(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2021-0067350
(43) 공개일자 2021년06월08일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C22C 1/04 (2006.01) *B22F 3/105* (2006.01)
B33Y 10/00 (2015.01) *C22C 19/03* (2006.01)
(52) CPC특허분류
C22C 1/0433 (2013.01)
B22F 10/00 (2021.01)
(21) 출원번호 10-2019-0156870
(22) 출원일자 2019년11월29일
심사청구일자 2019년11월29일

(71) 출원인
창원대학교 산학협력단
경상남도 창원시 의창구 창원대학로 20(퇴촌동)
(72) 발명자
홍현욱
경상남도 창원시 성산구 원이대로 495, 205동 602호(반림동, 트리비앙아파트)
이지원
경상남도 창원시 의창구 명지로103번길 36(명서동)
(74) 대리인
김정수

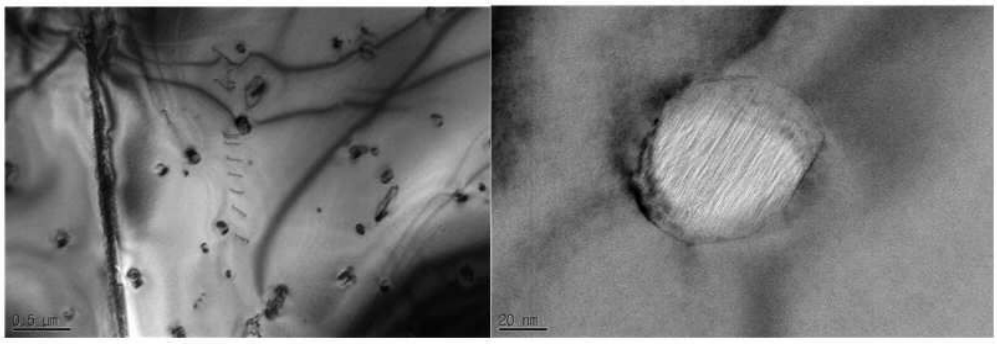
전체 청구항 수 : 총 6 항

(54) 발명의 명칭 **적층 가공법을 이용한 산화물 분산 강화형 니오븀 함유 니켈기 초내열합금의 제조방법 및 이에 의해 제조된 산화물 분산 강화형 니오븀 함유 니켈기 초내열합금**

(57) 요 약

본 발명은 산소 0.005 ~ 0.015 wt%를 포함하는 니오븀(Nb) 함유 니켈기 초내열합금 분말을 원료로 적층 가공(additive manufacturing, AM)을 실시해 합금 기지에 금속 산화물을 도입하는 것을 특징으로 하는, 산화물 분산 강화형 니오븀 함유 니켈기 초내열합금의 제조방법 및 그에 의해 제조된 산화물 분산 강화형 니오븀 함유 니켈기 초내열합금에 관한 것으로서, 본 발명에 의하면 적층제조를 통해 제작한 니오븀 함유 니켈기 초내열합금의 기본적인 특성은 그대로 유지한 채 결정립 내부에 약 10~100 nm 크기의 산화물을 도입하여 산화물 분산 강화 효과를 부여함으로써 700℃ 이상의 고온에서 장시간 노출되는 환경에서도 상변화나 크기 성장 없이 미세한 크기를 유지하여 크리프, 피로 등의 결정립 내부 균열 생성에 대해 높은 저항성을 가지는 고온 기계적 특성이 향상된 합금을 종래 기술에 비해 손쉽고 경제적으로 제조할 수 있다.

대 표 도 - 도1



(52) CPC특허분류
B33Y 10/00 (2013.01)
C22C 1/045 (2013.01)
C22C 19/03 (2013.01)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업
과제고유번호 1711085210
부처명 과학기술정보통신부
과제관리(전문)기관명 한국연구재단
연구사업명 (구)신진연구지원사업 (후속연구지원)
연구과제명 첨단 분석법을 활용한 결정립계 serration 고유 모델 정립과 3D 프린팅 내열합금으로의 적용을 위한 연구
기 여 율 50/100
과제수행기관명 창원대학교
연구기간 2017.03.01 ~ 2020.02.29
이 발명을 지원한 국가연구개발사업
과제고유번호 1711091370
부처명 과학기술정보통신부
과제관리(전문)기관명 한국연구재단
연구사업명 이공학분야(S/ERC) 후속지원
연구과제명 메카트로닉스 융합 부품 소재 연구센터
기 여 율 50/100
과제수행기관명 창원대학교
연구기간 2018.09.01 ~ 2021.02.28

