

# 산업용 가스터빈 블레이드용 초내열합금의 기계적 특성 향상에 관한 연구

## Development of Mechanical Properties of Ni-based Superalloy for Land-based Gas Turbine

천창희 · 김길무 · 김두수 · 장중철 · 김재철

C. H. Chun, G. M. Kim, D. S. KIM, J. C. Jang and J. C. Kim

**Key Words :** Single Crystal Superalloy(단결정 초내열합금), HIP Treatment(고온등압압축처리), Stress-rupture (응력파단시험)

**Abstract :** A Study has been made to investigate the effects of hot isostatic press(HIP) and post-HIP heat treatment on microstructures and mechanical properties of Ni-based single crystal superalloy CMSX-4. HIP process was found to heal and close micropores significantly, but did not affect the morphologies of  $\gamma'$ . The elimination of as-cast micropores obtained by HIP process resulted in improved stress-rupture lives of Ni-base single crystal superalloy by 185%.

### 1. 서 론

최근에는 산업용 가스터빈 블레이드를 제작하기 위해서 니켈기 단결정 초내열합금을 주조하여 사용하는 데, 복잡한 냉각홀 구조를 가진 경우도 제작사용이 가능하다. 니켈기 초내열합금의 높은 크리프 저항성과 높은 고온강도는  $\gamma$  matrix상에 Ni<sub>3</sub> (Al, Ti)의  $\gamma'$  상이 정합(coherent)상태로 석출하여 존재함으로써 고온특성을 나타낸다<sup>1)</sup>. 진공정밀주조를 통하여 주조된 다결정(polycrystalline)으로 된 가스터빈 블레이드는 발전소에서 운전시 입계(grain boundary)가 블레이드에서 취약한 부분으로 손상의 원인이 된다. 일반적으로 다결정이나 일방향응고 합금은 결정립이 존재하므로 결정입계를 강화하기 위해 C, B, Zr 등을 첨가하고, 일방향응고 합금에서는 고온 tearing 방지와 일방향응고 주조성을 향상시키기 위해 Hf를 첨가한다. 그러나, 단결정(single crystal) 재료는 결정입계 강화원소나 방향성 응고 개선을 위한 원소가 첨가되지 않으므로 사용온도가 높게 된다.

본 연구에서 사용한 CMSX-4는 제2세대 니켈기

단결정합금으로<sup>2)</sup> Table 1 에서 볼 수 있듯이 3 wt% Re(rhenium)을 포함하고 있다.

Table 1 Nominal composition of Ni-based single crystal superalloy CMSX-4

	Cr	Mo	W	Al	Ti	Ta	Co	Hf	Re	Ni
Wt%	6.5	0.6	6.0	5.0	1.0	6.5	9.0	0.1	3.0	Bal

단결정 니켈기 초내열합금은 주조시 0.2~0.5%의 부피분율의 기공이 존재한다. 이러한 미세기공의 존재는 피로강도 및 크리프 강도를 저하시키고 파괴성질에 균열의 시발점과 균열전파경로로 작용한다<sup>3)</sup>. 따라서, 미세기공을 줄일 수 있는 방법이 강구되어야 한다.

본 연구에서는 니켈기 단결정 초내열합금인 CMSX-4의 HIP처리 전후의 미세조직 및 응력파단시험, 저주기 피로시험을 수행하여 HIP처리가 미세기공 제거에 미치는 효과를 서술하였다.

### 2. 실험방법

본 연구에서는 미국 Cannon Muskegon사의 CMSX-4 ingot을 사용하여 진공정밀주조하였다.

접수일 : 2003년 3월 13일  
 천창희(책임저자) : 충남대학교 재료공학과  
 E-mail : rookie@kepco.co.kr, Tel : 042-865-5344  
 김길무 : 충남대학교 재료공학과  
 김두수, 장중철, 김재철 : 한국전력연구원

열분석시험(DTA)은 NETZSCH STA 409PC 모델을 사용하여 고순도 아르곤가스하에서 4mg으로10℃/분의 속도로 승온하면서 500℃에서 1600℃의 구간에서 측정하였다.

HIP처리 전에 균질화처리 (homogenization)를 하였다. HIP 효과를 실험하기 위해 시험편을 Table 2에서 볼 수 있듯이 4가지로 구분하여 열처리를 수행하였다.

