

IN 738LC 합금의 미세조직 열화와 물성의 상관성 연구

유정훈*, 주성욱*, 신기삼*, **†, 혀성강*, **, 이재현*, **, 김의현**, 정진성**, 장성호**, 송기욱**, 하정수**

*창원대학교 재료공학과

**창원대학교 금속재료공학과

***한전 전력연구원 발전연구실

Correlation of the Microstructural Degradation and Mechanical Properties of IN 738LC

Junghoon Yoo*, Sungwook Joo*, Keesam Shin*, **†, Sungkang Hur*, **, Je-Hyun Lee*, **, Eui-Hyun Kim**, Jine-sung Jung**, Sungho Chang**, Geewook Song**, and Jeongsoo Ha**

*Dept. of Materials Science and Engineering

**Dept. of Metallurgy and Materials Science, Changwon, 641-773, Korea

***Center for Power Generation Research, Korea Electric Power Research Institute, Taejon, 305-380, Korea

(2003년 9월 1일 받음, 2003년 12월 3일 최종수정본 받음)

Abstract IN 738LC, the major material for gas-turbine for power generation, was heat treated at 750°C, 850°C, 950°C for 1000, 2000, and 4000 hrs and the microstructural evolution and mechanical properties were examined using optical microscope, XRD, SEM/EDS. The results showed γ' , the main strengthening elements in this alloy, was about 300 nm in size and was about 56% by area fraction in as-cast samples. The area fraction of γ' peaked at 2000 hours at 750°C. The average diameter of the γ' which was about 300 nm at as-cast specimen increased to about 1 μm after heat treatment at 950°C for 4000 hrs. Carbides were formed at dendrite, cell or grain boundaries which was ascribed to the segregation caused by solute redistribution during solidification. It was found that MC type carbides formed at low temperature, whereas carbides of $M_{23}C_6$ type formed at higher temperature or at longer degradation. The hardness and impact energy decreased as the heat treatment temperature or time of retention increased, which was inaccordance with the area fraction of γ' .

Key words IN 738LC, superalloy, microstructure, impact strength

1. 서 론

가스터빈은 현재 운용중인 발전설비의 약 25%를 점하고 있으며, 이중 IN 738LC는 터빈의 1단, 2단에 주로 사용되는 소재로, 복합발전용 가스터빈소재의 경우 대략 30-40%를 점하고 있다. 터빈블레이드는 고온부에 노출되므로써 사용기간이 10년에 훨씬 미치지 못하는 극히 짧은 수명을 가지고 있다. 이러한 터빈블레이드의 수명을 연장하기 위해 γ , γ' 의 상호관계,^{1,4)} 탄화물의 거동,^{5,6)} 기계적 특성연구⁷⁾ 등을 기반으로 다각도의 노력⁸⁻¹⁰⁾이 많은 분야에서 진행되고 있는데, 본 연구에서는 Ni계 합금으로서, 가스터빈소재인 IN 738LC의 조직열화과정을 해석함으로서 수명예측과 관련한 조직의 강화요소의 경년열화과정을 정성적·정량적으로 관찰하여 수명평가, 소재 설계자료를 마련하고자 고온 및 시효에 의한 제 2상의 분포, 성장, 천이, 분율의 변화 등을 연구하였다. 특히, 1) 열화조건에 따른 γ' 거동 평가, 2) 열화조건에 따른

탄화물 거동 평가, 및 3) 경도 및 충격시험 결과와의 상관성을 고찰하여, 향후, Ni계 초내열합금의 열화거동, 수명평가 및 연장, 미세조직제어의 데이터를 마련하고자 하였다.

2. 실험 방법

가스터빈 블레이드의 열화과정을 규명하기 위하여, 한국 로스트웍스(주)에서 제조한 IN 738LC 신재와 이를 Table 1에 나타난 조건으로 열처리한 시편을 광학현미경, X-선 회절분석기(XRD), 주사전자현미경(SEM), 투과전자현미경(TEM) 및 에너지분산분광분석(EDS)을 이용하여 미세조직 및 결정구조, 국부영역 성분분석을 행하고, 비커스 경도시험과 상온 및 고온에서의 충격시험을 행하여 미세조직과 기계적 성질과의 상관관계를 연구하였다. 광학 및 SEM 조직관찰을 위한 시편은 증류수 85 ml, 질산 10 ml, 빙초산 5 ml 용액에 전류 0.7 mA, 전압 1.8 V로 약 30초 가량 전해에칭을 하였다.

본 연구에서의 시편은 편의상 Table 1과 같이 명명하

[†]E-Mail : keesam@sarim.changwon.ac.kr

Table 1. Heat-treatment conditions and denomination of specimens.

온도	시간		
	1000 hrs	2000 hrs	4000 hrs
750°C	S1750	S2750	S4750
850°C	S1850	S2850	S4850
950°C	S1950	S2950	S4950

였으며, IN 738LC 합금의 명목 조성은 Table 2와 같다.