명 세 서

청구범위

청구항 1

산소 0.005 ~ 0.015 wt%를 포함하는 니오븀(Nb) 함유 니켈기 초내열합금 분말을 원료로 적층 가공(additive manufacturing, AM)을 실시해 합금 기지에 금속 산화물을 도입하는 것을 특징으로 하는, 산화물 분산 강화형 니오븀 함유 니켈기 초내열합금의 제조방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

아르곤 보호 가스(shield gas) 유속 0.02 ~ 0.05 l/s; 레이저 파워 250 ~ 300 W; 레이저 스캔속도 650 ~ 850 mm/s; 및 분말 적층 두께 40 ~ 60 ㎛의 공정 조건에 따라 수행하는 선택적 레이저 용융법(Selective Lasef Melting, SLM)으로,

분말 내의 산소 함유량이 0.005~0.015 wt%인 니오븀(Nb) 함유 니켈기 초내열합금 분말을 가공해,

산화물 분산 강화형 니오븀 함유 니켈기 초내열합금을 제조하는 것을 특징으로 하는,

산화물 분산 강화형 니오븀 함유 니켈기 초내열합금의 제조방법.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 니오븀 함유 니켈기 초내열합금은 Alloy 625 (Ni-21.5Cr-2.5Fe-9Mo-3.5Nb-0.2Ti-0.2A1-0.06C)인 것을 특징으로 하는, 산화물 분산 강화형 니오븀 함유 니켈기 초내열합금의 제조방법.

청구항 4

제1항에 있어서,

적층 가공을 완료한 후, 아래 단계 (a) 내지 단계 (d)를 포함하는 열처리를 실시하는 것을 특징으로 하는, 산화물 분산 강화형 니오븀 함유 니켈기 초내열합금의 제조방법:

(a) 적층 가공법으로 제조된 산화물 분산 강화형 니오븀 함유 니켈기 초내열합금을 1250 ~ 1300℃에서 5분 이상 용체화 처리를 하는 단계; (b) 상기 용체화 처리를 한 후, 곧바로 시효처리를 위한 800 ~ 900℃까지 1 ~ 10℃/분의 냉각속도로 서냉하는 단계; (c) 상기 서냉하는 단계 후에 800 ~ 900℃에서 5분 ~ 10시간 동안 유지하여 시효처리를 하는 단계; 및 (d) 상기 시효처리 후에 공냉하는 단계.

청구항 5

제1항 내지 제4항 중 어느 한 항에 기재된 방법에 따라 제조된 산화물 분산 강화형 니오븀 함유 니켈기 초내열합금.

청구항 6

제5항에 있어서,

입경 10 ~ 100nm의 금속 산화물 입자가 합금 기지 내에 분산된 것을 특징으로 하는 산화물 분산 강화형 니오븀 함유 니켈기 초내열합금.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 니오븀 함유 니켈기 초내열합금의 제조방법에 대한 것으로서, 보다 상세하게는, 적층 가공법을 이용

해 고온에서 인장, 크리프 등 결정립 내부 균열 생성에 대하여 파손 저항성을 높이는 미세 산화물이 도입된 산화물 분산 강화(oxide dispersion strengthened, ODS) 니오븀 함유 니켈기 초내열합금을 제조하는 방법에 대한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 니켈기 초내열합금은 용접성, 내식성 및 고온 기계적 특성 등이 우수하여 항공기 및 발전용 가스터빈 파워 어셈블리(assembly)와 같은 고온용 부품의 소재로 사용되고 있다. 본 발명에서 고려되는 니오븀 함유 니켈기 초내열합금인 Alloy 625는 대부분의 경우 단련재(wrought product)로서, 압연, 단조, 용접 및 기계가공에 의해 비교적 간단한 형상의 부품을 제작한다. 정밀주조(investment casting)에 의해서도 부품을 제작할 수 있으나, 제작 단가가 높고, 조대한 결정립, 주조결함, 편석 등의 품질 문제가 빈번히 발생한다. 단련과정과 용접 및 기계가공을 통해 얻어지는 Alloy625 단련 제품들은 품질은 우수하나, 가공단가가 높고, 좀 더 복잡한 형상의 부품 제작이 어려워 설계 자유도가 높지 않은 단점이 있다.

