 부품으로 대체하는 접합방법과 예상수명 도달 전에 균열 등의 영구적인 손상이 발생되지 않은 상태에서 열처리로 미세조직을 회복시킴으로써 수명을 연장시키는 방법 등이 있다.^{7~9)} 접합이나 재열처리에 의해 보수된 부품을 실제로 재사용하기 위해서는 보수후의 기계적 성질이 사용전과 유사하도록 회복되어야 한다. 그러나 일반적인 열처리 방법으로 조대해진 γ 상과 σ 상 등을 완전히 제거하기 어렵고 이들을 제거하기 위하여 지나치게 고온에서 열처리할 경우 국부 용융 (incipient melting)으로 인하여 특성이 저하될 수 있으므로 열처리후 기계적 성질을 극대화시킬 수 있는 최적의 열처리 조건이 필요하다.

따라서 본 연구에서는 IN738LC 합금의 열간 노출과 열처리에 따른 미세조직 및 응력 파단 특성의 변화를 고찰하여 고온에서의 장시간 사용에 의해 열화된 소재의 재활용을 위한 재생 열처리 조건을 찾고자 하였다.

[†] E-mail : choibg@kmail.kimm.re.kr

○ 본 논문은 Vol. 11, No. 10 p.833~840 (2001.10월호)에 게재된 논문으로서 제작과정상의 실수로 그림이 중복 배치됨에 따라 저자 요청에 의해 새로 수정하여 11월호에 재게재 됨을 알려드립니다.

Table 1. Chemical composition of IN738LC (wt.%).

	Cr	Co	Al	Ti	W	Mo	Ta	Nb	C	Zr	B	Ni
wt.%	15.90	8.30	3.45	3.44	2.59	1.75	1.90	0.92	0.10	0.03	0.01	Bal.

2. 실험 방법

본 연구에 사용된 시험편은 Cannon-Muskegon사에서 제조한 모합금을 진공유도 채용해하여 봉상 (15mm ϕ ×165mmL)으로 정밀 주조하였다. 사용한 모합금의 조성은 Table 1과 같다. 미세조직과 기계적 성질의 변화를 고찰하기 위해 다음과 같은 조건으로 진공 상태 (1×10^{-3} torr)에서 열처리하였다.

- 표준 열처리; 용체화처리 (1121 $^{\circ}$ C에서 2시간, 공냉)
+ 시효처리 (843 $^{\circ}$ C에서 24시간, 공냉)
- 열간 노출; 표준 열처리 시험편을 980 $^{\circ}$ C에서 1000시간 유지 후 공냉
- 재생 열처리; 열간노출된 시험편을 다음의 3단계로 열처리
균질화처리 (1200 $^{\circ}$ C에서 2시간, 공냉)
+ 용체화처리 (1121 $^{\circ}$ C에서 2시간, 공냉)
+ 시효처리 (843 $^{\circ}$ C에서 24시간, 공냉)

조직은 시험편을 연마후 Kalling's II (2g CuCl₂ + 40ml HCl + 80ml Ethanol) 액으로 부식시켜 광학현미경과 주사전자현미경 (JEOL, JSM-5800)으로 관찰하였다. 미세한 석출물은 연마한 시험편을 1% Tartaric acid + 1% Ammonium sulfate 수용액에서 전해부식 시킨 후 주사전자현미경과 전계 방사형 주사전자현미경 (Field Emission Scanning Electron Microscopy : FE-SEM, Hitachi S-

4200)을 이용하여 관찰하였다.

각 조건에서의 석출거동을 정량적으로 분석하기 위하여 상추출 (phase extraction) 법을 이용하였다. 시험편을 1% Tartaric acid + 1% Ammonium sulfate 수용액에 담고 0.4mA/mm²에서 2시간 동안 추출하여 필터에 여과한 후 X-선 회절시험기를 이용하여 회절 피크를 얻었다. 회절 피크를 정량분석 프로그램 (QUASAR V1.0 : Philips Electronics N.V.)에 입력하여 각각의 석출상을 분석하였다.

응력파단 시험은 열처리후 일부 시험편을 직경 6mm의 시험편으로 가공한 후 일정하중 방식의 크리프 시험기 (Toshin 50T)를 이용하였으며 시험 중앙에 열전대를 부착하여 실제 시험 온도를 측정하였다. 시험 조건은 합금의 사용환경을 고려하여 982 $^{\circ}$ C (1800 $^{\circ}$ F) - 152MPa, 927 $^{\circ}$ C (1700 $^{\circ}$ F) - 250MPa, 871 $^{\circ}$ C (1600 $^{\circ}$ F) - 350MPa 및 816 $^{\circ}$ C (1500 $^{\circ}$ F) - 450MPa로 설정하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1 주조 및 표준 열처리 조직

Fig. 1과 Fig. 2는 IN738LC합금의 주조상태와 표준 열처리한 시험편을 각각 광학현미경과 SEM으로 관찰한 결과이며 전형적인 주조조직인 수지상 조직으로 강화상인 γ' 상, MC, M₂₃C₆ 및 γ/γ' 공정상 등이 관찰된다.

