

Inconel 617의 고온열화에 따른 미세구조 및 고온 기계적 특성

조태선 · 이승호 · 김길수 · 김세훈 · 김영도[†]
한양대학교 신소재공학과

Effect of High Temperature Degradation on Microstructure and High Temperature Mechanical Properties of Inconel 617

Tae Sun Jo, Seungho Lee, Gil-Su Kim, Se-Hoon Kim and Young Do Kim[†]

Division of Materials Science and Engineering, Hanyang University, Seoul 133-791, Korea

(2007년 4월 4일 받음, 2007년 5월 9일 최종수정본 받음)

Abstract Inconel 617 is a candidate tube material for high temperature gas-cooled reactors (HTGR). The microstructure and mechanical properties of Inconel 617 were studied after exposure at high temperature (1050°C). The dominant oxide layer was Cr-oxide. The internal oxide and Cr-depleted region were observed below the Cr-oxide layer. The depth of Cr-depleted zone and internal oxide increased with exposure time. The major phases of carbides are $M_{23}C_6$ and M_6C . The composition of $M_{23}C_6$ and M_6C were determined to be Cr-rich and Mo-rich, respectively. M_6C carbide is more stable than $M_{23}C_6$ at high temperature. From the results of high temperature compression test, there were no significant changes in hardness and yield strength upon increasing exposure time.

Key words Inconel 617, Degradation, Compression test, Oxidation behavior.

1. 서 론

니켈기 초내열합금은 원자력 발전설비의 열교환기용 재료를 비롯한 발전용 가스터빈, 제트엔진, 화학공장용 튜브 및 파이프재료 등 고온 기계강도 및 고온 내식성을 요구하는 각종 부품재에 광범위하게 이용되고 있다. Inconel 617은 수소생산용 초고온 가스 냉각로 (HTGR)의 열교환기 (IHX) 등의 고온배관용 재료에 사용이 가능한 후보재료로 알려져 있다.¹⁾ 이는 니켈 기지상에 Cr, Mo, W 등의 첨가물에 의한 고용 강화된 단일 오스테나이트 결정 구조를 가지며, 고온에서 높은 강도를 유지할 수 있고, 동시에 크립저항성과 내부식성 및 내산화성이 우수하다.²⁾ 열교환기 등의 고온 배관용 재료는 950°C 이상의 고온과 약 8 MPa의 압력 하에서 가동된다. 이는 고온에서 장시간 노출이나 반복적인 열적 이력을 겪음으로 인해 미세조직에 영향을 주게 되며, 이러한 영향들은 합금의 고온 기계적 특성에 영향을 미치게 되므로 재료의 내구한도를 결정하는 중요한 인자로 작용하게 된다.³⁻⁶⁾ 재료의 내구한도는 산화피막의 두께, 결함의 유무, 합금의 상변화 등에 따라 달라지므로 열화에 따른 재료의 미세조직 변화, 그리고 그에 따른 재료의 기계적 특성을 평가하는

것은 매우 중요하다. 이러한 니켈기 초내열합금의 경우 고온 열화가 재료에 미치는 영향을 관찰하기 위해 산화 거동 및 미세조직에 대한 연구가 보고되고 있다.⁷⁻¹⁰⁾

본 연구에서는 Inconel 617의 열화에 따른 재료의 미세조직 변화 및 그에 따른 기계적 특성변화를 관찰하기 위해서 air 분위기에서, 재료의 실제 가동온도보다 높은 1050°C의 가혹한 조건하에서 열화시험을 실시하였다. 열화한 시편은 표면산화물 분석 및 석출상의 형상을 관찰하였으며, 재료의 미세조직 변화에 따른 고온기계적 특성을 평가하기 위하여, 경도측정과 열화온도와 동일한 온도인 1050°C에서 고온압축시험을 수행하였다. 위와 같은 실험을 통하여 미세조직의 변화와 기계적 특성과의 상관관계를 평가하고자 한다.

