



Incoloy 909 합금의 최적 알루미늄이징 확산 코팅

권순우^a, 윤재홍^b, 주윤곤^{b*}, 조동울^b, 안진성^c, 박봉규^d

^a세원셀론텍(주), ^b창원대학교 나노신소재공학부, ^c써머텍코리아(주), ^d부산대학교 재료공학부

Optimal Aluminizing Coating on Incoloy 909

S. W. Kwon^a, J.H. Yoon^b, Y. K. Joo^{b*}, T. Y. Cho^b, J. S. Ahn^c, B. K. Park^d

^aSewoncellontech Co. Ltd., Chanwon, 44-1, Korea

^bDepartment of Nano and Advanced Materials Engineering, Changwon National University, Changwon 641-773, Korea

^cSermatech Korea Co. Ltd., Changwon 641-717, Korea

^dSchool of Materilas Science and Engineering Pusan National University, Pusan 609-735, Korea

(Received July 22, 2007 ; accepted August 29, 2007)

Abstract

An Fe-Ni-Co based superalloy Incoloy 909 (Incoloy 909) has been used for gas turbine engine component material. This alloy is susceptible to high temperature oxidation and corrosion because of the absence of corrosion resistant Cr. For the improvement of durability of the component of Incoloy 909 aluminizing-chromate coating by pack cementation process has been investigated at relatively low temperature of about 550°C to protect the surface microstructure and properties of Incoloy 909 substrate. As a previous study to aluminizing-chromate coating by pack cementation of Incoloy 909, the optimal aluminizing process has been investigated. The size effects of source Al powder and inert filler Al₂O₃ powder and activator selection have been studied. And the dependence of coating growth rate on aluminizing temperature and time has also been studied. The optimal aluminizing process for the coating growth rate is that the mixing ratio of source Al powder, activator NH₄Cl and filler Al₂O₃ are 80%, 1% and 19% respectively at aluminizing temperature 552°C and time 20 hours.

Keywords : Incoloy alloy 909, Aluminizing, Pack cementation, Multi-diffusion

1. 서 론

Fe-Ni-Co계 Incoloy 909 합금(표 1)은 낮은 열팽창계수와 탄성계수 그리고 고강도의 합금으로써 항공기 및 선박용 가스터빈 엔진부품 등에 널리 사용되고 있다¹⁻³). Incoloy 909 합금의 열팽창계수는 유사한 강도를 가지는 타 합금에 비해 절반 정도로 낮기 때문에 열효율 더 높일 수 있다. 이러한 특성으로 인해 Incoloy 909 합금은 가스터빈 베인, 케이싱, 샤프트, 셔라우드 등에 사용된다^{1,2}).

그러나 Cr이 첨가되어 있지 않기 때문에 고온에서의 산화와 부식에 대한 저항성이 다른 고온재료

에 비하여 비교적 낮다. 사용 부품에 따라서는 내식성 코팅을 필요로 하는 경우가 있다^{1,2}). 이러한 코팅기술은 크게 확산코팅법, Overlay 코팅법, 열차폐코팅(TBC: thermal barrier coating) 법 등이 있다. 확산코팅은 주로 부품표면에 알루미늄(alumite) 또는 크로메이트(chromate) 코팅층을 형성시켜 고온산화 및 부식에 대한 저항성을 향상시키기 위해 사용된다. 확산코팅에 의한 Aluminizing 처리방법은 크게 슬러리(slurry)법, 팩세멘테이션(pack cementation)법, 기상증착(vapor phase deposition)법, 등으로 구분된다⁴⁻⁶). 그 중 팩세멘테이션을 이용한 알루미늄이징은 내식성이 비교적 우수하면서 처리장치가 간단하고, 제품의 재현성이 뛰어나고 처리비용이 저렴하며, 동시 대량생산이 가능하여 고온재료의 내식 코팅공정으로 가장 널리 응용되고 있다⁶⁻⁸).

*Corresponding author. E-mail : tycho@changwon.ac.kr, jhyoon@changwon.ac.kr

Table 1. Chemical composition of Incoloy 909 (wt%)

Fe	C	Si	Ni	Co	Ti	Al	Nb
Bal.	<0.06	0.25~0.50	35.0~40.0	12.0~16.0	1.3~1.8	<0.15	4.3~5.2

본 연구에서는 Incoloy 909 제품의 내구성 향상을 목적으로 고온 내산성 및 내식성을 향상시키기 알루미늄-알루미늄-크로메이트 복합산화코팅의 전단계로서 알루미늄-알루미늄을 연구하였다. 약 650°C 이상에서 기계적 특성이 급격하게 저하하는 Incoloy 909 합금의 특성을 고려하여 공정온도는 552°C 이하로 하였다.

