

열간 등압 성형된 니켈기 초내열 합금 IN 713C 분말 소결체의 특성 평가

김영무* · 김은표 · 정성택^a · 이 성 · 노준웅 · 이성호 · 권영삼^a

국방과학연구소 국방소재기술부, ^a주씨타텍

Characterization of Hot Isostatically Pressed Ni-Based Superalloy IN 713C

Youngmoo Kim*, Eun-Pyo Kim, Seong-Taek Chung^a, Seong Lee, Joon-Woong Noh,
Sung Ho Lee and Young-Sam Kwon^a

*Defense Materials and Evaluation Technology Directorate, Agency for Defense Development,
Bugyuseong-daero 488 beongil, Yuseong-gu, Daejeon 305-152, Korea*

^aCetatech. Co. GTIC 296-3, Seonjingongwongil, Younghyeon-myeon, Sacheon 664-956, Korea

(Received August 12, 2013; Accepted August 21, 2013)

Abstract Nickel-based superalloy IN 713C powders have been consolidated by hot isostatic pressing (HIPing). The microstructure and mechanical properties of the superalloys were investigated at the HIPing temperature ranging from 1030°C to 1230°C. When the IN 713C powder was heated above γ' solvus temperature (about 1180°C), the microstructure was composed of the austenitic FCC matrix phase γ plus a variety of secondary phases, such as γ' precipitates in γ matrix and MC carbides at grain boundaries. The yield and tensile strengths of HIPed specimens at room temperature were decreased while the elongation and reduction of area were increased as the processing temperature increased. At 700°C, the strength was similar regardless of HIPing temperature; however, the ductility was drastically increased with increasing the temperature. It is considered that these properties compared to those of cast products are originated from the homogeneity of microstructure obtained from a PM process.

Keywords: Ni-based superalloy IN 713C, Hot isostatic pressing, Microstructure, Mechanical property

1. 서 론

열간 등압 성형(Hot isostatic pressing, 이하 HIPing)은 소재의 기공을 제거하는데 그 목적이 있으며, 그 응용 분야는 주조품의 기공 제거, 용기에 충전된(encapsulated) 분말 및 예비 소결체의 완전치밀화, 이중소재의 확산접합(diffusion bonding) 등이 있다[1]. HIPing 시, 치밀화를 위한 구동력(driving force)은 기공의 표면에너지를 감소시키는 것에 있다[2]. HIPing 원리는 그림 1에서 보듯이 특정 온도에서 분위기 가스의 개개의 원자에 의한 ‘열간단조(hot forge)’와 유사하다[2]. 따라서 기존 일방향 압축(uniaxial pressing)공정과는 달리 금형 등에 의한 마찰은 없으며, 정수압에 의해 소재의 균질성을 확보할 수 있는

장점이 있다. 또한 가압으로 인한 소결 에너지 감소로 인해 비정상 결정립 성장을 억제할 수 있으며, 활성 원소(additives) 첨가에 의한 제 2상 생성도 방지하여, 그 물성을 향상시킬 수 있다. HIPing 공정은 주조 공정에 비해 우수한 특성(균질한 미세조직으로 인한 뛰어난 기계적 물성)을 확보할 수 있다는 장점이 있다[3]. 이러한 성형 공정은 용기(container) 설계 및 제조, 분말 충전, HIPing, 용기 제거, 최종 열처리 혹은 기계가공 순으로 진행된다[3].

니켈기 초내열 합금(Ni-based superalloy)은 고온 및 산화 분위기 등의 환경에서 우수한 특성을 나타내고 있어, 그림 2에서 보듯이 유도무기 및 항공기 등의 가스터빈 엔진 중, 가장 온도가 높은 터빈 블레이드 및 디스크에 적용되고 있다[4]. 일반적으로 초내열합금 부품은 주조 및 기

*Corresponding Author : Youngmoo Kim, TEL: +82-42-821-2909, FAX: +82-42-821-3400, E-mail: ymkim78@add.re.kr

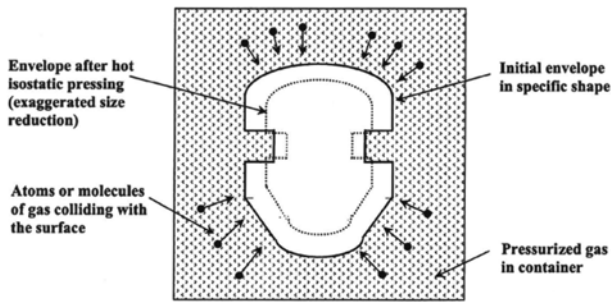


Fig. 1. Isostatic pressing causes a photographic reduction in the shape of an encapsulating envelope and the densifying powder that it contains [2].