Table 2 Heat treatment conditions of Ni-based single crystal superalloy CMSX-4

specimen	heat treatment	remark
1	as cast + homogenization + aging	stress rupture, LCF test
2	as cast + homogenization + HIP	
3	as cast + homogenization + HIP + post heat treatment	
4	as cast + homogenization + HIP + post heat treatment + aging	stress rupture, LCF test

이때의 열처리 조건은 다음과 같다.

- 균질화 : 1267℃/2h+1278℃/2h+1286℃/3h+1294℃/3h+1303℃/2h+1306℃/2h+1308℃/2h+1310℃/2h+Ar gas fan quench(AGF)
- 시효처리 : 870℃/20h/air cooling
- HIP처리 : 1288℃,35MPa/1h+1288℃,100MPa/4h+AGF
- 후열처리 : 1140℃/2h+AGF

HIP처리온도는  $\gamma'$  상이 충분히 고용되고 국부용융 (incipient melting)이 일어나지 않는 온도이다.

각 시험편은 통상의 연마과정을 거친 후 LEICA MEF4M 광학현미경으로 기공의 분포를 관찰하였다. 그후 kalling 부식액(1g CuCl<sub>2</sub>, 15ml HCl, 40ml 에탄올)으로 부식시켜 scanning electron microscope (SEM, JEOL JSM5410, japan)로  $\gamma'$  형상을 관찰하였다.

응력파단시험은 실제온도 계측을 위해 열전대를 시험편 중앙에 부착하여 355Mpa, 950℃에서 실험하였고, 저주기피로시험은 580MPa, 950℃, 0.35Hz, R ratio=0의 조건으로 실험하였고, 파단면은 SEM으로 관찰하였다.

### 3. 결과 및 고찰

#### 3.1 DTA 분석을 통한 HIP 조건 설정

$\gamma'$  상의 용해온도는 Fig. 1에서 보는바와 같이 DTA시험 분석을 통해서 알 수 있다.  $\gamma'$  상의 용해는 865℃에서 시작하여서 1246~1261℃( $\gamma'$  solvus)에서 완료된다.

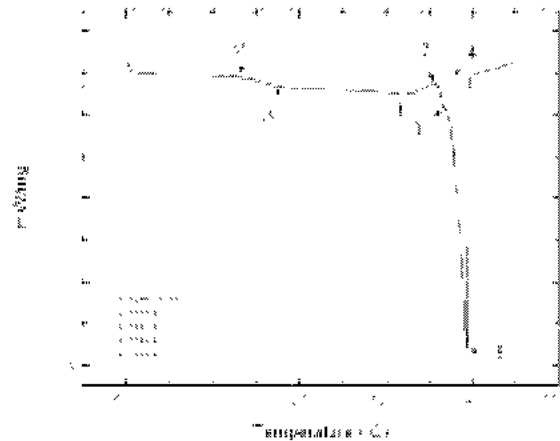


Fig. 1 DTA result of Ni-based single crystal superalloy as-cast specimen, CMSX-4

국부용융(incipient melting)은 1312℃에서 시작되고,  $\gamma/\gamma'$  공정점(eutetic)은 1334℃이며, 고상선 및 액상선 온도는 1349℃ 및 1386℃이다. DTA 결과를 바탕으로 국부용융이 일어나지 않으면서 조대한  $\gamma'$  상과 유해한 석출상을 고용시킬수 있도록 균질화처리온도는 1262~1311℃로 결정하였다.

일반적으로 HIP공정은  $\gamma'$  solvus 온도이상이고 국부용융 온도이하에서 실시한다. HIP공정이  $\gamma'$  solvus 온도이하일때는 합금의 미세기공(micropore) 제거가 원활하지 않으며,  $\gamma'$  solvus 온도이상에서는 소성변형 및 크리프를 통해서 미세기공 제거가 효과적이다.

따라서, 본 연구에서는 CMSX-4의  $\gamma'$  solvus 온도와 국부용융 온도사이의 1288℃에서 HIP처리를 실시하였다. 그리고, 후열처리 및 시효처리를 하였다.

