

질소 이온빔을 이용한 인코넬690의 기계적 특성 변화 연구

홍인석, 황용석

한국과학기술원

대전시 유성구 구성동 373-1

요 약

차세대 원자력발전소 증기발생기 전열관 재료로 채택된 니켈기저합금으로 기존 전열관 재료인 인코넬600에 비해 고온 고압 조건에서 응력부식균열에 강한 장점을 가진 합금인 인코넬690 시료에 최대 에너지 120 keV의 질소 이온 빔을 조사하여 이 재료의 기계적 특성 변화를 관측하였다. 특성 시험으로는 표면 경화를 관찰하기 위한 미세 경도 시험을 수행하여 미세 경도 증가를 확인하였다. 아울러 표면 경화가 피로 특성에 미치는 영향을 관찰하기 위해 피로 균열 전파 시험을 수행하여 이온 주입으로 인한 표면 경화가 피로 균열 전파를 촉진시킴을 관찰하였다.

1. 서 론

기존의 증기발생기 전열관으로 사용중인 인코넬600은 고온고압 조건에서 응력부식균열에 약한 결정적인 단점을 가지고 있어, 차세대 원자력 발전소 증기발생기 전열관 재료로는 이를 개선한 니켈 기저 합금인 인코넬690으로 대체되고 있다. 비록 인코넬690의 부식특성은 우수하지만 아직까지는 기계적 특성에 대한 자료는 부족하여, 전열관 제조공정시의 열처리의 중요성 때문에 주로 기계적 특성시험은 열처리에 관한 것이 주로 이루어져 왔다. 인코넬690의 열적특성을 살펴보면 주로 구성성분을 조절하는 용융과 기계적 성질 및 미세구조를 결정하는 풀림과 열처리 등을 이용하여 주로 온도에 의한 영향이 고려되었다. 특히 열처리의 경우 입계가 온도에 의해 영향을 받으며 입계 크기와 석출되는 탄화물들이 피로특성에 영향을 미치는 것으로 보고된 바있다.[1]

열처리 외에 표면처리도 전열관 수명연장을 위한 방법으로 제조 공정 시에 이용되고 있으나 단순하게 표면미세가공으로 연마뿐만 아니라 연마된 표면에 이온주입을 통해 균열발생을 막아 보려는 의도였다. 지금까지 수행된 일반적인 이온주입에 관한 피로특성시험으로는 피로시 균열이 대부분 표면에서 발생한다는 관점에서 표면처리를 통해서 표면의 균열발생(Fatigue crack initiation)을 억제시켜 피로수명을 향상, 피로 성질을 개선하는 효과를 보는 것이었다.[2-6] 그러나 인코넬690에 직접 이온주입을 하여 기계적 특성시험을 한 경우는 발표된 바가 없으며 인코넬690의 기저가 되는 니켈에 이온주입을 한 경우와 기타 다른 재료에 관한 자료가 대부분이었다. 기계적 성질이 질소 보다 우수한 탄소이온을 150keV의 에너지로 2×10^{17} ion/cm²의 조사량을 니켈에 쬐어, 피로시험을 수행한 결과는 니켈탄화물을 형성이나 비정질 생성으로 인해 이온 주입 후의 시편에서 Endurance limit가 증가하는 것을 보여주었다.[7]

본 연구에서는 인코넬690에 질소이온을 주입하여 이온 주입에 의한 기계적 성질변화를 특성시험을 통해 확인하고, 또한 이온주입에서 나타나는 표면 경화가 초기 균열이 존재할 경우 균열 전

파에 어떤 영향을 주는지 피로 특성 실험을 수행하여 확인하고, 기존에 수행되어왔던 열처리효과와 비교 검토하여 인코넬690의 기계적 특성 기초자료로 이용하고자 한다.

2. 연구 장치 및 실험 절차

2.1 이온주입기 구성

산업용 이온주입기는 주로 이온원 부분과 가속 부분으로 구성되어 있으며 이온원에서 플라즈마를 발생시킨 후 인출 전위차에 의해 가속관을 통해서 가속된다. 플라즈마를 발생시키는 방법에 따라 여러 종류의 이온원이 있지만 한국원자력연구소에 있는 이온주입기의 이온원은 이온밀도가 높은 아크형태의 방전을 이용한 DuoPIGatron이온원이 사용되고 있다. 이 이온원의 특징은 방전 영역이 두 부분으로 나뉘어져, 제1방전은 열음극으로부터 열전자가 방출되고 방출된 열전자는 중간전극과 방전을 일으켜 전자증배가 일어난다. 이온원 전자석의 자장에 의해 고밀도로 집속된 후 증배된 전자는 중간전극출구 통해 제2방전으로 들어가며 전자는 이온원 전자석의 자력선을 따라 구속되며 양극과 음전위가 인가된 중간전극과 표적음극 사이에서 방전을 일으켜 기체를 이온화시킨다. 발생된 이온들은 인출전위차에 의해 가속되고 표적에 있는 시편에 조사된다.[8]

