



## 단결정 Ni기 초내열합금 액상화산접합부 단결정화에 미치는 접합방위차의 영향

김 대 업\*

\*현대모비스(주) 기술연구소

### Effect of Bonding Misfit on Single Crystallization 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 effect of bonding misfit on single crystallization of transient liquid phase (TLP) bonded joints of single crystal superalloy CMSX-2 was investigated using MBF-80 insert metal. The bonding misfit was defined by  $\langle 100 \rangle$  twist angle (rotating angle) at bonded interface. TLP bonding of specimens was carried out at 1523K for 1.8ks in vacuum. The post-bond heat treatment consisted of the solution and sequential two step aging treatment was conducted in the Ar atmosphere. The crystallographic orientation analysis across the TLP bonded joints was conducted three dimensionally using the electron back scattering pattern (EBSP) method. EBSP analyses for the bonded and post bonded heat treated specimens were conducted. All bonded joints had misorientation centering around the bonded interface for as-bonded and post-bond heat treated specimens with rotating angle. The average misorientation angle between both solid phases in bonded interlayer was almost identical to the rotating angle at bonded interface. HRTEM observation revealed that the atom arrangement of both solid phases in bonded interlayer was quite different across the bonded interface. It followed that grain boundary was formed in bonded interface. It was confirmed that epitaxial growth of the solid phase occurred from the base metal substrates during TLP bonding and single crystallization could not be achieved in joints with rotating angle.

(Received April 1, 2002)

Key Words : TLP bonding, Bonding misfit, Single crystallization, Twist angle, EBSP, Isothermal solidification, Crystallographic orientation, Misorientation, Epitaxial growth

#### 1. 서 론

Ni기 단결정 초내열합금은 다결정 초내열합금에 비해 크립·파단수명이 10배정도, 고온 저주기 피로수명이 수10배 길기 때문에 고온·고응력의 가혹한 조건에서 사용되고 있다. 이와 같이 Ni기 단결정 초내열합금은 실용적으로 우수한 특성을 가지는 내열재료이나, 이용 분야를 보다 확대시키기 위해서는 용접·접합기술의 확립이 필요하다. 특히, 단결정 재료의 접합은 금속재료의 접합과정 혹은 접합의 본질을 해명한다는 관점에서

도 학문적으로 관심이 큰 분야이다.

지금까지의 연구결과에 의하면, Ni기 단결정 초내열합금을 용접·접합할 경우, 용융용접법으로는 접합부의 단결정화가 대단히 곤란하나<sup>1-3)</sup>, 최적의 접합조건에서 양 모재의 접합방위를 일치시켜 액상화산접합하면 접합부에 생성상이 생성하지 않고 접합부의 단결정화를 달성시킬 수 있다고 보고하고 있다<sup>4,5)</sup>.

한편, Ohashi등은 단결정재의 접합시 접합면에서의 결정방위차(bonding misfit)가 커짐에 따라 접합부의 기계적특성이 현저히 저하한다고 보고하고 있다<sup>6,7)</sup>. 또한, 형상이 복잡하고 큰 부품을 실제 현장에 적용시키

기 위해서는 양 접합모재의 결정방위를 일치시키기 어렵다. 즉, 접합부의 단결정화가 달성되고 높은 기계적 강도를 가지는 접합부를 얻기 위해서는 접합방위차의 허용범위의 검토가 실용적으로 중요하다. 미국에서는 Ni기 단결정 초내열합금인 가스터빈 블레이드를 액상화산접합하여 조립할 경우, 접합면에서의 X축, Y축, Z축의 각 축에서의 접합방위차의 합이 10° 이내이며, 하나의 축에 대해서는 5° 이내의 접합방위차가 되도록 접합해야 접합부의 단결정화를 달성시킬 수 있다고 보고하고 있다<sup>8)</sup>. 그러나, 단결정재의 접합시 접합면에서의 접합방위차에 의한 접합부의 특성저하요인이나 기구에 대해서는 명확히 되어 있지 않다.

