

열간정수압성형공정으로 제조된 니켈기 초내열합금의 고압비틀림 공정을 통한 강소성 변형거동 분석

이동준¹ · 이영선¹ · 김홍규² · 권용남¹ · 김형섭³ · 윤은유[#]

Analyses of Severe Plastic Deformation Behavior of Hot Isostatic Pressed Ni-base Superalloy during High Pressure Torsion Process

D. J. Lee, Y. Lee, H.-K. Kim, Y.-N. Kwon, H. S. Kim, E. Y. Yoon

(Received May 19, 2016 / Revised July 20, 2016 / Accepted July 21, 2016)

Abstract

In this study, hot isostatic pressed Ni-base superalloy was subjected by high-pressure torsion process to improve the dispersion of gamma prime phase, mechanical properties and remove prior particle boundaries. The resulting microstructural size decreases and prior particle boundaries removed with increasing strain by high-pressure torsion process. Moreover, the microhardness values and room temperature tensile strength were enhanced. However, the tensile elongation was decreased as increasing strain due to fast crack propagation along the refined and well dispersed gamma prime particles.

Key Words : Nickel Superalloy, High Pressure Torsion, Severe Plastic Deformation, Mechanical Properties

1. 서 론

강소성 공정은 재료에 극심한 변형을 가하여 결정립 크기를 초미세립 또는 나노결정립으로 만드는 공정이다[1]. 대표적인 강소성 공정으로는 등통로각 압축(Equal Channel Angular Pressing, ECAP)[2~4], 고압비틀림(High-pressure Torsion, HPT)[5~7], 반복겹침접합압연(Accumulated Roll Bonding, ARB)[8] 등이 잘 알려진 공정이다. 이 중 고압비틀림 공정은 디스크 형태의 시편에 높은 압력을 가한 상태로, 많은 양의 전단변형을 가하는 공정으로, 원형의 홈이 있는 두 다이 사이에 디스크 형태의 시편을 위치시킨 후 수 GPa의 압력이 가해지게 압축을 가하고, 이러한 압력을 유지한 채, 다이 하나를 회전시켜 시편에 전단응력을 가하게 된다(Fig. 2a). 이때, 높은 압축응력으로

인한 시편과 다이의 마찰력 증가로 인하여 시편과 다이가 들러붙는 조건이 형성되고, 다이의 회전에 따라 시편에 회전 변형이 가해지게 되므로, 시편에 가해지는 유효변형량(ϵ_{eq})은 다음과 같은 단순회전 변형식으로 정의할 수 있다[6].

$$\epsilon_{eq} = \frac{r\theta}{\sqrt{3}h} \quad (1)$$

여기서 r 은 시편 중심에서부터의 거리, θ 는 회전각도, h 는 시편의 두께가 된다. 특히, 공정 중 시편에 수 GPa의 정수압이 가해지게 되므로, 취성재료에 대해서도 많은 양의 전단변형을 가할 수 있고, 이에 따른 초미세립/나노결정립을 만들 수 있다[5].

니켈기 초내열합금은 고온용 소재로 합금개발 위주로 연구되어 왔으며, 합금개발이 용이하고, 강화

1. 재료연구소

2. 국방과학연구소

3. 포항공과대학교

Corresponding Author: Korea Institute of Materials Science, E-mail:

eyyoon@kims.re.kr



Fig. 1 Microstructure of hot isostatically pressed nickel superalloy using optical microscopy

상을 미세하게 조절가능하며, 보다 미세한 결정립으로 강도를 높일 수 있는 분말야금법을 이용하는 연구가 진행되어오고 있다[9]. 하지만 분말야금법을 통해 성형한 소재의 경우 분말의 청정도에 따라 혹은 치밀화 중에 생성되는 전입자경계구조(prior particle boundary, PPB)에 의해 그 특성이 저하되기 때문에 2차로 소성가공공정이 필요하다.