주조조직의 경우는 액상 금속으로부터 생성된 고상 핵이 성장함에 따라 용질원자를 배출하므로 먼저 생성된 수지상

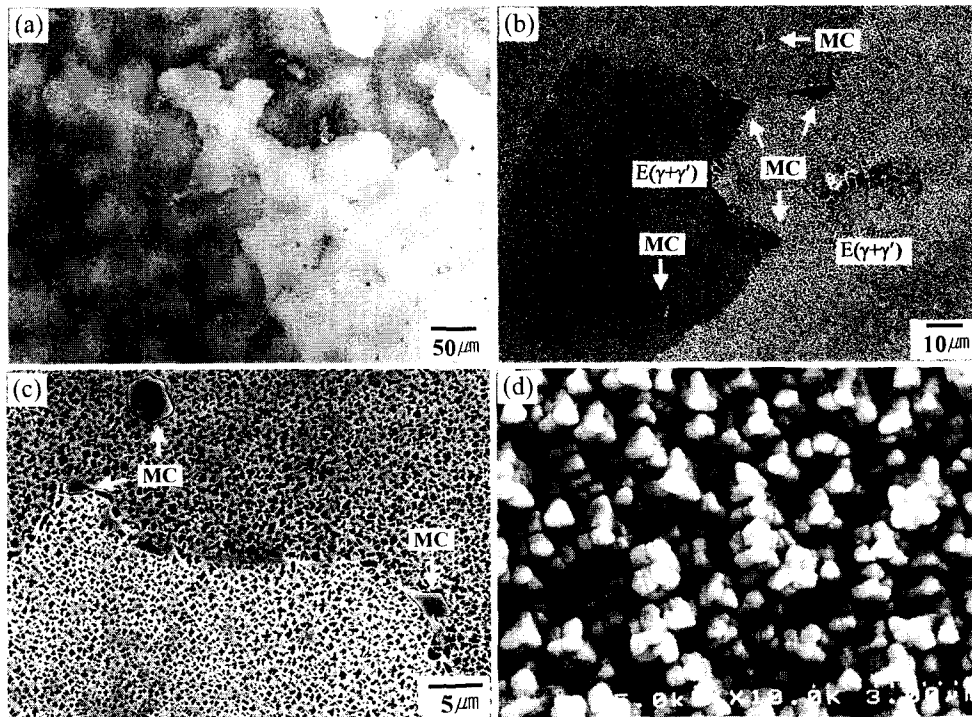


Fig. 1. Microstructure of as-cast IN738LC. (a) Optical micrograph and SEM micrographs showing (b) typical structure, (c) grain boundary area and (d) γ morphology (FE-SEM).

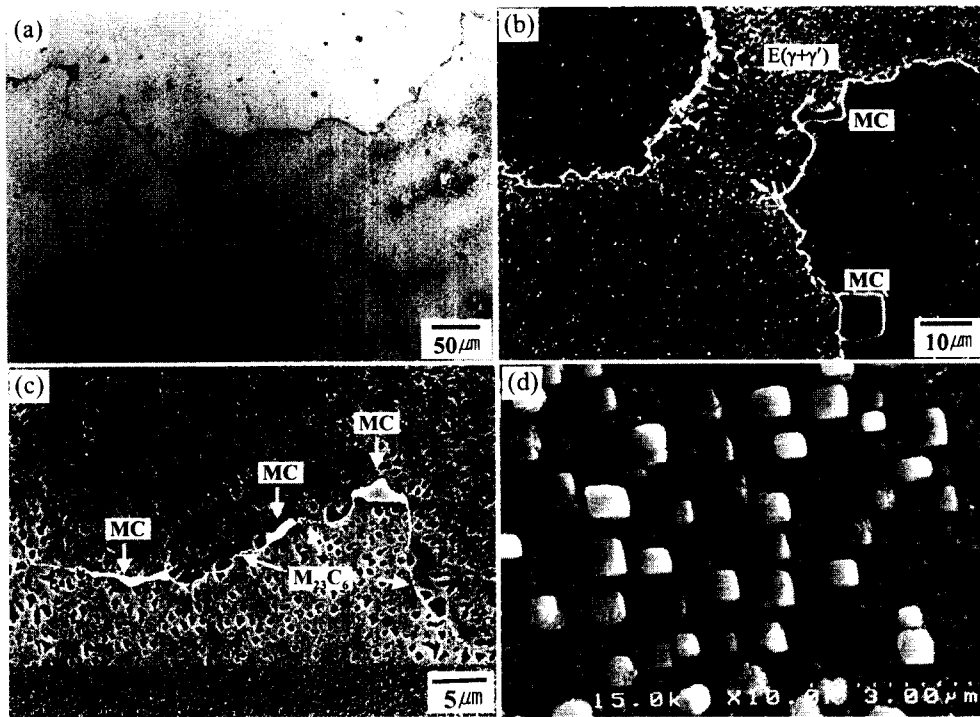


Fig. 2. Microstructure of standard heat treated IN738LC. (a) Optical micrograph and SEM micrographs showing (b) typical structure, (c) grain boundary area and (d) γ morphology(FE-SEM).

내부와 나중에서 응고가 일어난 수지상간 영역이나, 입계, γ/γ' 공정조직간의 조성 및 조직에 차이를 갖게 된다. Fig. 1(a)에서 수지상 내부와 수지상간 영역의 명암차이는 γ' 상의 크기 및 분포에 기인된 것으로 수지상 내부는 미세한 γ' 이 석출하여 밝게 나타나지만 수지상간 영역이나 입계의 경우는 상대적으로 조대한 γ' 이 석출하게 되어 광학현미경 관찰시 어렵게 관찰된다. 또한 MC 탄화물은 주로 수지상간 영역이나 입계에 생성되어 있는데 이것은 이 부분에서 응고중 용질원자의 편석에 따라 탄화물 생성원소인 Ta 및 Ti의 농도가 높아 생성이 용이하기 때문이다. MC 탄화물은 응고시 형성된 안정한 상이므로 이러한 경향은 표준 열처리후에도 크게 달라지지 않고 Fig. 2(a)와 같이 주로 수지상간 영역에서 MC가 관찰된다.

주조조직에서 Fig. 1(c)와 같이 주로 MC형의 탄화물이 입계에 관찰되었고 표준열처리 조직의 경우 대부분의 입계에서 Fig. 2(c)에서 볼 수 있는 바와 같이 MC와 주조조직에는 나타나지 않았던 미세한 Cr-rich $M_{23}C_6$ 탄화물이 관찰되었다. 이러한 $M_{23}C_6$ 탄화물의 석출로 인하여 광학현미경 조직에서 표준열처리한 경우(Fig. 2(a))가 주조 상태(Fig. 1(a))보다 입계의 형상이 더욱 뚜렷이 관찰된다.