본 연구에서는 고효율, 고신뢰성을 가지는 접합기술을 확립하기 위하여 접합부특성에 미치는 접합방위차의 영향을 해명하는 것을 목적으로 하였다. 접합면에서의 접합방위차를 변화시켜 접합한 이방위(mismatched orientation) 접합부에 대한 조직관찰 및 결정방위해석을 행하여 접합부의 단결정화에 미치는 접합방위의 영향에 대해서 검토하였다.

## 2. 사용재료 및 실험방법

### 2.1 사용재료

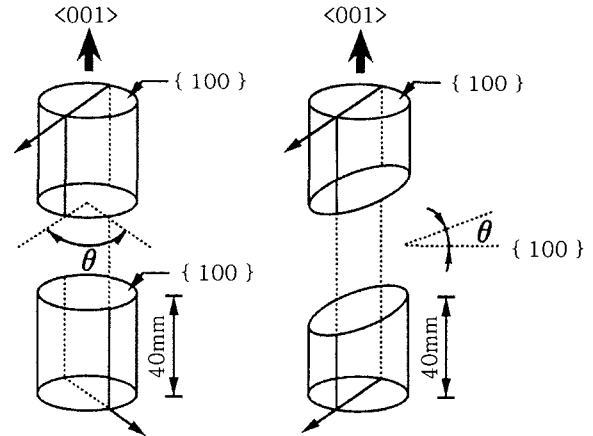
본 실험에 사용한 모재는 Ni기 단결정 초내열합금인 CMSX-2를 사용하였다. 모재는 결정성장방향이 <001> 방향에서 8° 이내의 것을 선택하여 사용하였다. 또한, 인서트금속은 두께가 40μm인 MBF-80을 사용하였다. Table 1에 이들의 조성을 나타내었다.

**Table 1** Chemical compositions of materials used (mass%)

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

### 2.2 접합 및 열처리 방법

단결정의 접합에서 접합방위의 영향은 Fig. 1에 나타난 바와 같이, 크게 비틀림 입계(twist boundary)의 영향과 경사입계(tilt boundary)의 영향을 생각할 수 있다. 본 연구에서는 면방위는 일치시키고 축방위를 중심으로 회전시킨 비틀림 입계의 영향에 대하여 조사하였다.



**Fig. 1** Schematic illustration of bonded specimen (a) Twist boundary (b) Tilt boundary

양 접합재의 결정방위를 확인할 수 있도록 모재 측면에 3개의 직선을 <001> 방향에 평행하게 그었다. 접합면이 <001> 방향에 대하여 수직방향이 되도록 축방위를 일치시킨 후 축을 중심으로 회전시켜 접합방위를 변화시키면서 접합하였다. 본 연구에서는 그림중의 θ를 회전각으로 칭하기로 한다. 접합은 접합온도 1523 K, 유지시간 1.8 ks, 가압력 2.3 MPa으로 일정하게 하고, 회전각을 0~30°의 범위에서 변화시켰다. 접합후에는 모재의 열처리조건<sup>9)</sup>에서 용체화처리(1589K×7.2ks) → 1차시효처리(1353K×14.4ks) → 2차시효처리(1144K×72ks)의 순으로 아르곤 분위기중에서 열처리하였다.

### 2.3 조직관찰 및 분석 방법

접합부의 미세조직 관찰은 10%염산알코올을 사용하여 전압 3V, 시간 10초의 조건으로 전해부식하여 SEM으로 관찰하였다. 접합계면은 전해 제트연마한 후 이온밀링으로 박막화한 시편<sup>9)</sup>을 가속전압 200 kV의 HRTEM(High Resolution Transmission Electron Microscope)을 사용하여 직접 관찰하였다.