따라서, 본 연구에서는 열간정수압성형공정을 통해 제조된 니켈기 초내열합금을 고압비틀림 공정을 통해 높은 변형량을 가한 뒤, 기계적 특성변화와 미세조직의 변화를 관찰하였다.

2. 실험방법

2.1 고압비틀림 공정

고압비틀림 공정에 사용된 니켈기 초내열합금 시편은 열간정수압성형공정을 통하여 소결 후 열처리를 통해 제조된 시편으로 미세조직은 Fig. 1과 같다. 이와 같은 공정을 통해 제조된 니켈기 초내열합금의 경우, 수 마이크로미터 크기의 일차 γ' 상이 결정립계에 생성이 되고, 수백 나노미터 크기의 이차 γ' 상이 결정립내에 존재하고, 수십나노미터 크기의 삼차 γ' 상이 결정립내에 존재하면서 우수한 고온변형특성을 발휘하게 된다. 본 실험에 사용한 소재는 초기분말의 형상이 뚜렷하게 나타나는 소재이다.

지름 10mm, 두께 1.5mm를 가지는 디스크 시편에 약 6GPa의 압력을 가한 후 다이를 1회, 3회, 5회 회전시켜 시편에 변형을 가하였다(Fig. 2). 각각의 시편의

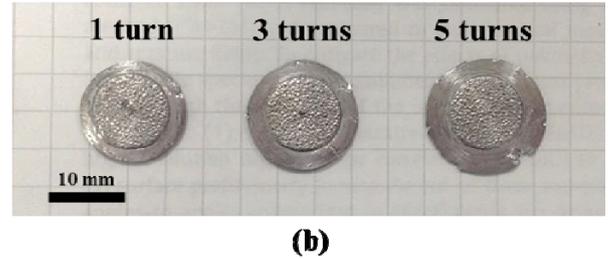
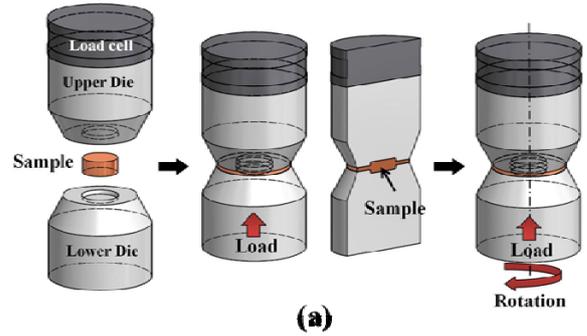


Fig. 2 (a) Schematic diagram of high-pressure torsion (HPT) process and (b) the specimens after HPT process

경우 위의 식 (1)에서와 같이 유효변형량을 계산해보면, 중심에서 5mm 떨어진 지점에서는 각각 18, 54, 90으로 나타났고, 2.5mm 떨어진 부분은 9, 27, 45로 계산된다.

2.2 미세조직 관찰

고압비틀림 공정으로 제조된 시편의 미세조직을 관찰하기 위하여, 디스크 윗면과 수직인 방향으로 시편의 중심이 통과하게 절단하여, 단면을 관찰하였다. 고압비틀림 공정은 전단변형이 원주방향으로 발생하기 때문에, 반지름 방향이나, 원주방향에서 미세조직을 관찰하여야 한다. 미세조직 관찰을 위하여 단면을 거울면으로 연마한 후, 화학적 에칭을 한 뒤, 광학현미경과 주사전자현미경을 통하여 관찰하였다. 고압비틀림 공정은 회전 중심에서부터 멀어질수록 변형량이 커지기 때문에, 시편의 중심부분($r=0$ mm), 중간부분($r=2.5$ mm), 가장자리부분($r=5$ mm)으로 나누어 관찰하였다.