γ/γ' 의 공정조직은 Fig. 1(a)와 같이 최종 응고가 일어난 수지상간 영역이나 결정입계에 나타난다. Fig. 1(b), Fig. 2(b)의 SEM 조직에서 볼 수 있듯이 이 영역에서는 용질원소인 Ti, Al 및 Ta의 농도가 높아 γ' [$Ni_3(Al,Ti)$] 이 수지상 중심부보다 많이 석출된다.

주강화상인 γ' 상은 응고후 냉각되는 동안 과포화된 기지에서 석출되며 FE-SEM 관찰결과 주조조직의 경우 Fig.

1(d)와 같이 크기가 균일한 육면체 형태로 석출되었으며 표준 열처리한 경우는 좀 더 조대한 육면체와 미세한 구형이 함께 관찰되었다(Fig. 2(d)). Ardell 등은¹⁰⁾ γ' 입자는 γ 기지와 격자불일치(lattice misfit)가 0.1% 이상일 때, 열처리가 진행됨에 따라 γ 기지의 비등방성 때문에 $\langle 100 \rangle$ 방향으로 성장하는 육면체 형태로 석출하고, 또한 인접한 γ' 입자 탄성상호작용(elastic interaction)으로 주기적인 배열을 이룬다고 하였다. 이는 주조 조직과 표준열처리 시편의 관찰을 통해 확인할 수 있었다. 표준 열처리후 육면체 형태와 미세한 구형의 γ' 상이 관찰되는데(Fig. 2(d)) 육면체 γ' 은 응고과정에서 생성된 γ' 상(primary)이 1121°C에서의 용체화처리시 성장한 것이고 미세한 구형의 γ' 상(secondary)은 시효처리 과정에서 새로이 석출된 것이다. 이러한 γ' 의 2중 분포(bimodal distribution)가 넓은 온도 범위에서 우수한 기계적 성질을 갖도록 하는 것으로 보고되고 있다.⁶⁾

3.2 열간 노출후의 미세 조직

Fig. 3은 표준열처리후 980°C에서 1000시간 열간 노출시킨 시편의 조직을 SEM으로 관찰한 결과이다. Fig. 3(a)에서 볼 수 있듯이 열간노출에 의해 조대한 $M_{23}C_6$ (어두운 석출물)가 입계에서 관찰되며 상대적으로 밝게 나타나는 MC 탄화물의 크기는 표준열처리한 경우보다 상대적으로 크기가 감소하였다. 또한 Kalling's II 용액에 의해 부식된 γ' 상이 입계 및 탄화물 주변을 둘러싸고 있었음이 관찰되었다. 초내열합금에서 MC 탄화물은 760°C~980°C 온도에 노출되었을 때 $M_{23}C_6$ 탄화물을 형성하는 다음과 같은 기지와 반응이 일어나는 것으로 보고되고 있다.¹¹⁾

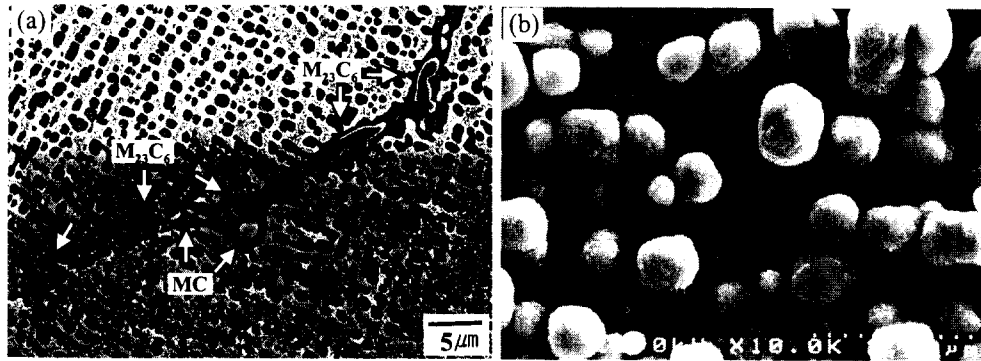
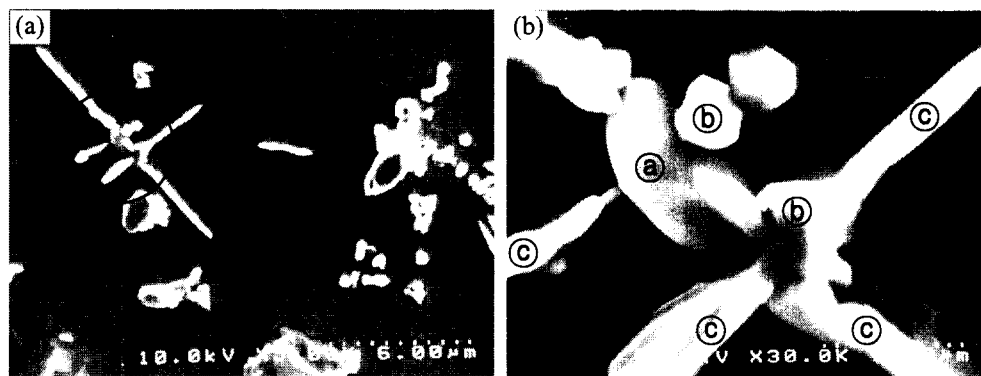
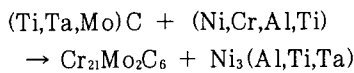
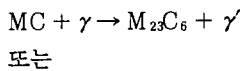


Fig. 3. SEM micrographs of the thermal exposed specimen (at 980°C for 1000 hours) showing (a) grain boundary area and (b) γ' morphology.



	Cr	Co	Ti	Nb	W	Mo	Ta	Ni	Phase
Ⓐ	0.14	0.10	1.41	1.46	0.19	0.00	96.92	0.45	MC
Ⓑ	77.56	2.17	0.99	-	3.05	6.35	-	9.90	$M_{23}C_6$
Ⓒ	62.29	3.06	2.50	-	2.40	2.73	-	27.02	σ

Fig. 4. EDS analysis for precipitates in the thermal exposed specimen (at 982°C for 88 hours).