계 가공 등의 방법으로 제조 되는데, 그 특성상 결정립이 조대하고 불균질하여, 기계적 물성이 저하되는 단점이 있다. 또한 터빈 블레이드와 같은 복잡 형상의 경우, 제조 공정 단계 및 가공량이 증가하여, 제조 단가가 비싸지는 문제점이 발생할 수 있다. 이를 극복하기 위하여, 1980년대부터 분말공정(사출성형 및 HIPing)을 활용한 근사정형 (near-net shaping) 기술이 개발되고 있는 실정이다[5]. R.D. Kissinger 등[6] 및 표 등[7]은 터빈 디스크 소재 중 하나인 RENE 95 합금 분말의 HIPing 거동 및 이에 따른 미세조직 변화 연구를, Rolls-Royce에서는 Udimet 720을 통해 물성이 향상된 터빈 디스크를 개발을[8], 그리고 G. A. Rao 등[9-11]은 HIP 처리된 IN 718 합금 분말 제품의 미세조직과 기계적 물성 그리고 열간 단조 특성 등을 연구하였다.

이에 본 논문에서는 최근 항공기뿐만 아니라 자동차의 터보과급기(turbocharger) 등에 적용되고 있는 IN 713C 합금 분말의 HIPing 조건에 따른 미세조직 변화를 분석하였다. 또한 상온 및 고온에서의 물성을 평가하여, 미세조직과의 연관성을 분석하였다. 특히 동일 조성의 주조 제품과의 기계적 물성을 비교하여, 두 공정 간의 특성을 분석하였다.

2. 실험방법

본 연구에서 사용한 원소제는 기상 분무법(gas atomization)으로 제조된 니켈기 초내열 합금 IN 713C 분말 (H.C. Starck, GER)이며, 그 형상은 그림 3에서 보듯이 구형이다. 분말의 조성과 특성은 조성은 각각 표 1과 2에 나타내었

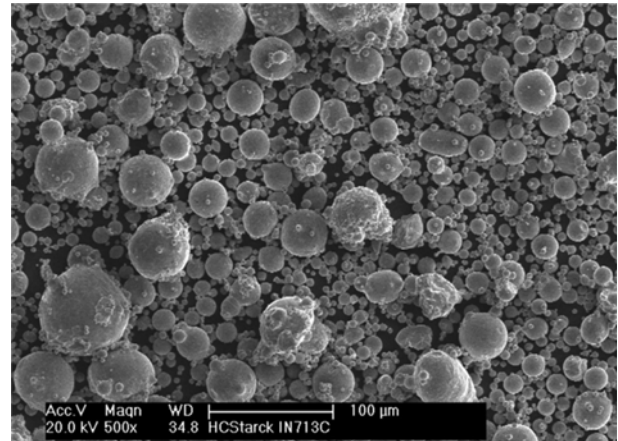


Fig. 3. Morphologies of nickel-based superalloy IN 713C.