3. 결과 및 고찰

3.1. 광학현미경 조직관찰

Fig. 1(a), (b)의 광학현미경 조직사진에 나타난 것과 같이 신재에서는 수지상의 응고조직이 뚜렷이 나타나고, 열처리를 함께 따라 결정립계가 명확하게 나타났으며, 결정입계는 대체로 dendrite domain boundary에 형성되는 것으로 나타났다.

이때, 결정립계에 석출물이 비교적 많이 존재하는 것이 관찰되는데, 이는 용고시 domain boundary에 많은 용질원소가 편석되며 후속적인 열처리시 추가적인 용질원소의 입계편석에 따라 형성되는 것으로 알려져 있다.¹¹⁾ 열처리 온도와 시간이 증가함에 따라 결정립계와 함께 입내에도 공히 석출물이 존재하는 것으로 나타났다.

3.2. X-선 회절

Fig. 2는 950°C에서 4000시간 유지한 시편으로, 기지조직인 γ 와 함께 γ' 이 존재함을 알 수 있다. γ 와 함께 γ' 의 격자상수는 각각 3.59Å과 3.60Å으로 매우 근사하여 Fig. 2에서는 고각에서 겨우 구분될 정도이다. 모든 열처리 시편에서의 XRD 회절스펙트럼 상에서 탄화물의 peak의 매우 낮았으나, S1750시편의 경우, MC type의 탄화물이 검출되었고, S4950시편의 경우 MC type의 탄화물과 더불어 $M_{23}C_6$ 형태의 탄화물의 peak이 약하게 나마 관찰되었다. 즉, 전반적인 시편에서 γ , γ' 과 함께 탄화물이 존재하는 것으로 나타났다.

3.3. SEM/EDS/TEM 조직관찰

3.3.1. γ' 형상의 변화

Fig. 3(a)-(d)는 신재와 열처리 시편에서 SEM으로 관찰한 γ' 의 형상이다. Fig. 3(a)에 나타난 바와 같이 신재에서는 γ' 이 대체로 ~0.5 μm의 입방정형태로 나타났다. 이를 열처리하면 Fig. 3(b)-(d)에 나타난 것과 같이 γ' 이 조대한 spheroid 형태이고, 크기는 0.5~1 μm에 이르는 것으로 나타났다. γ' 의 크기는 950°C에서 1000시간

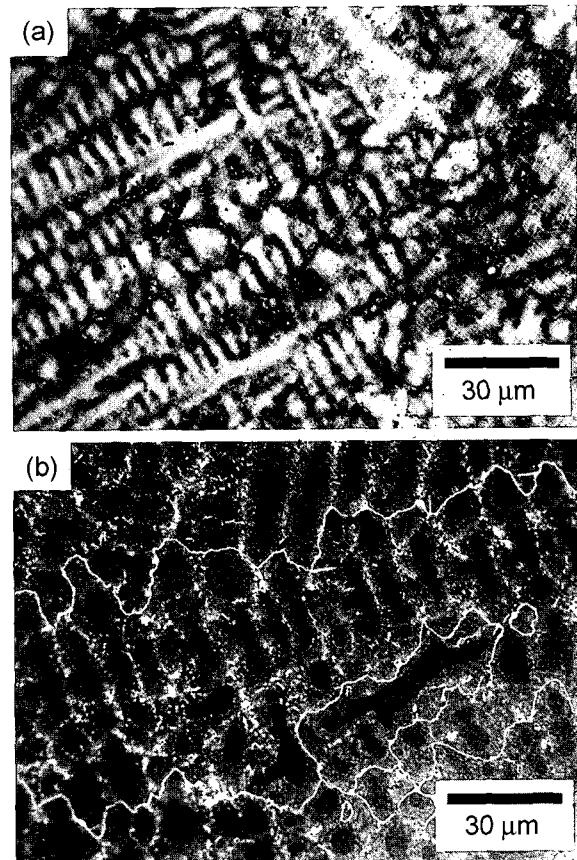


Fig. 1. Optical micrographs of the specimens of a) new specimen, and b) S4950.

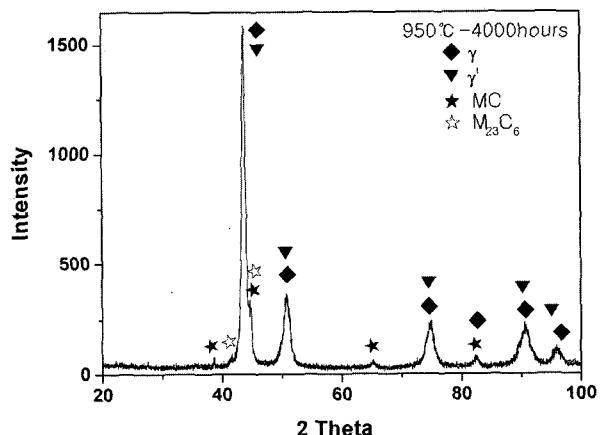


Fig. 2. X-ray diffraction result of S4950 specimen.

과 4000시간 유지하였을 때, 각각 ~0.74 μm으로 ~1 μm 크기로 성장하였다. Fig. 4는 신재, S1950, S2950, S4950 시편의 γ' 크기분포, 평균크기, 분량을 SEM 조직관찰과 영상분석기를 이용하여 조사한 것으로 신재 시편에서 평

Table 2. Chemical compositions of IN 738LC (wt%).

