

액상화산접합한 Ni기 단결정 초내열합금의 크리프 파단 및 피로특성

김 대 업*

* 현대 MOBIS(주) 기술연구소

Creep-Rupture and Fatigue Properties of Transient Liquid Phase Bonded Joints of Ni-Base Single Crystal Superalloy

Dae-Up Kim*

* Research Institute, Hyundai MOBIS Co., Yongin 449-910, Korea

Abstract

The creep-rupture and low cycle fatigue properties of transient liquid phase bonded joints of Ni-base single crystal superalloy, CMSX-2 was investigated using MBF-80 insert metal. The (100) orientation of bonded specimen was aligned perpendicular to the joint interface. CMSX-2 was bonded at 1523K for 1.8ks in vacuum, optimum bonding condition. The creep rupture strength and rupture lives of the joints were the almost identical to ones of the base metal. SEM observation of the fracture surfaces of joints after creep rupture test revealed that the fracture surfaces classified three types of region, ductile fracture surface, cleavage fracture surface and interfacial fracture surface. The low cycle fatigue properties of the joints were also the same level as those of base metal. The elongation and reduction of area values of joints were comparable to those of base metal while fell down on creep rupture condition of high temperature

(Received September 4, 2000)

Key Words : Transient liquid phase bonding, CMSX-2, Creep rupture test, Low cycle fatigue test, Fracture surface, Elongation

1. 서 론

항공기용 제트엔진이나 발전플랜트용 가스 터빈 블레이드에 사용되고 있는 Ni기 초내열합금은 보다 내열성이 좋은 재료의 필요성에 부응하기 위하여 보통 주조합금→일방향응고합금→단결정합금의 순으로 개발되고 있다¹⁻³⁾. 이와 같이 고온·고압의 가혹한 조건에서 사용되는 부품에서는 고온에서의 기계적특성, 특히 크리프 파단 및 고온저사이클 피로특성의 향상이 요구된다.

지금까지 Ni기 초내열합금을 접합할 경우, 인장강도는 거의 모재와 동등한 값을 나타내나, 접합부의 연성이 낮고 크리프 파단특성 및 피로특성은 모재수준에 이르지 못하기 때문에 고온·고압부에 적용 때 접합부의 신뢰성 보증이 문제가 된다^{4,5)}. 한편, Ni기 단결정

초내열합금을 액상화산접합할 경우, 최적접합조건에서 접합하면 등온응고과정에서 고상의 에피탁살 성장에 의해 접합부의 단결정화가 달성되어 접합부의 인장강도 및 연신율이 모재와 동등한 값을 나타내는 우수한 접합부를 얻을 수 있었다⁶⁾.

본 연구에서는 접합부의 단결정화가 달성되는 최적 접합조건에서 접합한 접합부에 대하여 크리프-파단 및 피로특성을 평가하였다. 또한, 크리프 파단시험시 연신율 및 단면수축율의 열화요인에 관하여 고찰하였다.

2. 사용재료 및 실험방법

2.1 사용재료

본 연구에서 모재는 결정성장방향이<001>방향인 Ni기 단결정 초내열합금 CMSX-2를 사용하였으며, 인

서트금속으로는 Ni기 비정질 박막인 MBF-80을 사용하였다. Table 1에 모재 및 인서트금속의 화학조성을 나타내었다.

Table 1 Chemical compositions of materials used (mass%)

Materials	Ni	B	Cr	Co	Mo	W	Ti	Al	Ta	
Base metal	CMSX-2	Bal.	-	8.0	4.6	0.6	8.0	1.0	5.6	6.0
Insert metal	MBF-80	Bal.	3.7	15.5	-	-	-	-	-	-

2.2 실험방법

접합면이 (100)면인 양 접합시료의 사이에 초음파 세척한 인서트금속을 삽입하고 접합모재의 결정방위가 일치되도록 배치하여 접합하였다⁷⁾. 접합조건은 접합부의 단결정화가 달성된 최적접합조건⁽⁸⁾인 접합온도 1,523K, 시간 1.8ks, 가압력 2.3MPa, 진공도 1×10^{-4} torr에서 행하였다. 접합후에는 Table 2에 나타낸 모재의 지정열처리 조건인 용체화처리, 1차 시효 및 2차 시효처리의 순으로 아르곤 분위기중에서 접합후열처리를 행하였다.

