

## 니켈기 초내열합금의 파형 결정립계 구조가 보론 편석과 재현 열영향부 액화균열거동에 미치는 영향

홍현욱<sup>\*,†</sup> · 최준우<sup>\*</sup> · 배상현<sup>\*</sup> · 윤중근<sup>\*</sup> · 김인수<sup>\*\*</sup> · 최백규<sup>\*\*</sup> · 김동진<sup>\*\*\*</sup> · 조창용<sup>\*\*</sup>

<sup>\*</sup>창원대학교 신소재공학부

<sup>\*\*</sup>한국기계연구원 부설 재료연구소 내열재료연구실

<sup>\*\*\*</sup>한국원자력연구원 원자력재료연구부

### Effects of Serrated Grain Boundary Structures on Boron Enrichment and Liquation Cracking Behavior in the Simulated Weld Heat-Affected Zone of a Ni-Based Superalloy

Hyun-Uk Hong<sup>\*,†</sup>, June-Woo Choi<sup>\*</sup>, Sang-Hyun Bae<sup>\*</sup>, Joong-Geun Yoon<sup>\*</sup>,  
In-Soo Kim<sup>\*\*</sup>, Baig-Gyu Choi<sup>\*\*</sup>, Dong-Jin Kim<sup>\*\*\*</sup> and Chang-Yong Jo<sup>\*\*</sup>

<sup>\*</sup>Department of Materials Science and Engineering, Changwon National University, Gyeongnam 641-773, Korea

<sup>\*\*</sup>High Temperature Materials Research Group, Korea Institute of Materials Science, Gyeongnam 641-831, Korea

<sup>\*\*\*</sup>Nuclear Materials Research Division, Korea Atomic Energy Research Institute, Daejeon 305-353, Korea

<sup>†</sup>Corresponding author : huhong@changwon.ac.kr

(Received January 22, 2013 ; Revised May 31, 2013 ; Accepted June 3, 2013)

#### Abstract

The transition of serrated grain boundary and its effect on liquation behavior in the simulated weld heat-affected zone (HAZ) have been investigated in a wrought Ni-based superalloy Alloy 263. Recently, the present authors have found that grain boundary serration occurs in the absence of adjacent coarse  $\gamma'$  particles or  $M_{23}C_6$  carbides when a specimen is direct-aged with a combination of slow cooling from solution treatment temperature to aging temperature. The present study was initiated to determine the interdependence of the serration and HAZ property with a consideration of this serration as a potential for the use of a hot-cracking resistant microstructure. A crystallographic study indicated that the serration led to a change in grain boundary character as special boundary with a lower interfacial energy as those terminated by low-index  $\{111\}$  boundary planes. It was found that the serrated grain boundaries are highly resistant to boron enrichment, and suppress effectively grain coarsening in HAZ. Furthermore, the serrated grain boundaries showed a higher resistance to susceptibility of liquation cracking. These results was discussed in terms of a significant decrease in interfacial energy of grain boundary by the serration.

Key Words : Ni-based superalloy, Grain boundary serration, Special boundary, Interfacial energy, Segregation, Liquation, Simulated HAZ

#### 1. 서 론

$L_{12}$  규칙격자  $\gamma'$  석출상이 존재하는 Ni기 초내열합금은 용접시 혹은 후열처리 동안 용접 열영향부(HAZ: heat-affected zone)에서 결정립계를 따라서 액화균열(liquation microfissure)이 종종 발생한다. HAZ 결

정립계 액화기구는 탄화물, 황화물, 인화물, 보론계 화합물 등이 급가열시 기지와 반응에 의해 표피 액상을 형성하는 조성적 액화(constitutional liquation)에 의한 액상의 결정립계 침투로 설명되거나<sup>1-4)</sup>, 결정립계 자체의 용융점을 상당량 낮추는 보론(B), 인(P), 황(S)등의 편석에 의한 국부적 입계 용융으로 주로 연관 지어 해석한다<sup>5,6)</sup>. HAZ 액화균열은 고온 입계균열 현

상이므로, 결정립계 특성에 따라 크게 영향을 받으며 결정립계 character 설계에 의해 액화균열 저항성을 개선시킬 수 있음을 유추할 수 있다. Guo 등의 연구결과<sup>5)</sup>에 따르면, 인코넬 718 초내열합금에서 결정립계 특성에 따라 보론 편석정도가 달라지고 그에 따른 HAZ 액화거동이 차이가 난다고 발표하였다. 즉, 낮은 계면에너지를 갖는 CSL (coincidence site lattice) 결정립계에서 보론편석 경향이 줄어들어 액화 저항성이 증가한다는 것이다. 그러므로, CSL 입계분율을 증가시키는 결정립계 공학(GBE: grain boundary engineering)이 적용되어 액화균열 저항성을 향상시킬 수 있음을 유추할 수 있다. 그러나, 현재까지 알려진 GBE는 냉간가공과 재결정 열처리의 반복하는 공정이 반드시 포함되어야 하므로, 제조비용의 부담과 부품의 크기에 제한이 따르므로 실제적 응용에는 한계가 있는 실정이다<sup>7,8)</sup>.