시편	C	Cr	Mo	Nb	Ti	Al	Co	B	Zr	Fe	W	Ta	Mn	Ni
738LC nominal	0.17	16.00	1.75	0.9	3.4	3.4	8.5	0.01	0.1	0.5	2.6	1.75	-	Bal.
신재/열처리	-	18.79	2.12	0.99	3.97	3.78	10.10	-	-	0.08	2.84	1.99	0.01	Bal.

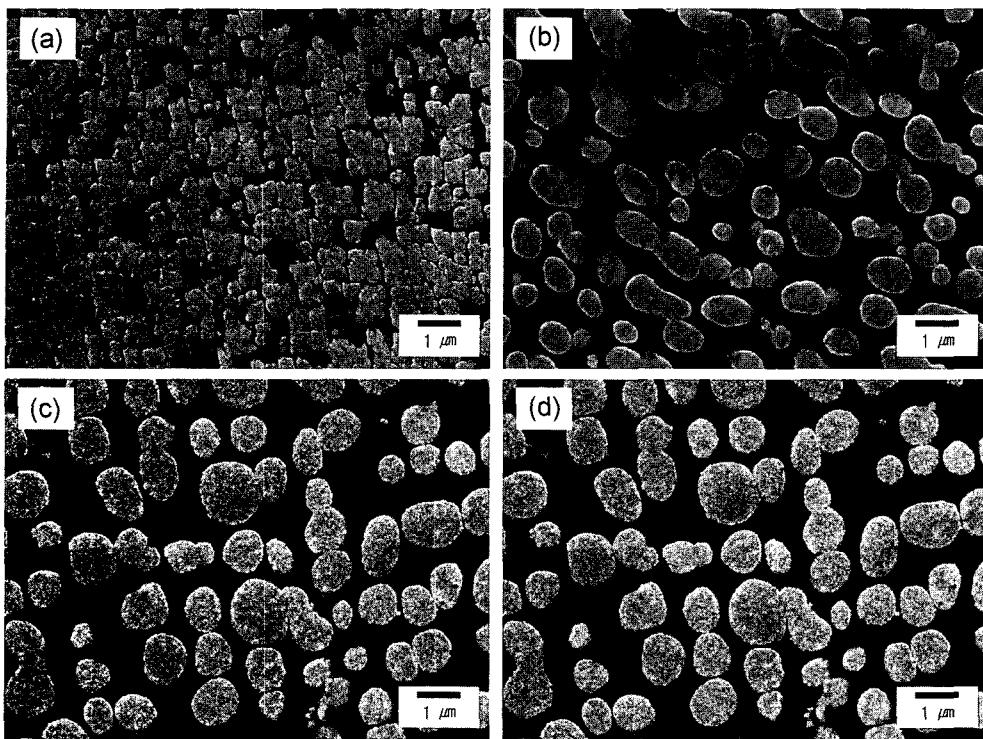


Fig. 3. SEM microstructures of γ' : a) new specimen, b) S1950, c) S2950, and d) S4950.