2.2 시편준비

본 연구에 사용된 Inconel690은 미국 Inco Alloy사의 고온 압축 소결한 8.314mm두께 평판형태의 구성원소로는 대략 니켈 60%, 크롬 30%, 철 10%정 그리고 미량 원소로 구성되어 있다. As-received시편의 다른 화학적 구성성분은 표.2에 정리되어 있다. 5mm두께 CT시편은 ASTM E647[9], 봉형 인장 시편은 ASTM E 8M[10]을 근거로 제작하였다.

2.3 이온주입

이온주입은 한국원자력연구소의 지원을 받아 고에너지 대전류 기체이온주입기를 이용하였다. 주입된 에너지에 따른 재료에 미치는 영향을 관찰하기 위해 이온주입기의 최대에너지(120keV)와 중간에너지(80keV)에서 질소 이온주입을 수행하였다. 기체이온주입기는 대전류를 발생하는 Duo-PIGatron이온원에서 가속계를 통해 고에너지를 얻은 후 시편면에 수직인 방향으로 표적부분을 회전시킴으로서 전면을 조사하였다. 이온주입전 모든 시편은 아세톤 용액으로 초음파 세척하였다.

2.4 미세경도 측정실험

As-received와 이온주입된 시편(120keV)의 미세경도를 비교관찰을 위해 시편 표면을 1 μ m거칠기까지 연마한 후 두 시편을 비교 관찰하였다. 실험장비로는 미세경도기(Micro Vickers)를 이용하였다. 하중은 장비의 측정오차와 이온주입이 표면효과임을 고려하여 100gf와 50gf로 수행하였으며 측정의 정확도를 위해 5회 실시하여 산술 평균하였다.

2.5 인장 실험

재료의 항복강도와 UTS(Ultimate tensile stress)를 구하기 위해 ASTM E 8M 규정에 따라 As-received와 이온주입된 봉형 시편의 인장 시험을 수행하였다. 실험조건은 상온, 5×10^{-4} /sec 변형률로 실험하였으며 실험장치로는 Shimadzu model AG-10TA이 사용되었다.

2.6 피로 시험

피로시험은 피로 균열 성장률 시험으로 유압식 시험기(Electro-servo hydrolic dynamic testing

machine)인 Instron model 8501(10ton)로 실험하였다. 실험조건은 항복강도 보다 작고 주기적인 정현파형 부하, 주파수는 10Hz, 상온, 응력비 R (Pmin/Pmax)은 0.2로 수행하였다. 균열 길이는 시편의 선단에 COD gage를 장착하여 측정하였으며 측정된 data는 data acquisition에 저장되고 compliance방법에 의해 균열길이와 응력세기인자를 계산한다.

3. 실험결과

3.1 미세 경도 측정 실험

질소이온을 주입한 시편에서 미세경도가 As-received보다 50gf 하중에서 12% 100gf에서 17% 정도 증가하였다.(표.1) 경도 하중에 따라 미세경도가 차이는 있지만 이온주입이 표면을 경화시켜 미세경도가 증가하였음을 보여준다.

3.2 인장성질

그림1에서 보는 바와 같이 이온 주입전후에 항복강도, 최대인장강도(Ultimate tensile stress), 그리고 Elongation에는 변화가 거의 없었다. 이온주입으로 인한 표면경화, 즉 이온주입의 깊이가 수 μm 정도의 얇은 층의 처리로 인한 표면강화로는 고충격 고하중인 경우 효과가 없는 것으로 보인다.

3.3 피로성질

As-received와 이온주입된 시편의 피로 성질 결과를 그림2와 그림3에 나타내었다. 실험결과에서는 이온주입후의 시편이 As-received시편 보다 에너지에는 무관하게 이온주입된 시편에서 균열 전파 속도가 증가하였다. 이는 표면강화효과가 균열성장의 방해물로 작용하는 것보다 피로균열전파시험의 중요한 요소중 하나인 균열 단합의 방해물로 작용하여 균열전파속도가 증가하였을 것으로 추정된다. 피로균열이 작게 성장한 ΔK 영역에서는 표면경화효과가 두드러지게 나타나며 균열이 크게 성장한 ΔK 영역에서는 표면경화가 균열성장에는 영향을 미치지 못했다.