최근, 본 연구자들은 니켈기 초내열합금에 있어 입계 serration 현상을 새롭게 발견하였으며, 이론적 접근법을 통해 serration을 위한 특별한 열처리 방법을 개발하였다<sup>9-12)</sup>. 그들은 파형입계 (serrated grain boundaries)는 결정학적인 관점에서 조밀 {111} 입계면을 갖도록 파형전이 (transition of serrated grain boundary) 되어 낮은 계면에너지를 갖게 됨을 확인하였다<sup>11)</sup>.

본 연구에서는 이러한 직선형 입계 대비 'special boundary'로 간주되는 파형입계가 도입될 경우, 보론 편석 및 HAZ 액화균열 거동에 미치는 영향을 고찰하고, 나아가 파형입계를 갖는 미세조직이 용접성을 향상시킬 수 있는 기초적인 가능성을 검토하고자 한다.

## 2. 실험 방법

본 연구에서 사용한 소재는 열간압연된 상용 니켈기 초내열합금 Alloy 263 이고, Table 1에 화학적 조성을 표시하였다. 본 합금은 기지인  $\gamma$ 상과 정합관계를 유지하며 구형모양으로 석출하는  $L_{12}$  규칙격자  $\gamma'$ 상이 평균 15nm 크기로 약 10% 부피분율을 갖는 석출경화형 합금으로서, 우수한 고온강도, 성형성, 내산화 특성 등으로 항공 및 발전용 가스터빈 연소기, 석유화학 정제용 고온부품 등에 널리 사용된다. 본 합금의 일반적으로 수행되는 열처리 방법은 고온영역에서 용체화 처리 (1150°C/5분 이상) 후에 수냉 (50°C/초 이상)을 하

고, 중간온도 영역에서 시효처리 (800°C/1시간 이상) 한 다음 공냉하는 2단계 열처리 공정을 적용한다. 시효처리를 일반적으로 800°C에서 수행하는 이유는 주 강화상인  $\gamma'$  석출이 이 온도에서 가장 왕성하게 석출 (TTT nose 위치)하기 때문이다. 또한 통상 8시간 노출을 시키면, 최대로 석출할 수 있는 분율인 10%를 확보하기 때문에 통상 800°C/8시간의 시효처리를 실시한다. 이러한 합금에 입계 serration을 유도하기 위해서 본 저자들은 최근 개발한 열처리방법<sup>12)</sup>을 이용하였다. 즉, 용체화 처리를 수행한 후 중간온도까지 서냉하고 곧바로 시효처리하는 1단계 열처리 방법을 적용하였다. 본 연구에서는 파형 결정립계를 갖는 미세조직(이후, serrated 시편)과 일반 미세조직(이후, unserrated 시편) 사이 결정립 크기 효과를 배제하고자, 열처리 시간을 조절하여 두 시편 모두 결정립 크기를 약 120 $\mu$ m 정도로 맞추었다. 본 연구에서 unserrated 시편을 얻기 위한 표준 열처리 조건은 다음과 같다: 용체화 처리 (1150°C/75분/수냉) + 시효처리 (800°C/8시간/공냉). 한편, serrated 시편은 1150°C/30분 동안 용체화 처리 후 10°C/min 냉각속도로 800°C까지 서냉한다. 그 후 곧바로 그 온도에서 8시간동안 시효처리 한 후 공냉을 하여 얻었다.

결정립계의 보론 편석정도를 비교하기 위해 나노 2차 이온질량 분석법(nano-SIMS: nano-secondary ion mass spectrometry)을 이용하였다. SIMS 분석은 Cameca社의 Nano-SIMS 50 기기에서 1차 이온을 16keV Cs<sup>+</sup> 사용하고 시편과 반응하여 발생하는 2차 이온 <sup>11</sup>B<sup>16</sup>O-를 검출하여 이미지로 보론 편석을 형상화하였다.

용접열영향부를 모사하기 위해 Fuji社의 고주파 유도 코일 400kHz/1.5kW 사양의 Formastor FII 기기를 이용하여 열사이클 재현시험을 수행하였다. 상기 시험편은 지름 3mm, 길이 10mm 크기의 원형이며, 최고 가열온도 900~1300°C 범위까지 111°C/s 속도로 승온하고 1초간 유지한 후 헬륨가스로 급냉하였다. 고온 균열감수성을 정량적으로 평가하기 위해 Gleeble 3500 기기를 사용하여 고온연성 시험(hot ductility testing)을 실시하였다. 시험편은 지름 6mm, 길이 110mm 크기의 원형을 사용하였고, Table 2에 고온연

**Table 1** The chemical composition of Alloy 263 investigated in the present study

| Element | C    | Cr   | Ni   | Mn   | Si   | Mo   | Co   | Al   | Ti   | Fe   | Cu    | B     |
|---------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|-------|-------|
| wt%     | 0.06 | 20.4 | Bal. | 0.19 | 0.13 | 5.81 | 19.9 | 0.44 | 2.07 | 0.37 | <0.01 | 0.003 |

**Table 2** Hot ductility testing condition

| Process parameter           | Value   |
|-----------------------------|---------|
| Heating rate                | 111°C/s |
| On-cooling peak temperature | 1280°C  |
| Hold time                   | 0.5s    |
| Cooling rate                | 19°C/s  |
| Stroke rate                 | 25mm/s  |
| Atmosphere                  | Ar      |

성 시험 조건을 나타내었다.