### 2.4 결정방위의 조사방법

모재 및 접합부의 결정방위는 EBSP(Electron Back Scattering Pattern)법<sup>10)</sup>에 의해 조사하였다. 접합부 단면조직을 현출시킨 후 각 분석위치에서 얻어진 EBSP 상을 컴퓨터에 입력하여 대응하는 결정면의 지수를 결정하였다. 이 결과를 접합부에 수직한 면(TD), 접합부에 평행한 면(LD) 및 시료표면(ND)에 대해 스테레오 투영을 행하여 각 위치에서의 결정방위를 삼차원적으로 해석하였다. 분석은 Fig. 2와 같이, 접합계면에서

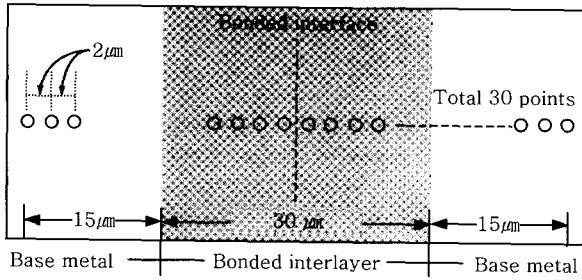


Fig. 2 Schematic illustration of analyzed position in specimen for the EBSD method

양쪽 모재측으로 30 $\mu$ m씩 측정범위를 설정하여 2 $\mu$ m 간격으로 결정방위분석을 하였다.

### 3. 실험결과 및 고찰

#### 3.1 회전각에 따른 접합부의 조직변화

Fig. 3은 접합면에서의 결정방위차(이하, 회전각으로 칭함)에 따른 접합계면 부근의 미세조직 관찰결과를 나타낸 것이다. 접합은 동방위(matched orientation) 접합부에서 접합부의 단결정화가 달성되는 조건<sup>9)</sup>인 1523K $\times$ 1.8ks에서 모두 행하였다. 동방위 접합부에서는 접합부에서의  $\gamma'$  상의 배열 및 형태가 모재와 동일하게 규칙적으로 배열되어 있다. 그러나, 회전각이 5 $^\circ$ ~15 $^\circ$ 인 이방위(mismatched orientation) 접합부의 조직을 보면, 접합부의  $\gamma'$  상은 거의 균일하게 배열되어 있으나, 접합계면에서의  $\gamma'$  상의 배열 및 형태가 괴상으로 변화한 것을 알 수 있다. 또한, 회전각

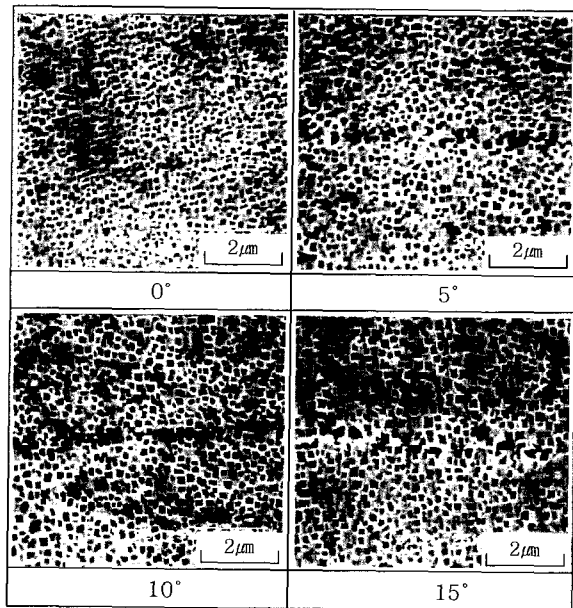


Fig. 3 Microstructures of bonded interlayer with twist angle in as-bonded specimens

이 증가함에 따라 접합계면이 더욱 뚜렷하게 관찰되었다.