#### 3.2 미세조직 분석

주조조직은 Fig. 2와 같이 여러 연구자에 의해 발표된 자료<sup>4)</sup>와 같은 전형적인 단결정 응고조직인 dendrite 조직으로 이루어져 있다. 미세기공은 단결정 응고 중 2차 수지상의 성장으로 고립된 수지상간 영역에서 발생된다. 균질화 시험도 수지상 조직이 유지되고 있으며 수지상 사이에 미세기공이 존재하고 있

다. 주조공정 중 편석(segregation)에 의한 arm과 dendritic arm spacing(Fig. 3))의 조성은 Table 3에서 보는바와 같이 서로 다르다. 이것은 열처리에 의해서 균질화 할 수 있으며, Primary dendritic arm spacing은 100~150 $\mu\text{m}$  범위로서, 이 결과는 M. Karunaratne<sup>6)</sup>와 G.E. Fuchs<sup>7)</sup>의 연구결과와도 잘 일치한다.

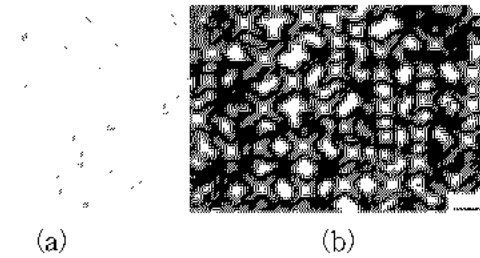
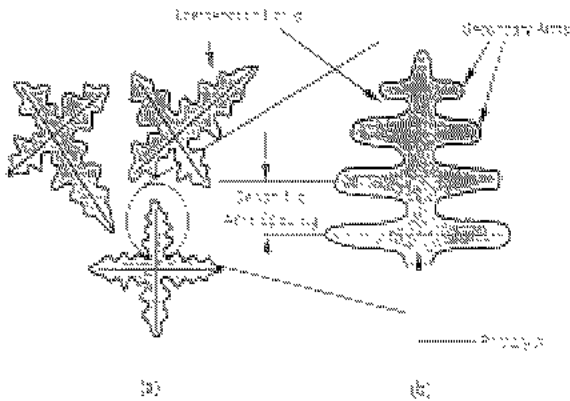


Fig. 2 Microstructure of (a) as-cast (b) after homogenization treatment of Ni-based single crystal superalloy CMSX-4



(a) grains solidifying (b) enlarged view of primary dendrite arm

Fig. 3 Schematic diagram of individual grains

Table 3 Chemical compositions of Ni-based single crystal superalloy as-cast specimen, CMSX-4

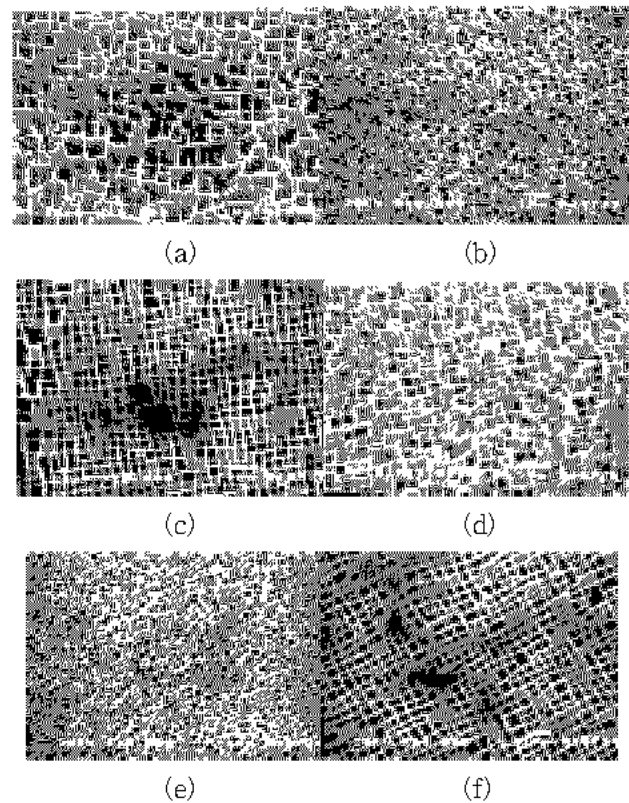
	Cr	Mo	W	Al	Ti	Ta	Co	Hf	Re	Ni
primary arm	5.9	0.6	6.1	5.1	0.9	5.3	9.7		3.6	Bal
dendritic arm spacing	5.8	0.5	4.6	5.8	1.0	6.5	9.6		2.0	Bal