2.3 기계적 특성 평가

강소성 변형에 따른 기계적 특성변화를 관찰하기 위하여, 경도시험과 인장시험을 실시하였다. 경도시험은 Fig. 6에서와 같이 절단면에 0.5mm 간격으로 3

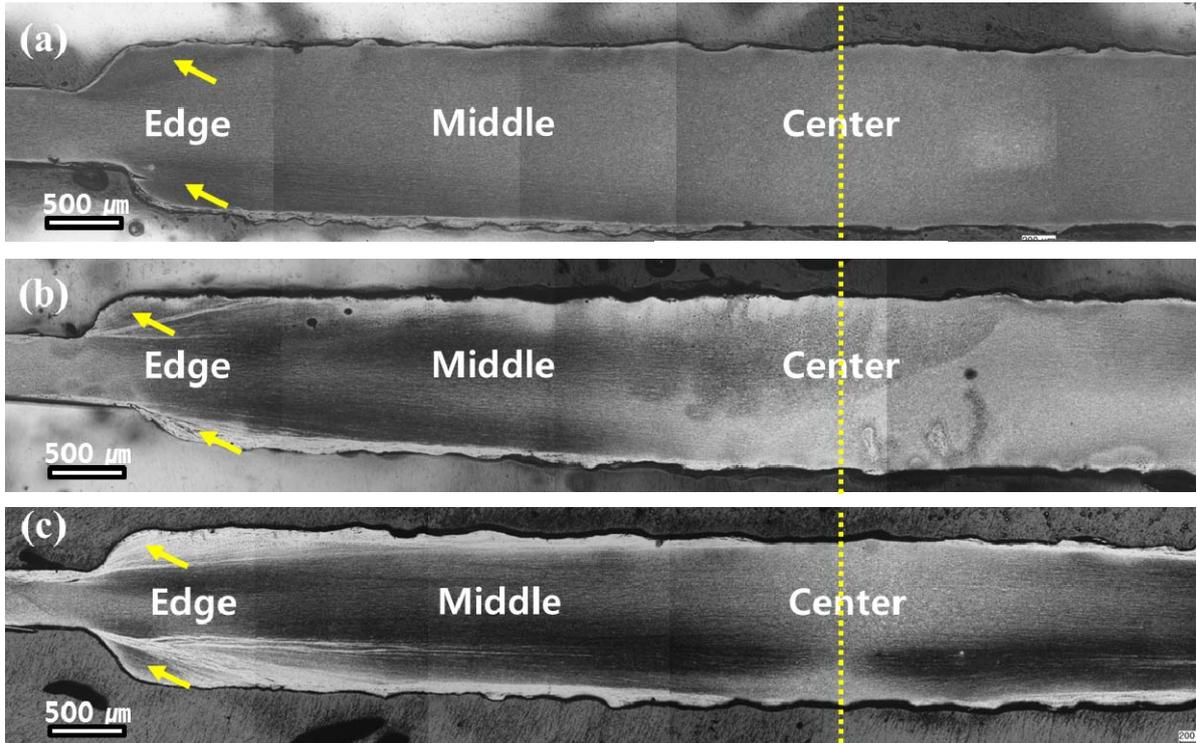


Fig. 3 Cross sectional images of the HPT processed specimens using optical microscope; (a) 1turn, (b) 3 turns and (c) 5 turns

변씩 측정을 하여 평균값을 구하였다.

지름이 10mm 인 원형시편에서 인장시편을 채취하기 위하여, dog-bone-type의 시편을 방전가공을 통해 시편을 절단하였다. 이때 인장시편의 gage부분의 중심이 $r=2.5\text{mm}$ 가 되도록 하였고, 비교를 위해, 초기시편도 동일한 크기의 인장시편을 만들어 시험을 실시하였다. 또한 인장 후 파면을 주사전자현미경으로 관찰하였다.