Table 1. Chemical compositions of Ni-based superalloy IN 713C powder

Elements	Value (wt%)	
	Powder	Standard (AMS 5291)
Cr	12.5	12.00-14.00
Al	6.4	5.50-6.50
Mo	4.6	3.80-5.20
Nb	2.2	1.80-2.80
Ti	1.0	0.50-1.00
Si	0.5	0.50 max
Mn	0.25	0.25 max
C	0.13	0.08-0.20
Zr	0.10	0.05-0.15
B	0.01	0.05-0.015
Ni	Balance	Balance

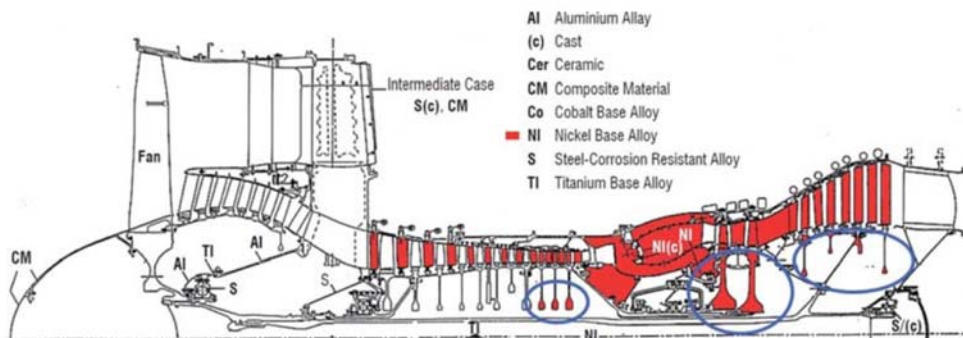


Fig. 2. Half cross section of the gas turbine engine (in red, nickel-based superalloy components and, in circles, nickel-based superalloy disks) [4].

Table 2. Characteristics of Ni-based superalloy IN 713C powder

Characteristics	Value
Particle size (μm)	<150
Particle size distribution (μm)	
D ₁₀	12.10
D ₅₀	50.88
D ₉₀	117.10
Density (g/m^3)	7.91

다. 분말의 평균 분말 입도는 표 2에서 보듯이 50.88 μm 이며, 그 밀도는 피코노미터(pyconometer, AccuPyc®II 1340)로 측정된 결과, 7.91 g/cm^3 임을 확인하였다. 또한 합금 분말의 조성은 AMS 5391[12]와 비교한 결과, 합금

원소 모두 기준 범위 내의 조성을 갖는 것으로 확인되었다. HIPing 용 용기는 스테인리스강(stainless steel)으로 제작되었으며, 그 크기는 직경 30 mm, 높이 50 mm, 두께 1 mm 이다. 뭍은 염산으로 용기 세척 후, 합금 분말을 충전하였으며, 이 후 용기와 뚜껑을 용접하였다. 용기와 분말의 불순물을 제거하기 위해 200°C에서 약 12시간 동안 진공 상태를 유지하며 탈가스(degassing) 공정을 수행하였다. 이 후, HIPing 을 수행(Kobelco, SYS50X-SB)하였으며, 그 조건은 압력 100 MPa 하에서, 1030°C부터 1230°C까지 50°C 간격으로 진행하였으며, 목표 온도 도달 후 2시간 동안 유지하였다. 각 압력 및 온도 일정은 그림 4와 같이, 내부 압력은 온도 증가에 따라 선형적으로 증가하였다. 이