Table 2 Heat treatment conditions of CMSX-2 joints

Solution treatment	1,589K×7.2ks → water quenching
1st aging treatment	1,353K×14.4ks → water quenching
2nd aging treatment	1,144K×72ks → air cooling

크리프 파단시험은 대기중에서 시험온도까지 4.2×10^{-3} K/s의 가열속도로 전기로에서 가열하여, 부하응력을 가하면서 시험온도에서 유지하였다. 시험조건은 Table 3에 보이는 바와 같이, 시험온도 및 부하응력을 수단계 변화시켰다. 고온 저싸이클 피로시험은 대기중에서 시험온도를 1,073K로 일정하게 하고, 축방향으로 변형을 제어하면서 인장-압축방향으로 변형비(Rε)를 -1로 한 등변삼각파의 변형진폭을 가하여 시험하였다. 시험시 전변형범위는 1.2~2.0%로 변화시켰다.

Table 3 Conditions of creep rupture test

Temperature(K)	Stress(MPa)
1,123	402
	451
1,173	294
	372
1,223	240
1,323	147

10mmφ×40mm l의 시험편을 접합한 후 모재특성과 비교하기 위하여 모재의 지정열처리 조건으로 접합후열처리한 다음 Fig.1에 나타낸 형상으로 가공하여 시험하였다. 또한, 파단면은 SEM으로 관찰하였다.

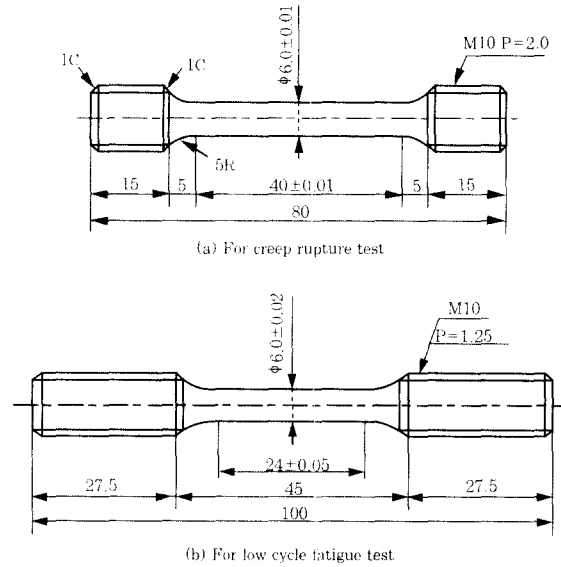


Fig. 1 Specimens for creep rupture and low cycle fatigue testings

3. 실험결과 및 고찰

3.1 접합부의 크리프 파단 특성

3.1.1 크리프 파단 특성

Fig. 2는 1,523K×1.8ks의 조건에서 액상확산접합한 시험편에 대하여 크리프 파단시험을 행하여 접합부의 크리프 파단강도를 모재강도와 비교하여 나타낸 것이다. 크리프 파단강도는 각 시험조건에서의 시험편의 파단시간을 측정하여 그 결과를 Larson-Miller 파라

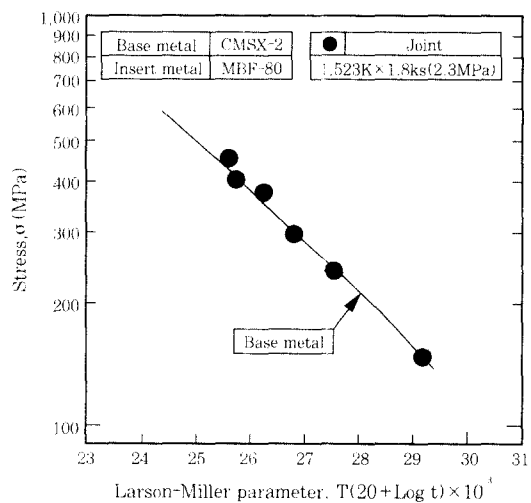


Fig. 2 Creep rupture strength of joints

미터로 정리하였다. 모든 접합이음부에서 크리프 파단 강도는 모재와 동일한 수준의 파단강도 및 수명을 나타내고, 우수한 크리프 파단강도를 가지는 접합이음부를 얻을 수 있었다. 한편, 각 시험조건에서의 크리프 파단시험시의 연신을 및 단면수축율의 값을 Fig. 3에 나타내었다. 저온·고응력의 시험조건에서는 모재에 가까운 값을 나타내나, 고온·저응력의 시험조건이 될 수록 모재에 비해 낮은 값을 나타내었다. 또한, 연신을 및 단면수축율은 시험응력보다는 시험온도에 민감하게 대응하는 것을 알 수 있다.