따라서 표준열처리후 입계에서 관찰되는 많은 수의 미세한 $M_{23}C_6$ 가 이러한 반응에 의해 Cr 및 C를 공급받아 성장, 합체되어 조대해지고 MC를 구성하던 Ti, Ta 등은 γ' 으로 석출하여 입계 및 탄화물 주위에 γ' 막 (film)을 형성하게 되는 것이다.

$M_{23}C_6$ 탄화물은 92개의 금속원자와 24개의 탄소 원자로 구성된 복잡한 FCC 구조를 갖고 있는데 $[(Cr, Mo)_x(Ni, Co)_y]$ ($x, y=1\sim 7$) 조성의 σ 상과 높은 정합성을 가지고 있으며 이 탄화물에서 C가 제거되면 σ 상과 유사한 구조가 된다.⁶⁾ 따라서 고온에서 σ 상이 석출하는 자리를 제공하므로 열간노출시킨 경우 $M_{23}C_6$ 탄화물 주위에서 σ 상이 관찰되기도 한다. 982°C에서 88시간동안 열간노출한 시편의 입내에 생성된 σ 상의 미세조직을 전계방사형 주사전자현미경 (FE-SEM)을 이용하여 관찰한 결과와 EDS분석 결과를 Fig. 4에 나타내었다. Fig. 4(a)에 침상으로 관찰되는

석출물이 σ 상으로 Fig. 4(b)의 고배율 조직과 EDS를 이용한 석출물 분석을 통하여 σ 상의 생성 과정을 고찰할 수 있다. 그림 중앙의 TaC(Ⓐ)의 분해반응으로 주위에 생성된 $M_{23}C_6$ (Ⓑ)로부터 σ 상(Ⓒ)이 석출됨을 확인할 수 있다. 일반적으로 σ 상은 FeCrMo, CrNiMo 또는 CrCo 형태로 나타나지만, 본 연구의 경우 EDS 분석에서 대부분 CrNi 형태로 나타났다.

표준 열처리후 고온에서 계속 열간 노출되면 입내에 생성되어 있던 γ' 상은 입자와 기지사이의 총 계면에너지를 감소시키기 위해 큰 입자가 작은 입자를 흡수(merging)하면서 성장이 일어나며¹²⁾ 특정한 방향성을 갖지는 않게 된다. Fig. 3(b)와 같이 열간 노출후 γ' 상은 구형에 가까운 형태로 나타났으며 표준 열처리후에 존재하던 미세한 secondary γ' 이 primary γ' 에 흡수되어 성장하여 표준 열처리한 경우보다 조대해진 것을 관찰할 수 있다.

이와 같이 IN738LC의 경우 982°C에서 열간 노출후 γ' 과 $M_{23}C_6$ 의 조대화, MC의 분해로 인한 감소, σ 상의 생성 등 미세조직의 변화를 관찰할 수 있었다.

3.3 열처리에 의한 미세 조직의 회복

IN738LC 합금으로 제조된 구조물을 고온에서 장시간 사

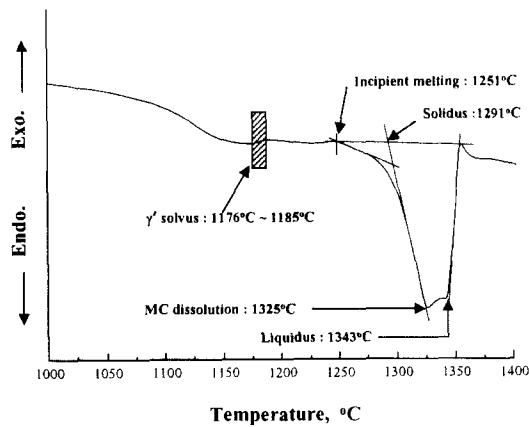


Fig. 5. DTA result of IN738LC

용하면 앞의 열간 노출한 조직에 나타나는 것과 같이 미세 조직이 변화하는데 특히 γ' 의 조대화와 σ 상의 석출은 기계적 성질 열화의 원인이 된다.⁶⁾ 열화된 초내열합금 부품을 재활용하기 위해서는 변화된 석출상의 분포를 제어하여 기계적 성질을 회복시켜야 하며 기존의 석출상을 기지에 완전히 고용시킨 후 최적의 석출상 형상 및 분율을 갖도록 하는 것이 효과적이다. 따라서 열분석시험(DTA)을 통해 γ' 상이 고용되는 온도범위를 구했으며 그 결과를 Fig. 5에 나타내었다. 기지에 석출된 γ' 상의 고용온도는 1176°C~1185°C로 나타났으며 알려진¹³⁾ IN738의 1182°C와 유사한 것으로 확인되었다. 용질원자의 편석이 심한 곳에서는 국부 용융(incipient melting)이 발생할 수 있는데 1251°C에서 이러한 현상이 나타나고 있음을 알 수 있다. 한편, $M_{23}C_6$ 및 σ 상의 고용 온도는 이들의 부피분율이 적어 DTA 실험에서는 정확하게 측정할 수 없었다. DTA 결과를 바탕으로 국부 용융이 일어나지 않으면서 조대한 γ' 상과 유해한 석출상을 고용시킬 수 있도록 균질화처리 온도는 1200°C로 결정하였다.

Fig. 6은 열간 노출한 시료를 1200°C에서 2시간 동안 균질화처리한 후 수냉한 조직이다. Fig. 6(a)는 결정입계와 탄화물의 형상을, (b)는 γ' 의 형상을 각각 관찰한 것이다. Fig. 6(a)에서 기지 내부와 결정입계에 탄화물이 분포되어 있음을 볼 수 있는데 이들은 모두 MC인 것으로 확인

되어 균질화처리로 $M_{23}C_6$ 및 σ 상 등이 완전히 고용되었음을 나타내었다. 기지를 고배율에서 관찰한 결과 Fig. 6(b)와 같이 약 30nm 크기의 미세한 γ' 상이 석출되어 있었는데 열간노출로 인하여 조대해진 γ' 상이 균질화처리를 통해 고용되었음을 의미한다. 균질화 처리로 조대한 γ' , σ 및 공정조직이 고용되었으므로 γ' 상을 포함한 미세조직을 최적의 기계적 성질을 갖는 표준 열처리 상태와 유사하게 조절하면 고온 기계적성질이 효과적으로 회복될 것으로 판단되어 균질화 처리후 표준 열처리와 동일하게 용체화처리(1121°C에서 2시간, 공냉)와 시효처리(843°C에서 24시간, 공냉)를 하였다.