결정립계 미세조직 및 파단면 분석을 위해 Jeol社의 JSM-5800 주사전자현미경(SEM: scanning electron microscopy)을 사용하였다. 결정립계를 구성하는 계면의 면지수(grain boundary plane normal)를 결정하고, 입계의 성분과 격자 이미지 등을 정밀 분석하기 위해 Jeol社의 JEM-2100F 투과전자현미경(TEM: transmission electron microscopy)을 사용하였다.

### 3. 실험 결과 및 고찰

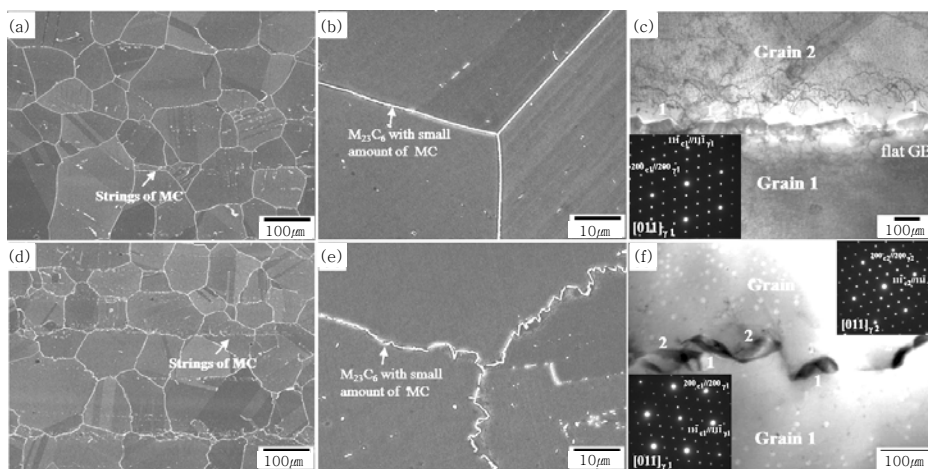
#### 3.1 파형 결정립계 생성

본 저자들에 의해 이미 보고하였듯이<sup>9-12)</sup>, 제안된 특별한 열처리방법을 통해 시편전체에서 약 80%이상의 파형 결정립계를 얻는 데 성공하였다. Fig. 1은 입계 serration 발생유무에 따른 결정립계 형상과 탄화물 특성 비교를 나타낸다. 표준 열처리에 의한 unserrated 시편은 반듯한 입계위에 미세한 과립상(granular)의 탄화물이 밀집하여 석출된다. 한편, 파형 결정립계를

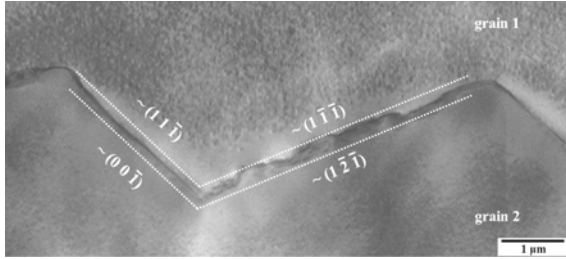
유도한 serrated 시편은 톱날모양의 결정립계 위에 판상(plate-like)의 탄화물들이 밀도가 낮게 분포함을 알 수 있다. 각 시편들의 입계 탄화물을 TEM으로 분석한 결과 대부분  $M_{23}C_6$  로 확인되었으며 (Fig. 1(c)와 1(f)), 간혹 소량의 MC 탄화물이 발견되었다. 입계 serration 도입에 의해,  $M_{23}C_6$  탄화물들이 기지와외 정합계면을 형성하는 패턴도 변화한다. 일반적으로  $M_{23}C_6$  탄화물은 입계에 석출할 때, 두 결정립 중에서 입계면이 {111}면과 가장 가까운 결정립을 선택하여 정합계면을 형성한 후에 반대편 결정립쪽으로 부정합계면을 형성하며 성장한다<sup>13)</sup>. Fig. 1(c)와 같이 반듯한 결정립계에 생성한  $M_{23}C_6$  탄화물들은 모두 결정립 1과 정합계면을 형성하는 반면, 파형 결정립계에 생성할 경우, 정합계면 배열이 지그재그 형태로 변하여 교차한다. 즉, 입계 serration은 탄화물의 정합계면 배열을 일관된 한쪽 방향에서 교차 방향으로 변화시킨다. 이러한 입계 serration 도입에 의한 탄화물 특성변화는 근본적으로 serration이 입계 탄화물 생성보다 우선으로 발생한다는 것을 반영한 결과이다<sup>9-11)</sup>. 아울러, 반듯한 입계와 파형 결정립계사이에 있어 계면구조가 서로 차이가 있음을 내포한다.