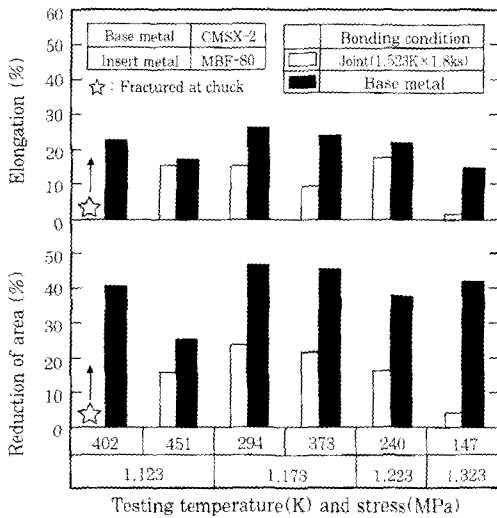


Fig. 3 Creep rupture properties of joints

Fig. 4에 크리프 파단시험시의 파단수명과 연신을 및 단면수축율의 관계를 나타내었다. 크리프 수명이 짧은 경우에는 접합부의 연신을 및 단면수축율은 모재에 비해 크게 저하하나, 수명이 길어질수록 그 차는 줄어들었다. 또한, 접합부의 크리프 파단수명이 약 700시간 이상이 되면 모재와 거의 같은 연신을 및 단면수축율을 나타내었다.

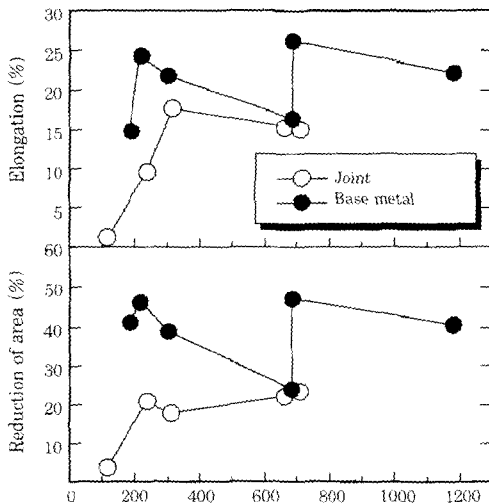


Fig. 4 Relation between creep rupture life and creep rupture properties for joints

3.1.2 크리프 파단면의 해석

크리프 파단시험에서 접합이음부의 연신을 및 단면수축율의 열화요인을 조사하기 위하여 크리프 파단면을 관찰하였다. 크리프 파단시험후의 시험편의 파단형태는 크게 모재파단과 접합부 파단으로 대별되었다. 시험편의 양상을 보면, Fig. 5에 보이는 바와 같이 크리프 수명이 긴 1,123K, 402MPa의 시험조건에서는 접합부에서 떨어진 모재에서 파단하였으나, 크리프 수명이 짧은 1,323K, 147MPa에서는 접합부 부근에서 파단하였다.

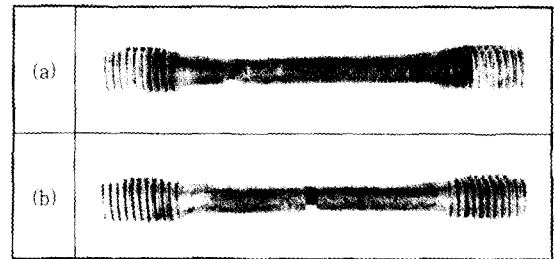


Fig. 5 Appearance of specimen after creep rupture test (a) 1,123K, 402MPa (b) 1,323K, 147MPa

Fig. 6은 대표적인 크리프 파단면의 macro조직을 나타낸 것이다. 모든 접합이음부의 크리프 파단면을 관찰한 결과, 파단면은 크게 3개의 영역으로 분류할 수 있었다.