열간 노출후 재생열처리 과정을 거친 시편은 Fig. 7(a)의 SEM 조직에서와 같이 MC형의 탄화물과 미세한 $M_{23}C_6$ 형의 탄화물이 결정입계에 형성되어 있었는데 MC는 표준 열처리, 열간 노출 또는 열간 노출후 균질화 처리한 경우보다 높은 밀도로 분포되어 있었다. Ni기 초내열합금은 온도에 따라 탄화물의 안정성이 변화하는데 760°C~980°C에서의 열간 노출시는 MC의 분해반응으로 $M_{23}C_6$ 가 생성되지만 그 이상의 온도에서는 MC 탄화물이 더 안정한 것으로 알려져 있다.⁶⁾ 따라서 열간노출후 균질화 처리 동안 $M_{23}C_6$ 및 γ' 의 고용으로 인하여 과포화된 탄소와 용질원자가 재생 열처리중 MC와 $M_{23}C_6$ 로 석출하는데 1121°C에서 유지되는 동안에는 보다 고온에서 안정한 MC가 석출하고 843°C에서의 시효처리동안에는 미세한 $M_{23}C_6$ 가 석출함을 알 수 있다. Fig. 7(a)에서 다른 탄화물에 비해 조대한 탄화물은 열간 노출과 균질화처리후에도 고용되지 않고 남아 있던 MC형 탄화물인 것으로 사료된다. 한편, 재생 열처리 후 기지에는 Fig. 7(b)와 같이 표준열처리와 유사하게 두 가지 서로 다른 크기의 γ' 상이 석출되어 있음을 확인할 수 있었다.

Fig. 8은 재생열처리 시편을 전해 부식시킨 후 FE-SEM을 이용하여 결정입계에 나타나는 미세한 $M_{23}C_6$ 탄화물의 형상을 좀 더 자세히 관찰한 것이다. $M_{23}C_6$ 탄화물은 기지내의 Cr이 입계를 따라 확산하는 탄소와 결합하여 주로 입계에 석출하는데 용질원자중 Cr과 Mo을 소모하며 그 주위에 다른 용질원자인 Al, Ti, Ta 등이 포함된 γ' 상이

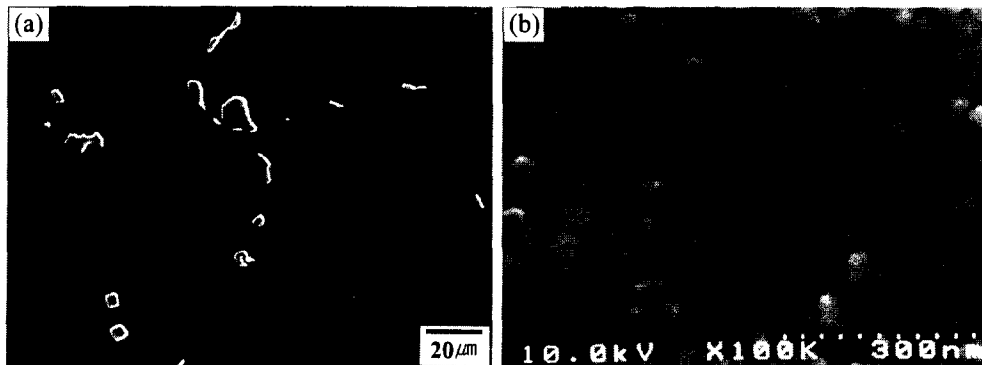


Fig. 6. SEM micrographs of the homogenization treated specimen (at 1200°C for 2hours followed by water quenching) showing (a) grain boundary carbides and (b) γ' .

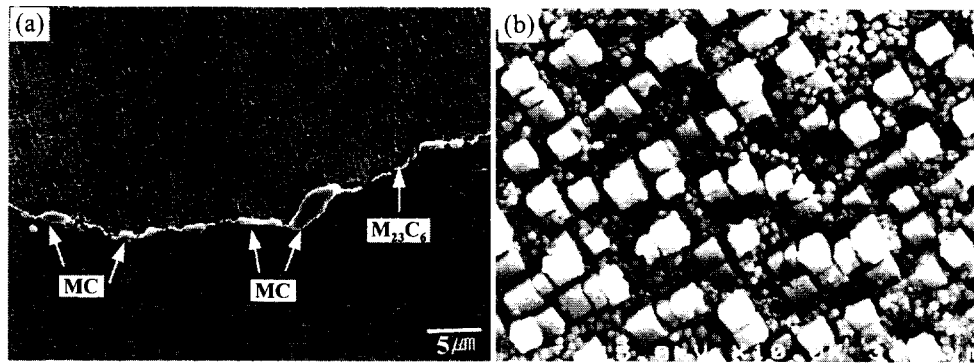


Fig. 7. SEM micrographs of the rejuvenation treated specimen showing (a) grain boundary area and (b) γ' morphology.

Table 2. Weight fraction of precipitates in IN738LC according to heat treatment conditions.

