

**(19) 대한민국특허청(KR)**
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2022-0115420

(43) 공개일자 2022년08월17일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

C22F 1/10 (2006.01) *B22F 3/105* (2006.01)*C21D 9/50* (2006.01) *C22C 19/03* (2006.01)

(52) CPC특허분류

C22F 1/10 (2013.01)*B22F 3/105* (2013.01)

(21) 출원번호 10-2021-0019422

(22) 출원일자 2021년02월10일

심사청구일자 2021년02월10일

(71) 출원인

창원대학교 산학협력단

경상남도 창원시 의창구 창원대학교 20(퇴촌동)

(72) 발명자

홍현욱

경상남도 창원시 성산구 원이대로 495, 213동
1202호(반림동, 트리비아아파트)

김태영

경상남도 창원시 마산회원구 내서읍 호원로
186-1, 106동 103호(현대아파트)

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

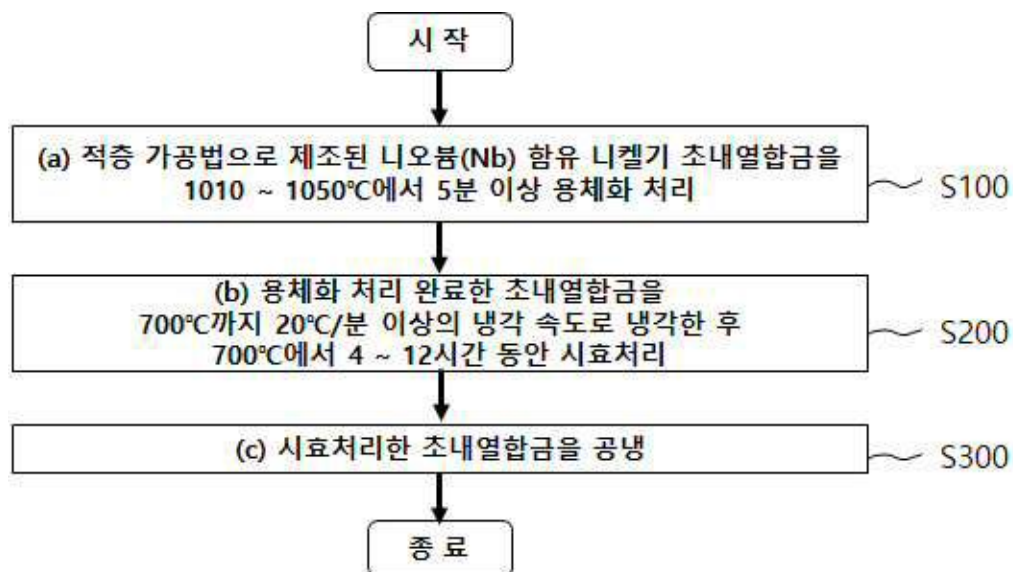
김정수

전체 청구항 수 : 총 5 항

(54) 발명의 명칭 적층제조된 초내열합금의 강도 및 연성 향상을 위한 열처리 방법

(57) 요약

본 발명은 적층 가공법(additive manufacturing, AM)으로 제조된 니오븀(Nb) 함유 니켈기 초내열합금을 1010 ~ 1050℃에서 5분 이상 용체화 처리하는 단계, (b) 상기 니오븀(Nb) 함유 니켈기 초내열합금을 700℃까지 20℃/분 이상으로 냉각한 후, 700℃에서 4 ~ 12시간 동안 유지해 시효처리 하는 단계, 및 (c) 상기 니오븀(Nb) 함유 니켈기 초내열합금을 공냉하는 단계를 포함하는, 적층 가공법으로 제조된 니켈기 초내열합금의 강도 및 연성 향상을 위한 열처리 방법 및 이에 의해 열처리된 니켈기 초내열합금에 관한 것이다.