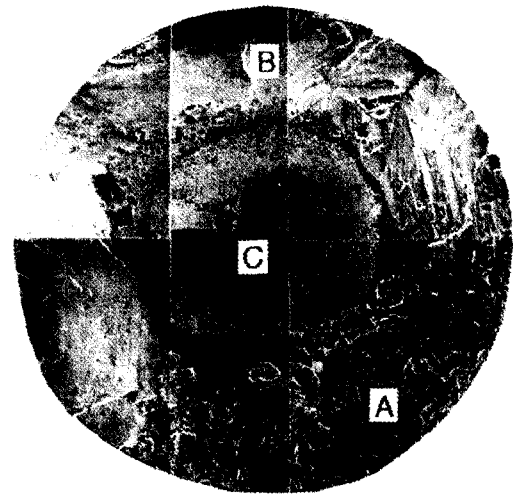


Fig. 6 Macrostructure of creep ruptured surface of joint

즉, Fig. 7에 나타낸 바와 같이, 영역A는 표면기복이 크고 dimple모양의 모재파단면(이하, 모재연성파면)이고, 영역B는 단결정 특유의 파단면인 벽개파단면(이하, 모재벽개파면)이다. 영역C는 소성변형이 거의 없이 접합계면에서 평활하게 파단한 파단면(이하, 접합계면파면)이다.

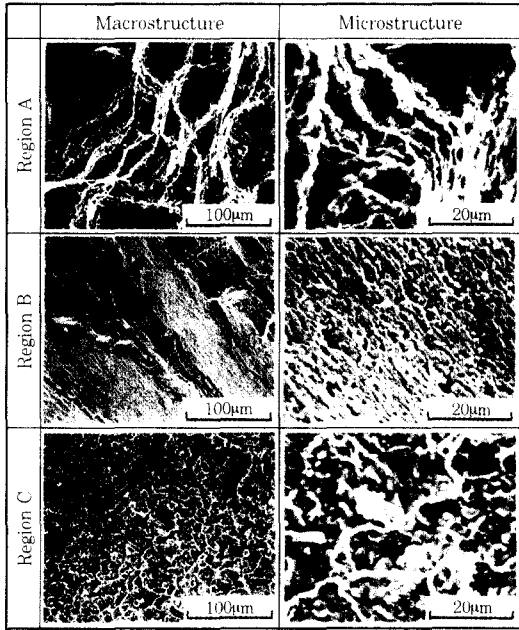


Fig. 7 Macro and microstructures of creep rupture surface of joints

Fig. 8은 접합이음부의 파단면 관찰결과에 기초하여, 크리프 파단시간과 각 영역의 파면율과의 관계를 나타낸 것이다. 크리프 파단시간이 긴 시험편은 저온·고응력의 시험조건에 대응하고, 모재연성파면과 모재벽개 파면이 혼재한 모재파단면이었다.

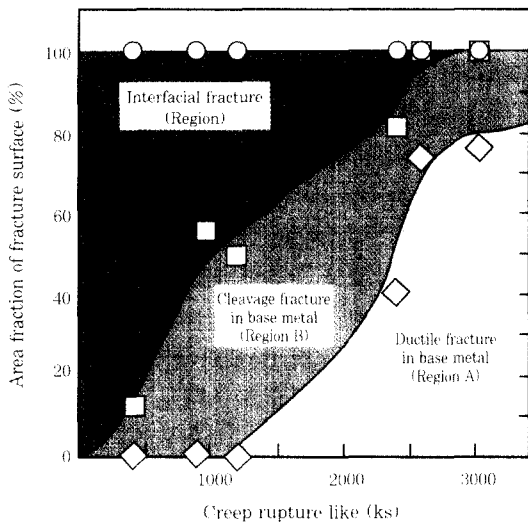


Fig. 8 Relation between creep rupture life and area fraction of fracture surfaces

크리프 파단시간이 짧은 시험편은 고온·저응력의 시험조건에 대응하고, 접합계면파면의 비율이 증가할수록 크리프 파단시간이 짧아지는 것을 알 수 있다. 또, 접합계면파면율과 연신율 및 단면수축율과의 관계에 대해서 조사한 결과를 Fig. 9에 나타낸다. 1,123K, 402MPa의 시험조건에서 접합이음부는

chuck부에서 파단하였기 때문에 연신율 및 단면수축율을 측정할 수 없어 접합부의 연신율 및 단면수축율을 모재의 값으로 나타내었다. 접합계면파면율이 증가함에 따라 연신율 및 단면수축율의 값이 현저하게 저하하는 것으로부터, 접합계면파면이 연신율 및 단면수축율의 열화요인과 밀접한 관계가 있다고 판단된다.