#### 3.2 결정립계 파형전이의 결정학적 고찰

고온에서 증온으로 서냉시 발생하는 결정립계 파형전이의 구동력(driving force)을 고찰하고자, 특별한 TEM 방법<sup>13,14)</sup>을 이용하여 각각의 결정립이 구성하는 결정립계 면지수를 구하였다. Fig. 2에서 보듯이, 파형 전이된 결정립계의 계면들은 원자밀도가 높은 저지수(low-index) 면들로 구성됨을 발견하였다. 즉, 무작위



**Fig. 1** Comparisons of GB morphology and GB carbide characteristics depending on the occurrence of GB serration: (a), (b) and (c) for the unserrated specimen, (d), (e) and (f) for the serrated specimen. Note that each digit in (c) and (f) indicates the grain sharing coherency with each carbide formed at the GB

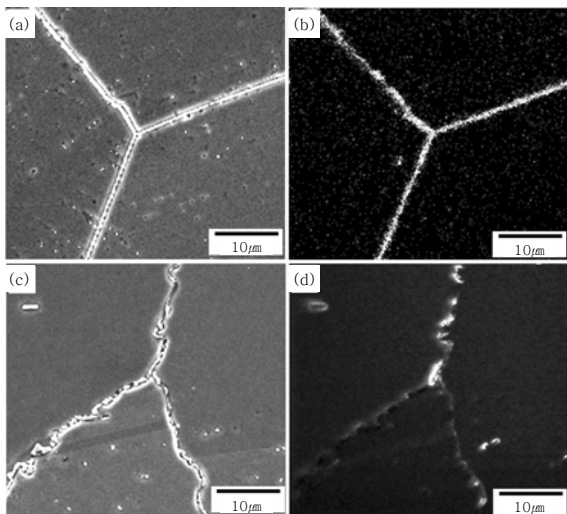


**Fig. 2** A typical serrated GB showing the GB plane normals

면지수(irrational plane index)를 갖는 random 성격의 반듯한 결정립계가 파형천이가 발생할 때, 원자밀도가 높은 저지수 면들로 수렴한다는 사실을 확인하였다. 최근, 계면에너지가 낮은 'special boundary'는 {111} 면과 같이 원자밀도가 높은 저지수 면들로 구성된다는 정의<sup>15,16)</sup>를 바탕으로, 파형 결정립계의 각 계면들은 special boundary로 간주할 수 있다. 따라서, 결정립계 파형천이의 궁극적인 구동력은 단위면적당 계면에너지를 낮추는 것으로 판단되고, 이로부터 파형 결정립계는 반듯한 결정립계에 비하여 계면에너지가 낮음을 알 수 있다.

**3.3 파형 결정립계의 보론 편석 영향**

보론이 결정립계에 편석이 된다면 입계의 용융점을 약 100~150°C 정도 낮추어 용접 동안에 국부적 입계 용융에 의한 액화균열을 조장한다고 알려져 있다<sup>5,6)</sup>. 따라서, 본 연구에서는 입계 serration 도입에 따른 보론 편석 정도를 nano-SIMS를 이용하여 정량적으로 비교하고자 하였다. Fig. 3에서 보듯이 반듯한 결정립



**Fig. 3** SEM micrographs and corresponding SIMS boron images : (a), (b) for the unserrated sample, and (c), (d) for the serrated sample

계에 비하여 파형 결정립계가 보론 편석 저항성이 우수함을 알 수 있다. 시편당 약 150개의 결정립계를 대상으로 SIMS 보론 이미지를 얻고, SIMS 이미지 상에서 초당 10<sup>3</sup> count 보다 약한 세기(intensity)를 갖는 결정립계를 보론 편석에 우수한 입계라고 정의하였을 경우, unserrated 시편은 약 14.6% 입계가 보론에 편석되지 않은 반면, serrated 시편에선 약 41.6%가 보론에 편석되지 않았다. 사실 엄밀하게 말하자면, SIMS 이미지상의 보론은 탄화물내에 포함된 M<sub>23</sub>(CB)<sub>6</sub>로 존재하거나, 원자 상태로 편석되어 있으므로, 편석(segregation)이라는 용어보다는 enrichment가 더 정확하다.

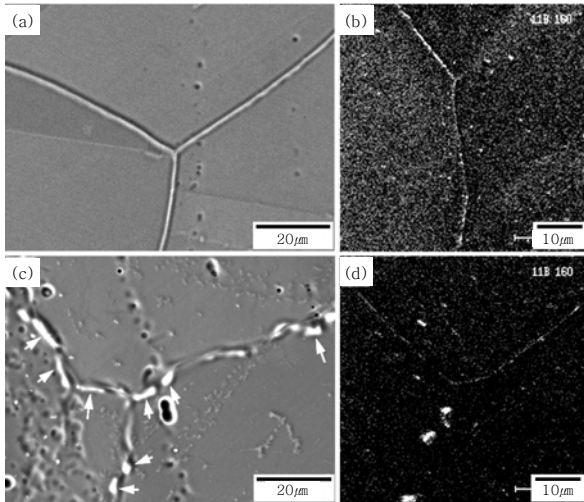
한편, 두 시편 모두 용체화 처리 직후에는 결정립계에 보론 편석이 관찰되지 않았다. 즉, 보론은 온도가 낮은 시효처리에 거의 모두 결정립계로 편석하여 입계 탄화물에 편입되거나(M<sub>23</sub>(CB)<sub>6</sub>), 원자상태로 남아 있게 된다. 등온시효처리시 결정립계로 편석하는 보론의 평형농도(C<sub>b</sub>)는 아래와 같은 식<sup>17)</sup>으로 표현될 수 있다.