대표도 - 도1

(52) CPC특허분류

C21D 9/50 (2013.01)

C22C 19/03 (2013.01)

이지원

경상남도 창원시 의창구 우곡로15번길 31-1(명서동)

(72) 발명자

김치원

경상남도 김해시 진례면 진례로84번길 34-35

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	1711113639
과제번호	2020-0122
부처명	과학기술정보통신부
과제관리(전문)기관명	한국연구재단
연구사업명	선도연구센터(ERC) 메카트로닉스융합부품소재
연구과제명	메카트로닉스융합부품소재 연구센터
기 여 율	1/2
과제수행기관명	창원대학교
연구기간	2018.09.01 ~ 2021.08.31

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	1711115494
과제번호	2020-0100
부처명	과학기술정보통신부
과제관리(전문)기관명	한국연구재단
연구사업명	신진중견연계
연구과제명	3D 프린팅 맞춤형 초내열합금설계와 결정립계제어 패키지 기술개발
기 여 율	1/2
과제수행기관명	창원대학교
연구기간	2020.03.01 ~ 2023.02.28

명세서

청구범위

청구항 1

(a) 적층 가공법(additive manufacturing, AM)으로 제조된 니오븀(Nb) 함유 니켈기 초내열합금을 1010 ~ 1050℃에서 5분 이상 용체화 처리하는 단계;

(b) 상기 니오븀(Nb) 함유 니켈기 초내열합금을 700℃까지 20℃/분 이상으로 냉각한 후, 700℃에서 4 ~ 12시간 동안 유지해 시효처리 하는 단계; 및

(c) 상기 니오븀(Nb) 함유 니켈기 초내열합금을 공냉하는 단계;를 포함하는,

적층 가공법으로 제조된 니켈기 초내열합금의 강도 및 연성 향상을 위한 열처리 방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 적층 가공법으로 제조된 니오븀(Nb) 함유 니켈기 초내열합금은 분말 적층 용융 방식(Powder Bed Fusion, PBF)을 이용해 제조하는 것을 특징으로 하는,

적층 가공법으로 제조된 니켈기 초내열합금의 강도 및 연성 향상을 위한 열처리 방법.

청구항 3

제2항에 있어서,

상기 적층 가공법으로 제조된 니오븀(Nb) 함유 니켈기 초내열합금은 고에너지 직접 조사 방식(Direct Energy Deposition, DED)으로 제조된 것을 특징으로 하는,

적층 가공법으로 제조된 니켈기 초내열합금의 강도 및 연성 향상을 위한 열처리 방법.

청구항 4

제1항에 있어서,

(a) 레이저 용융법(Selective Laser Melting, SLM)으로 제조된 Alloy 625 (Ni-21.5Cr-2.5Fe-9Mo-3.5Nb-0.2Ti-0.2Al-0.06C) 합금을 1038℃에서 1시간 동안 용체화 처리하는 단계;

(b) 상기 용체화 처리한 Alloy 625 합금을 700℃까지 25℃/분으로 냉각한 후, 700℃에서 6시간 동안 유지해 시효처리 하는 단계; 및

(c) 상기 니오븀(Nb) 함유 니켈기 초내열합금을 공냉하는 단계;를 포함하는,

적층 가공법으로 제조된 니켈기 초내열합금의 강도 및 연성 향상을 위한 열처리 방법.

청구항 5

제1항 내지 제4항 중 어느 한 항에 기재된 방법에 따라 열처리된 니켈기 초내열합금.

발명의 설명

기술 분야

[0001]

본 발명은 적층 가공(additive manufacturing, AM)을 통해 제조된 니켈기 초내열합금의 강도와 연성을 향상시키기 위한 열처리 방법 및 이에 의해 열처리된 니켈기 초내열합금에 대한 것이다.

배경 기술

[0002]

항공/방산 분야 등에서 고온용 부품의 소재로 사용되는 니켈기 초내열합금인 Alloy 625 (Ni-21.5Cr-2.5Fe-9Mo-

3.5Nb-0.2Ti-0.2Al-0.06C)의 경우 4차 산업 혁명에 발맞추어 3D 프린팅을 이용한 적층제조가 활발히 적용되고 있다.