[0003] 최근 이러한 단점을 극복할 수 있으면서, 소재절감을 비롯한 공정단가 또한 절감할 수 있는 3차원 적층 가공법이 각광을 받고 있다. 공정 단순화를 비롯하여 적은 소재로 더 복잡한 구조를 제작 가능한 장점을 통하여 700℃ 이상의 항공 엔진용 터빈의 연소기 혹은 스팀터빈의 블레이드/베인 부품에 적용을 위한 연구개발이 활발히 이루어지고 있다. 그러나, 이러한 항공 엔진용 연소기, 스팀터빈 블레이드에서 소재는 700℃ 이상에서 장시간 사용되므로 크리프, 피로 등의 손상과 더불어 산화, 불순물 기체에 의한 부식 등에 의해 예측되지 않는 소재 파단이 우려된다. 따라서 이러한 소재의 주요한 손상의 원인인 크리프, 피로, 산화, 부식 등의 저항성을 향상시키는 것은 제조업체, 부품가공업체 및 운영업체 모두에게 중요한 과제의 하나로 떠오르고 있다.

[0004] 적층 가공법을 활용한 Alloy 625 합금에 대한 연구는 최근 들어 전세계적으로 급속도로 진행 중에 있으나 제작 장비 및 제작 조건에 따라 달라지는 미세조직과 그 특성에 대한 지시 사항은 아직 통상적으로 확정된 바가 없다. 현재, 장비 제조사별로 몇 가지 대표 합금에 대한 제작 시 변수 조건(parameter condition)이 제공되고 있지만 그 역시 합금의 특성을 나타내기 위한 최소치의 기계적 특성 값만 만족시킬 뿐 최적화 된 조건이라고 보기에는 그 한계가 있는 바이다.

[0005] 한편, 니켈기 초내열 합금 내부에 나노크기 미세 산화물(Y_2O_3 등)을 균일하게 분산시켜 전위(dislocation)의 움직임을 효과적으로 방해하여, 고온 기계적 특성을 개선하려는 노력이 진행되어 오고 있다.

[0006] 이러한 미세 산화물 분산 강화형(Oxide Dispersion Strengthened, ODS) 초내열합금을 제조하기 위해서 현재의 기술로는 분말야금(powder metallurgy)방법을 사용하여 제조한다. 즉, 초내열합금의 분말과 산화물 분말을 볼밀링(ball milling) 방법을 이용하여 극저온에서 균일하게 기계적 합금화(mechanical alloying)한 후, 이들을 금속 용기에 담아 밀봉(sealing)한다. 이후 고온에서 가열 후 압출 혹은 압연 등을 이용하여 단련 조직으로 가공하여 이후 후열처리를 통해 제품으로 완성한다. 이러한 공정은 제작단가가 매우 높고, 소형 부품에 국한되므로 적용이 제한적이다.

[0007] 이에, 적층 가공법을 이용하여 이러한 산화물 분산 강화형 초내열합금을 제조하려는 노력이 최근 이루어지고 있다. 적층 제조를 위한 분말은 가스분무법(gas atomization)에 의해 제조되는데, 이는 소재를 용해시킨 후 액상을 좁은 통로로 흘려보내면서 고압 가스를 노즐을 통해 분사시켜 급속 응고를 통해 분말화하는 방법이다. 이러한 가스 분무법에 의해서는 일체형 산화물 분산형 초내열합금 분말 제작이 불가능하다. 왜냐하면, 산화물이 금속에 비해 녹는점이 훨씬 높기 때문이다. 그러므로, 산화물 분산 강화형 초내열합금을 제조하려는 최신 기술은 모두 초내열합금 분말과 산화물 분말과의 혼합 혹은 기계-화학적 결합(mechano-chemical bonding)을 통해 혼합 분말을 제작하여 적층 제조를 실시하려고 한다. 그러나, 혼합 분말의 제작은 단가가 매우 높고 기술의 난이도가 높아 적정한 수준에서 균일한 산화물 분산형 초내열합금을 제작하기가 어려운 단점을 가지고 있다.

선행기술문헌

특허문헌

[0008] (특허문헌 0001) 한국 등록특허 제10-1862059호 (등록일: 2018.05.23.)

