분말야금 및 주조형 니켈기 초내열합금 크리프 신뢰성의 초음파 모니터링

최찬양 · 송진현^a · 오세웅^b · 김정석^c · 권숙인^a · 오승탁 · 현창용 · 변재원*

서울과학기술대학교 신소재공학과, ^a고려대학교 재료금속공학부,
^b한국야금(주) 생산기술연구소, ^c한양대학교 기계공학부

Evaluation of Creep Reliability of Powder Metallurgy and Cast-type Ni-based Superalloy by Using Ultrasonic Wave

Chan-Yang Choi, Jin-Hun Song^a, Se-Ung Oh^b, Chung Seok Kim^c, Sook-In Kwon^a,
Sung-Tag Oh, Chang-Yong Hyun, and Jai-Won Byeon*

Department of Materials Science and Engineering, Seoul National University of
Science and Technology, Seoul 139-743, Korea

^aDepartment of Materials Science and Engineering, Korea University, Seoul 136-701, Korea

^bProduction Engineering Research Center, KORLOY Co. Ltd., Cheongju 361-290, Korea

^cDivision of Mechanical Engineering, Hanyang University, Seoul 133-791, Korea

(Received April 13, 2012; Revised April 24, 2012; Accepted May 11, 2012)

Abstract An attempt was made to evaluate creep reliability of two commercial Ni-based superalloys by using ultrasonic wave. The materials include fine-grained PM alloy fabricated by mechanical alloying and subsequent hot isostatic pressing, and IN738LC cast alloy with a grain size of a few μm . Microstructural parameters (fraction of creep cavity and size of γ' precipitates) and ultrasonic parameters (velocity, attenuation) were measured to try to find relationships between them. Ultrasonic velocity decreased with creep cavity formation in PM alloy. On the other hand, no distinct changing trend of ultrasonic velocity was observed for IN738LC alloy. Ultrasonic attenuation was found to have a linear correlation with the size of γ' precipitates and was suggested as a potential parameter for monitoring creep reliability of IN738LC alloy.

Keywords : Reliability, Creep, Ultrasonic wave, Superalloy, Degradation, In-situ monitoring

1. 서 론

산업사회의 발전으로 부품소재의 물성과 더불어 신뢰성 평가/향상에 대한 요구가 증가하고 있다. 부품소재가 초기 제조 시에 갖고 있던 미세조직 및 이에 의해 지배되는 물성은 사용시간의 증가에 따라 점차 열화되어 일정 시간 사용 후에는 제품에서 요구하는 설계기준을 만족시키지 못해 수명을 다하게 된다. 따라서 열화저항성이 우수한 고신뢰성 부품소재의 설계, 제조된 부품소재의 신뢰성평가, 및 사용 중 in-situ 신뢰성 모니터링이 중요해

지고 있다. 부품소재 신뢰성 연구는 주로 고온, 고하중 등 극한환경에서 장시간 사용되는 대형 기계 플랜트 부품소재를 중심으로 적용되기 시작하였고, 이후 나노소재 등 기능성 부품소재들로 그 개념의 적용이 확대되어 가고 있다[1, 2].

극한환경에서 사용되는 구조용 부품소재의 미세구조 열화에 의한 신뢰성 저하는 주로 경년열화(aging), 크리프, 피로, 부식, 산화, 마모 등의 손상 기구에 의해 일어난다. 특히, 고온에서 장시간 응력을 받는 부품에서 일어나는 가장 전형적인 손상 기구는 크리프이며 이에 대한 신뢰성의

*Corresponding Author : Jai-Won Byeon, TEL: +82-2-970-6634, FAX: +82-2-973-6657, E-mail: byeonjw@seoultech.ac.kr

평가는 무엇보다 중요하다[3-7].