$$C_b = C_m \cdot \exp(E_b/kT) / (1 + C_m \cdot \exp(E_b/kT)) \tag{1}$$

여기서, C<sub>m</sub>은 기지내의 보론원자 농도, k는 볼츠만 상수, T는 절대온도, E<sub>b</sub>는 보론원자와 입계사이 결합에너지를 나타낸다. 위 식에서 두 시편 사이의 차이는 E<sub>b</sub>이며, 이 값은 결정립계 계면에너지와 깊은 관련이 있다<sup>5,18)</sup>. 그러므로, 계면에너지가 직선형 입계보다 낮은 파형 결정립계는 보론 원자와의 결합에너지가 낮기 때문에 편석 저항성이 우수함을 설명할 수 있다.

**3.4 파형 결정립계가 재현 용접 열영향부 액화 균열 저항성에 미치는 영향**

두 시편에 대하여 열사이클 재현 실험을 통해 용접 열영향부 미세조직을 비교하였다. 기존 결과<sup>19)</sup>와 동일하게 두 시편 모두 최고온도가 1060°C 이상이 되면 입계 탄화물은 더 이상 관찰되지 않고 용해되었으며, 대신 입계 액화가 관찰되기 시작하였다. Fig. 4는 최고온도 1180°C에서 열사이클 시험한 재현 용접열영향부 미세조직을 나타낸다. Unserrated 시편의 반듯한 결정립계가 serrated 시편의 파형 결정립계보다 뚜렷하게 액화가 발생하였으며, 직선의 결정립계를 따라 거의 연속적으로 액화가 진행됨이 확인되었다. 한편, 파형 결정립계는 액화가 단속적으로 발생하였으며(Fig. 4(c)에서 화살표), 심지어 일부 영역에서는 탄화물이 여전히 존



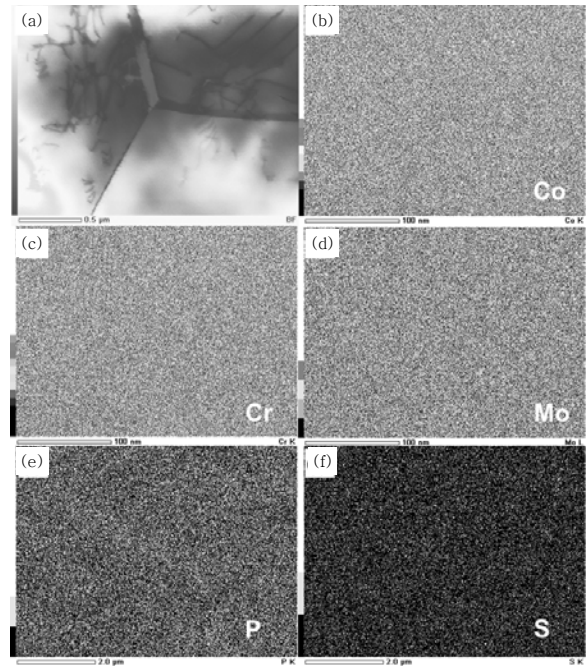
**Fig. 4** HAZ microstructures and SIMS boron images in samples simulated at 1180°C : (a), (b) for the unserrated sample and (c), (d) for the serrated sample

재하였다. 150~200개의 결정립계를 대상으로 두 시편의 액화된 결정립계 비율을 계산한 결과, unserrated 시편은 약 94%, serrated 시편은 약 77%를 차지하였다.

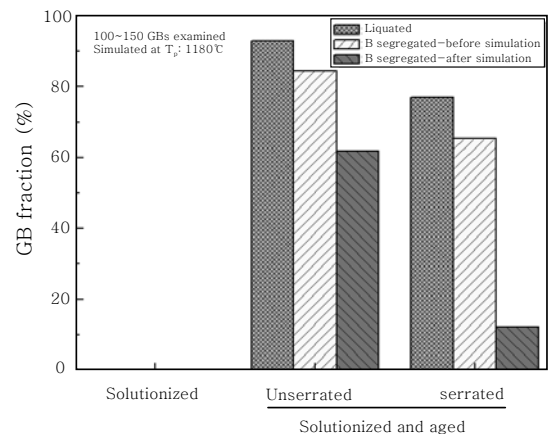
액화된 결정립계에 대하여 SIMS 분석한 결과 Fig. 4(b)와 4(d)에서 보듯이, 액화 이후에도 보론이 여전히 잔존함을 알 수 있다. 또한, 편석정도는 직선형 입계가 훨씬 뚜렷하였다.