한편, 접합후열처리를 행한 접합계면 부근의 조직을 Fig. 4 및 Fig. 5에 나타낸다. 접합후열처리는 용체화처리 $\rightarrow$ 1차시효처리 $\rightarrow$ 2차시효처리의 순으로 아르곤 분위기중에서 행하였다. 회전각을 가진 접합부의 매크로(macro)조직을 보면, Fig. 4에서 보이는 것과 같이 양쪽 접합면의 결정방위차에 따라 부식에 의한 명암 차이가 있고, 회전각이 증가할수록 접합계면이 더욱 선명하게 관찰된다. 특히, 회전각이 15 $^\circ$ 인 접합부는 접합후열처리에 의해 접합계면에서 분리하여 파단하였다. 미세조직을 보면, 접합상태에서와 마찬가지로 회전각이 증가함에 따라 접합계면에서의  $\gamma'$  상의 형태가 불분명

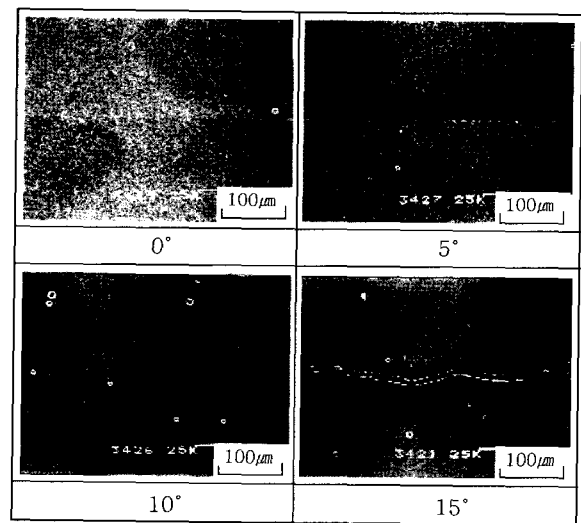


Fig. 4 Macrostructures of bonded interlayer with twist angle after heat treatment

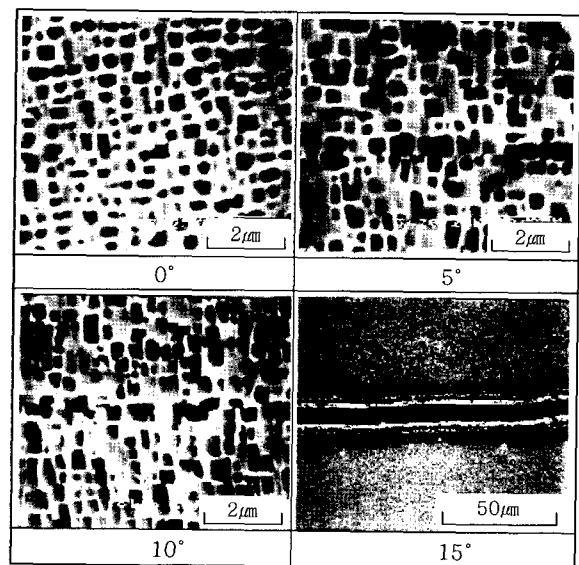


Fig. 5 Microstructures of bonded interlayer with twist angle after heat treatment

해지고 접합계면은 더욱 선명해지는 것을 알 수 있다. 또한, 접합부에서의  $v'$  상의 크기는 약  $0.45\mu\text{m}$  정도로 모재에서의  $v'$  상의 크기로 회복된 것을 알 수 있다.

이상과 같이 접합계면 부근의 미세조직 관찰 결과로부터, 이전에 보고<sup>9)</sup>한 바와 같이, 접합부의 단결정화가 달성된 동방위 접합부에서는 접합부 및 접합계면에서의  $v'$  상의 배열 및 형태가 모재와 동일하기 때문에 조직적으로도 접합부의 단결정화가 달성되었다는 것을 알 수 있다. 한편, 이방위 접합부에서는 회전각이 증가함에 따라 접합계면이 보다 명확하게 관찰되고, 접합계면에서의  $v'$  상의 형태 및 배열이 불명확해진다. 이는 회전각이 증가할수록 접합부에 입계가 형성되어 접합부의 단결정화가 달성되지 않았을 가능성이 높은 것으로 판단된다.