2. 실험 방법

2.1 시편과 알루미늄-알루미늄 팩 준비

Incoloy 909 시편(표 1)은 25×25×10 mm³ 크기로 가공하였다. 시편표면의 산화물 등 이물질을 제거하기 위하여 아세톤으로 세척하고, Al₂O₃ #220 메쉬 그릿으로 시편표면을 20 psi로 블라스 클리닝(blast cleaning)을 하였다. Al 공급원, 활성제 NH₄Cl

Table 2. Purity and sizes of source Al, activators, and inert power

	Materials	Purity	Particle size
Source Metal	Al	Al 99.00% Min	-170/+325
	Al	Al 99.00% Min	-325
Activator	AlCl ₃	AlCl ₃ 98.0% Min	-25
	NH ₄ Cl	NH ₄ Cl 98.5% Min	-25
Inert Power	Al ₂ O ₃	Al ₂ O ₃ 99.6% Min	-325

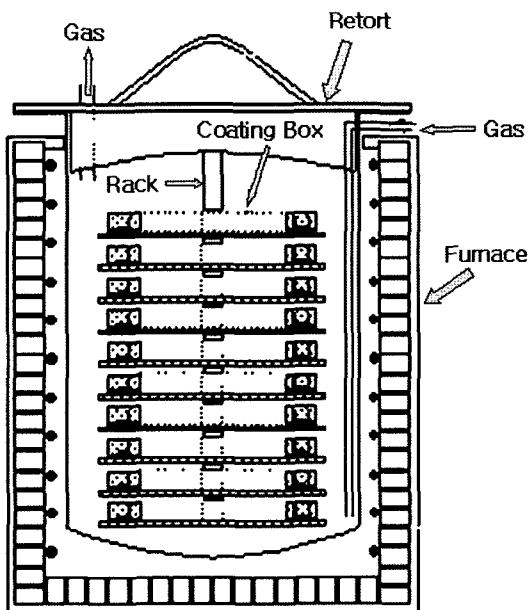


Fig. 1. Schematic diagram of aluminizing equipment.

과 충전제 Al₂O₃를 약 1시간 동안 혼합한 후 코팅 박스에 채워 넣고 시료를 장입한 후 가열하여 알루미늄-알루미늄을 하였다. 본 실험에 사용된 장치는 그림 1에 나타난 개략도와 같이 크게 Coating Furnace, Retort, Rack, Box 등으로 이루어져 있다. 실험에서 사용한 Al 공급원과 활성제, 충전제를 표 2에 나타내었다.

2.2 알루미늄-알루미늄 팩 선정

알루미늄-알루미늄에서 최적의 Al 공급원의 입도와 활성제를 결정하기 위해 표 3과 같이 충전제 Al₂O₃를 동일한 조건(19%, #325)으로 하고 Al 공급원의 입도를 #170과 #325의 두가지 조건으로 변화시키고 활성제로 AlCl₃와 NH₄Cl을 선택하여 552°C에서 알루미늄-알루미늄을 실시하였다.

Table 3. Mixing ratio of source Al and activators

Specimen No.	Source metal		Activator	
	Al #170	Al #325	AlCl ₃	NH ₄ Cl
T1-1	79%		1%	
T1-2	79%			1%
T1-3		79%	1%	
T1-4		79%		1%

2.3 알루미늄-알루미늄 팩 혼합비, 최적의 온도와 시간 및 코팅층의 분석

최적의 알루미늄-알루미늄 팩 혼합비율을 찾기 위해 Al 공급원, 활성제, 충전제를 다음의 표 4와 같이 변화시키면서 알루미늄-알루미늄 실험을 하였다. 이 실험

Table 4. Mixing ratios of the aluminizing pack

Specimen No.	Source metal (Al#325)	Activator (NH ₄ Cl)	Inert powder (Al ₂ O ₃ #325)
T2-1	40%	1%	59%
T2-2	40%	2%	58%
T2-3	40%	3%	57%
T2-4	60%	1%	39%
T2-5	60%	2%	38%
T2-6	60%	3%	37%
T2-7	80%	1%	19%
T2-8	80%	2%	18%
T2-9	80%	3%	17%