HIP과 열처리 후의 CMSX-4의 미세조직 변화를 Fig. 4과 Fig. 5에 나타내었다. HIP처리된 시험편 조직(Fig. 4(b))은 HIP처리 전 시험편 조직(Fig. 4(a))과

비교하면 미세기공(porosity)은 현저히 감소하였다. 주조시편(Fig. 5(a))은 약 1 $\mu\text{m}$ 의 불규칙한 Cubic 모양( $\gamma'$ )이고, 균질화처리에 의해서(Fig. 5(b))  $\gamma'$  상은 0.3 $\mu\text{m}$ 으로 조밀해진다. 시효처리후에 cuboidal  $\gamma'$  상은  $\gamma$  기지상에 불규칙하게 석출된다(Fig. 5(c)). HIP 처리에 의해 불규칙해진  $\gamma'$  상(Fig. 5(d))은 후열처리(Fig.4(e)) 및 시효처리(Fig. 5(f))에 의해서 cuboidal  $\gamma'$  상이 된다. 결국, HIP처리 이후 후열 및 시효처리에 의해서 규칙적인  $\gamma'$  상을 얻을 수 있다.



(a) specimen 1 (b) specimen 4  
Fig. 4 Microstructure of Ni-based single crystal superalloy CMSX-4

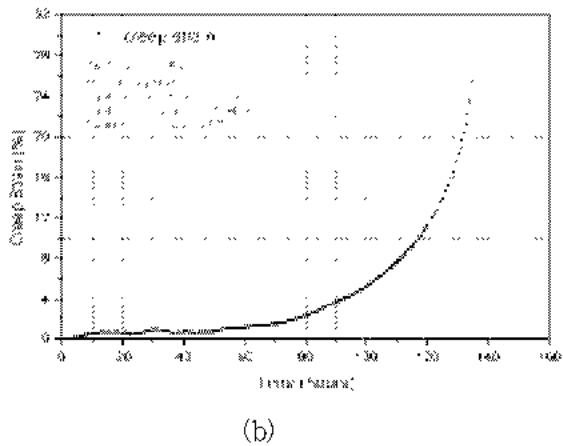
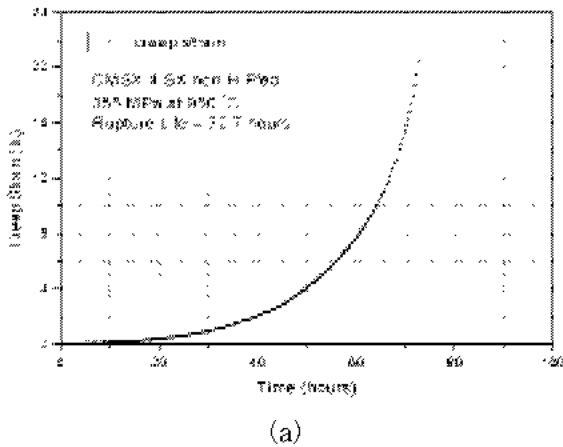


(a) as-cast (b) after homogenization  
(c) specimen 1 (d) specimen 2  
(e) specimen 3 (f) specimen 4  
Fig. 5 Microstructural morphologies of  $\gamma'$  phase in Ni-based single crystal superalloy CMSX-4