크리프 등에 의해 고온 열화되는 부품소재의 신뢰성 평가방법으로서 가장 직접적인 미세조직 손상인자를 추적 모니터링 하는 방법이 유효하게 사용될 수 있다[6-8]. 실제 사용중인 부품소재에 대한 적용성을 고려하여 부품소재를 파손시키지 않고 in-situ 신뢰성 모니터링이 가능한 평가 기법으로 초음파, 전자기파, 적외선 등을 이용하는 비파괴적 평가법이 연구되고 있다[3-7]. 이중 초음파법은 속도, 감쇠계수, 비선형파라미터 등의 초음파 특징량 파라미터를 측정하여 부품소재 손상 정도와의 상관관계를 추정하는 방법이다[3, 4]. 크리프 손상된 내열강 및 동합금에서 공공의 양에 따른 초음파 속도 감소가 이전 연구를 통해 보고된 바 있으며[3, 4], 초음파 감쇠계수는 미세조직 조대화에 따른 초음파 산란량 증가로 초음파 에너지가 재료 내에서 소실(즉, 감쇠계수 증가)되는 원리를 응용하는 것이다.

발전 플랜트 등 고온의 크리프 환경에서 사용되는 대표적인 소재중의 하나는 니켈기 초내열합금이다. 니켈기 초내열합금은 분말야금 및 주조 등의 공정으로 제조되어 다양한 미세조직을 가지며, 이에 따른 크리프 열화 손상기구 또한 큰 차이를 보인다. 산화물 분산강화형 니켈기 초내열합금은 미세결정립의 니켈 기지에 고온에서 안정한 ThO_2 , Y_2O_3 등의 불활성 미세산화물을 소량 분산시킨 합금으로 기계적합금화/열간정수압성형(hot isostatic pressing) 등의 분말야금 공정에 의해 제조되며[8], 주조공정에 의해 제조되는 IN738LC 등의 석출경화형 합금은 수 cm 크기의 니켈 기지 결정립 내부에 부피분율 약 40% 정도의 γ' 석출물($\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$)을 석출시킨 미세구조를 갖는다[9]. 본 연구에서는 분말야금법으로 제조된 Y_2O_3 가 분산된 미세결정립 니켈기 초내열합금과, 주조법으로 제조되어 결정립이 수 cm 정도로 매우 크고 γ' 석출물의 부피분율이 매우 높은 IN738LC 합금에 대해 초음파 전파 특성을 이용하여 크리프 신뢰성을 비교 평가하였다.

2. 실험방법

2.1. 가속 크리프 손상재 제작

본 연구에 사용된 상용 분말야금 니켈기 초내열합금(PM alloy, Cr: 20, Al 0.3, Ti: 0.5, Y_2O_3 : 0.6 wt%, 니켈 기지)은 독일에서 제조된 소재로, Y_2O_3 가 분산된 혼합분말의 기계적합금화 후 열간정수압성형 공정을 통해 제조된 분산강화형 합금 판재이다[8]. 크리프 시험 조건(응력, 시간)을 다르게 함으로써 손상 정도가 다른 인공 가속열화 시험편을 제작하고자 하였다. 가속 크리프 조건은 산화물 분산강화형 니켈기 초내열합금의 크리프 파단기구에 근

거하여 입계 파단이 지배적인 영역($1000^\circ\text{C}/114\text{ MPa}$, $1000^\circ\text{C}/123\text{ MPa}$)으로 설정하였다. 이 조건은 homologous 온도가 0.6, 규격화된 인장강도가 8×10^{-4} 에 해당되는 영역이다[8, 10]. 손상 단계별 시험편을 제작하기 위해 수명 소비율법(수명소비율 = t/t_f , t : 크리프 시험 시간, t_f : 파단 시간)를 적용하여 파단 시간의 일정 비율($t/t_f = 0, 0.25, 0.5, 0.75, 1$)이 될 때 크리프 시험을 중단하였다[10].

본 연구에 사용된 주조형 IN738LC 니켈기 초내열합금(Cr: 16, Co: 8.6, Mo: 1.75, Ta: 1.8, Al: 3.1, Ti: 3.1, W: 2.7, C: 0.1, Si: 0.09, Mn: 0.03, Nb: 0.82, Fe: 0.3 wt%, 니켈 기지)은 결정립 크기가 수 cm인 주조재를 용체화처리/시효열처리($1150^\circ\text{C}/4\text{ hr} + 780^\circ\text{C}/24\text{ hr}$) 한 것으로 약 40%의 γ' 석출물과 소량의 탄화물이 분포하는 소재이다. 크리프 시험은 900°C - $950^\circ\text{C}/116$ - 215 MPa 약 1000 시간까지의 범위에서 행하였다.