### 3.2 접합부의 결정방위해석 결과

이방위 접합부의 회전각의 영향을 설명하기 위하여, 회전각을 가지는 접합부의 양쪽 모재로부터 성장하는 고상의 결정방위의 변화를 EBSD법을 사용하여 조사하였다. Fig. 6 ~ Fig. 8은 회전각이 5~20°인 접합부에 대하여 접합상태 및 접합후열처리를 행한 경우의 접합계면 양측에서 결정방위를 해석한 결과를 나타낸 것이다. 각 분석위치에서의 분해능은 약  $0.2\mu\text{m}$ 이고, 각도의 오차는  $\pm 0.5^\circ$ 이다. 그림중의  $\Delta\bar{\theta}$ 는 접합계면을 기준으로 양측 접합재의 평균 결정방위차를 나타낸다. 5~20°의 회전각을 가지는 모든 접합부에 대해서, 고상은 양측 모재의 결정방위를 그대로 유지한 채로 최종 응고계면인 접합계면까지 결정방위의 변화없이 성장하

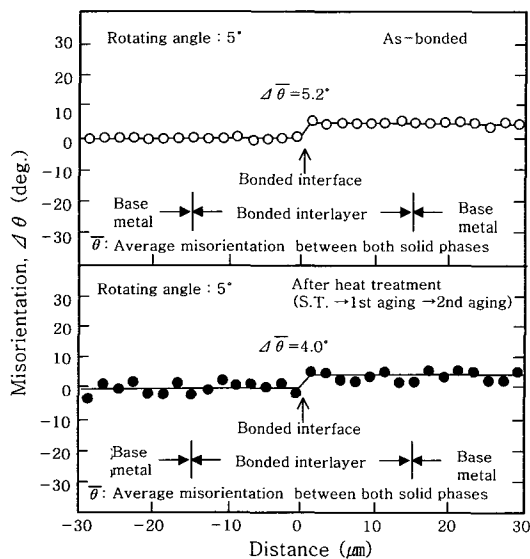


Fig. 6 Misorientation analyzed by the EBSD in joint with rotating angle of 5 degree

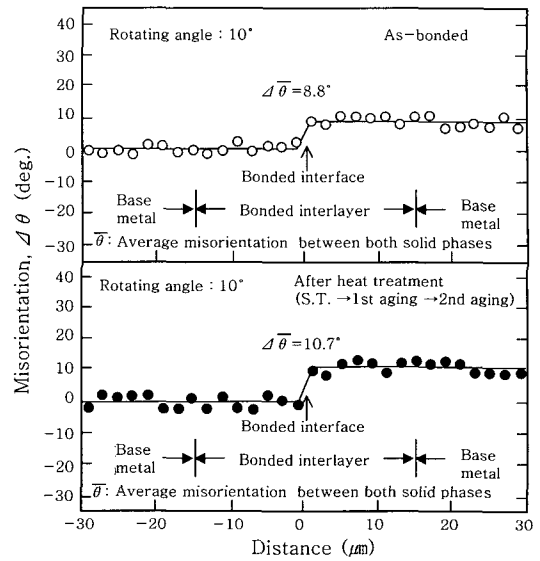


Fig. 7 Misorientation analyzed by the EBSD in joint with rotating angle of 10 degree

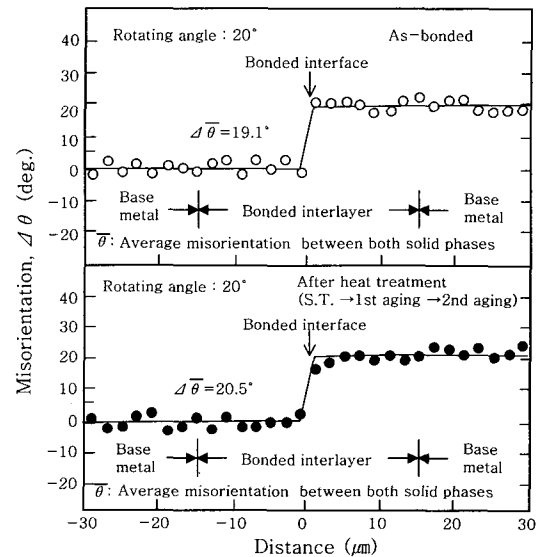


Fig. 8 Misorientation analyzed by the EBSD in joint with rotating angle of 20 degree

는 것을 알 수 있다. 그 결과, 접합계면을 중심으로 양측 접합부의 결정방위는 다르고, 접합계면에는 결정입계가 형성되어 있다고 판단된다. 또, 접합후열처리를 실시한 경우에도, 결정방위의 변화없이 접합상태에서의 결정방위를 그대로 유지하는 것을 알 수 있다.