	Weight fraction of precipitates, wt.%					*Particle size of γ'
	Total	γ'	MC	$M_{23}C_6$	σ	
As-cast	45.71	86.9	8.6	4.6	-	L=200nm~300nm
Standard heat treated	42.21	85.3	9.2	5.5	-	L \approx 500, S \approx 100nm
Thermal exposed	42.51	81.8	4.8	10.9	2.5	L \approx 1000nm(1 μ m)
Rejuvenation treated	42.70	85.1	9.5	5.1	-	L \approx 400nm, S \approx 70nm

*L : Primary γ' , S : Secondary γ'

석출하게 된다. 이러한 석출과정에 의해 입계의 $M_{23}C_6$ 탄화물은 Fig. 8과 같이 γ' 로 둘러싸여 진다. 입계의 $M_{23}C_6$ 는 크리프 조건에서 입계미끄럼을 억제하여 소재의 크리프 저항성을 향상시키며, 또한 그 주위에 형성된 γ' 상 network는 $M_{23}C_6$ 탄화물이 cellular 형태로 석출하는 것을 억제하여 응력파단 특성을 향상시키므로, $M_{23}C_6$ 탄화물과 γ' 상 network 이중 구조는 입계를 강화시키는 구조가 된다.^{5,6)}

열간 노출 및 재생 열처리에 의한 석출물의 변화를 정량적으로 분석해 보기 위해 주조상태, 표준 열처리, 열간 노출 및 재생 열처리 시편을 각각 전해 추출하여 수행한 X-선 회절 시험 결과는 Table 2에 나타내었다. 전체 석출물의 무게 분율과 추출된 석출물 중 γ' , MC, $M_{23}C_6$ 및 σ 상이 각각 차지하는 양을 분석하였는데 전체 석출물의 무게 분율은 약 42%~45%로 주조된 상태가 다른 경우 보다 약간 높게 나타났지만 큰 차이는 없었다. 열간 노출한 시료에서 $M_{23}C_6$ 탄화물과 σ 상이 표준 열처리한 경우보다 증가하였고 MC의 양은 감소하였으며 σ 상이 새로이 검출되었다. 재생 열처리한 시편에서 각 석출물의 양이 표준 열처리한 경우와 거의 비슷하게 석출되어 열간 노출로 증가된 $M_{23}C_6$ 과 σ 상이 재생 열처리지 감소 또는 제거되었고 MC는 다시 석출되었음을 보여 주었다. 이렇게 전해추출로 분석한 석출물들의 정량적인 분석은 미세조직 관찰 결과와 일치하였다.

3.4 열처리에 따른 응력 파단 특성의 변화

이상과 같이 미세 조직 측면에서 IN738LC 합금의 경우 열간 노출에 따른 γ' 상의 조대화, $M_{23}C_6$ 탄화물과 σ 상의 석출 및 조대화 등을 관찰하였으며 재생 열처리에 의해 표준열처리와 유사하게 회복되었음을 확인할 수 있었다. 재생 열처리에 따른 미세 조직뿐 아니라 기계적 성질의 회복에 미치는 영향을 응력 파단 시험을 통해 고찰하였다.

IN738LC 합금의 열처리에 따른 응력 파단 특성 시험 결과를 Fig. 9에 나타내었다. 실험 온도에 관계없이 열간 노출 후 파단 수명이 급격히 감소하였으나 재생 열처리한 경우 표준열처리와 유사한 파단 수명을 나타내었다.

일반적으로 응력 파단 특성에 미치는 미세조직의 영향은 특정한 온도와 응력하에서 변형을 주도하는 기구와 미세조직과의 관계로서 설명할 수 있다. 즉 제 2상 입자에 의해서 강화되는 합금의 크리프 변형기구는 온도와 응력의 범위에 따라 다르게 나타나며, 2상 입자와 전위의 반응에 따라 좌우된다. 전위와 제 2상 입자의 반응은 전위가 제 2상(γ' 입자) 주위에 루프를 남기고 진행하는 Orowan 기구, 전위가 입자를 자르고 진행하는 입자전단 기구 (particle cutting) 및 전위상승 (climb)에 의하여 입자를 우회하는 기구 등^{14~17)}이 알려져 있다. 위의 세 가지 기구에서 전위가 입자로부터 벗어나 이동하기 위해 필요한 임계응력을 계산하고 실험에서 얻은 값과 비교함으로써 변형기구를 알 수 있다.^{18,19)} 석출강화형 합금의 경우 고온 변형거동을 설명하기 위한 다양한 모델이 있지만 Ni기, 초내열합금과 같이 석출물 입자의 부피 분율이 40% 이상 되는 합금에서는 Brown-Ham²⁰⁾과 Labusch-Schwarz 모델²¹⁾이 적절한 이론으로 받아들여지고 있다. Brown-Ham 모델에 의하면 가해진 응력이 Orowan 기구나 입자전단에 필요한 임계응력 보다 크면 전위상승은 억제되고 그 때 임계응력은 다음과 같이 표현된다.²⁰⁾

$$\tau_{ob} = \frac{Gb}{2\pi\lambda} \ln(\lambda/\gamma_0) \quad (\text{Orowan 기구}) \quad (1)$$

$$\tau_{pc} = \frac{\gamma_A}{2b} \left[\left(\frac{4\gamma_A a f}{\pi\Gamma} \right)^{1/2} - f \right] \quad (\text{입자전단 기구}) \quad (2)$$

위 식에서 G는 전단탄성계수, b는 Burgers vector, r,

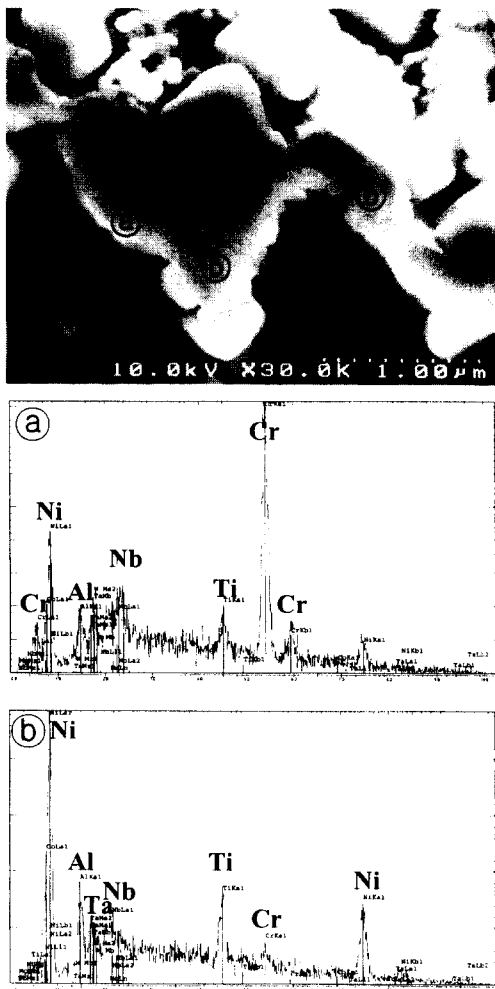


Fig. 8. EDS analysis of the grain boundary area in the rejuvenation treated specimen.