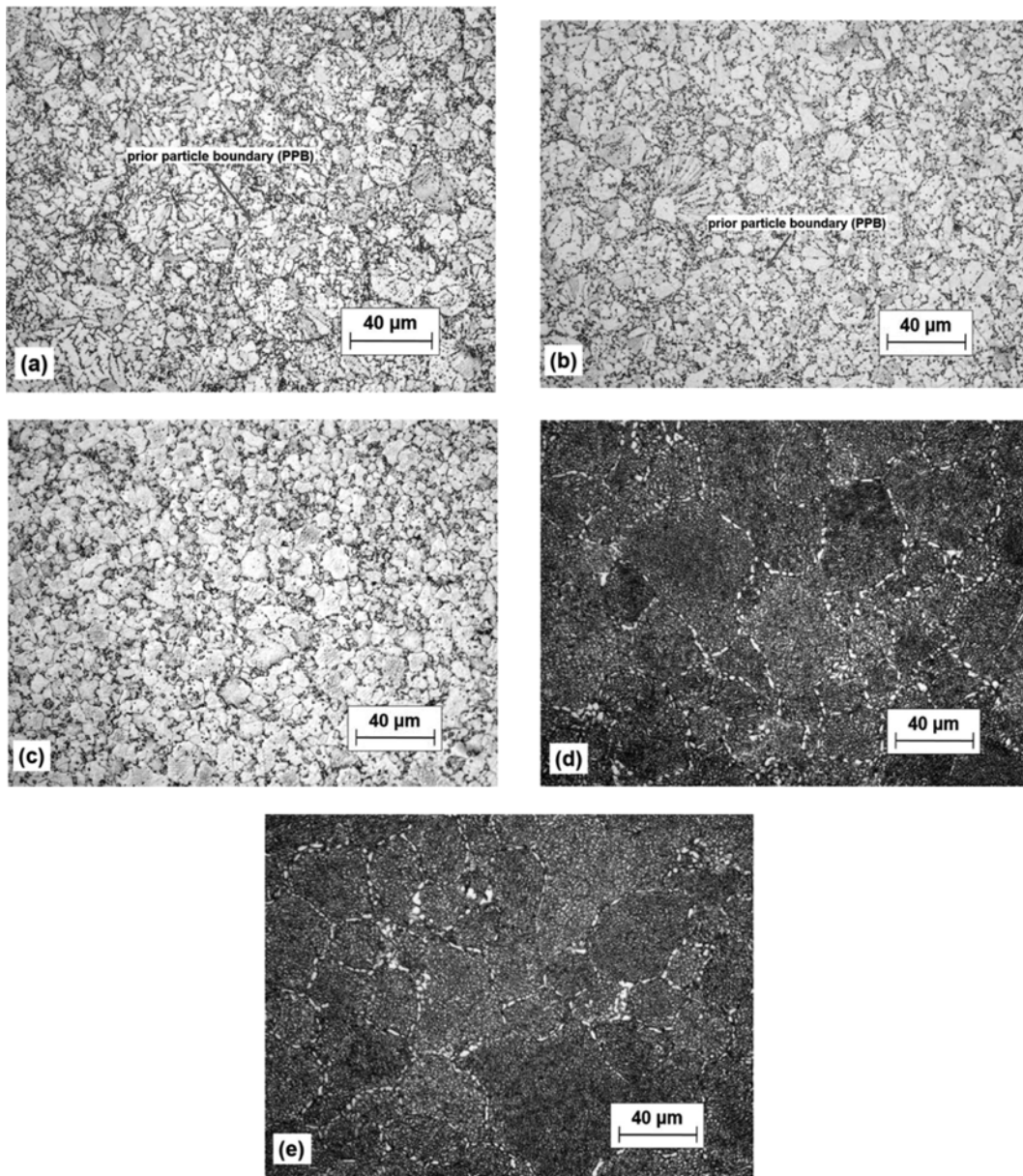


Fig. 4. Microstructures of HIPed superalloy IN 713C specimens pressed at (a) 1030°C, (b) 1080°C, (c) 1130°C, (d) 1180°C and (e) 1230°C.

후, 기계 가공을 통해 용기를 제거하였으며, 규격에 맞게 인장 시편을 제조하여 미세조직 및 상온(ASTM E 8M 기준) 및 고온(700°C, ASTM E 21기준) 물성을 평가하였다 [13, 14].

3. 결과 및 고찰

3.1. HIPing 조건에 따른 미세조직 변화

IN 713C와 같은 니켈 기 초내열 합금의 경우, 감마(이하 γ), 감마 프라임(이하 γ') 및 탄화물(이하 MC)등, 크게 세가지 상으로 구분된다[15]. 우선 γ 상의 경우, austenitic FCC 기지상으로 니켈 기지에 코발트, 크롬, 몰리브데늄 등이 고용 강화된 상이다. 또한 γ' 및 MC의 경우, 이차상(secondary phase)으로서, 석출상(precipitate)을 의미한다. γ' 은 γ 상과 정합(coherent)을 이루고 있으며, 상대적으로 알루미늄, 티타늄 및 탄탈륨의 함량이 많은 상이다. 탄화물의 경우, 반응성이 우수한 티타늄, 탄탈륨 및 하프늄등이 MC 탄화물을 형성하며, 이 후 공정 등에 의해 $M_{23}C_6$ 및 M_6C 과 같은 다른 상으로 분해될 수 있다. 이들은 주로 γ