Table 5. Aluminizing processes

Specimen No.	Coating temp.	Coating time
T3-1	468°C	10 hr
T3-2		20 hr
T3-3		30 hr
T3-4		40 hr
T3-5	496°C	10 hr
T3-6		20 hr
T3-7		30 hr
T3-8		40 hr
T3-9	524°C	10 hr
T3-10		20 hr
T3-11		30 hr
T3-12		40 hr
T3-13	552°C	10 hr
T3-14		20 hr
T3-15		30 hr
T3-16		40 hr

Al #325 80%, NH₄Cl 1%, filler #325

험에서 얻은 최적의 알루미늄이징 팩 혼합비에서 Coating 온도와 시간을 표 5와 같은 공정으로 실험을 하여 최적의 알루미늄이징 공정을 찾았다.

코팅층의 특성을 규명하고자 SEM-EDS를 통하여 코팅층 단면의 미세조직의 변화 및 성분원소의 거동을 조사하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1 Al 입도와 활성제 선정

팩 세멘테이션에 의한 Al 확산 코팅에 사용하는 분말은 Al 공급원, 활성제, 충전제인 Al₂O₃ 분말을 적절한 비율로 혼합하여 만들어진다.

그림 2는 Al 공급원 입도와 활성제를 달리했을 때의 두께 변화를 나타낸 것이다. Al 분말의 입도가 #325에서 #175로 작아질수록 두 가지 활성제 모두에서 코팅성장율이 큰 것으로 나타났다. 이는 알루미늄이징 반응속도는 반응면적(공급원과 활성제 간 접촉면적)에 비례하며, 입자의 비면적(specific area of particle; 입자표면적/입자부피)은 입도크기에 반비례하기 때문이다. 또한 입자가 작을수록 입자 표면에 있는 원자당 화학포텐셜 에너지가 입자의 크기에 반비례하여 증가하기 때문이다(화학포텐셜 $u \propto 1/r$)¹⁰.

활성제는 AlCl₃가 NH₄Cl 보다 코팅성장에 더 좋았다. 그러나 AlCl₃는 팩 내부와 대기 중에서 수증

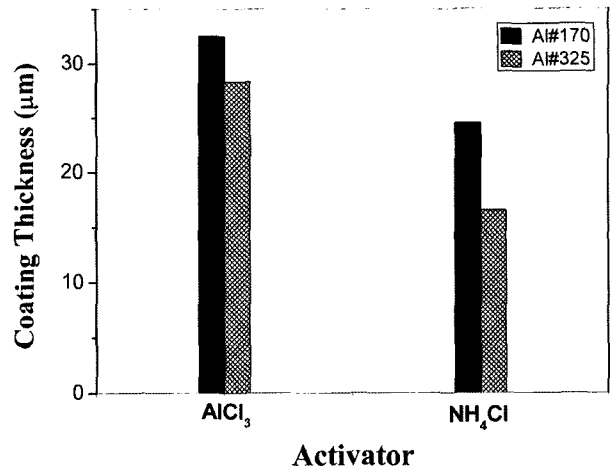
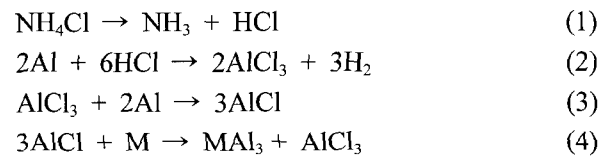


Fig. 2. Coating thickness vs sizes of Al source (79%) for 1% activators.

기를 흡수하여 입자를 큰 덩어리로 만들며 수증기와 반응하여 생성된 염산(HCl)은 환경 문제를 만들고 있다. 따라서 NH₄Cl을 활성제로 택하였다.

알루미늄이징 과정에서 NH₄Cl에 의한 Al의 확산 기구는 다음과 같이 소개되었다⁹⁾.



NH₄Cl은 분해하여 HCl을 생성하고, HCl은 Al과 반응하여 AlCl₃을, 한 개의 AlCl₃ 분자는 혼합비로 볼 때 100개 이상의 반응성이 강함 Al 원자 속에서 활성화(불안한)된 중간화합물 AlCl 등을 만들고, 반응성이 강한 이들 중간화합물은 소지금속원자와 반응을 하여 MAI_x의 형태로 알루미늄이징 확산을 시킨다. 실제로는 활성화 에너지가 AlCl 보다 작은 AlCl₂, AlCl_x(사슬 모양의 결합물)가 보다 많이 생겨 알루미늄이징에 참여를 한다¹¹⁾.