2. 실험 방법

본 연구에서 사용된 Inconel 617의 조성을 Table 1에 나타내었다. 열화시편 및 고온압축시편은 각각 12 mm × 9 mm × 5 mm와 8φ × 12 mm의 크기로 준비하였으며, 시편은 1177°C에서 열처리한 상용판재이다. 이 시편은 1050°C에서 1000시간까지 열화시험을 실시하였다. 열화한 시편의 단면을 광학 및 주사전자현미경 관찰을 위해 HCl(100 ml) + C₂H₅OH(100 ml) + CuCl₂(5 g)의 용액에서

[†]Corresponding author
E-Mail : ydkim1@hanyang.ac.kr (Y. D. Kim)

Table 1. Chemical composition of Inconel 617.

Element	Ni	C	Fe	Si	Mn	Co	Cr	Ti	P	S	Mo	Al	B	Cu
Wt.%	Bal.	0.08	1.49	0.06	0.11	11.58	22.16	0.35	0.003	0.001	9.8	1.12	0.002	0.08

각각 10초, 30초 동안 화학 에칭을 실시하였다.¹⁾

열화에 의한 경도값 변화를 확인하기 위해 Rockwell B 경도를 측정하였다. 경도 측정은 산화막 형성의 영향이 미치지 않는 시험편의 중간부분을 측정하였으며, 각각 5회씩 측정하여 평균값으로 경도값을 나타내었다.

열화한 시편의 고온 기계적 특성은 고온압축 실험을 통하여 확인하였다. 고온압축 실험은 Gleeble 3200를 사용하였으며, 5×10^{-5} torr의 진공분위기에서 실시하였다. 압축시의 승온속도는 $10^\circ\text{C}/\text{s}$ 로 하였고, 시편이 균일하게 가열될 수 있도록 1050°C 에서 10초 동안 유지시킨 후 압축 변형하였다. 시편의 온도는 R-type 열전대에 의해 측정하였으며, $\pm 1^\circ\text{C}$ 범위 내로 시편온도를 유지시키면서 실험을 수행하였다. 변형조건은 열화온도와 동일한 온도인 1050°C 에서 변형속도는 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 로 30% 압축변형을 하였다. 압축 실험결과는 Gleeble 3200에서 자동으로 계산된 응력-변형곡선의 형태로 얻었다.

3. 결과 및 고찰

Fig. 1은 대기 중에서 1000시간까지 열화한 시편의 단면사진이다. 열화시간이 증가함에 따라 산화막의 두께가 증가될 것으로 판단되어 진다. 하지만 산화막과 기지조직간의 박리현상이 관찰되었으며, 이로 인하여 산화막의 정량적 증가는 확인할 수 없었다. 이러한 박리현상은 열화 후 상온으로 냉각시 조직간의 열팽창계수 차이에 의한 응력 때문에 발생하였다. 산화막 아래에는 내부 산화물이 형성되었으며, 열화시간에 따라 성장하였다.

고온 열화한 시편의 성분 분석을 하기 위해 Fig. 2에서는 24시간 동안 열화한 시편의 단면을 EDS 분석을 하였다. 시편 표면의 산화막은 대다수 Cr-oxide가 형성되었으며, 그 이외 소량의 Ti-oxide가 발견되었다. 이는 모재가 주로 Cr-oxide에 의해 보호되고 있음을 나타낸다. 이는 재료의 고온산화에 대한 저항을 증가시키는 것으로 알려져 있다.^{11,12)} 열화한 시편의 산화막 바로 아래영역에는 Cr 고갈 영역이 형성된 것으로 확인되었으며, 이 영역에서 입계를 따라 Al-oxide가 형성되었다. 열화시간에 따른 Cr 고갈영역과 내부산화물의 변화를 Fig. 3에 나타내었다. 고온 열화에 의한 산화막의 부피증가는 재료의 고용강화 원소인 Cr의 함량을 저하시키고, Cr의 고갈로 인해 적층 결함에너지가 증가하고 cross slip이 일어나기 쉬워짐으로써 재료의 기계적 특성에 영향을 미친다.¹¹⁾ 열화시간의 증가에 따른 Al-oxide가 입계를 따라 성장을 한다. 이러한 Al-oxide의 성장은 크랙 발생의 원