상의 결정립 계에 위치하며 크롬, 몰리브데늄 및 텅스텐의 함량이 많은 상이다. 그림 5에서는 HIPing 온도에 따른 미세조직의 변화 형상을 보여주고 있다. 우선 모든 성형 조건에서의 소결 밀도는 이론밀도 대비 99.9%이상으로 완전 치밀화 된 것으로 분석되었다. 성형 온도에 따라 미세조직의 큰 차이가 보여지고 있으며, 특히 1180°C를 기준으로 큰 변화가 분석되었다. 이는 IN 713C의 γ 상의 고용(solvus) 온도(1180~1200°C)와 관련이 있는 것으로 파악된다. 그림 4(a)-(c)에서 보듯이 비교적 낮은 성형온도에서는 전입자경계(prior particle boundary, 이하 PPB)가 관찰되었으며, 미세조직 역시 원료 분말 조직과 거의 유사한 것을 확인할 수 있었다. 특히 그림 4(c)에서는 전입자경계는 거의 관찰되지 않았으나, 분말 제조(기상 분무법)시 발생한 미세조직이 남아 있는 것으로 분석되었다. 우선 전입자경계의 경우 아직 분말 입자 간의 확산(체 확산 혹은 결정립계 확산)이 충분히 일어나지 않은 것에 기인한다. 또한 결정립 성장이 일어나지 않은 것으로 보여지며 이는 γ' 고용 온도 이하에서 이러한 석출물 상에 의해 성장이 억제되기 때문이다[16]. 1180°C 이상, 즉 γ' 고용 온도이상에서는 그림 4(d)와 (e)에서 보듯이 미세조직이 급격히 변화한 것을 볼 수 있다. 우선 50 μm 내외의 크기를 갖는 γ 상(기지상) 내에 수 mm 크기의 cuboidal 형상의 γ' 석출상(백색)이, 그리고 γ 상의 결정립 계에 5 μm 내외의 크기를 갖는 MC 석출상(백색)이 위치한 것으로 분석된다. 성형 온도를 1230°C로 증가시켜도 그 양상은 유사하며 기지 상인 γ 상의 결정립 성장도 일어나지 않았다. 이는 결정립 계에 석출된 MC 상이 기지상의 결정립 성장을 억제하기 때문이다[16].

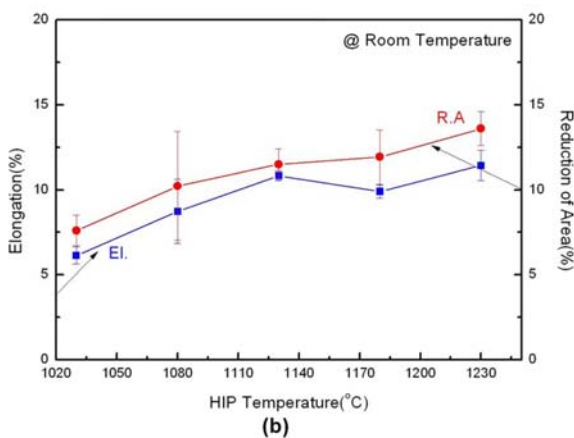
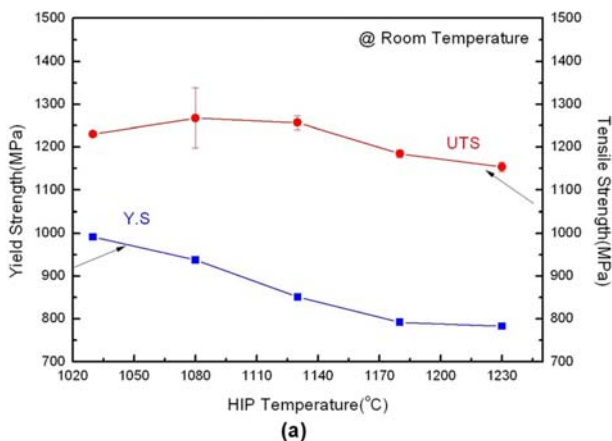


Fig. 5. Tensile properties of superalloy IN 713C measured at room temperature as a function of HIPing temperatures (a) yield strength (YS) and ultimate tensile strength (UTS), (b) elongation (EL) and reduction area (R.A.).