3.2 알루미늄이징 팩 물질의 혼성비

그림 3은 팩의 혼합비율의 영향을 관찰하기 위해 표 4와 같이 Al 공급원의 비를 40%, 60%, 80%로 변화시키고 활성제의 비율도 1%, 2%, 3%로 변화시켰을 때의 결과를 그림 3에 보였다. 이때의 Aluminizing 온도와 시간은 552°C, 20 hr으로 하였다. Al공급원의 비율이 40%에서 80%로 증가 시 코팅성장율이 증가하는 추세를 보였으며, 활성제의 비율 변화는 코팅성장율에 별 영향을 주지 않는 것으로 관찰되었다. 이는 1%의 활성제로 충분함을 보여준다.

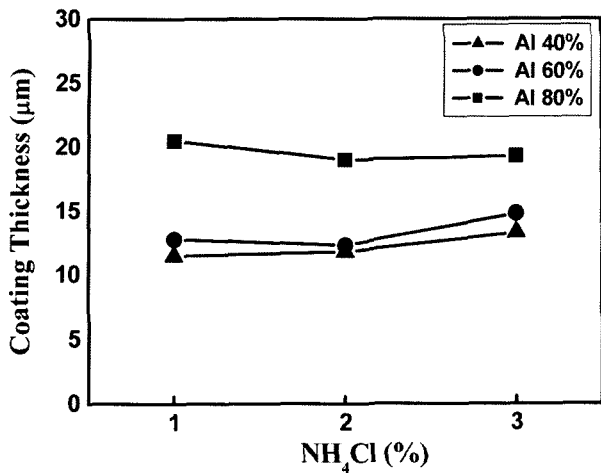


Fig. 3. Thickness of coating vs the ratio of coating pack at 552°C for 20 hours.

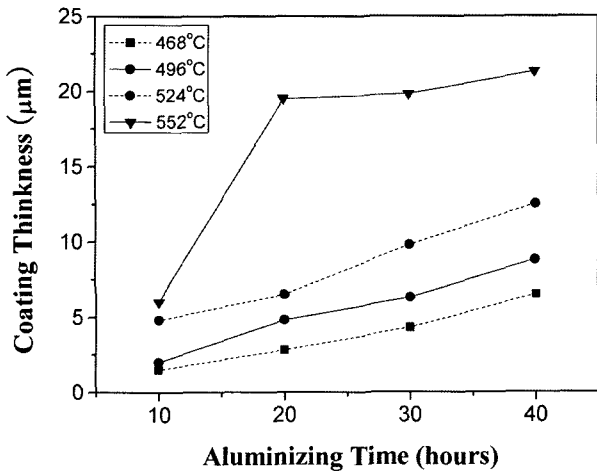


Fig. 4. Coating thickness vs aluminizing time at various temperatures.

3.3 알루미늄이징 온도와 시간 및 최적 알루미늄이징 공정

그림 4는 코팅온도와 시간이 알루미늄이징에 미치는 영향을 나타내었다. 모든 시간대에서 코팅은

도가 증가할수록 코팅성장율이 증가하였다. 특히 552°C일 경우 현저한 증가를 보였다. 그러나 그림에서 552°C의 경우, 20시간까지는 급격한 코팅성장율의 증가를 보이지만 그 이후 40시간까지의 코팅성장율은 미소하였다.

3.4 알루미늄이징 코팅층 분석

최적 알루미늄이징공정으로 코팅된 코팅층의 단면과 코팅층에서 공급원 Al 및 모재 Incoloy 909 성분의 분포(depth profile)을 그림 5에 나타내었다. 약 20 μm의 코팅층을 형성하였으며, 코팅층의 주성분은 Al이며 Incoloy 909 모재 구성 원소의 함량 순, Fe, Ni, Co, Nb 순으로 모재에서 코팅층으로 역확산이 일어났다. 상태도에 의하면 이 실험 온도 552°C에서 Al-Fe, Al-Ni, Al-Co 간에는 상호 불용성이며, FeAl₃, NiAl₃와 같은 다양한 금속간 화합물을 형성한다. 이들 화합물 층은 금속원소들의 확산장벽 역할을 하기 때문에 Al 확산 분포 및 모재 원소들의 확산분포가 이들 금속간화합물의 한계농도에서 불연속적이 되고 있다. 즉, MAI₃(25 mol% M)이 될 때까지 M, Al의 확산은 용이하나 그 이상의 농도를 형성할 수 있는 확산은 불가하다¹²⁾.