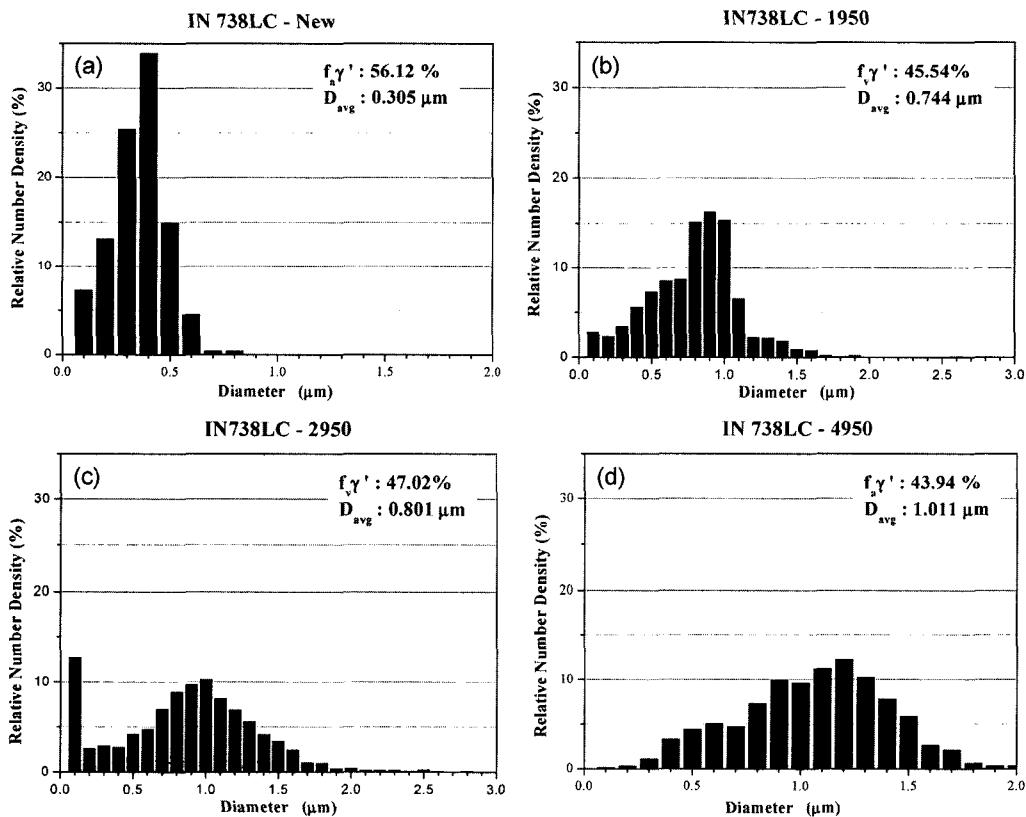


Fig. 4. Diameter and relative number density of γ' : a) new specimen, b) S1950, c) S2950, and d) S4950.

균입도는 $\sim 0.3 \mu\text{m}$ 이며, S1950 시편에서는 $\sim 0.74 \mu\text{m}$, S4950에서는 $\sim 1 \mu\text{m}$ 이며 이때 분량은 각각 56, 46, 47, 44%로 나타났으며, 전체 열처리 조건에서 볼 때, Fig. 5

에 나타낸 것과 같이 S2750 시편에서 γ' 의 분량이 가장 높게 나타났다. 이러한 일반적으로 알려진 γ' 의 용체화 온도 $950\text{-}1200^\circ\text{C}$ 를 고려할 때,¹²⁾ 온도 증가에 따른

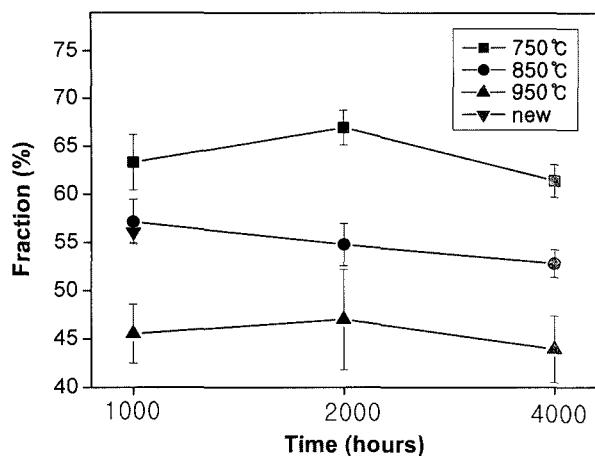


Fig. 5. Area fractions of γ' at heat-treated specimens.

γ' 분량의 감소의 경향은 일치하나, 예상보다 급격하다. Fig. 5의 γ' 분량의 측정은, γ' 의 크기에 따라 5000~10000배의 SEM 디지털 영상을 여러 차례 기록하여, 영상분석기를 이용하여 계산하였으며, 열처리 온도 상승에 따른 γ' 분량의 감소 추세는 뚜렷이 구분되었다.

3.3.2. 탄화물 거동

신재에서의 탄화물은 응고조직의 경계에 주로 존재하며, 5 μm 내외의 크기의 괴상과 이 보다 길이가 긴 때 모양의 탄화물로 나눌 수 있었다. 이들은 4950시편에서의 괴상의 복합체와 이 복합체의 부위별 EDS spectrum인 Fig. 7(b)-(c)에 나타난 것과 같이 열처리가 진행됨에 따라, 신재에서 단색이고 외각선이 불분명하게 나타난 석출물들의 내부에 검은 색의 입자들이 형성·성장하며, Fig.

7d에서와 같이 영역에 따라 1) Ni-Ti-Al, 2) Nb-Ti-Ta, 3) Cr, 4) Cr-Ni-Co-Ti이 주성분으로 나타났는데, 이들로부터, 1)은 γ' , 2)는 MC type 탄화물, 3)은 M_{23}C_6 이며 4)는 기지조직이라고 판단할 수 있다. 또, 열처리온도와 유지시간의 증가에 따라, Cr을 주로 하는 탄화물, 즉 M_{23}C_6 탄화물의 량이 증가한 것으로 나타났다. 이 결과와 전술한 XRD 실험 결과로부터, 저온열처리 시편에서는 MC type의 탄화물 존재하며, 이들은 열화과정에서 서서히 $\text{MC} + \gamma \rightarrow \gamma' + \text{M}_{23}\text{C}_6$ 로의 천이과정 거치는 것으로 판단할 수 있으며, 이는 일반적으로 알려진 바와 일치한다.¹⁴⁾

Fig. 8(a)-(d)는 각각 S4850, S4950 시편의 TEM 조직 사진과 탄화물로부터의 회절상 및 EDS spectrum으로 이들 결과를 종합해 보면 이들이 석출물이 M_{23}C_6 탄화물을 암을 알 수 있다.

3.4. 경도시험결과

경도시험은 Kalling's reagent 2로 예칭한 후 탄화물이 존재하지 않는 부분에서 Vickers microhardness tester를 이용하여, 하중 200 g, 부하지속시간 10초로 측정하였다.