3.2. HIPing 조건에 따른 기계적 물성의 변화

그림 5에서는 HIPing 조건에 따라 상온에서의 항복(YS) 및 인장강도(UTS), 그리고 연신율(EL) 및 단면 감소율(R.A)의 변화를 보여주고 있다. 우선 항복강도의 경우, HIPing 온도의 증가에 따라 986.20 MPa에서 783.30 MPa로 감소하는 경향을 보여주고 있으며, 인장강도의 경우, 1224.67 MPa에서 1154.02 MPa로 5% 정도 감소되는 경향을 나타내었다. 그러나 연신율은 6.31%에서 11.43%으로, 단면감소율 역시 7.60%에서 13.60%으로, 약 2배 이상 증가하는 것으로 확인되었다. 이는 그림 4에서 보듯이 PPB가 사라지면서 이에 따른 연신성 증가에 기인한 것으로 보인다. 또한 IN 713C 주조품의 상온 기계적 물성(항복강도: 689.47 MPa, 인장강도: 758.42 MPa, 연신율: 8%)과 비교했을 경우[12], 거의 모든 HIPing 조건에서 위의 물성보다 우수한 것으로 판명되었다. 이는 서론에서 언급하였듯이 주조품에 비해 균질하고 미립의 미세조직에 기인한 것으로 판단된다. 그림 6에서는 초내열 합금 부품의 운용 환

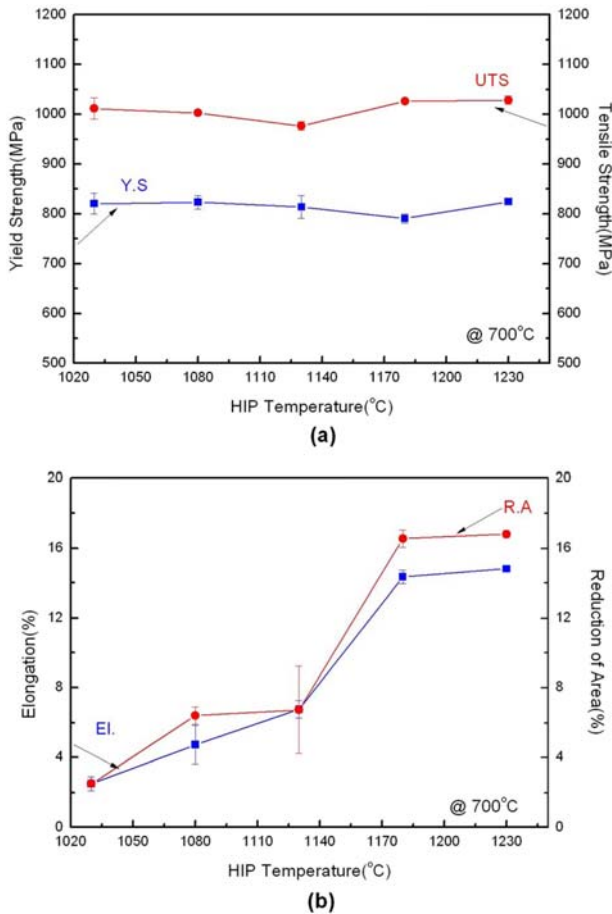


Fig. 6. Tensile properties of superalloy IN 713C measured at high temperature (700°C) as a function of HIPping temperatures (a) yield strength (YS) and ultimate tensile strength (UTS), (b) elongation (EL) and reduction area (R.A.).