(특허문헌 0002) 한국 공개특허 제10-2015-0116632호 (공개일: 2015.10.16)

(특허문헌 0003) 미국 공개특허 제2016-0138400호 (공개일: 2016.05.19)

발명의 내용

해결하려는 과제

[0009] 본 발명이 해결하고자 하는 기술적 과제는, 종래 기술에 비해 보다 경제적이며 용이하게 적층제조를 통해 고온 열노출에도 상변화와 크기 성장이 이루어지지 않는 안정적이고 미세한 크기의 산화물을 균일하게 도입한 산화물 분산 강화형 니켈기 초내열합금을 제조하는 방법 및 해당 제조방법에 의해 제조된 산화물 분산 강화형 니켈기 초내열합금을 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0010] 상기 기술적 과제를 달성하기 위해, 본 발명은 산소 0.005 ~ 0.015 wt%를 포함하는 니오븀(Nb) 함유 니켈기 초내열합금 분말을 원료로 적층 가공(additive manufacturing, AM)을 실시해 합금 기지에 금속 산화물을 도입하는 것을 특징으로 하는, 산화물 분산 강화형 니오븀 함유 니켈기 초내열합금의 제조방법을 제안한다.

[0011] 또한, 아르곤 보호 가스(shield gas) 유속 0.02 ~ 0.05 l/s; 레이저 파워 250 ~ 300 W; 레이저 스캔속도 650 ~ 850 mm/s; 및 분말 적층 두께 40 ~ 60 ㎛의 공정 조건에 따르는 선택적 레이저 용융법(Selective Lasef Melting, SLM)으로, 분말 내의 산소 함유량이 0.005~0.015 wt%인 니오븀(Nb) 함유 니켈기 초내열합금 분말을 가공해 산화물 분산 강화형 니오븀 함유 니켈기 초내열합금을 제조하는 것을 특징으로 하는, 산화물 분산 강화형 니오븀 함유 니켈기 초내열합금의 제조방법을 제안한다.

[0012] 또한, 상기 니오븀 함유 니켈기 초내열합금은 Alloy 625 (Ni-21.5Cr-2.5Fe-9Mo-3.5Nb-0.2Ti-0.2A1-0.06C)인 것을 특징으로 하는, 산화물 분산 강화형 니오븀 함유 니켈기 초내열합금의 제조방법을 제안한다.

[0013] 또한, 상기 적층 가공을 완료한 후, (a) 적층 가공법으로 제조된 산화물 분산 강화형 니오븀 함유 니켈기 초내열합금을 1250 ~ 1300℃에서 5분 이상 용체화 처리를 하는 단계; (b) 상기 용체화 처리를 한 후, 곧바로 시효처리를 위한 800 ~ 900℃까지 1 ~ 10℃/분의 냉각속도로 서냉하는 단계; (c) 상기 서냉하는 단계 후에 800 ~ 900℃에서 5분 ~ 10시간 동안 유지하여 시효처리를 하는 단계; 및 (d) 상기 시효처리 후에 공냉하는 단계를 포함하는 열처리를 실시하는 것을 특징으로 하는, 산화물 분산 강화형 니오븀 함유 니켈기 초내열합금의 제조방법을 제안한다.

[0014] 그리고, 본 발명은 발명의 다른 측면에서 상기 방법에 따라 제조된 산화물 분산 강화형 니오븀 함유 니켈기 초내열합금을 제안한다.

[0015] 또한, 입경 10 ~ 100nm의 금속 산화물 입자가 합금 기지 내에 분산된 것을 특징으로 하는 산화물 분산 강화형 니오븀 함유 니켈기 초내열합금을 제안한다.

발명의 효과

[0016] 본 발명에 의하면 적층제조를 통해 제작한 니오븀 함유 니켈기 초내열합금의 기본적인 특성은 그대로 유지한 채 결정립 내부에 약 10~100 nm 크기의 산화물을 도입하여 산화물 분산 강화 효과를 부여함으로써 700℃ 이상의 고온에서 장시간 노출되는 환경에서도 상변화나 크기 성장 없이 미세한 크기를 유지하여 크리프, 피로 등의 결정립 내부 균열 생성에 대해 높은 저항성을 가지는 고온 기계적 특성이 향상된 합금을 종래 기술에 비해 손쉽고 경제적으로 제조할 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0017] 도 1은 본원 실시예에서 선택적 레이저 용융법(SLM)으로 제조된 산화물 분산 강화(Oxide Dispersion Strengthened, ODS) Alloy 625 합금 시편에 대한 주사전자현미경(SEM) 사진이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0018] 본 발명을 설명함에 있어서 관련된 공지 기능 또는 구성에 대한 구체적인 설명이 본 발명의 요지를 불필요하게

흐릴 수 있다고 판단되는 경우에는 그 상세한 설명을 생략할 것이다.