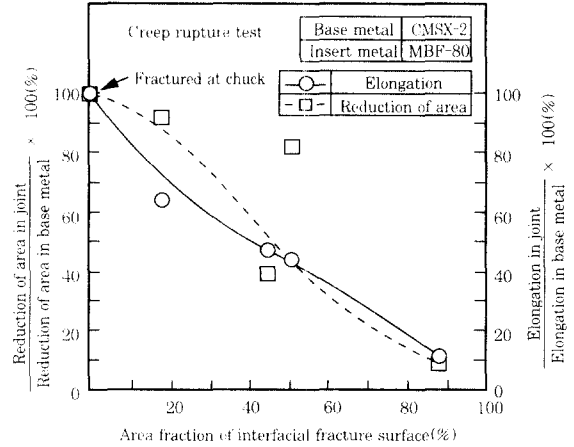


Fig. 9 Effect of area fraction of interfacial fracture surface on creep rupture properties

3.2 접합부의 고온 저사이클 피로 특성

모재와 동등한 고온인장강도 및 크리프 파단강도를 나타내는 접합이음부에 대하여, 고온 저사이클 피로시험을 행하였다. 시험은 전변형범위를 1.2%, 1.5%, 2.0%로 한 경우의 파단 반복수를 측정하였다. Fig. 10은 1,523K×1.8ks의 조건에서 접합한 시험편을 시험온도 1,073K에서 피로시험한 결과를 모재의 결과와 비교하여 나타낸 것이다. 변형진폭이 큰 경우(전변형범위 : 2.0%)에서는 접합이음부의 피로수명이 모재에 비해 낮으나, 변형진폭이 작은 경우(전변형범위 : 1.2%, 1.5%)에는 접합이음부의 피로수명은

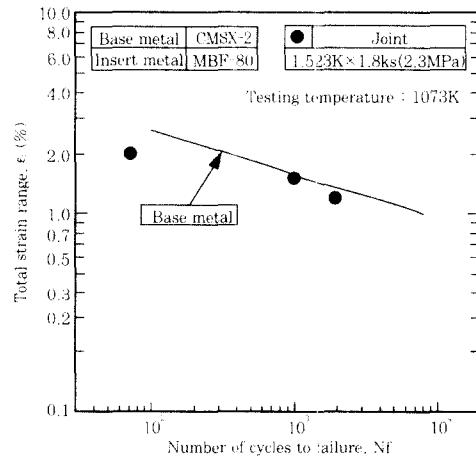


Fig. 10 Low cycle fatigue properties of joints

약간 실험오차는 있으나, 모재와 거의 동등한 값을 나타내었다.

3.3 연신율 및 단면수축률의 열화요인에 관한 고찰

Ni기 단결정 초내열합금을 접합부의 단결정화가 달성되는 최적접합조건에서 액상확산접합하여 고온에서의 기계적 성질을 평가한 결과, 고온인장특성, 크리프 파단강도 및 고온 저싸이클 피로수명이 모재와 동등한 값을 나타내었다. 한편, 접합부의 고온인장시험 및 저온·고응력의 크리프 파단시험에서는 연신율 및 단면수축율이 모재와 거의 비슷한 수준이었으나, 고온·저응력의 크리프 파단시험시에는 연신율 및 단면수축율이 모재에 비해 낮은 값을 나타내었다. 또한, 크리프 파단시험편의 파단면을 관찰한 결과, 크리프 파단시간이 긴 저온·고응력의 시험조건에서 크리프 파단시간이 짧은 고온·저응력의 엄격한 시험조건이 될수록 접합계면파단면의 비율이 증가하고, 연신율 및 단면수축율이 현저하게 저하하였다. 이것은 모재파면 이외의 파단면인 접합계면파면이 연신율 및 단면수축율과 밀접한 관계가 있는 것을 시사하는 것이다.

접합계면파면의 형성원인에 대해서는 접합온도까지의 가열과정에서 모재가 산화되면 액상량이 불충분한 경우에는 모재의 피접합면에 형성된 산화피막이 접합계면에 응집하여 접합부의 입계에 접합계면파면이 형성된다고 하는 보고가 있다⁸⁾. 본 연구에서도 접합온도에 따른 접합부에서의 모재의 용융량을 측정하여 Fig. 11에 나타내었다. 액상확산접합시 모든 접합온도에서 모재의 용융은 단시간에 급격히 일어나고 그후