4. 결 론

Incoloy 909의 알루미늄이징 연구 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. Al 공급원의 입도가 작아질수록 코팅성장율은 증가하였다.
2. 활성제 AlCl₃에 의한 코팅성장은 NH₄Cl 보다 크다. 그러나 HCl 생성으로 인한 환경 문제 및 팩 분말 형성 등에 문제가 있으므로 NH₄Cl을 사용하는 것이 좋을 것으로 기대된다.
3. 알루미늄이징 팩의 혼합비율은 Al 공급원의 비

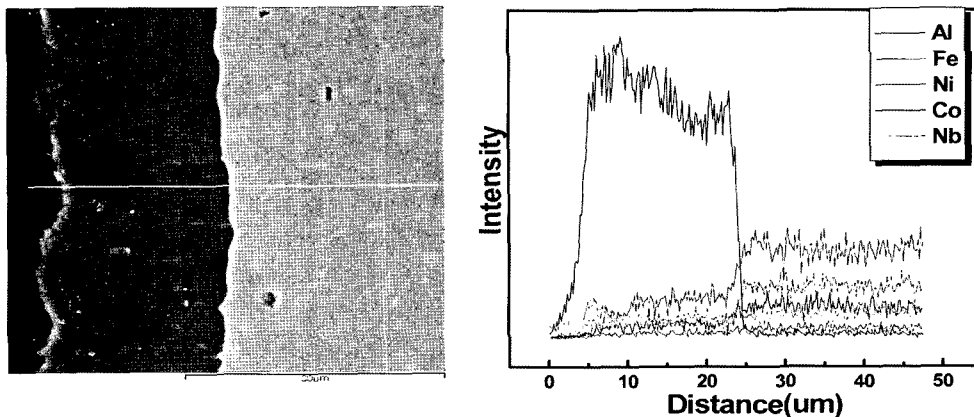


Fig. 5. OM cross section and EDS of aluminized Incoloy 909.

율이 증가할수록 코팅성장율이 증가하였다. 본 알루미늄나이징에서 최적의 팩 혼합비율은 Al 공급원 80%, NH_4Cl 1%, Al_2O_3 19%, 온도 552°C, 20시간이다.

4. Al의 농도분포는 확산 거리 증가에 따라 연속적인 감소를 보이다가 약 20 μm 에서 급격한 불연속적인 감소를 보였다. 이는 본 알루미늄나이징 온도 552°C에서 Al과 모재원소 간 상호 불용성인 반면 MAl_3 (25 mol% M)의 금속간화합물을 형성하며, 이 화합물들은 확산장벽 역할을 하기 때문이다.

후 기

이 논문은 2005년도 창원대학교 연구비에 의하여 연구 되었으며 이에 감사드립니다.

참고문헌

1. J. R. Kattus, Aerospace Structural Metals Handbook (September, 1989) Code 4219, p 1-6.
2. X. Guo, K. Kusabiraki, S. Saji, Scripta Mater.

- 44(2001) No. 1, 55-60.
3. Kiyoshi Kusabiraki *et al.*, ISIJ International, 37(1) (1997) 80-86.
4. Z. D. Xiang, P. K. Datta, Matal Science and Engineering, A00 (2003) 1-9.
5. H. L. Huang, Y. Z. Chen, D. Gan Materials Science and Engineering A, 328(1-2) (2002) 238-244.
6. 윤재홍, 안진성, 허인창, 김인수, “항공기 엔진 및 발전용 가스터빈 압축기 핵심부품의 장수면화를 위한 알루미늄나이징-크로메이트 복합 확산 코팅 처리 공정기술개발 및 평가”, 2004, 창원대학교.
7. G. Navas, L. Vilorio, Surface and Coatings Technology, 94-95 (1997) 161-167.
8. Y. H. Sohn *et al.*, Surface and Coatings Technology, 146-147 (2001) 132-139.
9. 남기석, 변용선, 기계와 재료, 11 (1999) 77-93.
10. M. Ohring, “Material Science of Thin Film”, 2nd Ed, p 395.
11. F. A. Cotton, G. Wilkinson, “Advance Inorganic Chemistry”, 5th Ed., p 208-233, Wiley Interscience.
12. T. B. Massalski, “Binary Alloy Phase Diagrams”, Vol. 1 p. 112, 142.