Fig. 9에 나타난 바와 같이 시편의 경도는 온도의 증가와 열처리 시간의 증가에 따라 감소하는 경향을 나타내었는데, 이는 열처리 정도의 증가와 더불어 전체적으로 경도도 감소하는 경향을 나타내었다.

3.5. 충격시험결과

IN 738LC은 고온에서 사용하는 재질이기 때문에 재료의 특성을 정확하게 평가하기 위해서는 고온에서 충격

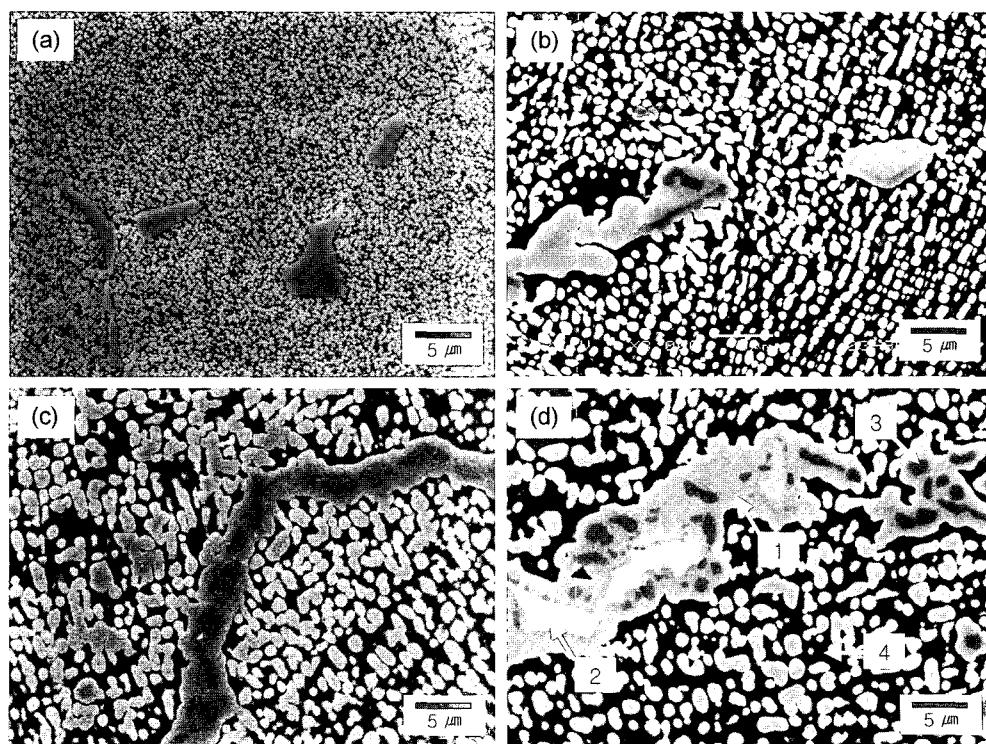


Fig. 6. SEM microstructures of carbide: a) new specimen, b) S1950, c) S2950, and d) S4950.

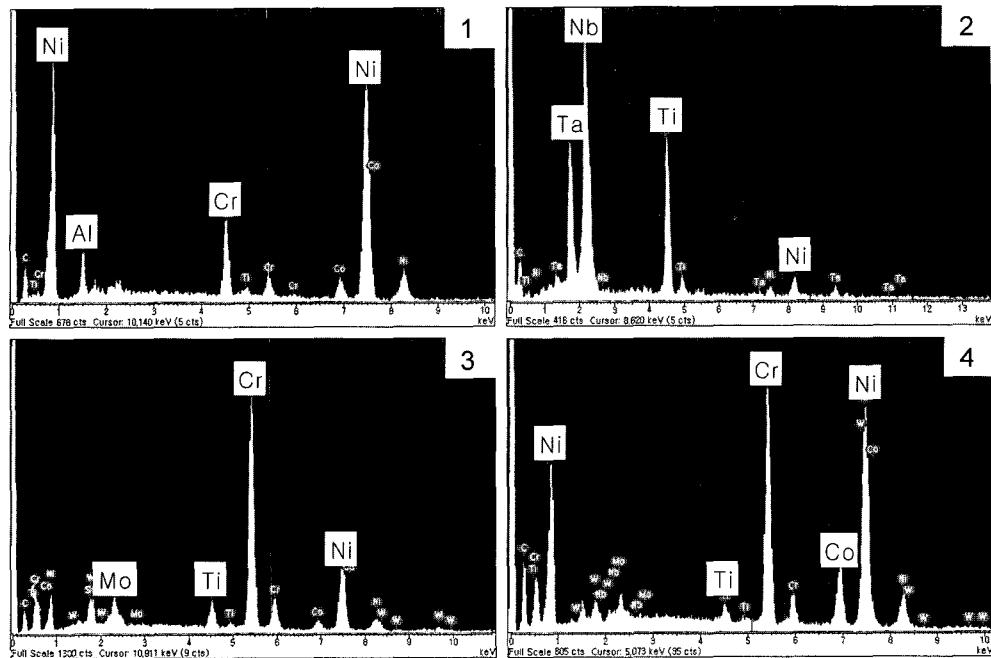


Fig. 7. EDS spectra of 1) γ' , 2) MC, 3) $M_{23}C_6$, and 4) matrix of Fig. 6(d).