[0003] 이때, 적층제조된 니켈기 초내열합금의 경우 열변형에 의해 잔류응력이 과다하게 축적되며 특정 결정학적 방향으로 배향되는 미세조직이 나타나므로 기계적 특성에 있어 취약한 경향을 보인다. 아울러, 높은 밀도의 전위와 편석들도 잔존하기 때문에 후속 열처리를 통해 미세조직 안정화를 통한 기계적 특성의 건전성 확보가 요구된다.

[0004] 하지만, 적층제조를 통해 제작된 초내열합금의 경우 적정 미세조직 및 물성치 달성을 위한 열처리 조건이 확립되어 있지 않아 통상의 제조방법(주조 후 압연 혹은 단조)에 의해 제조된 초내열합금에 사용되는 표준 열처리 조건들을 사실상 그대로 적용하고 있는 실정이다.

[0005] 따라서, 적층제조된 초내열합금에 대해 경제적이면서 강도와 연성을 함께 향상시킬 수 있는 최적 열처리 방법의 개발이 요구되고 있다.

선행기술문헌

특허문헌

[0006] (특허문헌 0001) 미국 공개특허 제2016-0138400호 (공개일: 2016. 05. 19.)

(특허문헌 0002) 한국 공개특허 제10-2015-0116632호 (공개일: 2015. 10. 16.)

발명의 내용

해결하려는 과제

[0007] 본 발명이 해결하고자 하는 기술적 과제는, 초내열합금의 적층제조 품질 안정화에 기여하기 위해, 적층제조된 니켈기 초내열합금에 안정한 미세조직 및 우수한 강도와 연성을 부여할 수 있는 맞춤형 후속 열처리 방법 및 이에 의해 열처리된 니켈기 초내열합금을 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0008] 상기 기술적 과제를 달성하기 위해, 본 발명은 (a) 적층 가공법(additive manufacturing, AM)으로 제조된 니오븀(Nb) 함유 니켈기 초내열합금을 1010 ~ 1050℃에서 5분 이상 용체화 처리하는 단계, (b) 상기 니오븀(Nb) 함유 니켈기 초내열합금을 700℃까지 20℃/분 이상으로 냉각한 후, 700℃에서 4 ~ 12시간 동안 유지해 시효처리하는 단계, 및 (c) 상기 니오븀(Nb) 함유 니켈기 초내열합금을 공냉하는 단계를 포함하는, 적층 가공법으로 제조된 니켈기 초내열합금의 강도 및 연성 향상을 위한 열처리 방법을 제안한다.

[0009] 또한, 상기 적층 가공법으로 제조된 니오븀(Nb) 함유 니켈기 초내열합금은 분말 적층 용융 방식(Powder Bed Fusion, PBF)을 이용해 제조하는 것을 특징으로 하는 적층 가공법으로 제조된 니켈기 초내열합금의 열처리 방법을 제안한다.

[0010] 또한, 상기 적층 가공법으로 제조된 니오븀(Nb) 함유 니켈기 초내열합금은 고에너지 직접 조사 방식(Direct Energy Deposition, DED)으로 제조된 것을 특징으로 하는 적층 가공법으로 제조된 니켈기 초내열합금의 열처리 방법을 제안한다.

[0011] 또한, 본 발명에 따른 니켈기 초내열합금의 열처리 방법의 바람직한 일례로서, (a) 레이저 용융법(Selective Laser Melting, SLM)으로 제조된 Alloy 625 (Ni-21.5Cr-2.5Fe-9Mo-3.5Nb-0.2Ti-0.2Al-0.06C) 합금을 1038℃에서 1시간 동안 용체화 처리하는 단계, (b) 상기 용체화 처리한 Alloy 625 합금을 700℃까지 25℃/분으로 냉각한 후, 700℃에서 6시간 동안 유지해 시효처리하는 단계, 및 (c) 상기 니오븀(Nb) 함유 니켈기 초내열합금을 공냉하는 단계를 포함하는, 적층 가공법으로 제조된 니켈기 초내열합금의 강도 및 연성 향상을 위한 열처리 방법을 제안한다.