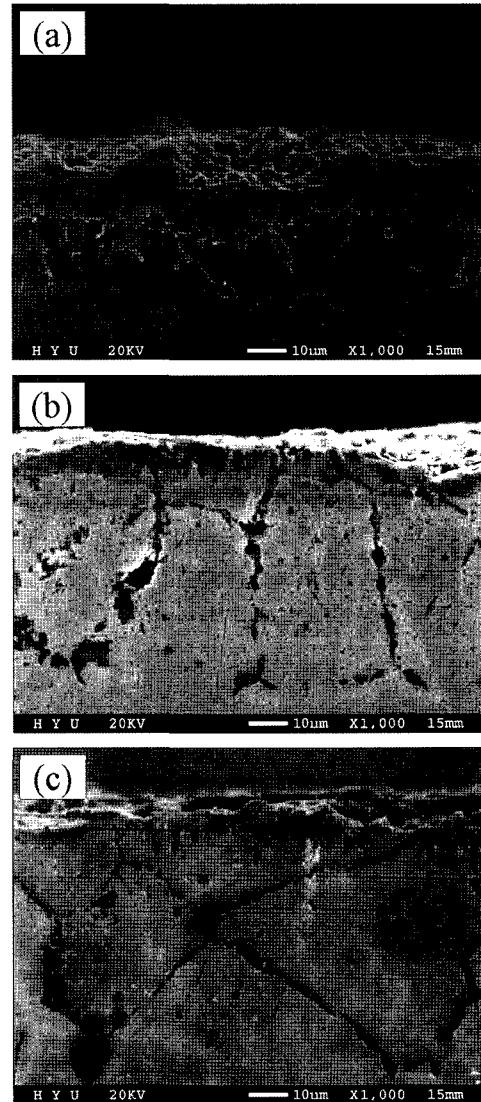


Fig. 1. SEM images of specimen exposed during (a) 120 h, (b) 480 h and (c) 1000 h in air.

인이 되며, 입계를 따라 전파된다.¹³⁾

Fig. 4은 열화 시편의 단면을 광학현미경으로 관찰한 사진이다. Inconel 617의 주된 안정상은 다양한 형태와 크기로 M_{23}C_6 (Cr-rich)와 M_6C (Mo-rich)가 입계와 입내에서 석출되어 있는 것을 확인할 수 있었다.¹⁾ 한편 열화초기 독립적으로 유지되던 석출물들이 열화가 진행됨에 따라 입내의 존재하던 석출물이 입계로 이동하였고, 입계의 석출물은 조대화되면서 점점 분산되는 것을 확인할 수 있었다. 또한 소량의 Ti(C, N)이 존재하였다. Ti(C, N)은 주황색 빛으로 보이며, 모든 시편에서 관찰되어진다.¹⁴⁾

입계에 존재하는 석출물을 분석하기 위해 BSE image

Elememts Wt.%	Ni	Cr	Mo	Co	Al	Ti	Zr	O
(A)	-	79.33	-	-	-	1.54	-	19.14
(B)	-	8.13	-	6.17	36.37	-	-	49.33
(C)	59.08	16.76	6.36	13.22	-	-	4.58	-
(D)	53.04	22.06	6.90	11.48	-	-	6.52	-