IN738LC 합금의 γ' 석출물은 전계방출형 주사전자현미경(HITACHI S1400)을 이용하여 관찰하였으며, 크리프 시간에 따른 γ' 석출물의 평균 크기는 영상 분석기(Visus image analysis 2.0)를 이용하여 정량화하였다. 크리프 손상 중에 생성되는 공공의 양은 밀도 측정을 통해 구하는 방법을 사용하였다[10, 11].

2.2. 초음파 속도 및 감쇠계수 측정

그림 1은 본 연구에서 초음파 속도 및 감쇠계수 측정을 위해 구축한 수침형 펄스-에코 측정시스템의 모식도이다[12, 13]. 계측 시스템은 초음파 송수신을 위한 펄서/리시버, 아날로그/디지털 전환 및 데이터 수집을 위한 디지털 스토리지 오실로스코프(Lecroy 9374M, 샘플링 주파수 1 GHz, 시간 분해능이 0.2 ns), 초음파 탐촉자(종파, 중심 주파수 15 MHz, 광대역형, 직경 6 mm)로 구성된다. 측정된 초음파 전파 시간과 시편의 두께를 이용하여 식 (1)에 따라 초음파 속도를 계산하였다[13].

Fig. 1. Schematic diagram of ultrasonic pulse-echo measurement system used in this investigation.

$$V = \frac{2T}{\Delta T} \quad (1)$$

여기서 V , T , ΔT 는 각각 초음파 전파 속도, 시험편의 두께 및 초음파 전파 시간이다. 초음파 감쇠계수는 시간 영역(time domain)에서의 펄스 에코 신호를 이용하여 식 (2)에 의해 계산하였다[13].

$$\alpha = \left(\frac{20}{27}\right)^{\frac{1}{n}} \sum_{n=1}^3 \log\left(\frac{\beta_n}{\beta_{n+1}}\right) \quad (2)$$

여기서 α , β_n , β_{n+1} 는 각각 감쇠계수, n 번째 저면반사에코 및 $n+1$ 번째 저면반사에코의 진폭이다.

3. 결과 및 고찰

3.1. PM 합금의 초음파 평가

그림 2는 PM합금에서 전형적인 송/수신 초음파 펄스에코를 보여주는 결과로, 이로부터 초음파 속도를 측정하였다. 다양한 조건으로 가속 크리프 시험한 PM 합금 시편에 대해 크리프 공공의 양과 초음파 속도를 측정하여 이들의 상관관계를 그림 3에 나타내었다. 모든 크리프 조건에서

Fig. 2. Typical ultrasonic pulse-echo signal of PM alloy.

Fig. 3. Change of ultrasonic velocity in dispersion-strengthened Ni-based PM alloy with fine grain size as a function of fraction of creep cavity.

크리프 공공이 형성되었으며 생성된 공공의 양이 증가함에 따라 초음파 전파 속도는 감소하였다. 그림 3의 결과는 결정립 크기가 수십 μm 인 내열강 및 동합금 크리프 손상 시편에서 보고된 것과 동일한 경향이다[3, 4]. 본 연구에서 측정 한 초음파 속도는 크리프 시험편 내에서 직경 약 6 mm(초음파 탐촉자의 크기)에 해당되는 부피의 평균적인 정보를 얻은 것이며, 거시적으로 균일한 미세구조 변화를 평균적으로 평가한 결과이다. 한편 공공의 양이 동일하더라도 크기, 분포 등이 다른 경우 또는 파단 시편에서 국부적으로 손상이 집중되어 균열이 형성되었을 경우는 초음파 속도에 미치는 영향이 다를 수 있을 것으로 보인다.

3.2. IN738LC합금의 초음파 평가

그림 4는 IN738LC 합금의 크리프 시험 온도 및 응력에 따른 크리프 파단 곡선을 보여주고 있다. 크리프 시험 조

Fig. 4. Creep time-strain curve of Ni-based cast IN738LC alloy with large grain size at various temperatures and stresses.