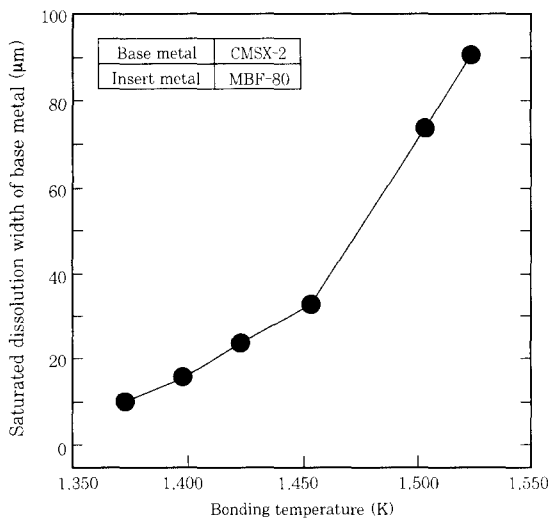


Fig. 11 Effect of bonding temperature on the saturated dissolution width of base metal

모재용융량은 일정한 값으로 포화하는 경향을 나타내며, 접합온도가 증가할수록 모재의 포화용융량은 증가하였다. 본 연구에서 크리프 파단시험을 행한 접합조건인 1.523K×1.8ks에서는 약 100μm 정도의 충분한 액상이 존재하기 때문에 모재용융 및 등온응고과정에서 산화피막의 분산·분해가 활발하게 되고, 접합계면에 산화물이 응집할 가능성은 거의 없는 것으로 생각된다. 실제로 본 연구에서, 접합부에 대해 EPMA에 의한 원소분석 및 접합계면파면을 가지는 크리프 파단 시험편을 X선회절 분석한 결과, 접합계면에서 산화물 등의 생성상의 존재는 확인되지 않았다. Fe합금, 순Mo, 순Ni 및 Ni합금의 고온에서의 기계적특성시험에서 모재의 연신율 및 단면수축율의 열화요인에 관해서 연구한 결과에 의하면, 열처리중에 O, N, P, C, B 등의 불순물이 입계에 침입하여 입계에 미세편석하는 것이 연성저하의 중요한 원인이라고 보고되고 있다¹⁰⁻¹⁴⁾. 특히, 순Ni 및 Ni합금에서는 이들 불순물 원소가 결정입계에 수ppm~수십ppm 정도의 미량만 존재하여도 편석에 의한 기계적성질이 현저하게 저하한다고 하고 있다¹¹⁻¹³⁾.

한편, CMSX-2 단결정 초내열합금을 액상확산접합할 경우, 양 접합모재의 결정방위를 일치시킨 동방위 접합이음부에서는 접합부의 단결정화가 거의 달성되는 것을 보고한 바 있다^{6,7)}. 그러나, 접합면 전체적으로 보면, 주조재 특유의 일부원소의 미세편석 혹은 접합시 국부적으로는 단결정화가 달성되지 않은 부분도 존재하고 있을 가능성도 부정할 수 없다. 또한, 접합전 모재의 SEM 및 TEM에 의한 조직관찰결과, 단결정 모재에는 소경각입계의 존재를 확인할 수 있었다. 따라서, 크리프 파단시험시의 연신율 및 단면수축율의 열화요인은 다음과 같이 생각할 수 있다.

본 연구에서 사용한 MBF-80 인서트금속에는 응점 저하원소인 boron이 3.7% 함유되어 있기 때문에, 접합후 용체화처리나 시효열처리 후에도 미량의 boron이 접합계면중 극히 미세하게 결정방위가 다른 최종응고계면 근방에 편석하고 있을 가능성도 예측할 수 있다. 또, 접합계면의 일부에 misfit가 존재하는 영역이 있다고 가정하면, 그 부분에서는 변형의 불연속성도 생길 수 있다고 생각된다. 이들 원인이 크리프 파단시험시에 전위가 이동할 때 장애로 작용하고, 그 결과 고온측에서의 크리프 파단시험과 같이 엄격한 시험조건이 되면 최종응고계면이 파괴의 시발점이 되어 접합계면 부근에서 파단하는 접합계면파단이 생길 가능성이 높게 되고, 이로 인해 연신율 및 단면수축율의 값이 모재보다 저하한 것이라고 사료된다. 본 연구에서 모재

와 거의 동등한 크리프 파단강도를 나타내는 접합시험편의 크리프 파단면이 모재연성파면, 모재벽개파면 및 접합계면파면이 혼재한 파단면을 나타내는 것도 상기 추론을 뒷받침하고 있다고 판단된다.