[0019] 본 발명의 개념에 따른 실시 예는 다양한 변경을 가할 수 있고 여러 가지 형태를 가질 수 있으므로 특정 실시 예들을 도면에 예시하고 본 명세서 또는 출원에 상세하게 설명하고자 한다. 그러나 이는 본 발명의 개념에 따른 실시 예를 특정한 개시 형태에 대해 한정하려는 것이 아니며, 본 발명의 사상 및 기술 범위에 포함되는 모든 변경, 균등물 내지 대체물을 포함하는 것으로 이해되어야 한다.

[0020] 본 명세서에서 사용한 용어는 단지 특정한 실시 예를 설명하기 위해 사용된 것으로, 본 발명을 한정하려는 의도가 아니다. 단수의 표현은 문맥상 명백하게 다르게 뜻하지 않는 한, 복수의 표현을 포함한다. 본 명세서에서, "포함하다" 또는 "가지다" 등의 용어는 설시된 특징, 숫자, 단계, 동작, 구성요소, 부분품 또는 이들을 조합한 것이 존재함을 지정하려는 것이지, 하나 또는 그 이상의 다른 특징들이나 숫자, 단계, 동작, 구성요소, 부분품 또는 이들을 조합한 것들의 존재 또는 부가 가능성을 미리 배제하지 않는 것으로 이해되어야 한다.

[0021] 이하, 본 발명을 상세히 설명하도록 한다.

[0022] 니오븀을 함유한 니켈기 초내열합금은 용해도가 적고 상대적으로 크기가 큰 니오븀이 적층제조 중 상당량 미세편석으로 나타나게 된다. 이때, 이러한 니오븀은 합금 강화에 주요한 영향을 미치는 NbC와 γ″ 상 형성의 주원소이며, 두 가지 상의 형성이 합금의 강도에 큰 영향을 미치게 된다. 하지만 이 두 가지 상 또한 석출 조건에 맞는 특정 온도에서 장시간 열처리 후 석출하게 되며, 또한 고온에서 장시간 노출 시 용해되거나 혹은 성장하여 합금의 기계적 특성을 잃게 된다.

[0023] 이러한 현상을 보완하고자 고온에서 상변화 및 크기 성장이 거의 없는 미세한 크기의 산화물을 균일하게 분포하여 기계적 특성을 장시간 유지하기 위한 산화물 분산 강화 합금이 개발되었다.

[0024] 본 발명은 산화물 분산 강화 합금을 적층 가공법을 이용해 제조하되, 합금 분말에 산화물 분말을 혼합한 후 적층 가공을 실시해 합금을 제조하는 종래 기술과 달리 특정 수치 범위의 산소 함량을 가지는 합금 분말을 이용해 적층 가공의 주요 공정 변수를 제어하여, 고온 열노출에도 상변화와 크기 성장이 이루어지지 않는 안정적이고 미세한 크기의 산화물이 균일하게 분포된 산화물 분산 강화형 니켈기 초내열합금을 제조하는 것을 특징으로 한다.

[0025] 구체적으로, 본 발명은 산소 0.005 ~ 0.015 wt%를 포함하는 니오븀(Nb) 함유 니켈기 초내열합금 분말을 원료로 적층 가공(additive manufacturing, AM)을 실시해 합금 기지에 금속 산화물을 도입시킴으로써 산화물 분산 강화형 니오븀 함유 니켈기 초내열합금을 제조하는 것을 특징으로 한다.

[0026] 상기 적층 가공은 공지의 다양한 적층 가공 방식 중에서 파우더 챔버 내에서 높은 열에너지원(레이저 혹은 전자빔)을 이용하여 선택적으로 용해시켜 형상을 제조하는 분말 적층 용융 방식(Powder Bed Fusion, PBF)에 의해 이루어지는 것이 바람직하며, 더욱 바람직하게는 PBF 방식 중에서도 선택적 레이저 용융법(Selective Laser Melting, SLM)을 이용할 수 있다.