3. 결과 및 토의

3.1 미세조직의 변화

고압비틀림 공정을 통해 제조된 시편은 Fig. 3에서 볼 수 있듯이, 시편의 중심에서 가장자리로 가면서, 변형에 의한 미세조직의 변화가 심해지는 것을 볼 수 있다. 시편 가장자리의 모서리부분에서는 앞서 보고된 바와 같이 dead metal zone(노란색 화살표)이 형성되어 있는 것을 알 수 있다[10]. Fig. 4를 보면, 시편의 중심부에서는 이론식 (1)에 의해 계산되는 전단변형이 0이므로, 초기 분말의 형상이 그대로 남아있는 형태의 미세조직을 관찰할 수 있었고, 시편의

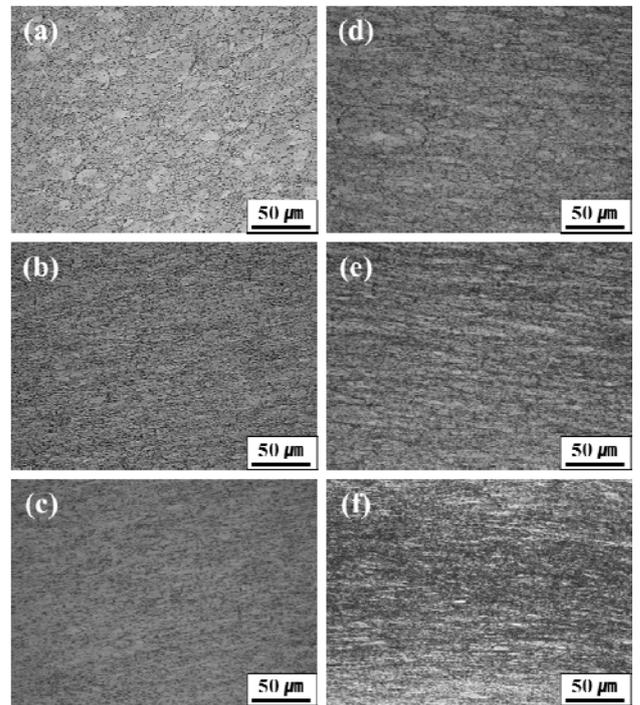


Fig. 4 Microstructure of the HPT processed specimens using optical microscope; 1 turn (a) center, (b) middle, (c) edge and 3 turns (d) center, (e) middle, (f) edge

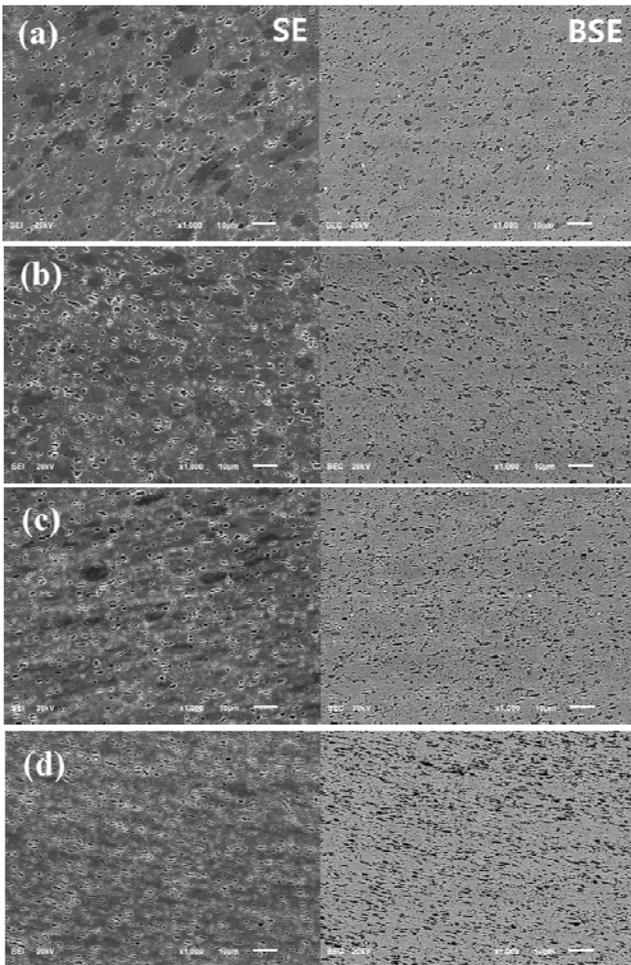


Fig. 5 Microstructure of the HPT processed specimens after 1 and 5 turns at the center and the edge regions using scanning electron microscope (SEM-BSE images); 1 turn (a) center, (b) edge and 5 turn (c) center, (d) edge

중간, 가장자리로 가면서 결정립의 변형이 심하게 발생하여, 분말모양이 없어진 것을 확인할 수 있었다.