입계  $M_{23}C_6$  탄화물은 재현 열사이클 동안 빠른 승온 때문에 평형 solvus 온도인 935°C 이상의 온도에서도 용해되지 않고, 기지와 반응에 의해 표피 액상을 형성하는 조성적 액화반응이 발생할 수 있다. 그러나, Owczarski<sup>20)</sup>에 의하면, NbC와 달리  $M_{23}C_6$  탄화물은 용해온도 아래에서 고상반응에 의해 재고용 과정이 잘 진행되므로, 용접 동안에 표피 액상을 발생할 가능성이 희박하다고 한다. 또한, 본 연구에서도 두 시편 모두 액화된 결정립계에는 Co, Cr, Mo, P, S 등의 편석 흔적이 관찰되지 않으며, 그 한 예를 Fig. 5에 나타내었다. 따라서, 이러한 결과로부터 Alloy 263 합금의 급가열시 발생하는 결정립계 액화반응의 주원인은 보론의 편석으로 판단할 수 있다(Fig. 6 참조).

파형 결정립계가 급가열시 액화 저항성이 우수한 이유는 본질적으로 직선형 입계 대비하여 계면에너지가 현격히 낮기 때문이다(3.2절 참조). 이로 인하여 3.3절에 언급하였듯이 보론 편석 저항성이 우수하여 액화가 효과적으로 억제된다. 또한, 만일 결정립계 일부분에서 액화가 진행되어 액상필름이 생성되더라도, 젖음성(wettability)이 서로 차이가 나는 효과도 포함한다.



**Fig. 5** TEM/EDS images for liquated straight GB in unserrated sample simulated at 1180°C

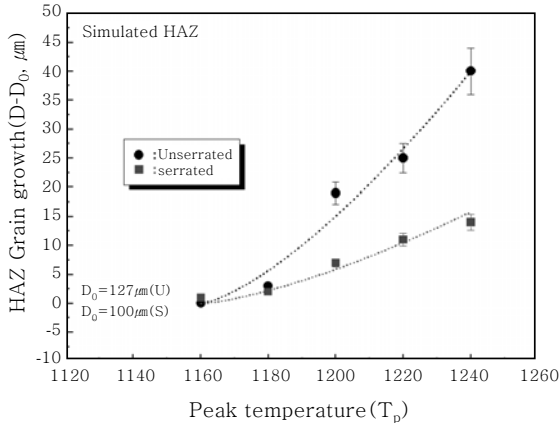


**Fig. 6** Correlation of boron enrichment at GB with liquation behavior

Smith<sup>21)</sup>에 의해 제안된 결정립계 적심 관계식은 아래와 같이 나타낼 수 있다.

$$\gamma_{gb} = 2\gamma_{sl} \cos\theta \quad (2)$$

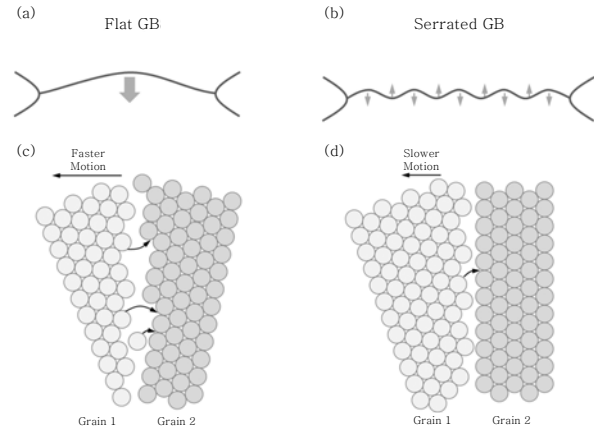
여기서,  $\theta$ 는 적심각도(wetting angle),  $\gamma_{gb}$ 는 결정립계 계면에너지,  $\gamma_{sl}$ 는 고상-액상 계면에너지이다. 두 시편은 고상-액상 계면에너지는 동일하므로, 결국 적심각도를 결정하는 것은 결정립계 계면에너지이다. 입계 계면에너지가 낮을수록 적심각도는 증가하여, 액상이 생성되었다 하더라도 입계로의 침투가 어려워지므로, 고립된 상태로 존재하게 된다(Fig. 4(c)).



**Fig. 7** Comparison of grain coarsening in HAZ between unserrated and serrated samples

Fig. 7은 재현 열사이클 최고온도에 따른 HAZ 결정립 조대화 거동을 비교한 그림이다.