[0012] 그리고, 본 발명은 발명의 다른 측면에서 상기 방법에 따라 열처리된 니켈기 초내열합금을 제안한다.

발명의 효과

[0013] 본 발명에 따른 적층제조된 니켈기 초내열합금을 대상으로 하는 후속 열처리 방법은, 적층제조된 Alloy 625 합

금의 강도와 연성을 동시에 향상시킬 수 있을 뿐만 아니라, 용체화 처리 직후 일정 값 이상의 냉각 속도로 특정 온도까지 냉각한 후 해당 온도에서 시효처리를 실시함으로써 열처리 공정의 경제성도 확보할 수 있다.

도면의 간단한 설명

도 1은 본 발명에 따른 열처리 방법의 각 단계를 순차적으로 도시한 공정 흐름도이다.

도 2는 본 발명에 따른 열처리 방법의 경로를 보여주는 모식도이다.

도 3a는 본원 실시예에서 용체화 처리한 Alloy 625 합금의 주사전자현미경(SEM) 이미지이다.

도 3b는 본원 실시예에서 용체화 처리한 Alloy 625 합금의 전자후방산란회절(EBSD) 이미지이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

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.

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.

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 실시된 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.

이하, 본 발명을 상세히 설명하도록 한다.

도 1은 본 발명에 따른 적층제조된 초내열합금의 강도 및 연성 향상을 위한 열처리 방법의 각 단계를 순차적으로 도시한 공정 흐름도이고, 도 2는 본 발명에 따른 적층제조된 초내열합금의 강도 및 연성 향상을 위한 열처리 방법을 보여주는 열처리 프로파일의 모식도이다.

도 1 및 도 2에 도시한 바와 같이, 본 발명에 따른 적층제조된 초내열합금의 강도 및 연성 향상을 위한 열처리 방법은 먼저 적층 가공법으로 제조된 Alloy 625 등의 니오븀(Nb) 함유 니켈기 초내열합금의 용체화 처리를 위하여 1010 ~ 1050℃에서 5분 이상 유지한다(S100).

이때, 상기 적층 가공법으로 제조된 니오븀(Nb) 함유 니켈기 초내열합금은 ASTM(American Society for Testing and Materials) F42 및 ISO TC261(Additive Manufacturing)에 정의된 고에너지 직접 조사 방식(Direct Energy Deposition, DED) 또는 분말 적층 용융 방식(Powder Bed Fusion, PBF) 등에 의해 제조된 것일 수 있다.

상기 DED 공법은 금속표면에 레이저를 조사하여 국부적으로 용해된 Pool을 구성함과 동시에 금속 분말을 공급하여 형상을 제조하는 공법(DMD, MMAAM, AFS, LENS, EBF 등)이며, 상기 PBF 공법은 파우더 챔버 내에서 높은 열에너지원(레이저 혹은 전자빔)을 이용하여 선택적으로 용해시켜 형상을 제조하는 공법(SLM, EBM 등)이다.

SLM 등의 적층 가공법을 통하여 제작된 Alloy 625 합금 등의 니켈기 초내열 합금은 적층 가공 공정 중 발생하는 반복되는 급열 급냉에 의한 과도한 잔류응력과 편석, 높은 전위밀도와 더불어 특정 방향으로 배향된 columnar 결정립 조직들로 인하여 단련재(wrought product)와 대비해 상당히 낮은 연신율을 나타낸다.

이에, 본 단계 (a)에서는 1010 ~ 1050℃에서 5분 이상 용체화 열처리를 실시해 합금에 재결정을 발생시킴으로써, 적층 가공 중에 합금에 발생한 편석을 없애고 균일한 미세구조 유도한다.