Fig. 5는 주사전자현미경을 통한 강화상의 형태 변화를 분석한 것으로 음각으로 보이는 부분이 강화상이다. 변형량이 커질수록, 그리고 시편의 가장자리로 갈수록, 석출강화상(γ')이 압축/분쇄되어 기지상 내에 미세하게 분산된 것을 확인할 수 있다.

일반적으로 고압비틀림공정을 통한 분말의 치밀화의 경우와, 이차상이 존재하는 재료에 대해서 강소성공정을 수행하였을 때에 발생하는 미세조직의 변화를 분석해 보면, 높은 압력과 많은 변형량으로 인한 기지의 가공경화뿐만 아니라, 초기분말표면의

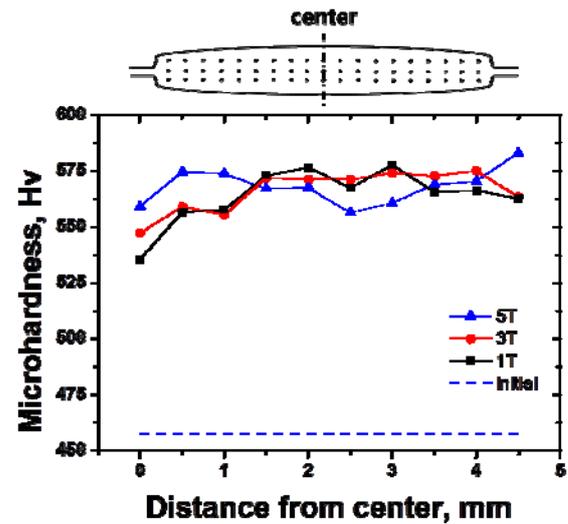


Fig. 6 The average microhardness, Hv, of initial and HPT processed specimens measured from the center to edge

산화층이나 기지내 이차상의 분쇄효과를 일으켜, 기존의 소재에 비해 높은 강도를 가지는 것이 보고되고 있다[11~15].

3.2 기계적 특성 변화

강소성공정으로 제조된 시편의 경우 결정립의 미세화에 의한 강도의 향상을 기대할 수 있다. 본 연구에서 측정된 경도의 변화를 Fig. 6에서 살펴보면, 열간정수압성형공정으로 제조된 니켈기 초내열합금의 경우 약 460Hv를 나타냈는데 비해, 강소성공정 후의 경도는 약 530~580Hv로 증가한 것을 알 수 있다. 1회전 변형을 준 시편의 경우는 시편의 중심부분이 가장 낮고, 중간부분부터 가장자리까지는 비슷하게 높은 경도값을 가지는 것을 알 수 있다. 5회전 변형을 준 시편의 경우는 시편의 중심부분에서부터 가장자리까지 모두 유사한 경도값을 가지는 것을 알 수 있었다.