회전각을 가지는 이방위 접합부에 대해서, 실제 접합시의 회전각과 접합계면에서의 결정방위차( $\Delta\theta$ )와의 관계를 Fig. 9에 나타낸다. 접합상태 및 접합후열처리를 실시한 모든 시험편에서 접합계면에서의 결정방위차는 접합시의 회전각과 큰 차이없이  $\pm 1.2^\circ$ 이내의 범위에서 잘 일치하는 것을 알 수 있다. 이것은 최종응고계면에 형성된 입계는 접합전의 양측 모재의 결정방위차

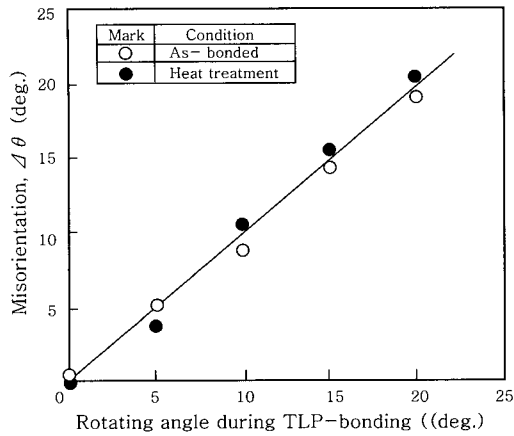


Fig. 9 Relation between the misorientation analyzed by the EBSD and rotating angle during TLP bonding

를 반영한 입계를 가지며, 접합후열처리를 실시하여도 접합계면(결정입계)에서의 회전각(twist angle)을 변화시키지 않는다는 것을 의미한다.

### 3.3 접합계면의 직접관찰

단결정재의 액상확산접합부에서 회전각을 가지는 이방위 접합부의 결정방위를 보다 상세히 설명하기 위하여 원자레벨에서의 접합계면 결정구조를 직접 관찰하였다. Fig. 10은 회전각이 15°인 이방위 접합부에 대한 접합계면 근방의 격자상(lattice image) 및 전자선 회절패턴의 결정방위 해석결과를 나타낸 것이다. 축방위 <001> 을 중심으로 회전하였기 때문에 접합계면의 윗면에서는 3방향의 원자배열이 명확히 관찰되나, 아랫면에서는 접합계면과 평행방향의 원자배열만 관찰된다. 즉, 양 접합체의 원자배열이 접합계면을 중심으로 상이함을 알 수 있다.

전자선 회절패턴에 의한 결정방위를 해석한 결과, 접합계면의 윗면은 (1̄ 1 0)면이고, 아랫면은 거의 (4 7 0)면인 것으로 해석되었다. 윗면에서는 접합계면에 대해 평행방향으로 (002)면의 원자가 배열하고, 접합계면에 대해 약 55°방향으로 (222)면과 (2 2 2̄)면의 원자가 배열되어 있다. 또, 아랫면에서는 접합계면에 대해 평행방향으로 (002)면의 원자가 배열되어 있다. 또한, (002)면의 격자간격은 0.183nm이고, (222)면 및 (2 2 2̄)면의 격자간격은 0.223nm이었다. 접합계면의 양측에서의 원자배열을 보면, 접합계면과 평행방향인 (002)면의 원자배열은 양 접합재에서 동일방향으로 배열되어 있으나, 윗면에 보이는 (222)면 및 (2 2 2̄)면의 원자배열은 아랫면에서는 보이지 않는다.