본 단계 (a)에서 상기 용체화 처리 온도를 1010~1050℃로 한정하는 이유는, 용체화 처리 온도가 1050℃를 초과할 경우에는 열처리 온도 상승에 따른 추가 실익이 없고 오히려 결정립 조대화가 심해져 열처리된 합금의 기계적 특성을 저하시킬 우려가 있으며, 용체화 처리 온도가 1010℃ 미만일 경우에는 재결정이 발생하지 않고, 방향성이 매우 강한(textured) columnar 결정립 조직이 적층 제조 이후 그대로 유지되어 기계적 특성이 크게

저하되고, 이방성(anisotropy)이 존재할 우려가 있기 때문이다.

[0026] 한편, 본 단계 (a)에서 용체화 처리시간은 적층 가공법에 의해 제조된 합금 중에서 탄화물을 충분히 용해하고 편석대를 제거하며, 아울러 결정립 성장이 적절히 발생하여 취약한 결정립계 면적을 줄일 수 있을 정도를 요구하며, 바람직하게는 5분 이상일 수 있다.

[0027] 다음으로, 본 발명에 따른 열처리 방법의 상기 단계 (b)에서는 이전 단계에서 용체화 처리한 니켈기 초내열합금을 시효처리하기 위해 용체화 처리 온도로부터 700℃까지 20℃/분 이상의 냉각속도로 냉각한 후, 700℃에서 4 ~ 12시간 동안 유지해 시효처리를 수행한다(S200).

[0028] 이때, 상기 단계(a)에서 용체화 처리 완료 후에 상온으로 냉각하지 않고 용체화 처리 온도로부터 곧바로 700℃로 냉각한 후 시효 처리를 실시함으로써 공정의 경제성을 도모할 수 있다.

[0029] 본 단계 (b)에서는 700℃에서 4 ~ 12시간 동안 시효처리를 실시함으로써 니켈기 초내열합금에 강화상 γ'' (Ni₃Nb) 및 미세 탄화물을 석출시켜 합금의 강도 향상을 꾀할 수 있으며, 시효처리 온도인 700℃까지 20℃/min 이상의 냉각속도로 냉각시킴으로써 냉각 중 발생할 수 있는 결정립 및 γ'' 강화상의 조대화 방지할 수 있다.

[0030] 마지막으로, 본 발명에 따른 열처리 방법의 상기 단계 (c)에서는 상기 시효처리된 니오븀(Nb) 함유 니켈기 초내열합금을 공냉(약 100℃/분)하여 열처리를 종결한다(S300).

[0031] 시효처리 후 공냉을 해야 하는 이유는 적층 가공 중 발생한 잔류응력이 열처리 후에도 다 해소되지 못하였기 때문에 수냉을 하게 될 경우, 샘플의 변형이 발생하며, 로냉을 하게 될 경우 계속해서 진행되는 열처리 효과에 의하여 탄화물의 조대화가 발생하기 때문이다.

[0032] 전술한 본 발명에 따른 적층제조된 니켈기 초내열합금을 대상으로 하는 후속 열처리 방법은, 적층제조된 Alloy 625 합금의 강도와 연성을 동시에 향상시킬 수 있을 뿐만 아니라, 용체화 처리 직후 일정 값 이상의 냉각 속도로 특정 온도까지 냉각한 후 해당 온도에서 시효처리를 실시함으로써 열처리 공정의 경제성도 확보할 수 있다.

[0033] 이하, 실시예를 들어 본 발명에 대해 보다 상세하게 설명하기로 한다.

[0034] 본 명세서에 따른 실시예들은 여러 가지 다른 형태로 변형될 수 있으며, 본 명세서의 범위가 아래에서 상술하는 실시예들에 한정되는 것으로 해석되지 않는다. 본 명세서의 실시예들은 당업계에서 평균적인 지식을 가진 자에게 본 명세서를 보다 완전하게 설명하기 위해 제공되는 것이다.

[0035] <실시예>

[0036] 레이저 용융법(Selective Laser Meling, SLM)으로 제조한 Alloy 625 시편에 대해 아래 표 1에 기재된 열처리 조건에 따라 용체화 처리만을 실시하거나(비교예) 용체화 처리 및 시효처리를 실시했다(실시예).