앞서 Fig. 3-5에서 확인한 바와 같이 미세조직 관찰에서는 시편의 중심부분에서 미세조직의 변화가 크지 않았고, 가장자리로 갈수록 변형량이 커지면서 석출강화상(γ')의 변화가 심한 것을 알 수 있다. 하지만 이에 비하여 경도값은 시편 중심부분도 초기시편에 비해 많은 증가를 보였는데, 이는 고압비틀림 공정이 압축+회전 공정으로 이루어져 있으므로, 시편의 중심부분에 회전에 의한 변형은 거의 없을 지

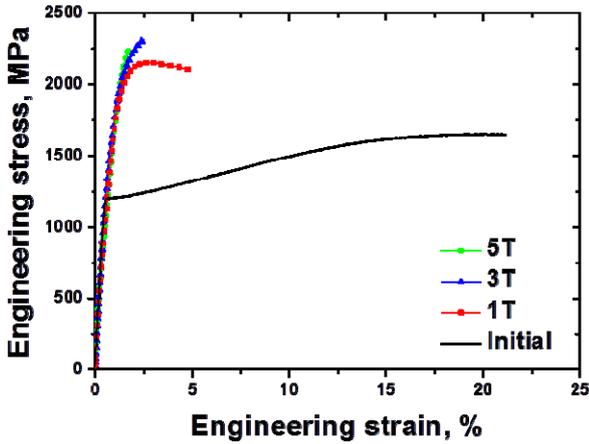


Fig. 7 Tensile strain-stress curves of initial and HPT processed specimens

라도, 압축에 의한 변형이 발생하게 되고, 이러한 압축변형은 2차상의 분쇄와 분산효과가 아닌 기지상의 강화를 발생시키게 된다. 따라서 경도값은 2차상의 분쇄 및 분산효과에 의한 경도의 증가보다 기지상의 가공경화에 따른 경도의 증가가 더욱 주된 요인이라고 볼 수 있다.

인장시험 결과를 Fig. 7에서 살펴보면, 고압비틀림 공정을 수행하지 않은 초기시편의 경우 항복강도 약 1200MPa에 인장강도가 약 1650MPa이고, 약 20%의 연신률을 보였다. 고압비틀림공정 1회, 3회, 5회 수행한 시편의 경우는 항복강도와 인장강도가 약 2150~2300MPa로 증가하지만, 연신률은 5% 이하로 감소하였다. 특히 변형량이 높아질수록, 연신률은 더욱 짧아지는 것을 알 수 있으며 5회전의 고압비틀림 공정을 수행한 시편의 경우는 소성변형률이 거의 0에 가깝게 나타났다.

일반적으로 강소성공정을 통해 제조된 시편의 경우 강도의 증가와 함께 연신율의 감소를 보인다 [1,2,5]. 본 연구에 사용된 시편의 경우에도, 기지의 가공경과가 충분히 발생하여 연신율의 감소가 발생하게 된다. 또한, 미세화된 γ' 상의 분산으로 인하여 균열의 전파를 가속화 시켜 시편의 파단이 빠르게 발생하는 것으로 판단된다. 특히, 5회전 시편에서는 시편의 조기 파단으로 3회전 시편보다 낮은 인장강도를 보인다. 하지만, Fig. 8과 9에서 관찰되는 인장파단시편의 측면과 파면을 보면, 5회전 시편에서도 연성파괴의 모습이 나타나고 있다. 또한 초기시편에서는 분말모양의 입자가 존재하면서 균열이 분

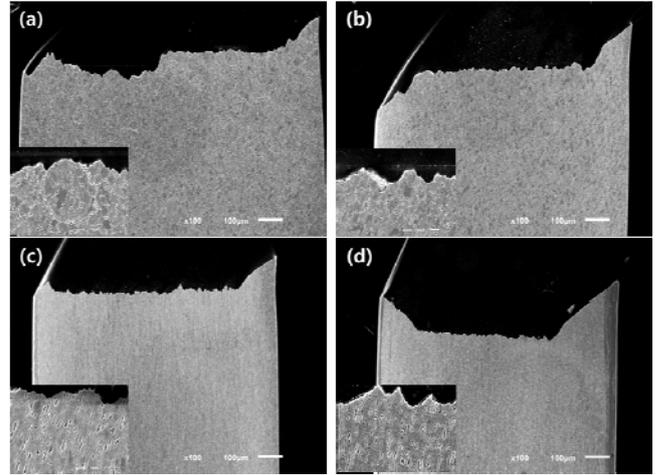


Fig. 8 The SEM images of fractography after tensile tests of (a) initial specimen and (b) 1 turn, (c) 3 turns and (d) 5 turns of HPT processed specimens