는 전위 핵의 반경, a 는 입자평균크기, f 는 입자의 부피분율, λ 는 입자간 거리 ($\lambda = a(f^{-1/3} - 1)$), γ_A 는 γ' 상의 역위상경계 (APB) 에너지이며 Γ 는 전위의 에너지 ($\Gamma = 1/2Gb^2$)이다. 위 식 (1)과 (2)에서 보는 바와 같이 Orowan 기구 및 입자전단에 필요한 임계응력은 입자의 크기와 입자간 거리에 의존하고 입자 크기가 커짐에 따라 입자전단에서 Orowan 기구에 의한 전위이동으로 변형기구가 변하게 된다.

전위상승에 의하여 입자를 우회하는 기구는 물질의 확산을 필요로 하는 열적 과정으로서 본질적으로 비열적 과정인 입자전단과 Orowan 기구 보다 느리게 진행된다. 따라서 저온 고응력에서는 Orowan 기구나 입자전단기구에 의한 변형이 우선적으로 일어나고, 인접원자와 Orowan 기구가 작용하기 어려운 고온 저응력에서는 전위상승이 주변변형기구가 되는데 부분전위상승 (local climb) 및 전체전위상승 (general climb)의 임계응력은 다음과 같이 표현된다.

$$\tau_{LC} = \tau_{ob}/\sqrt{2} \quad (\text{부분전위상승}) \quad (3)$$

$$\tau_{GC} = f^{1/2}\tau_{ob}/2^{1/4} \quad (\text{전체전위상승}) \quad (4)$$

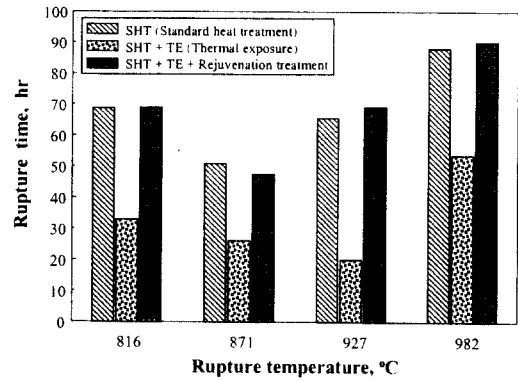


Fig. 9. Influence of heat treatment condition on the rupture life at various test conditions.

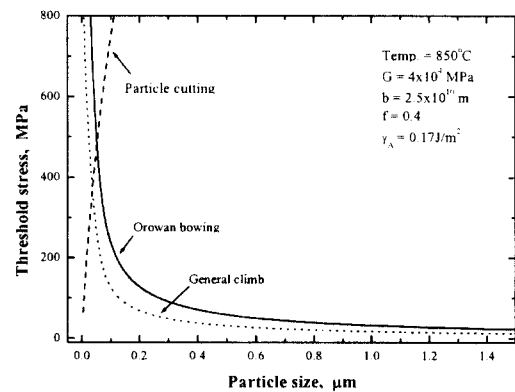


Fig. 10. Threshold stress for the three deformation mechanisms as a function of particle size.

본 연구에서는 여러 온도와 응력에서 IN738LC 합금의 응력 파단 수명만을 측정하였기 때문에 이 합금의 고온변형을 주도하는 기구가 입자전단에서 Orowan 기구나 전위상승기구가 천이되는 정확한 온도와 응력은 알 수 없지만 위와 같은 이론적인 근거로부터 열처리에 따른 미세조직과 그에 대한 응력 파단 특성의 관계를 비교할 수 있었다.

미세조직에 따른 변형기구를 고찰하기 위하여 입자크기에 대한 세 가지 변형기구의 임계응력을 계산하여 Fig. 10에 나타내었다. 임계응력을 계산하기 위해 필요한 변수들은 McLean 등의 연구(14)에서 사용된 IN738합금의 상수 값들 ($b = 2.5 \times 10^{-10} \text{m}$, $f = 0.4$, 850°C 에서 $G = 4 \times 10^4 \text{MPa}$, $\gamma_A = 0.17 \text{J/m}^2$)을 인용하였다. 석출물의 부피분율이 40~60%에 이르는 초내열합금에서는 전체전위상승과 부분전위상승에 필요한 임계응력의 차이가 크지 않으며, 전위가 연속적인 입자들을 전체전위상승에 의하여 우회하기가 쉬우므로⁽¹⁴⁾ 부분전위상승은 제외하였다. Fig. 10에 의하면 850°C 에서 γ' 상의 크기가 약 $0.05 \mu\text{m}$ 보다 작으면 입자전단이 일어나고 이보다 크면 Orowan 기구로 천이 된다는 것을 알 수 있다. 표 2에 나타난 바와 같이 열간 노출된 시편에서 γ' 상의 크기는 약 $1 \mu\text{m}$ 이고 표준열처리 시편과 재생 열처리 시편에서는 1차 γ' 상의 크기는 약 $0.5 \mu\text{m}$ 이며, 2차 γ' 상의 크기는 약 $0.1 \mu\text{m}$ 이므로 850°C 보다 높은 온도에서는 모두 Orowan 기구나 전위상승에 의하여 변형된다. Orowan 기구는 저온 고응력에서 일어나는 비열적 기구이