[0037] < 표 1 >

구분	적층제조 후 열처리법			항복강도 (YS)	인장강도 (UTS)	연신율 (EL)
	용체화 조건 (온도/시간)	시효처리 온도(700℃)까지의 냉각속도	시효처리 조건 (온도/시간)			
실시예	1038℃ / 1hr	25℃/min	700℃ / 6hr	450 MPa	914 MPa	64%
비교예	1038℃ / 1hr	-	-	419 MPa	849 MPa	52%

[0039] 참고로, 본 실시예에서 최적의 용체화 처리 조건을 확립하기 위해 앞서 후보 조건은 870~1207℃ 수준의 온도 범위로 설정하였다. 상기 온도 범위에서 온도별 열처리를 실시한 결과, 1000℃ 이상의 온도에서 재결정이 발생하는 것으로 확인되며, 그 이상의 온도에서는 모두 동일한 경향으로 나타나는 것으로 확인되었다. 따라서, 효율성을 고려했을 때 1038℃/1hr 열처리 시 잔류응력 해소와 균질화 및 재결정 효과를 동시에 확보할 수 있을 것으로 기대되어 1038℃/1hr를 용체화 처리에 대한 최종 조건으로 선택하였다.

[0040] 도 3a는 용체화 처리한 Alloy 625 시편의 주사전자현미경(SEM) 이미지로서, 이를 참조하면 용체화 처리를 통해 합금 내에 전체적으로 균일하게 재결정이 발생한 것을 확인할 수 있다.

[0041] 또한, 도 3b는 용체화 처리한 Alloy 625 시편의 전자후방산란회절(electron backscatter diffraction, EBSD) 이미지로서, 도 3b를 통해서도 합금 시편 내에 재결정이 고르게 잘 발생한 것을 확인할 수 있으며, 재결정된 결정립의 평균 크기(average grain size, AGS)는 27 μ m임을 확인할 수 있다.

[0042] 상기 표 1에 기재된 바와 같이, 1038℃/1hr 조건에서 용체화 처리만 실시한 시편(비교예)의 경우 인장 강도가

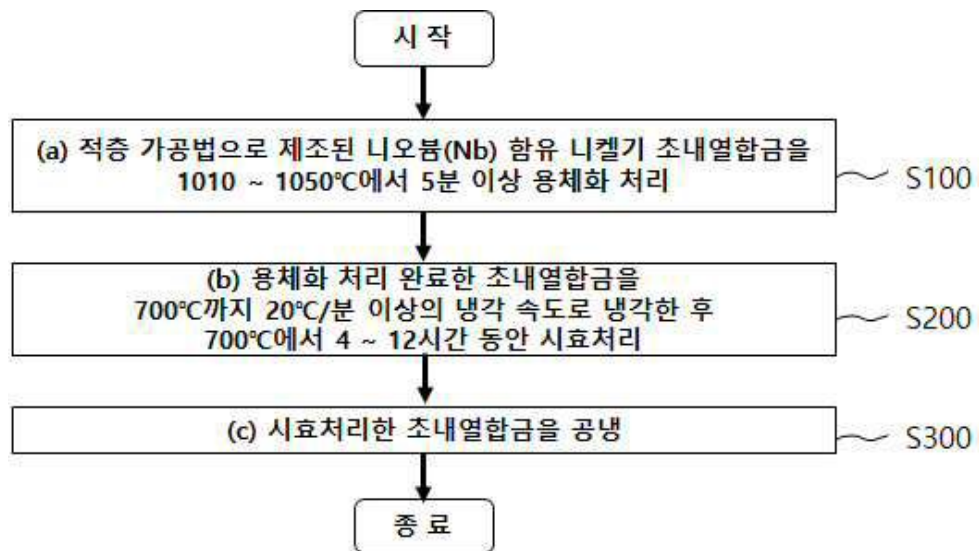
목표 기준 조건인 890MPa에 크게 못 미치는 849MPa인 것으로 확인되었는데, 이는 고온 열처리에 의한 강화상 γ'' 및 미세 탄화물의 용해로 인한 결과이다.