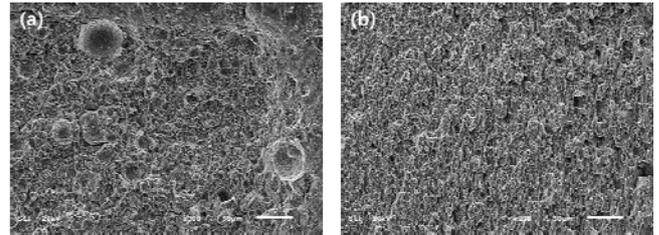


Fig. 9 The high magnification SEM images of fractography after tensile tests of (a) initial and (b) 5 turns of HPT processed specimens

말계면을 따라 진전된 것을 볼 수 있는 반면, 고압비틀림 공정을 수행한 시편의 경우는 그러한 현상이 없어지고, 연성파괴의 증거인 딴플형상의 파면이 관찰되는 것을 알 수 있다.

따라서, 고압비틀림공정을 통하여 미세화된 γ' 상으로 인하여 상온 연신율의 감소가 관찰되었으나, 고온변형에서는 전입자경계구조의 분쇄와 석출상의 고른 분산 강화 효과로 고온변형에 대한 저항성과, 크립(creep) 특성의 향상을 가져오므로[16, 17] 이러한 미세화 된 γ' 의 분산은 고온특성의 향상을 가져올 것으로 기대된다.

4. 결론

본 연구에서는 열간정수압공정으로 제조된 니켈기 초내열합금을 고압비틀림공정을 통해 높은 변형

량을 가한 뒤, 미세조직과 기계적특성의 변화에 대해 분석하였다.

초기시편에 남아있던 분말형상은 변형이 진행됨에 따라 관찰되지 않았으며, 석출된 γ' 상은 변형량이 증가할수록 분쇄되고, 기지내에 고르게 분포되는 것을 관찰하였다. 이러한 미세조직적 변화가 경도의 증가와 인장강도의 증가를 가져왔으며, 고르게 분산된 γ' 상에 의하여 연신률의 감소가 발생하였을 것으로 예상된다.

후 기

본 연구는 방위사업청의 지원으로 수행한 민군겸용기술사업(UM13020RD1)의 지원을 받아 수행되었으며 이에 감사 드립니다.