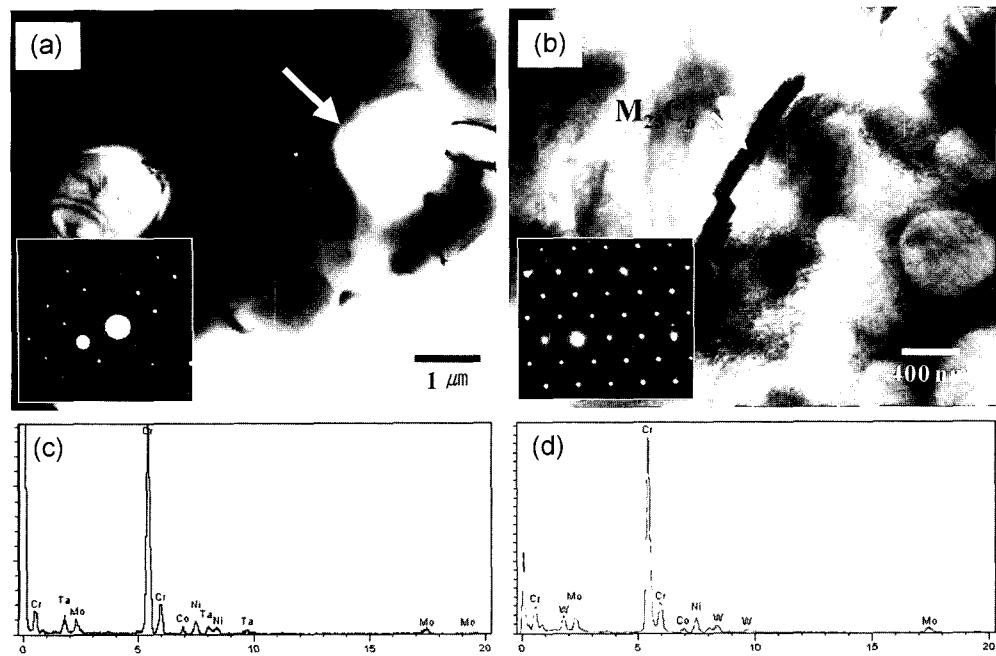


Fig. 8. TEM images, SADP and EDS spectra of a) bright field image of 4850 (SADP of arrowed precipite (inset)), b) is S4950, c) EDS spectrum of the arrowed precipitate of (a) and d) EDS spectrum of arrowed precipitation of (b).

시험에 필수적으로, 발전소재관련 연구기관에서도 고온에서 이물질과의 충돌에 저항 할 수 있는 블레이드의 충격인성을 정확하게 평가하기 위하여 블레이드의 사용은 도보다 더욱 가혹한 900°C에서 충격시험을 수행하여 블레이드의 사용가능여부를 판단하고 있다.

본 연구에서의 충격시험은 Tinus & Olsen 892 Charpy Impact Tester를 이용하여 수행하였으며 충격시험편은 표준형 v-notch 충격시험편을 이용하였다.

고온충격 시험의 경우 BS10045-1에서 노에서 인출한 후 5초 이내에 시험을 수행하여야하며 온도는 목표온도의 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ 를 유지도록 규정하고 있으므로, 충격시험시 온도저하를 최대한 방지하기 위하여 본 연구에서는 슬라이딩 방식의 가열로를 제작하였으며, 시험편의 인출시간을 최대한 단축시키기 위하여 가열로를 시험편 장착대에 최대한 근접시킨 후 노내에서 시험편을 밀어내어 곧 바로 장착대에 위치하도록 고온충격시험을 위한 노 및 시험편

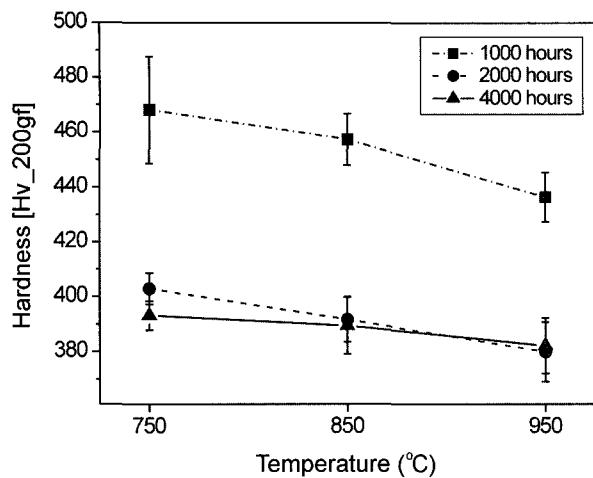


Fig. 9. Vickers microhardness test results of the IN 738LC specimens.

장착방법을 고안하여 시험편을 장착하는 시간을 2초 이내로 단축, 시험규정에 적합한 조건하에서 시험하였다.