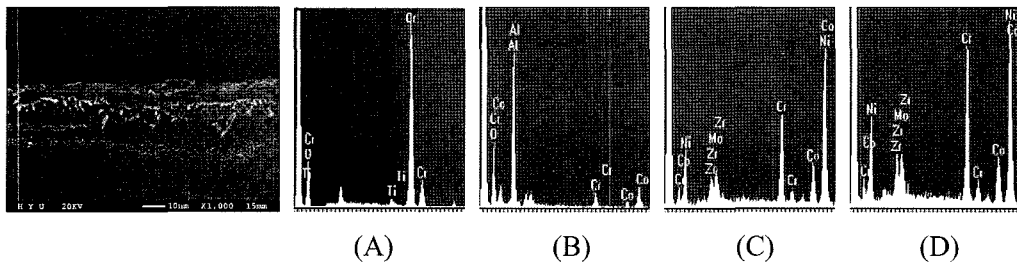


Fig. 2. SEM images of specimen exposed during 24 h in air and its EDS results; (A) oxide layer, (B) internal oxide, (C) Cr-depleted region and (D) matrix region.

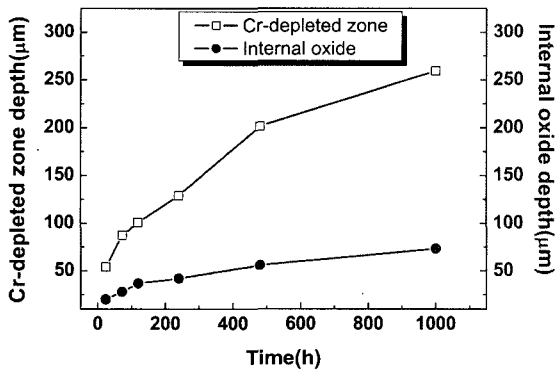


Fig. 3. The changes of Cr-depleted zone and internal oxide depth during exposure.

를 관찰하였고, 이를 Fig. 5에 나타내었다. 그 결과 입계에는 $M_{23}C_6$ 와 M_6C 석출물이 같이 존재하고 있음을 확인하였다.¹⁾ 또한 초기 열화한 시편보다 열화 시간이 증가할수록 입계에 존재하는 M_6C 석출물의 분율이 증가하였다.¹⁴⁾ 또한 열화 시간이 증가할수록 M_6C 석출물이 $M_{23}C_6$ 보다 더 안정상으로 나타나는 것을 알 수 있다. 하지만 전체적인 분율은 1000시간까지 열화 한 시편에서 $M_{23}C_6$ 가 M_6C 보다 더 높은 분율을 차지하고 있다.

열화 시간에 따른 결정립 크기변화와 경도의 변화를 Fig. 6에 나타내었다. 열화초기 약 62 μm 크기를 가지는 결정립이 1000시간 열화 후에는 91 μm 정도로 성장한 것을 확인할 수 있다. 240시간 이후 결정립 성장속도가 매우 늦어지는 것을 확인할 수 있다. 이러한 결정립의 성장은 경도의 감소요인으로서 작용하지만, 입계에 존재하는 석출물에 의한 입계의 미끄러짐 억제효과에 의해 그 다지 큰 영향을 미치지 못하는 것으로 판단된다.¹¹⁾