[0043]

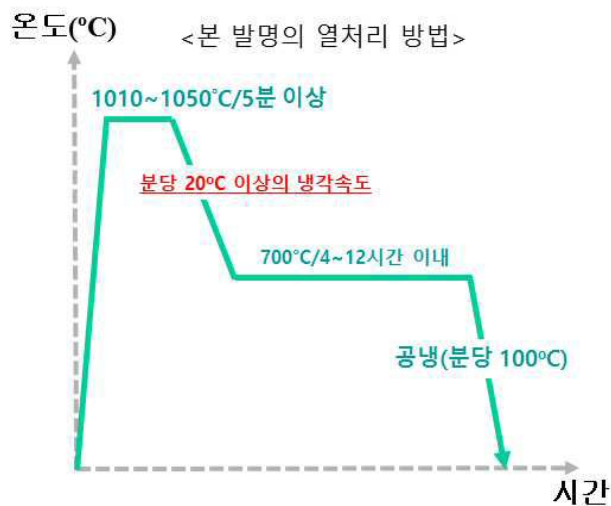
반면, 주강화상 γ'' 및 미세 탄화물의 석출 유도를 위해 용체화 처리 후 추가적으로 700℃에서 6시간 동안 시효 열처리를 실시한 시편(실시예)은 표 1에 기재된 바와 같이 914MPa로 크게 향상된 인장 강도를 나타냈으며, 연신율 또한 두드러지게 향상된 것으로 확인되었다.

도면

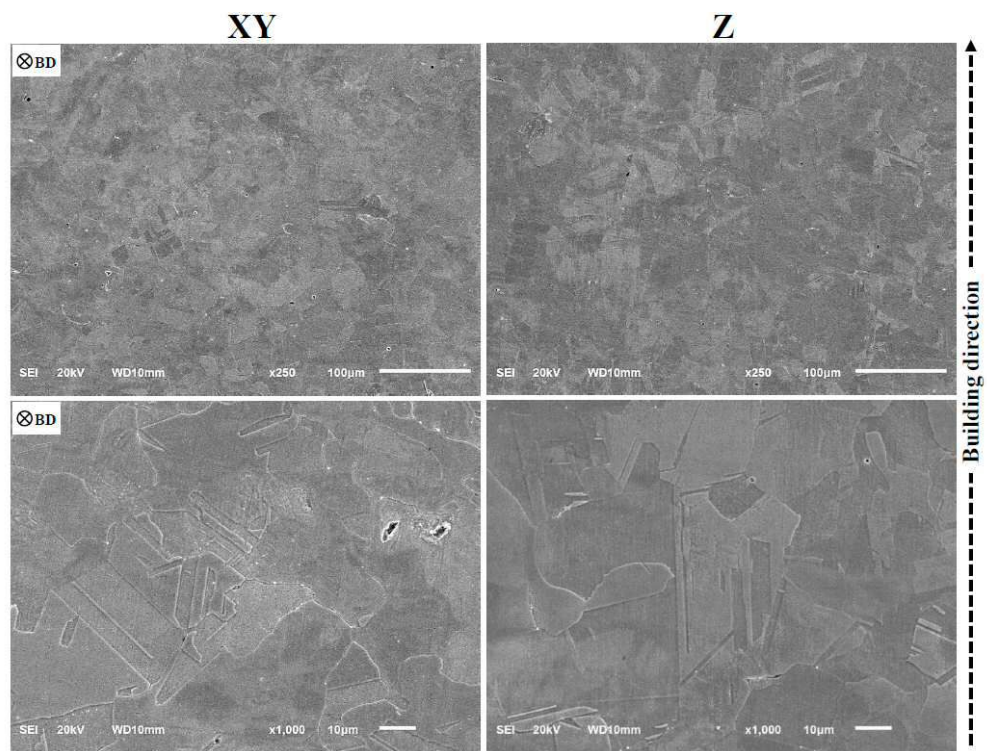
도면1



도면2



도면3a



도면3b