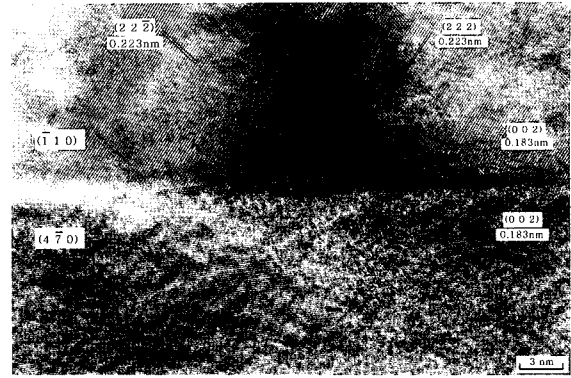


Fig. 10 Lattice image of bonded interface in TLP bonded joint with rotating angle of 15 degree

이상의 격자상에 의한 원자레벨에서의 접합계면 결정구조의 직접관찰 및 결정방위 해석결과로부터, 등온응고과정중에 양측 모재로부터 성장한 고상은 등온응고 완료시까지 양측 모재의 결정방위를 유지한 채로 적층성장(epitaxial growth)하고, 양측 고상의 회합부인 최종응고계면에서 성장이 완료한다는 것을 알 수 있다.

### 3.4 접합부 단결정화에 미치는 접합방위의 영향에 관한 고찰

단결정 초내열합금을 액상확산접합할 경우, 양측 모재의 접합방위를 일치시키면 접합부의 단결정화가 달성되고 모재와 동등한 기계적 특성을 가진다는 것을 이전 보고한 바 있다<sup>4,9)</sup>. 본 연구에서는 면방위는 일치시키고 축을 중심으로 회전시킨 비틀림 입계의 영향에 대하여 조사하였다. 얻어진 분석결과로부터, 단결정재 액상확산접합부의 단결정화에 미치는 접합방위의 영향에 대해서 고찰하였다.

Fig. 11은 회전각을 가지는 이방위 액상확산접합부에 대해서, 등온응고과정에서 고상의 성장기구를 모식적으로 나타낸 것이다. 액상확산접합에서는 접합온도에서 접합면 근방의 모재가 용융하는 모재용융과정을 거친 후, 등온응고과정에서는 용점저하원소(boron)가 액상 인서트금속에서 모재측으로 확산유출하고 모재로부터 고상이 등온응고하여 성장한다<sup>11,12)</sup>. 등온응고 초기 단계부터 등온응고 완료단계까지 모재와 동일한 결정방위를 가지는 등온응고상이 각각 양측 접합모재로부터 액상을 향해서 적층성장한다. 이 때 고상은 반대측의 모재로부터 성장하는 고상의 영향을 전혀 받지 않고, 접합시 각각의 모재의 결정방위를 유지한 채로 성장하고, 양측 고상의 회합부인 최종응고계면에서 고상의 성장이 완료한다. 따라서, 최종응고계면인 접합계면에서

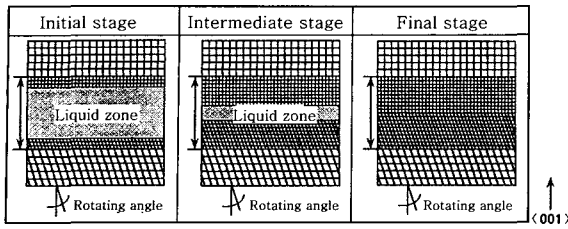


Fig. 11 Schematic illustration showing the growing phenomena of solid phase in joint with mismatched orientation

는 접합시 접합면에서의 회전각과 거의 같은 결정방위차가 생기고, 그 결과로서 접합계면에는 결정입계가 형성되었다고 말할 수 있다.