파형 결정립계가 HAZ 결정립 조대화를 효과적으로 억제함을 확인할 수 있다. 일반적으로 금속소재의 결정립계는 높은 온도에서 결정립의 총 수를 감소시키기 위해 이동한다. 단상의 금속에서 평균 결정립의 성장속도는 입계 이동도(mobility)와 입계 이동을 위한 구동력에 의존한다<sup>22)</sup>. 이때, 입계 이동을 위한 구동력( $\Delta G$ )은 곡률을 갖는 입계에 의해 생성된 압력차에 기인하며,  $\Delta G = 2\gamma V_m/r$  같이 주어진다. 여기서,  $\gamma$ 는 입계의 계면에너지,  $r$ 는 입계의 곡률반경이다. 상기 식에 의하면, 파형 결정립계는 계면에너지가 낮을 뿐만 아니라, 곡률 방향이 지그재그 형태이므로 한 쪽 방향으로 이동하는 구동력이 직선형 입계에 비해 작을 것으로 예측된다. 즉, Fig. 8(b)에 보듯이 파형 결정립계의 경우 꺾어진 파형 세그먼트 각각은 곡률반경이 작아 초기 이동하려는 구동력은 높을 수도 있으나, 이웃하는 세그먼트들은 서로 이동방향이 반대이므로, 전체적으로 결정립계가 한 쪽 방향으로 이동하는 구동력은 떨어질 것이다. 게다가, 입계 이동도를 고려한다면, 원자밀도가 높은 저지수 면들로 구성된 파형 결정립계가 그렇지 않은 open 구조로 구성된 직선형 결정립계보다 이동도가 크게 떨어질 것이다. 입계 이동도는 입계면을 가로지르는 원자의 움직임에 의해 좌우될 것이다. Fig. 8(c)와 8(d)에서 보듯이, 안정된 계면구조를 갖는 파형 결정립계가 무질서한 원자배열을 갖는 직선형 입계보다 원자



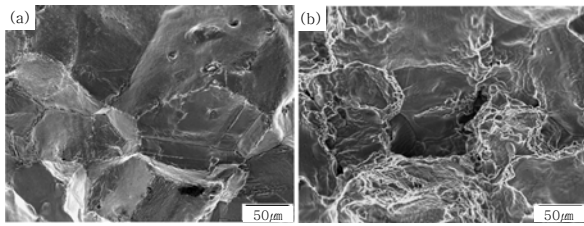
**Fig. 8** Comparison of GB migration rate : (a), (b) for the flat GB with more open structure and (c), (d) for serrated GB constituting close-packed planes

의 움직임 속도가 더디고, 이로 인해 결정립계의 전체 이동속도가 느릴 것이다.

고온 액화균열 저항성을 정량적으로 평가하는 일반적인 방법인 Gleeble 고온연성 시험을 수행하였다. 본 실험은 고온균열에 대한 저항성은 용접 열사이클 동안 인장 구속 응력을 얼마나 잘 수용하느냐에 좌우되며, 이것은 고온 연성으로 평가할 수 있다는 가정을 전제로 한다. Table 3에 결과 값<sup>10)</sup>을 정리하였다. 용접성을 정량화하는 주요 값들은 다음과 같다: 급가열시 연성과 강도가 점점 감소하는 데, 이 때 연성이 사라지는 시작 온도인 NDT(nil ductility temperature), 강도가 전혀 없어지기 시작하는 온도인 NST(nil strength temperature), 급가열 후 냉각의 진행에 따라 연성이 다시 회복되는 데 그 때의 온도를 DRT(ductility recovery temperature), 급가열시 연성이 전혀 없는 온도구간인 ZDTR(zero ductility temperature range), 급가열 후 냉각시 연성이 회복되기 전의 온도 구간인 LTR(liquation temperature range). 여기서, 급가열시 나타나는 ZDTR과 냉각시 나타나는 LTR 영역에서는 고온 연성이 zero이기 때문에, 이 구간에서 실제 액화균열이 발생한다고 판단한다. 따라서, ZDTR과 LTR 영역이 좁을수록 용접성은 우수하다고 말할 수 있다. Table 3에서 보듯이, 입계 serration 도입에 의

**Table 3** Comparison of Gleeble hot ductility test results between unserrated and serrated samples<sup>10)</sup>

| Sample     | NDT(°C) | NST(°C) | DRT(°C) | T <sub>p</sub> (°C) | ZDTR(°C) | LTR(°C) | TL(°C) |
|------------|---------|---------|---------|---------------------|----------|---------|--------|
| Unserrated | 1255    | 1311    | 1250    | 1280                | 105      | 61      | 1360   |
| Serrated   | 1270    | 1304    | 1255    | 1280                | 90       | 49      | 1360   |



**Fig. 9** Comparison of fractured surfaces after hot ductility test at 1250°C during on-cooling : (a) unserrated and (b) serrated samples

해 ZDTR과 LTR 영역이 약 12~15°C 온도로 좁아지는 효과를 발견하였다. 이는 입계 serration이 용접성을 향상시킬 수 있다는 잠재력을 내포하는 중요한 결과이다. 그러므로, 니켈기 초내열합금, 고합금계 강 등과 같이 용접이 어려운 소재들에 대하여 실제로 입계 serration이 용접성을 어느 정도 향상시킬 수 있다는 기본적인 영감을 제공한다고 판단된다.

Fig. 9에는 고온 연성 시험후 파단면을 나타낸다. 직선형 입계에서는 액상필름 침투 후 별 다른 저항 없이 쉽게 결정립계가 분리됨을 확인할 수 있다. 반면, 파형 결정립계의 경우, 상당부분 소성변형의 흔적을 발견할 수 있어 액화균열 전파에 대한 저항성이 높다는 것을 짐작할 수 있다.

#### 4. 결 론

최근 본 저자들에 의해 발견된 입계 serration현상을 이용하여, Alloy 263 합금의 파형 결정립계의 생성과 찰과 이것이 보론 편석 및 HAZ 액화균열 거동에 미치는 영향을 고찰하였다. 주요 연구결과를 정리하면 다음과 같다.