3.3 응력 파단 시험 분석

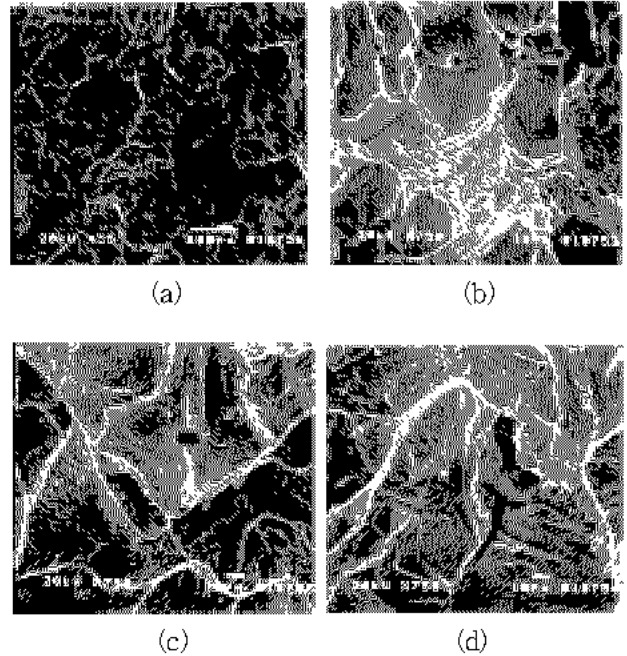
응력파단시험(stress-rupture)결과는 Fig. 6에서 보  
는바와 같이 시험편 1번 및 4번은 각각 72.72시간 및  
134.38시간이다. 이것은 HIP처리로 파단수명을 185%  
향상시키는 것을 알 수 있다. Fig. 7 및 Fig. 8은 파단  
면 사진이다. 파괴거동을 살펴보면 HIP처리 전 시험  
편(Fig. 7)은 HIP처리 후 시험편(Fig. 8)보다 합금의  
내부결함(flaw)에서 균열이 시작되는 것을 명확히 볼  
수 있다. HIP처리 전 시험 파단면은 Fig. 7 (a)와 같  
이 조직내에 다수 존재하는 미세기공이나 석출물을  
핵으로 성장한 dimple 형상이 넓은 범위에 걸쳐 관찰  
되나, (b)나 (d)에서와 같이 매우 취약한 준 벽개파괴  
(quasi-cleavage)양상의 파단면을 보이고 있다. 또,  
(b)와 같이 dimple의 연성과 취성파면 사이에 국부적인 응력  
집중으로 인한 계단 형상의 입내 파단면이 관찰됨으  
로써 전체적으로 연성과 취성파면이 혼재된 파괴양상  
을 보이고 있다. HIP처리후의 Fig. 8과 비교해보면

HIP처리전의 파단면이 거칠기가 다소 높고, 2차 균열  
이 잘 발달된 경향을 보이고 있다. 이것은 HIP처리전  
의 경우 결함의 밀도와 크기가 HIP처리후와 비교하  
여 상대적으로 높음에 따라 균열전파면이 3차원적으  
로 서로 연결되기 쉬움에 기인한 것으로 판단된다.

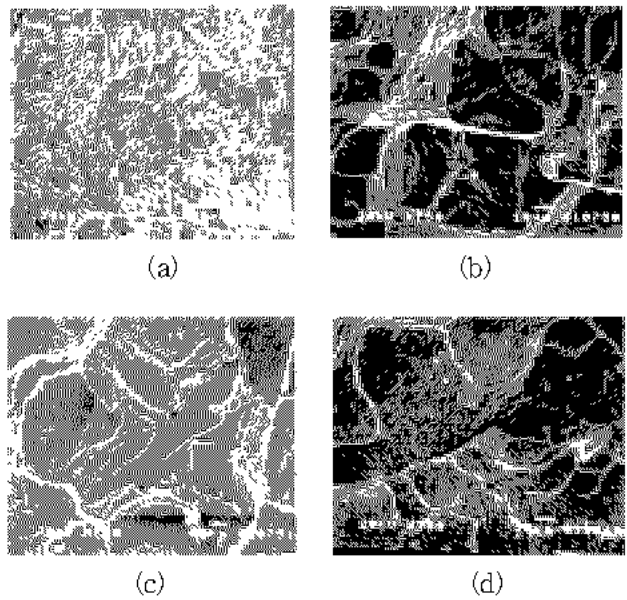


(a) specimen 1(non-HIP treated)  
(b) specimen 4(HIP treated)

Fig. 6 Stress-rupture curves of Ni-based single crystal superalloy CMSX-4



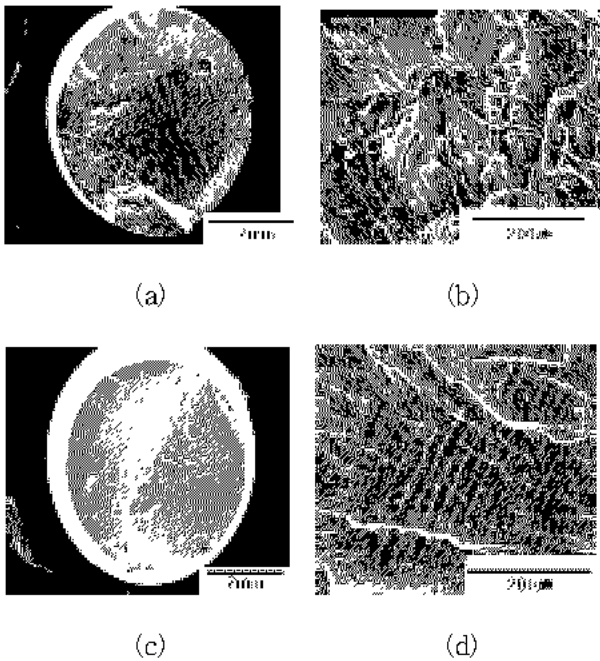
(a) shape of dimple (b,c,d) shape of quasi-cleavage  
Fig. 7 Microstructure of Ni-based single crystal superalloy CMSX-4 after stress-rupture test (a,b,c,d) specimen 1(non-HIP treat)