한편, 일반적으로 고온에서 재료를 열처리한 경우, 결정입계가 보다 안정한 구조로 변화하는 것으로 알려져 있다<sup>13)</sup>. Momono 등은 Cu단결정재를 고상확산접합하여 접합후열처리한 접합부에서는 접합상태와 비교하여 접합계면이 이동하거나 접합계면 근방에서 결정방위가 변화한다고 보고하고 있다<sup>14)</sup>. 그러나, 본 연구에서는 접합후열처리를 실시한 경우에도 접합과정에서 적층성장한 고상의 결정방위의 변화는 거의 없었다. 이로부터, 단결정재의 접합계면에 결정입계가 한번 형성되면 그 입계는 매우 안정하다고 생각되며, 그 후의 열처리에 의해서도 접합부를 단결정화시킬 수 있는 것은 어렵다고 판단된다. 따라서, 단결정재를 액상확산접합할 경우, 양측 접합모재 사이에 결정방위차가 있으면 접합계면에 결정방위차만큼의 결정입계가 형성되어 접합부의 단결정화는 달성되지 않는다고 생각된다.

#### 4. 결 론

본 연구에서는 CMSX-2 단결정재를 액상확산접합하여 접합부의 조직관찰 및 결정방위해석을 행하여 접합부의 단결정화에 미치는 접합방위차(회전각)의 영향에 대해서 검토하였다. 본 연구에서 얻어진 결론은 다음과 같다.

1) 접합부 조직을 관찰한 결과, 회전각이 커질수록 접합계면에서의  $\gamma'$  상의 배열 및 형태가 과상으로 변화하였으며, 양측 접합면의 부식에 의한 명암차이에 따라 접합계면이 명확하게 관찰되었다. 또한, 회전각이

15°이상인 접합부는 접합후열처리를 실시하면 접합계면에서 분리·파단하였다.

2) 등온응고과정에서 고상은 양측 모재의 결정방위를 유지하면서 반대측의 모재로부터 성장하는 고상의 영향을 받지 않고 최종응고계면인 접합계면까지 적층성장한다는 것을 알았다. 그 결과, 회전각을 가지는 이방위 접합부의 접합계면에는 결정입계가 형성되어 있는 것으로 판단된다.

3) 회전각을 가지는 접합부에서는 접합시의 회전각과 거의 동일한 결정방위차를 가지는 결정입계가 형성되었다. 또한, 접합후열처리를 실시하여도 접합상태와 비교하여 접합계면 근방의 결정방위 변화는 거의 없었다.

4) 단결정재를 양 접합모재의 결정방위가 다르게 액상확산접합할 경우, 접합계면에는 결정방위차만큼의 결정입계가 형성되어 접합부의 단결정화는 달성되지 않는다.

#### 참 고 문 헌

1. H.Nakagawa, M.Katoh, F.Matsuda and T.Senda : Trans. Japan Weld. Soc., 2 (1971), 1
2. Y.Hiraoka; M.Okada, H.Irie and T.Fujii : J. Japan Inst. Metals, 51-5 (1987), 407~412
3. D.U.Kim : J. Kor. Weld. Soc., 18-6 (2000), p18~24
4. K.Nishimoto, K.Saida, D.Kim, S.Asai, Y.Furukawa : ASM International, 1 (1998), 72~76
5. K.Nishimoto, K.Saida, D.Kim, S.Asai, Y.Furukawa, Y.Nakao : Welding in the World, 41-2 (1998), 121~131
6. O.Ohashi, S.Meguro and T.Yamagata : J. Japan Inst. Metals, 59-3 (1995), 319~324
7. O.Ohashi and S.Suga : J. Jap. Weld. Soc., 10-1 (1992), 53~58
8. A.F.Giamei and B.H.Kear : United States Patent, July 5 (1977), 4033792
9. D.U.Kim : J. Kor. Inst. Met. & Mater., 39-6 (2001), 712~719
10. B.L.Adams, S.I.Wright and K.Kunze : Metall. Trans., 24A (1993), 819~825
11. Y.Nakao, K.Nishimoto, K.Shinozaki, C.Kang : J. Jap. Weld. Soc., 7-2 (1989), 213~219
12. D.U.Kim : J. Kor. Inst. Met. & Mater., 39-5 (2001), 589~594
13. Y.M.Mishin, I.M.Razumovskii : Acta Metall. Mater., 40 (1992), 597~604
14. T.Momono, K.Ikawa : J. Jap. Inst. Metals, 42 (1978), 211~217