Fig. 5. FESEM images showing the coarsened γ' structure with creep life fraction at 950°C and 215 MPa: (a) as-received, (b) 25%, (c) 75%, and (d) fracture.

건에 관계없이 전형적인 3단계의 크리프 변형 특성을 보이고 있으며, 크리프 온도 및 응력이 증가함에 따라 파단 수명이 감소하였다. 그림 5는 950°C/215 MPa의 크리프 시험 조건에서 크리프 시간이 증가함에 따른 γ' 의 형상 변화를 보여주는 주사전자현미경 사진이다. As-received 시편에서는 전형적인 사각형의 γ' 석출물이 주로 분포하고 있으며, 크리프 손상재에서는 γ' 석출물이 응력에 수직인 방향으로 조대해지고 있음을 보여준다.

크리프 손상재의 밀도를 측정한 결과 as-received 시편의 밀도 측정 편차 범위 내(8.09~8.11 g/cm³)에서 거의 유사하게 나타났으며, 이로부터 크리프 공공은 거의 생성되지 않음을 확인 할 수 있었다. 터빈 블레이드용으로 사용되는 본 합금은 크리프 환경에서 입계공공의 형성을 억제하기 위해 결정립의 크기가 수 cm 정도로 크게 제어된 합금으로 파단 부위를 제외하면 크리프 공공이 거의 형성되지 않을 것으로 판단된다. Matan 등은 크리프 손상된 니켈기 인코넬 합금에서 파단 수명의 80% 이하에서는 기공이 형성되지 않는다고 보고하였으며[14], 본 결과는 이와 유사한 것이다.

그림 6은 IN738LC합금의 크리프 시간에 따른 초음파 속도 측정 결과를 나타낸 것으로, 초음파 속도는 크리프 시간에 따라 일관된 변화 경향을 관찰 할 수 없었다. PM 합금에 대한 본 연구 결과(그림 3)와 주조 내열강 및 동합금에 대한 이전 연구 결과[3, 4]에서는 크리프 공공의 형성에 따른 초음파 속도 감소경향을 보였으나, IN738LC 합금은 이와는 달리 변화 경향을 관찰할 수 없었다. 이는 결정립의 크기가 일반적으로 사용되는 초음파 탐촉자의 크기보다 커서 시편 전체의 평균적인 변화를 측정할 수 없기 때문인 것으로 보인다.

그림 7은 크리프에 시간에 따른 비커스 경도의 변화를 보여주고 있으며, 모든 시편에서 크리프 시간의 증가에 따

Fig. 6. Change of ultrasonic velocity in IN738LC alloy with creep time at various creep temperatures and stresses.

라 미소경도는 감소하는 경향을 보인다. 니켈기 초내열합금의 기계적 성질에 영향을 미치는 인자로는 γ' 석출강화, 탄화물강화, 고용강화 등이 복합적으로 존재하나, 크리프 신뢰성 추적 모니터링 파라미터로서 γ' 석출물의 크기가 유효하게 사용될 수 있음을 그림 8의 통계적 상관관계(미소경도- γ' 석출물 크기 관계)로부터 확인하였다.

Fig. 7. Change of Vickers hardness of IN738LC alloy with creep time at various creep temperatures and stresses.

Fig. 8. Correlation between Vickers hardness and size of γ' precipitate of IN738LC alloy.

Fig. 9. Correlation between size of γ' precipitate and ultrasonic attenuation of IN738LC alloy.

그림 9는 IN738LC 합금에서 측정된 석출물 크기와 초음파 감쇠계수 사이에 선형적으로 비례하는 상관관계가 있음을 보여주는 결과이다. 입사 초음파가 갖고 있던 에너지가 금속 시편을 전파하는 동안 소실되는 초음파 감쇠현상은, 주로 초음파가 음향저항(acoustic impedance)이 다른 조직을 만날 때 산란되어 일어나게 된다[15]. 미세조직적으로는 결정립, 공공, 제2상 등이 유효산란체가 될 수 있으며 산란량은 구형 산란체의 경우 크기의 3승에 비례한다[15]. 본 연구에서 사용된 IN738LC 합금의 경우, 부피 분율이 약 40% 정도인 γ' 석출물의 조대화가 초음파 산란의 가장 직접적인 인자일 것으로 생각된다. 그림 9에서 보여준 감쇠계수와 γ' 의 평균 크기와의 관계를 이용하면 감쇠 계수를 측정함으로써 크리프 환경에서 사용 중에 조대화되는 γ' 의 평균 크기를 추정할 수 있을 것으로 보이며 이를 통해 크리프 신뢰성을 평가하는데 이용할 수 있을 것으로 생각된다.