1) 입계 serration 도입에 의해 결정립계에 석출하는  $M_{23}C_6$  탄화물의 특성이 변화하였다: 미세한 과립상에서 안정된 판상모양으로 변화하였고, 석출 밀도는 상당히 낮아졌고, 정합계면의 배열은 일관된 한쪽 방향에서 교차 방향으로 변화하였다.

2) TEM 결정학적 고찰로부터, 파형 결정립계의 구조는 원자밀도가 높은 저지수 면들로 구성됨을 확인하였고, 이로부터 계면에너지가 낮은 'special boundary'로 고려할 수 있음을 제안할 수 있다.

3) 파형 결정립계는 직선형 입계에 비하여 재현 열사이클 동안 액화에 대한 저항성이 우수하였다. 이는 낮은 계면에너지 때문에 보론 편석 저항성이 향상되어, 입계가 쉽게 액화되지 않고, 또한 액상필름이 생성되더라도 입계에 침투하여 전파되는 것을 효과적으로 억제

하기 때문이다.

4) 입계 serration 도입에 의해 HAZ 결정립 조대화가 상당히 억제되었다. 이는 파형 결정립계가 형상학적으로 입계 이동에 대한 구동력을 감소시킬 뿐만 아니라 계면 구조 측면에서도 원자 이동도를 감소시켜, 입계 이동속도를 낮추기 때문으로 판단한다.

5) 고온연성 시험결과, 입계 serration이 용접성을 향상시킬 수 있다는 잠재력을 확인하였다.

#### 후 기

이 연구는 원자력연구개발사업의 일환으로 교육부의 재원으로 한국연구재단의 지원을 받아 일부 수행된 연구(NRF-2012M2A8A1056073)이고, 또한 2012~2013년도 창원대학교 연구비에 의하여 연구되었음.

#### 참 고 문 헌

1. J.J. Pepe and W.F. Savage, *Weld. J.*, **46** (1967), 411s-422s
2. R. Nakkalil, N.L. Richards and M.C. Chaturvedi : *Scripta Metall.*, **26** (1992), 1599-1604
3. O.A. Ojo and M.C. Chaturvedi : *Metall. Mater. Trans. A*, **38** (2007), 356-369
4. H.B. Kim and C.H. Lee : *Journal of KWJS*, **15** (1997), 46-55 (in Korean)
5. H. Guo, M.C. Chaturvedi, N.L. Richards and G.S. McMahon : *Scripta Mater.*, **40** (1999), 383-388
6. K.R. Vishwakarma, N.L. Richards and M.C. Chaturvedi : *Mater. Sci. Eng. A*, **480** (2008), 517-528
7. P. Lin, G. Palumbo, U. Erb and K.T. Aust : *Scripta Metall. Mater.*, **33** (1995) 1387-1392
8. N. Souaï, N. Bozzolo, L. Nazé, Y. Chastel and R. Logé : *Scripta Mater.*, **62** (2010) 851-854
9. H.U. Hong, I.S. Kim, B.G. Choi, M.Y. Kim and C.Y. Jo : *Mater. Sci. Eng. A*, **517** (2009), 125-131
10. H.U. Hong, I.S. Kim, B.G. Choi, Y.S. Yoo and C.Y. Jo : *Metall. Mater. Trans. A*, **43** (2012), 173-181
11. H.U. Hong, H.W. Jeong, I.S. Kim, B.G. Choi, Y.S. Yoo and C.Y. Jo, *Phil. Mag.*, **92** (2012), 2809-2825
12. H.U. Hong, I.S. Kim, B.G. Choi, C.Y. Jo, Y.S. Yoo, H.W. Jeong and S.M. Seo : *US Patent Application Serial No. 12/484,597*
13. H.U. Hong, B.S. Rho and S.W. Nam : *Mater. Sci. Eng. A*, **318** (2001) 285-292
14. H.W. Jeong, S.M. Seo, H.U. Hong and Y.S. Yoo : *J. Appl. Cryst.*, **43** (2010) 1495-1501
15. V. Randle : *Scripta Mater.*, **54** (2006) 1011-1015
16. G.S. Rohrer, V. Randle, C.S. Kim and Y. Hu : *Acta Mater.*, **54** (2006) 4489-4502
17. D. McLean : *Grain Boundaries in Metals*, Clarendon

- Press, Oxford, UK, 1957
18. L. Karlsson and H. Nordén : *Acta Metall.*, **36** (1988) 13-24
  19. H.U. Hong, I.S. Kim, B.G. Choi, H.W. Jeong, S.M. Seo, Y.S. Yoo and C.Y. Jo : *Mater. Sci. Forum*, **654-656** (2010) 488-491
  20. W.A. Owcarski : *Welding Research Council Bulletin*, New York, NY, 1969, 6-9
  21. C.S. Smith : *Trans. AIME*, 1948, **vol. 175**, 15-51
  22. D.A. Porter, K.E. Easterling : *Phase Transformations in Metals and Alloys*, 2<sup>nd</sup> edition, Chapman & Hall Press, London, UK, 1992, 139-142