4. 결 론

본 연구에서는 Ni기 단결정 초내열합금 CMSX-2에 MBF-80 인서트금속을 사용해서 접합부의 단결정화가 달성되는 조건에서 액상확산접합을 행하여 접합부의 크리프 파단특성 및 피로특성을 평가함과 동시에 크리프 파단시험시 연신을 및 단면수축율의 열화요인에 관하여 고찰하였다. 본 연구에서 얻어진 결론은 다음과 같다.

1) 1,523K×1.8ks의 조건에서 접합한 시험편의 크리프 파단시험결과, 모든 시험조건에서 모재와 동일한 수준의 크리프 파단강도 및 수명이 얻어졌다. 한편, 연신을 및 단면수축율은 모재에 비해 약간 저하한 값을 나타내었다.

2) 접합부의 크리프 파단면은 모재연성파면, 모재벽개파면 및 접합계면파면의 3개의 영역으로 분류되었다. 또, 크리프 파단수명이 긴 저온·고응력의 시험조건에서 크리프 파단수명이 짧은 고온·저응력의 엄격한 시험조건이 될수록 접합계면 파면율이 증가하고 연신을 및 단면수축율의 값이 저하하였다.

3) 크리프 시험에서 연신을 및 단면수축율이 저하하는 것은 결정방위가 다른 일부 최종응고계면에 미량의 boron이 편석하는 것이나 최종응고계면에서 변형의 불연속성이 생길 가능성에 의한 것으로 판단되어진다.

4) 고온 저싸이클 피로시험을 행한 결과, 변형진폭이 큰 경우에는 피로수명이 모재에 비해 약간 낮으나, 변형진폭이 작은 경우에는 모재와 거의 동등한 피로수명을 나타내었다.

참 고 문 헌

1. D.J.Frasier, J.R.Whetstone, K.Harris, G.L.Ericson and R.E.Schwer:Proceedings of International Conference on High Temperature Alloys for Power Engineering 1990, Liege, Sep. 24-27(1990), p1281
2. H.Harada, T.Yamagata, S.Nakazawa, K.Ohno and M.Yamazaki:Proceedings of International Conference on High Temperature Alloys for Power Engineering 1990, Liege, Sep. 24-27(1990), p1319
3. 原田, 横川, 大野, 山縣, 山崎:合金設計プログラムによる單結晶超合金の組織と特性の解析, 耐熱金屬材料第123委員會研究報告, 34-3(1993), p303
4. D.S.Duvall, W.A.Owczarski and D.F.Paulonis:TLP Bonding:A New Method for Joining Heat Resistant Alloys, Welding Journal, 53-4(1974), p203s
5. 김대업, 강정윤:단결정 액상확산접합부의 생성상 거동, 대한용접학회 춘계학술발표개요집, 33(1999), p57
6. 김대업, 강정윤:액상확산접합한 Ni기 단결정 초내열합금의 고온 인장특성, 18-3(2000), p106
7. K.Nishimoto, K.Saida, D.Kim and Y.Nakao:Transient Liquid Phase Bonding of Ni-base Single Crystal Superalloy, CMSX-2, ISIJ International, 35-19(1995), p1298
8. 中尾, 西本, 篠崎, 姜, 堀:液相インサート金屬擴散接合継手の機械的性質の劣化要因の検討, 溶接學會論文集, 9-1(1991), p62
9. 中尾, 西本, 篠崎, 姜, 堀:液相インサート金屬によるの溶融現象, 溶接學會論文集, 6-4(1988), p519
10. A.Kumar and B.L.Eyre:Grain Boundary Segregation and Intergranular Fracture in Molybdeum, Proc. R. Soc. Lond., 370A(1980), p431
11. H.Ghonem and D.Zheng:Depth of Intergranular Oxygen Diffusion During Environment Dependent Fatigue Crack Growth in Alloy 718, Mater. Sci. Eng.,150A(1992), p151
12. Y.Zhang, F.Zhu and J.Xiao:Interfacial Segregation and Intergranular Fracture of Nickel, Scrip. Metall. Mater., 25(1991),p1617
13. C.T.Liu:Intergranular Fracture and Boron Effects in Ni3Al and Other Intermetallics, Scrip. Metall. Mater., 25(1991), p1231
14. 木村:界面構造と物性-粒界における偏析, 溶接學會誌, 29-3 (1990), p160