(a) shape of dimple (b,c,d) shape of quasi-cleavage  
Fig. 8 Microstructure of Ni-based single crystal superalloy CMSX-4 after stress-rupture test (a,b,c,d) specimen 4(HIP treat)

### 3.4 저주기 피로 시험후의 금속조직 분석

시험편 1번과 4번의 저주기 피로 시험(low cycle fatigue, LCF)후의 결과는 Fig. 9와 같이 다른 양상을 보이고 있다. HIP처리 전 시험편은 크리프와 피로에 의한 micropore에 의해서 파단에 이르는 양상을 볼 수 있고(Fig. 9(b)), HIP처리 후 시험편은 파단면에서 striation 양상을 보여 주고 있다(Fig. 9(d)). 이것은 HIP처리에 의해서 micropore가 제거되어서 striation 양상을 나타내고 있는 것으로 판단된다.



(a,b) specimen 1(non-HIP treat)  
(c,d) specimen 4(HIP treat)

Fig. 9 Micrographs of Ni-based single crystal superalloy CMSX-4 after LCF test

## 4. 결 론

본 연구에서는 산업용 가스터빈 블레이드로 사용되고 있는 단결정합금 CMSX-4의 HIP 처리 전후의 금속조직 및 기계적 특성을 비교하고 고찰하였다. 본 연구의 결과를 요약하면 다음과 같다.

1. 단결정 재료의 HIP처리 결과 미세기공 제거를 확인하였고, 후열처리 및 시효처리에 의해서 미세조직의 균질화를 이룰 수 있다.
2. HIP처리 전후의 응력파단수명은 각각 72.72시간 및 134.38시간으로, HIP처리는 파단수명을 185%

향상 시키는 것을 알 수 있다.

## 참고 문헌

1. G. L. Erickson, 1995, "A New, Third-Generation, Single-Crystal, Casting Superalloy", JOM, pp. 36~37.
2. B. Fedelich, 1999, "A Microstructure Based Constitutive Model for the Mechanical Behavior at High Temperatures of Nickel-base Single Crystal Superalloys", Comp. Mat. Sci., pp. 248~249.
3. M. C. Thomas, R. C. Helmink, D. J. Frasier, J. R. Whetstone, K. Harris, G. L. Erickson and S. L. Sikkenga and J. M. Eridon, 1994, "Allison Manufacturing, Property and Turbine Engine Performance of CMSX-4 Single Crystal Airfoils", Cost 501 Conf. Materials for Advanced Power Engineering, pp. 102~103.
4. K. Harris, G. L. Erickson, S. L. Sikkenga, W. D. Brentnall, J. M. Aurecochea and K. G. Kubarych, 1992, "Development of the Rhenium Containing Superalloy CMSX-4 for Single Crystal Blade Applications in Advanced Turbine Engines", 7th International Symposium on Superalloys, pp. 54~55.
5. D. J. Frasier, J. R. Whetstone, K. Harris, G. L. Erickson and R. E. Schwer, 1990, "Process and Alloy Optimization for CMSX-4 Superalloy Single Crystal Airfoils", Proc. Part II of Cost Conf., pp. 115~116.
6. P. R. Beeley and R.F. Smart, 1995, "Investment Casting", The Institute of Materials, pp. 153~154.
7. M. S. A. Karunaratne, D. C. Cox, P. Carter and R. C. Reed, 2000, "Modeling of the Microsegregation in CMSX-4 Superalloy and Its Homogeneous during Heat Treatment", Mat. Sci. and Eng., A281, pp. 263~264.
8. G. E. Fuchs, 2001, "Solution Heat Treatment Response of a Third Generation Single Crystal Ni-base Superalloy", Mat. Sci. and Eng., A300, pp. 52~54.