Fig. 7는 열화시간에 따른 응력-변형 곡선의 소성변형

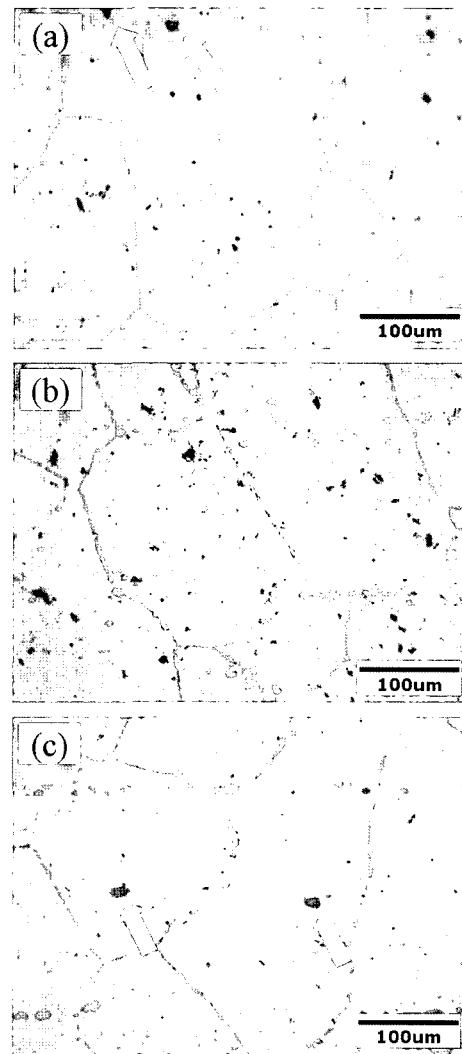


Fig. 4. Optical microscopy images of specimen matrix region exposed during (a) 120 h, (b) 480 h and (c) 1000 h in air.

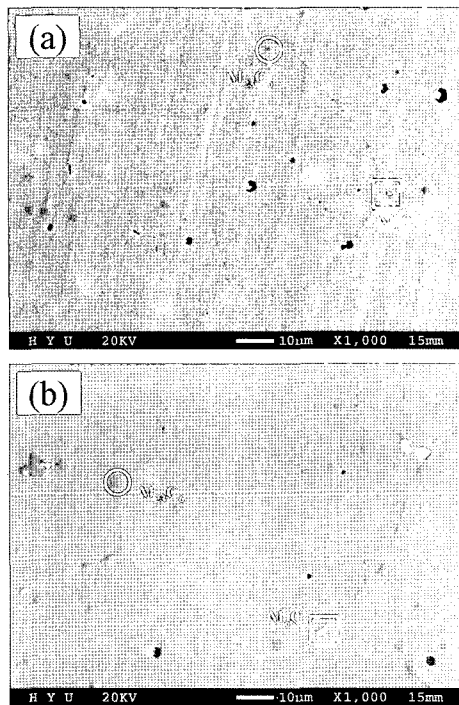


Fig. 5. BSE images of specimen exposed during (a) 24 h and (b) 1000 h in air.

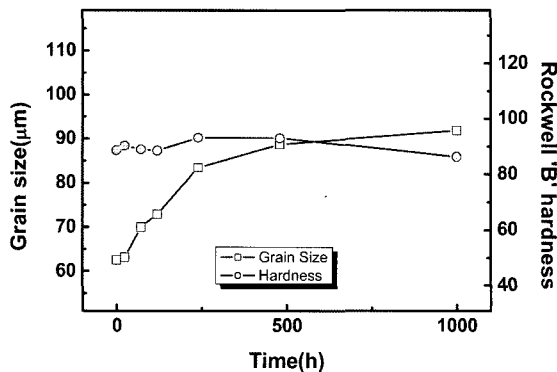


Fig. 6. Changes of the grain size and hardness with exposure time.

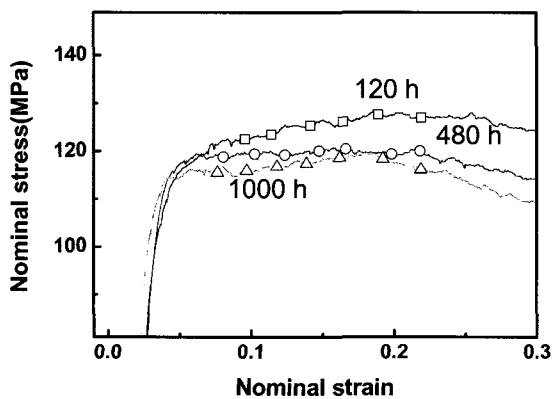


Fig. 7. Nominal stress-nominal strain curves at 1050°C in air.