Table 3과 Fig. 10은 고온충격시험결과를 각 가열온도별로 구분하여 나타낸 것으로 상온 충격시험에서는, γ' 의 양이 가장 큰 S2750 시편의 충격에너지는 가장 낮은 것으로 나타났으며, 전체적으로 볼 때 400~500°C에서 가장 높은 충격에너지를 보이고 있다. IN 738LC의 사용온도영역인 600~900°C에서의 충격에너지를 보면, S1750 시편이 가장 높은 값을 나타내고 있으며, Fig. 9에 나타낸 것과 같이 경도 값도 또한 최고 값을 보여, 세가지 시편들의 열처리 온도 중 750°C가 가장 우수한 미세조직을 나타내며, 이때의 γ' 의 양은 대략 65% 안팎이었다. 그러나, γ' 양이 최고인 2750 시편에서의 충격에너지 값이 최저를 나타내는 점을 감안하면 γ' 의 양을 적절히 조절하는 것이 매우 중요한 것으로 판단된다. γ' 의 양은 관찰조건, 관찰자에 따라 변화할 수 있다는 점을 감안,¹⁵⁾ γ' 의 양에 의존하기 보다는 생산공정이 동일하다면, 열처리 조건을 기준으로 하는 것이 보다 바람직하다고 판단된다.

Fig. 11은 900°C에서 시험한 충격에너지와 Larson-

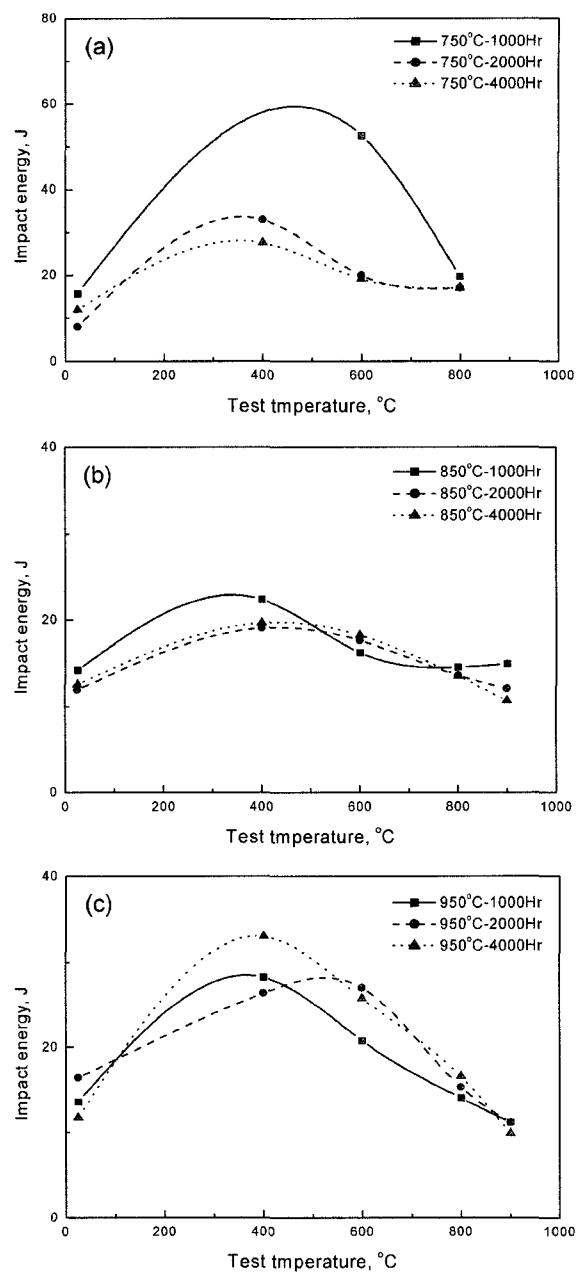


Fig. 10. High temperature rupture energy for the specimens heat treated at: a) 750°C, b) 850°C, and c) 950°C.

Table 3. Impact test results for the heat-treated specimens.

열화조건	시험온도	충격에너지 (J)				
		25°C	400°C	600°C	800°C	900°C
750°C	1,000시간	15.7	-	52.5	19.6	15.2
	2,000시간	8.0	33.0	19.9	17.0	13.1
	4,000시간	12.0	27.6	19.1	23.8	14.0
850°C	1,000시간	14.2	22.4	16.2	14.5	14.9
	2,000시간	11.9	19.1	17.6	13.5	12.1
	4,000시간	12.5	19.7	18.2	13.4	10.7
950°C	1,000시간	13.6	28.2	20.7	14.0	11.2
	2,000시간	16.4	26.4	27.0	15.2	10.4
	4,000시간	11.7	33.0	25.8	16.5	9.8

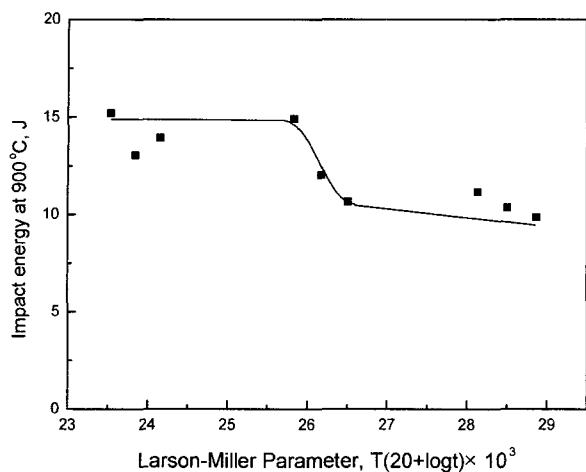


Fig. 11. Correlation of the impact energy, heat-treatment, and time for impact test at 900°C.