경인 고온(700°C)에서의 물성을 보여주고 있다. 그림 6(a)에서 보듯이 HIPing 온도와 관계없이 항복 강도는 820 MPa으로, 인장 강도는 1000 MPa 내외로 크게 변동이 없다. 그러나 연신율의 경우, 성형 온도 증가에 따라 2.5%에서 14.8%으로 거의 5배 이상 향상되었으며, 단면 감소율의 경우, 2.5%에서 16.8%로 6배 이상 증가하는 것으로 확인되었다. 이 역시 기존 구조품의 물성(항복강도: 744.63 MPa, 인장강도: 937.68 MPa, 연신율: 5.9%)에 비해 우수한 것으로 분석되었다[12]. 그러나 초내열 합금의 경우, 일반적으로 여러 석출상에 의한 강화 효과로 인해 상온 대비 고온 강도가 우수한 것으로 알려졌으나, 본 연구에서는 항복 및 인장 강도는 상온 대비 고온 강도가 유사하거나 오히려 감소하는 것으로, 연신율은 향상되는 것으로 분석되었다. 이는 향후 추가 열처리를 통해 미세조직의 개선이 필요한 것으로 보여진다.

4. 결 론

본 연구에서는 HIPing 공정을 통해 초내열 합금인 IN

713C 부품을 제조하기 위한 기초 연구를 수행하였으며, HIPing 조건에 따른 미세조직과 기계적 물성을 평가하였다. 미세조직의 경우, γ' 고용 온도를 기준으로 큰 차이가 있었으며, 그 온도 이상에서는 전형적인 초내열합금의 미세조직인 γ 기지상 내에 γ' 상이 석출되었고 γ 결정립 계에 MC 상이 석출되어 있는 것으로 확인되었다. 또한 이러한 HIPing 조건에 따른 미세조직 변화는 기계적 물성에도 영향을 미쳤으며, 상온 물성의 경우 HIPing 온도가 증가할수록 강도는 감소하였으나, 연신성은 향상됨을 확인하였다. 이에 비해 고온 물성의 경우, 성형 온도와 관계없이 일정함을 나타내었으나, 연신성은 크게 증가하는 것으로 분석되었다. 또한 대부분의 물성은 구조품의 물성보다 우수한 것으로 확인되었으며, 이는 미세조직의 균질화 및 미립화에 기인한 것으로 판단된다.

참고문헌

- [1] N. L. Loh and K.Y. Sia: J. Mat. Proc. Tech., **30** (1992) 45.
- [2] H. V. Atkinson and S. Davies: Met. Mat. Trans. A, **31A** (2000) 2981.
- [3] European powder metallurgy association: Introduction to PM HIP Technology.
- [4] D. Locq and P. Caron: J. Aerospace Lab., **3** (2011) 1.
- [5] S. J. Mashl, J. C. Hebeisen and C. G. Hjorth: JOM, **7** (1999) 29.
- [6] R. D. Kissinger, S. V. Nair and J. K. Tien: Superalloys 1984, M. Gell et. al. (Ed.), TMS-AIME, Warrendale, PA, USA (1984) 285.
- [7] S. G. Pyo, J. J. Kim and N. J. Kim: J. Kor. Powd. Met. Inst., **6** (1999) 152.
- [8] S. K. Jain, B. A. Ewing and C. A. Yin: Superalloy 2000, T.M. Pollock et. al. (Ed.), TMS, Warrendale, PA, USA (2000) 785.
- [9] G. A. Rao, M. Srinivas and D. S. Sarma: Mat. Sci. Eng. A **435-436** (2006) 84.
- [10] G. A. Rao, M. Srinivas and D. S. Sarma: Mat. Sci. Eng. A **418** (2006) 282.
- [11] G. A. Rao, M. Srinivas and D. S. Sarma: Mat. Sci. Eng. A **383** (2004) 201.
- [12] SAE AMS 5391:2005, Nickel Alloy, Corrosion and Heat Resistance, Investment Casting.
- [13] ASTM E 8-04, Standard Test Method for Tension Testing of Metallic Materials.
- [14] ASTM E 21-09, Standard Test Method for Elevated Temperature Tension Testing of Metallic Materials.
- [15] M. J. Donachie and S. J. Donachie: Superalloys, A Technical Guide, ASM International, Materials Park OH (2002) 25.
- [16] W. Wallace, R. T. Holt and E. O. Whelan: J. Testing Evaluation, **3** (1975) 113.