[0027] 선택적 레이저 용융법(SLM)을 이용해 본 발명에 따른 산화물 분산 강화형 니오븀 함유 니켈기 초내열합금의 제조방법을 구현할 경우, 아르곤 보호 가스(shield gas) 유속 0.02 ~ 0.05 l/s; 레이저 파워 250 ~ 300 W; 레이저 스캔속도 650 ~ 850 mm/s; 및 분말 적층 두께 40 ~ 60 ㎛의 공정 조건으로, 분말 내의 산소 함유량이 0.005~0.015 wt%인 니오븀(Nb) 함유 니켈기 초내열합금 분말을 가공해 산화물 분산 강화형 니오븀 함유 니켈기 초내열합금을 제조하는 것이 바람직하다.

[0028] 상기 합금 분말 내 존재하는 산소는 레이저에 의해 용융될 때, 용융지(melt pool)와 반응하여 산화물을 생성하게 되는데, 분말 내 산소 함유량이 0.005 wt% 미만일 경우에는 미세 산화물이 충분히 생성하지 않고, 0.015 wt%를 초과할 경우에는 크기 1 ㎛ 이상의 조대한 산화물이 생성되고 일부는 고용되어 파괴 인성에 해로운 영향을 미치므로, 본 발명에서는 상기와 같이 니오븀(Nb) 함유 니켈기 초내열합금 분말 내의 산소 함유량을 0.005~0.015 wt%으로 한정한다.

[0029] 또한, 아르곤 가스는 레이저에 의해 분말들을 용융시, 용융지(melt pool)를 대기로부터 보호하기 위해 통상 사용한다. 만일 아르곤 보호가스를 사용하지 않는다면 대기로부터 산소, 질소, 수소 등이 용융지에 다량 침입하여 응고할 때 조대한 산화물, 질화물, 수소화물이 생성될 뿐만 아니라, 이들의 생성에 기인한 수축으로 기공 역시 다량 발생한다. 따라서, 통상 선택적 레이저 용융(SLM) 방법을 이용하여 적층제조시 아르곤 보호가스 유속은 0.02 ~ 0.05 l/s 범위를 사용한다. 본 발명에서는 아르곤 가스의 유속이 0.02 ~ 0.05 l/s 범위 내에 존재해야 미세 산화물이 형성함을 확인하였다. 유속이 0.02 l/s 미만일 경우 기공이 다량 발생하여 건전한 적층 조형물을

얻을 수 없으며, 대기로부터 산소가 용융지에 다량 침입하여 응고할 때 크기 1 ㎛ 이상의 조대한 산화물이 생성되어 파괴 인성에 해로운 영향을 미친다. 반면, 유속이 0.05 l/s를 초과할 경우 아르곤 가스의 용융지 보호 능력이 강해져 산소의 침입이 어려워 미세 산화물이 충분히 생성되지 않는다. 따라서, 본 발명에서는 상기와 같이 선택적 레이저 용융법(SLM)의 공정 변수 중 아르곤 보호가스 유속을 0.02 ~ 0.05 l/s로 한정한다.

[0030] 상기 본 발명에 따른 제조방법에 의해 제조된 산화물 분산 강화형 니오븀 함유 니켈기 초내열합금은, 적층 가공을 통해 합금 내에 도입된 산화물이 합금 내부에서 전위와 서로 상호작용하여 산화물 분산 강화 효과를 최대화할 수 있도록 10~100 nm의 크기의 금속 산화물 입자를 합금 단위 면적(μm^2)당 2개 이상 포함하는 것이 바람직하다.

[0031] 한편, 선택적 레이저 용융법(SLM)은 불활성 분위기에서 베드(bed) 위의 금속분말의 얇은 층을 용해하기 위하여 고체 상태에서 고밀도 레이저 프로브를 사용하고, 급속한 냉각에 의해서 전형적으로 가파른 온도기울기가 형성되어 불균일 미세조직이 부상하게 된다. 따라서, 필요에 따라 상기 제조방법에 따라 제조된 산화물 분산 강화형 니오븀 함유 니켈기 초내열합금의 잔류응력을 제거하기 부가적으로 후공정의 열처리를 실시할 수 있다.