Miller Parameter와의 관계를 나타낸 것이다 충격에너지는 L.M.값 26×10^3 까지는 일정하게 유지되다가 L.M.값 26×10^3 이후 급 저하거동을 보이고 있다.

Larson-Miller Parameter의 급격한 저하는 재료의 경년 열화에 의한 탄화물의 성장 등이 원인으로 사료되며, 취성의 증가로 인한 블레이드 인성의 저하로 블레이드에 불안정 파괴 등이 발생될 수 있으므로 블레이드의 충격에너지의 하한치는 충격에너지가 급격하게 저하되는 천이부의 대략 50%인 12J 정도로 볼수 있을 것으로 사료된다.

4. 결 론

본 연구에서는 터빈용 재료로 쓰이는 IN 738LC에서의 γ' 과 탄화물의 거동을 SEM, TEM, EDS, XRD 등을 이용하여, 터빈소재의 열화과정의 규명, 수명평가 등을 위한 여러 가지 정량·정성적인 자료를 얻었으며, 미세조직의 거동 및 물성에 상관관계에서 다음과 같은 결론에 도달하였다.

- IN 738LC의 γ' 은 신재에서 평균크기 270 nm 정도의 정방형으로 분량은 55% 정도인데, 열처리에 의해 미세 γ' 이 추가로 석출하여, 750°C에서 2000시간 유지하였을 때, 최고치인 67%까지 도달한 후 열화가 계속됨에 따라 γ' 량은 감소하나, 형태는 구형에 가깝게 성장하였다.

- 탄화물은 응고시, 수지상 또는 셀경계에 주로 형성되며 신재나 열처리온도가 낮을 때에는 MC type의 탄화물이 주를 이루지만, 열화가 진행됨에 따라 $MC + \gamma' \rightarrow \gamma' + M_{23}C_6$ 의 반응에 의한 $M_{23}C_6$ 탄화물이 석출하였다.

- 열처리 온도의 상승에 따라 γ' 의 크기는 증가하고,

양은 감소하였으며 이는 경도의 감소경향과 일치하였고, 충격치도 약간의 부분적 변화는 있으나 γ' 의 양의 감소에 따라, 감소하였으며, 연성-취성파괴 천이에너지 하한값은 12 J이었다.

감사의 글

본 연구는 산업자원부의 지원에 의하여 기초전력공학 공동연구소(제01-지-13호) 주관으로 수행된 과제로 이에 감사드립니다.

참 고 문 헌

- K. Chen, L. R. Zhao and J. S. Tse, *Acta Materialia*, vol 51, Issue 4, 1079, (2003).
- S. Ma, P. Rangaswamy and B. S. Majumdar, *Scripta Materialia*, vol 48, Issue 5, 525 (2003).
- S. V. Roth, M. Burghammer, R. Gilles, D. Mukherji, J. Rosler and P. Strunz, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, vol 200, 255 (2003).
- Hongtao Zhang, Tianmin Wang, Cong Wang, Baoxi Han, Sha Yan, Weijiang Zhao and Yafang Han, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, vol. 197, Issues 1-2, 83 (2002).
- J. Chen, J. H. Lee, C. Y. Jo, S. J. Choe and Y. T. Lee, *Materials Science and Engineering*, A247, 113 (1998).
- H. J. Penkalla, J. Wosik, and A. Czyska-Filemonowicz, *Materials Chemistry and Physics*, 81, 417 (2003).
- J. A. del Valle, R. Romero and A. C. Picasso, *Materials Science and Engineering*, A319-321, 643 (2001).
- S. J. Choe, J. H. Lee, C. Y. Park and H. M. Kim, *Advanced Performance Materials*, 5, 265 (1998).
- Liu Liu, Rong Zhang, Liuding Wang, Shuxian Pang and Baolin Zhen, *Journal of Materials processing Technology*, 77, 300 (1998).
- D. Klaffke, T. Carstens and A. Banerji, *Wear*, vol. 160, Issue 2, 361 (1993).
- Shuangqun Zhao, Xishan Xie, Gaylord D. Smith and Shailesh J. Patel, *Materials Science and Engineering A*, vol. 355, Issues 1-2, 96 (2003).
- Charlie R. Brooks, *Heat Treatment, Structure and Properties Nonferrous Alloy*, America Society for Metals, Metals Park, Ohio (1982).
- L. R. Liu, T. Jin, N. R. Zhao, Z. H. Wang, X. F. Sun, H. R. Guan and Z. Q. Hu, *Materials Letters*, In Press, Corrected Proof (2003).
- John Wiley & Sons, *Superalloy II*, A Wiley-Interscience Publication, 124 (1987)
- R. S. Moshtaghin and S. Asgari, *Materials & Design*, vol. 24, Issue 5, 325 (2003).