REFERENCES

- [1] R. Z. Valiev, R. K. Islamgaliev, I. V. Alexandrov, 2000, Bulk Nanostructured Materials from Severe Plastic Deformation, *Prog. Mater. Sci.*, Vol. 45, No. 2, pp. 103~189.
- [2] R. Z. Valiev, T. G. Langdon, 2006, Principles of Equal-channel Angular Pressing as a Processing Tool for Grain Refinement, *Prog. Mater. Sci.*, Vol. 51, No. 7, pp. 881~981.
- [3] H. Shahmir, M. Nili-Ahmadabadi, C. T. Wang, J. M. Jung, H. S. Kim, T. G. Langdon, 2015, Annealing Behavior and Shape Memory Effect in NiTi Alloy Processed by Equal-Channel Angular Pressing at Room Temperature, *Mater. Sci. Eng. A*, Vol. 629, No. 1, pp. 16~22.
- [4] M. I. A. El Aal, H. Y. Um, E. Y. Yoon, H. S. Kim, 2015, Microstructure Evolution and Mechanical Properties of Pure Aluminum Deformed by Equal Channel Angular Pressing and Direct Extrusion in One Step Through an Integrated Die, *Mater. Sci. Eng. A* Vol. 625, No. 11, pp.252~263.
- [5] A. P. Zhilyaev, T. G. Langdon, 2008, Using High-pressure Torsion for Metal Processing: Fundamentals and Applications, *Prog. Mater. Sci.*, Vol. 53, No. 6, pp. 893~979.
- [6] D. J. Lee, E. Y. Yoon, D.-H. Ahn, B. H. Park, H. W. Park, L. J. Park, Y. Estrin, H. S. Kim, 2014, Dislocation Density-based Finite Element Analysis of Large Strain Deformation Behavior of Copper under High-pressure Torsion, *Acta Mater.*, Vol. 76, No. 1, pp. 281~293.
- [7] K. Edalati, D. J. Lee, T. Nagaoka, M. Arita, H. S. Kim, Z. Horita, R. Pippan, 2016, Real Hydrostatic Pressure in High-Pressure Torsion Measured by Bismuth phase Transformations and FEM Simulations, *Mater. Trans.*, Vol. 57, No. 4, pp. 533~538.
- [8] Y. Jang, S. Kim, S. Han, C. Lim, M. Goto, 2008, Tensile Behavior of Commercially Pure Copper Sheet Fabricated by 2- and 3-layered Accumulative Roll Bonding (ARB) Process, *Met. Mater. Inter.*, Vol. 14, No. 2, pp. 171~175.
- [9] D. Li, Q. Guo, S. Guo, H. Peng, Z. Wu, 2011, The Microstructure Evolution and Nucleation Mechanisms of Dynamic Recrystallization in Hot-deformed Inconel 625 Superalloy, *Mater. Des.*, Vol. 32, No. 2, pp. 696~705.
- [10] D. J. Lee, E. Y. Yoon, L. J. Park, H. S. Kim, 2012, The Dead Metal Zone in High-pressure Torsion, *Scripta Mater.*, Vol. 67, No. 4, pp. 384~387.
- [11] E. Y. Yoon, D. J. Lee, D.-H. Ahn, H. J. Jeong, H. S. Kim, 2013, Trend in Research of Powder Consolidation Using Severe Plastic Deformation, *J. Kor. Powd. Met. Inst.*, Vol. 20, No. 2, pp. 148~154.
- [12] E. Y. Yoon, D. J. Lee, D.-H. Ahn, E. S. Lee, H. S. Kim, 2012, Mechanical Properties and Thermal Stability of Bulk Cu Cold Consolidated from Atomized Powders by High-pressure Torsion, *J. Mater. Sci.*, Vol. 47, No. 22, pp. 7770~7776.
- [13] E. Y. Yoon, D. J. Lee, T-S. Kim, H. J. Chae, P. Jenei, J. Gubicza, T. Ungar, M. Janecek, J. Vratna, S. Lee, H. S. Kim, 2012, Microstructures and Mechanical Properties of Mg-Zn-Y Alloy Consolidated from Gas-atomized Powders using High-pressure Torsion, *J. Mater. Sci.*, Vol. 47, No. 20, pp. 7117~7123.
- [14] E. Y. Yoon, D. J. Lee, B. H. Park, M. R. Akbarpour, M. Farvizi, H. S. Kim, 2013, Grain Refinement and Tensile Strength of Carbon Nanotube Reinforced Cu Matrix Nanocomposites Processed by High Pressure Torsion, *Met. Mater. Inter.*, Vol.19, No. 5, pp. 927~

- 932.
- [15] E. Y. Yoon, D. J. Lee, L. J. Park, S. Lee, H. S. Kim, 2014, Effect of Post-annealing on Grain Boundary of Nanocrystalline Cu Processed by Powder High-Pressure Torsion, Metal. Mater. Trans. A, Vol. 45, No. 11, pp. 4748~4752.
- [16] Henry H. Hausner, 1971, Modern Developments in Powder Metallurgy, Springer, New York. pp. 47~71.
- [17] T. Murakumo, Y. Koizumi, K. Kobayashi and H. Harada, 2004, Creep Strength of Ni-base Single-crystal Superalloys on the γ/γ' Tie-line, Superalloys, pp. 155~162