고, Fig. 10에서 보는 바와 같이 전위상승보다 높은 임계응력을 가지므로 고온에서는 전위상승에 의해 변형이 주도된다. 따라서 입자크기가 커질수록 변형이 쉽게 일어나기 때문에 γ 이 조대해진 열간 노출된 시편의 응력파단 특성이 저하되게 된다. 온도가 낮아지면 전단탄성계수가 높아져서 입자전단이 일어나는 임계입자크기는 다소 커지지만 816 °C에서의 차이는 매우 작기 때문에 이 온도에서도 역시 전위상승이 주 변형기구가 된다. 그러므로 입자가 미세한 표준 열처리 및 재생 열처리 시편의 응력파단 특성이 우수하게 된다. 열간노출 시편의 경우 Table 2 및 Fig. 4에서 보는 바와 같이 취약한 σ 상이 석출된 것도 응력파단 특성을 저하시키는 중요한 원인이 될 수 있다. 또한 열간노출한 시편에서와는 달리 표준열처리 및 재생열처리 시편에서는 미세한 2차 γ' 상이 석출되어 있으므로 γ' 상의 용해온도 이하인 시험온도에서 이들이 전위상승에 의한 전위의 이동을 억제하는데 중요한 역할을 하여 응력파단 특성을 향상시킨다.

이와 같이 응력파단 특성은 미세조직에 의존하므로 정교하게 제어된 열처리에 의하여 그 특성을 향상시킬 수 있으며 열간 노출에 의해 저하된 응력 파단 특성의 회복도 가능하다는 것을 알 수 있었는데 본 연구에서 DTA 실험결과를 바탕으로 제안한 재생 열처리 과정이 미세조직 및 기계적 성질 회복에 합리적인 것을 확인할 수 있었다.

4. 결 론

IN738LC합금의 열간 노출 및 회복을 위한 열처리에 따른 미세조직 변화 관찰과 크리프 파단시험을 통해 얻은 결론은 다음과 같다.

1) 982°C에서 1000시간 열간 노출시킨 경우 MC 탄화물의 분해 반응에 의해 조대한 $M_{23}C_6$ 탄화물이 결정입계 및 입내에서 석출되었으며 $M_{23}C_6$ 를 핵생성 자리로 석출한 σ 상이 관찰되었다. γ' 상의 경우는 큰 입자가 작은 입자를 흡수하며 성장하여 조대화 되었다.

2) 열간 노출된 시편을 1200°C에서 균질화처리한 결과 MC형 탄화물을 제외한 공정조직, γ' , $M_{23}C_6$ 및 σ 상이 고용되었으며, 용체화처리 및 시효처리를 거친 재생 열처리후 표준 열처리 상태와 유사한 미세조직이 형성되었다.

3) 열간 노출된 시편의 경우 γ' 의 조대화로 인한 전위상승에 대한 저항력 감소 및 취약한 σ 상 석출로 인하여 응력파단 수명이 감소되었으나 재생 열처리시 σ 상의 소멸 및 미세한 γ' 의 재석출로 표준열처리 시편과 유사한 응력파단 특성을 나타내었다. 이와 같이 열간 노출에 의해 저하된 미세조직 및 응력 파단 특성이 재생 열처리로 회복되어 본 연구에서 제안된 회복 열처리 조건이 합리적인 것임을 확인할 수 있었다.

참 고 문 헌

1. Y. Yoshioka, D. Saito, K. Fujiyama and N. Okabe,

Advanced Materials and Coatings for Combustion Turbines, Proceeding of ASM 1993 Materials Congress Materials Week '93, Oct. 17-21, Pittsburgh, Pennsylvania, 53-58 (1993).

2. G. Jianting, D. Ranucci, E. Picco & P. M. Strocchi : Metall. Mater. Trans. A, **14A**, 2329 (1983).
3. P. J. Henderson : Scripta Metall., **22**, 1103 (1988).
4. R. Castillo, A.K. Koul and J-P. A. Immarrigeon, in Proceedings of 6th International Symposium on Superalloys (Pennsylvania, USA, September 1988). ed. Reichman et. al., (The Metallurgical Society, Pennsylvania, USA, 1988) p.805.
5. J. R. Mihalisin : Trans., AIME, **239**, 180 (1967).
6. E. W. Ross and C. T. Sims, *Superalloys II*, p.97, ed. C. T. Sims et. al., John Wiley & Sons, New York (1987).
7. G. S. Hoppin and T. F. Berry, Welding Research Supplement, November, 505-s (1970).
8. D. L. Keller and W. R. Young, Cost Effective Repair Techniques for Turbine Airfoils, AFWAL-TR-81-4009, 1, June, (1981).
9. C. Y. Su, C. P. Chou and B. C. Liu : Mat. Sci. Tech., March, **15**, 316 (1999).
10. A. J. Ardell and R. B. Nicholson : Acta Metall., **14**, 1295 (1966).
11. R. F. Decker and C. T. Sims, *The Superalloys*, p.33, ed. C. T. Sims and W. C. Hagel, John Wiley & Sons, New York (1972).
12. E. Balikcl, A. Raman and R. A. Mirshams : Metall. Mater. Trans. A, **28A**, 1993 (1997).
13. D. L. Sponseller, in Proceedings of 8th International Symposium on Superalloys (Pennsylvania, USA, September 1988). ed. Kissinger et. al. (The Metallurgical Society, Pennsylvania, USA, 1996) p.259.
14. M. McLean : Acta Metall., **33** (4), 545 (1985).
15. B. Burton, Phil. Mag., **A43**, 1 (1981).
16. E. Artz and M. F. Ashby, Scripta Metall., **16**, 1285 (1982).
17. R. S. W. Shewfelt and L. M. Brown, Phil. Mag., **35**, 945 (1977).
18. C. N. Ahlquist. and W. D. Nix, Acta Metall., **19**, 373 (1971).
19. J. D. Parker and B. Wilshire, Met. Sci., **9**, 248 (1975).
20. L. M. Brown and R. K. Ham, *Strengthening Methods in Crystal*, p.9, ed. A. Kelly and R. B. Nicholson. Elsevier, Amsterdam (1971).
21. R. Labusch and R. B. Schwarz, J. Appl. Phys., **49**, 5174 (1978).