영역을 보여주고 있다. 120시간 열화 한 시편의 항복강도는 115 MPa이며, 열화시간 증가에 따라 항복강도는 아주 미세한 변화를 나타내었으며, 1000시간 열화 한 시편의 경우 112 MPa를 나타내었다. 이러한 항복강도의 결과는 경도변화와 매우 흡사한 경향을 보여주고 있으며, 고온압축특성 또한 그다지 큰 변화를 보이지 않았다.

4. 결 론

본 연구에서는 Inconel 617의 고온열화에 따른 미세구조와 기계적 특성과의 상관관계를 고찰하고자 하였으며 그 결과는 다음과 같다.

1. Inconel 617의 주 산화막은 Cr-oxide 이며 그 이외에 소량의 Ti-oxide가 발견되었다. 주 산화막 아래에서 Cr 고갈영역과 Al-oxide가 확인되었다. 열화 시간에 따라 Cr 고갈영역이 증가하였다. Al-oxide는 Cr 고갈영역에서 나타나며, 열화 시간이 증가할수록 입계를 따라 성장하였다.

3. $M_{23}C_6$ 와 M_6C 석출상은 열화초기 입계와 입내에 다양한 크기와 모양으로 석출되었다. 열화 시간이 증가할수록 M_6C 석출물이 $M_{23}C_6$ 보다 더 안정상으로 나타난다.

4. 열화시간에 따라 결정립이 성장하였지만, 입계에 존재하는 석출물이 분산되어 나타나면서 경도변화에 큰 영향을 미치지 못하였다.

5. 고온압축실험 결과 120시간 열화한 시편의 항복응력은 115 MPa를 나타냈으며, 1000시간 후의 열화 시편은 112 MPa를 나타내었다. 이 결과는 산화거동과 미세조직의 변화에 의한 영향이 기계적 특성에 큰 영향을 주지 못하였기 때문이라고 판단되어진다.

감사의 글

이 논문은 2006년도 과학기술부 “원자력연구개발 중장기 계획사업”에 의하여 연구되었으며, 이에 감사드립니다.

참 고 문 헌

1. K. Shigemitsu, J. B. Newkirk, A. Ohtomo and Y. Saiga, Metall. Trans., 11, 1019 (1980).
2. W. L. Mankins, J. C. Hoster and T. H. Bassford, Metall. Trans., 5, 2579 (1974).
3. N. S. Cheruvu, Metall. Trans., 20A, 87 (1989).
4. Z. Qu and K. H. Kuo, Metall. Trans., 12A, 1333 (1981).
5. F. Schubert, Udo Bruch, R. Cook, H. Diehi, Philip J. Ennis, W. Jakobeit, H. J. Penkalla, Nuclear Technology, 66, 227 (1984).
6. M. Yamashita, U. K. Viswanathan, I. Yamamoto and T. Kobayashi, ISIJ International, 37, 1133 (1997).
7. Tawancy HM, Abbas NM, Scr. Metall. Mater., 29, 689 (1993).

8. Moon DP, Mater. Sci. Technol., 5, 754 (1998).
9. Esmaili S, Engler-Pinto Jr CC, Ilchner B, Rezai-Aria F, Scr. Metall. Mater., 32, 1777 (1995).
10. T. Hirano, M. Okada, H. Araki, T. Noda, H. Yoshida and R. Watanabe, Metall. Trans., 12A, 451 (1981).
11. C. T. Sims, N. S. Stoloff, W. C. Hagel, Superalloys, John Willey & Sons, 257 (1987).
12. J.C.Kim, E.K.Shin, Y.K.Park, S.K.Choi, G.M.Kim, J. Corros. Sci. Soc. of Korea, 26, 245 (1997).
13. H.M. Yun, P.J.Ennis, H. Nickel and H. Schuster, J. Nucl. Mater., 125, 258 (1984).
14. T. Takahashi, J. Fujiwara, T. Matsushima, M. Kiyokawa, I. Morimoto and T. Watanabe, Trans. ISIJ, 18, 221 (1978).