4. 결 론

분말야금법으로 제조된 미세결정립을 갖는 산화물분산 강화형 니켈기 초내열합금과 결정립이 매우 큰 주조형 IN738LC 합금에 대한 크리프 신뢰성의 초음파 모니터링 기법 연구를 통해 다음과 같은 결론을 얻었다. 분말야금 초내열합금의 경우 크리프 공공의 증가에 따른 초음파 속도 감소가 나타났다. 그러나 주조법으로 제조되어 수 cm의 결정립 크기를 갖는 IN738LC 합금의 크리프 손상재에서는 초음파 속도는 일관된 변화 경향을 관찰할 수 없었다. IN738LC 합금에서 크리프 시간이 증가함에 따라 γ' 석출물의 크기는 증가하였고 이에 따라 미소경도는 감소하였다. 한편 γ' 석출물의 크기와 초음파 감쇠계수는 비례하는 상관관계가 확인되었다. 결정립 크기가 작은 PM 합금에서는 초음파 속도가 적합하며, IN738LC 합금에서는 감쇠계수가 크리프 신뢰성 모니터링에 적합한 파라미터로 판단된다.

감사의 글

이 논문은 교육인적자원부 학술연구조성사업비로 한국 학술진흥재단의 지원을 받아 연구되었음(KRF-2008-331-D00147).

참고문헌

- [1] S. H. Choi, J. Y. Yun, H. M. Lee, Y. M. Kong, B. K. Kim and K. A. Lee: J. Kor. Powd Met. Inst., **18** (2011) 122 (Korean).
- [2] S. H. Jeong, S. H. Kang, C. H. Han, T. K. Kim, D. H. Kim and J. S. Jang: J. Kor. Powd Met. Inst., **18** (2011) 456 (Korean).
- [3] H. M. Ledbetter, R. J. Fields and S. K. Datta: Acta Metall., **35** (1987) 2393.
- [4] S. I. Kwun, S. T. Hong and W. Y. Choo: J. Mater., Sci. Letters, **19** (2000) 1453.
- [5] J. W. Byeon and S. I. Kwun: Mater. Trans., **44** (2003) 2184.
- [6] J. W. Byeon and S. I. Kwun: Mat. Letters., **58** (2004) 94.
- [7] J. W. Byeon and S. I. Kwun: Mater. Trans., **44** (2003) 1204.
- [8] J. W. Byeon, S. B. Choi and S. I. Kwun: J. Kor. Inst. Met. & Mater., **35** (1997) 657 (Korean).
- [9] J. Li and R. H. Wahi: Acta Metall. Mater., **43** (1995) 507.
- [10] J. Cadek: Creep in Metallic Materials, Elsevier, Amsterdam (1988) 235.
- [11] USA: ASTM C20-87, Standard Test Method for Apparent Porosity, Bulk Density, and Water Absorption of Burned Refractory Brick and Shapes by Boiling Water.
- [12] J. W. Byeon: Ph. D. thesis, Nondestructive evaluations of microstructures and mechanical properties of Ni base superalloy and 2.25 CrMo steel degraded at high temperatures, Korea University, Seoul (2001) 50 (Korean).
- [13] J. Krautkrämer and H. Krautkrämer: Ultrasonic Testing of Materials, Springer-Verlag, New York (1990).
- [14] M. Matan, D. C. Cox, C. M. F. Rae and R. C. Reed: Acta Mater., **47** (1999) 2031.
- [15] O. V. Abramov: Ultrasound in Liquid and Solid Metals, CRC Press Inc., USA, (1994).