[0032] 상기 후공정 열처리의 일례로서, (a) 전술한 적층 가공을 통해 제조된 산화물 분산 강화형 니오븀 함유 니켈기 초내열합금을 1250 ~ 1300℃에서 5분 이상 용체화 처리를 하는 단계; (b) 상기 용체화 처리를 한 후, 곧바로 시효처리를 위한 800 ~ 900℃까지 1 ~ 10℃/분의 냉각속도로 서냉하는 단계; (c) 상기 서냉하는 단계 후에 800 ~ 900℃에서 5분 ~ 10시간 동안 유지하여 시효처리를 하는 단계; 및 (d) 상기 시효처리 후에 공냉하는 단계로 이루어지는 열처리를 들 수 있으나, 반드시 이로 제한되는 것은 아니다.

[0033] 전술한 본 발명에 따른 산화물 분산 강화형 니오븀 함유 니켈기 초내열합금의 제조방법에 의하면 적층제조를 통해 제작한 니오븀 함유 니켈기 초내열합금의 기본적인 특성은 그대로 유지한 채 결정립 내부에 약 10~100 nm 크기의 산화물을 도입하여 산화물 분산 강화 효과를 부여함으로써 700℃ 이상의 고온에서 장시간 노출되는 환경에서도 상변화나 크기 성장 없이 미세한 크기를 유지하여 크리프, 피로 등의 결정립 내부 균열 생성에 대해 높은 저항성을 가지는 고온 기계적 특성이 향상된 합금을 종래 기술에 비해 손쉽고 경제적으로 제조할 수 있다.

[0034] 이하, 실시 예를 들어 본 발명에 대해 보다 상세하게 설명하기로 한다.

[0035] 본 명세서에 따른 실시 예들은 여러 가지 다른 형태로 변형될 수 있으며, 본 명세서의 범위가 아래에서 상술하는 실시 예들에 한정되는 것으로 해석되지 않는다. 본 명세서의 실시 예들은 당업계에서 평균적인 지식을 가진 자에게 본 명세서를 보다 완전하게 설명하기 위해 제공되는 것이다.

[0036] **<실시예>**

[0037] 분말 내의 산소 함유량 0.013 wt%인 Alloy 625 (Ni-21.5Cr-2.5Fe-9Mo-3.5Nb-0.2Ti-0.2Al-0.06C) 분말에 대해, 아르곤 보호 가스(shield gas) 유속 0.03 l/s, 레이저 파워 275 W, 레이저 스캔속도 760 mm/s, 분말 적층 두께 50 ㎛로 선택적 레이저 용융법(SLM)을 실시해 산화물 분산 강화형 니켈기 초내열합금 시편을 제조하였다.

[0038] 이어서, 상기 산화물 분산 강화형 니켈기 초내열합금 시편의 용체화 처리를 위하여 고온영역인 1250 ~ 1300℃에서 용체화 처리시간(5분 이상)을 유지했다. 그 후, 시효처리 온도(800 ~ 900℃)인 중온영역까지 1 ~ 10℃/분의 속도로 서냉했다. 이어서, 시효처리 온도인 800 ~ 900℃에서 시효처리 시간(5분 이상)을 유지한 후, 공냉하여 열처리를 완료했다.

[0039] 도 1은 본원 실시예에서 선택적 레이저 용융법(SLM)으로 제조된 산화물 분산 강화(Oxide Dispersion Strengthened, ODS) Alloy 625 합금 시편에 대한 주사전자현미경(SEM) 사진으로서, 도 1에 따르면열처리까지 마친 산화물 분산 강화형 니켈기 초내열합금에 약 50 nm 크기의 산화물이 균일하게 분산되어 있는 것을 확인할 수 있었다.

[0040] 본 발명은 상기 실시예들에 한정되는 것이 아니라 서로 다른 다양한 형태로 제조될 수 있으며, 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자는 본 발명의 기술적 사상이나 필수적인 특징을 변경하지 않고서 다른 구체적인 형태로 실시될 수 있다는 것을 이해할 수 있을 것이다. 그러므로 이상에서 기술한 실시예들은 모든 면에서 예시적인 것이며 한정적이 아닌 것으로 이해해야만 한다.

도면

도면1