4. 고찰

지난 연도에 수행된 열처리한 인코넬690의 피로 균열 성장률 시험에서는 열처리시 입계로 석출되어 나오는 크롬탄화물이 전위원(Dislocation source)으로 작용하여 균열전파 방해물로 인한 균열 성장률 감소 효과를 나타내었다. 반면 본 연구에서는 같은 조건하에서의 피로 실험에서 이온주입이 어떤 영향을 미칠 것인가를 보고자 하였다. 이온주입원소로 비교적 다루기 쉬운 질소이온을 주입한 인코넬690 시편의 피로 균열 전파 시험에서는 균열 성장률이 증가하였다. 이온주입의 표면경화가 피로 균열 발생을 방해하여 피로 균열 성장의 방해물로 작용할 수 있을 것이라 기대되었지만, 그보다 표면경화로 인해 피로전파시험의 중요한자 중 하나인 균열단합이 적어 피로 전파가 빠른 것으로 추정된다.

균열전파해석으로 균열이 ΔK 가 작은 영역에서 Intergranular mode로 전파되며 ΔK 가 큰 영역에서는 Transgranular mode로 전파된다고 해석되는 것이 일반적이다. 결리는 하중이 커서 균열이 입계를 가로질러 전파하므로 ΔK 가 큰 영역에서는 열처리와 마찬가지로 표면처리로 인한 영향이 거의 없었으며 결리는 하중이 적어 ΔK 가 작은 경우에는 균열이 입계를 따라 움직이는 전파가 지배적이므로 열처리의 경우에는 입계에 생성된 탄화석출물이 균열전파 방해물로 작용한

반면 이온주입의 경우에는 결정립들이 경화되어 생성된 균열이 입계를 따라 전파할 때 균열 단함을 억제하여 상대적으로 균열전파가 빠른 것으로 추정된다.

인코넬690에 대한 이온 주입 효과가 피로 균열 전파 시험에서는 열처리 영향과는 달리 균열 성장률이 증가하였지만, 표면 경화의 효과는 확인되어 현재 증기발생기 전열관 파손의 주요 원인이 되는 Fretting, 내마모, 그리고 피로 균열 발생에 긍정적인 효과가 기대된다.

5. 결론

차세대 원자력발전소 증기발생기 전열관 재료로 채택된 니켈기저합금으로 기존 전열관 재료인 인코넬600에 비해 고온 고압 조건에서 응력부식균열에 강한 장점을 가진 합금인 인코넬690의 기계적 특성의 변화를 질소 이온 주입 기술을 통해 실험하였다. 미세경도시험을 수행하여 미세 경도 증가를 확인하여 표면경화를 관찰하였다. 아울러 표면경화가 피로특성에 미치는 영향을 관찰하기 위해 피로균열전파시험을 수행하여 이온 주입으로 인한 표면 경화가 기존의 열처리효과와 달리 피로 균열 전파를 촉진함을 발견하였다.

감사의 글

본 연구는 한국과학재단의 신형원자로 연구센터 연구지원금으로 수행되었으며, 이온주입기의 지원과 기술적 자문을 해주신 한국원자력연구소 최병호 박사와 김 완씨, 재료 특성 실험에 장비 등 지원을 해주신 과학기술원 재료실험실에 감사를 드리는 바입니다.

참고문헌

- [1] H.B. Park, Y.H. Kim, B.W. Lee and K.S. Rheem, Jour. of Nuclear Mater.(1996)
- [2] D.J.Moisson and J.W.Jones, D.E.Alexander, C.Kovach and G.S.Was, "The Effect of Ion Beam Surface Modification on Fatigue Crack Initiation in Polycrystalline Nickel", Mat. Sci. Eng., A115(1989)p315
- [3] Herbert Herman, "Surface Mechanical Properties - Effects of Ion implantation", Nucl. Instr. and Meth.,182/183(1981)p887
- [4] K.Hohmuth, E.Richter and B.Rauschenbach and C.Blochwitz, "Fatigue and Wear of Metalloid-ion-implanted Metals", Mat. Sci. Eng., 69(1985)p191
- [5] J.Mendez and P.Violan and M.F.Denanot, "Influence of Nitrogen implantation on the Fatigue properties of metals related to the nature of crack intiation mechanisms", Nucl. Instr. and Meth.,B19/20(1987)p232
- [6] D.S.Grummon, D.J.Morrison, J.W.Jones and G.S.Was, "Ion implantation and Fatigue crack initiation : Interaction of Persistent slip band with Modified surface layers", Mat. Sci. Eng., A115(1989)p331
- [7] S. Patu, M. H. Xu and Z. G. Wang, "Structural Characterization and Fatigue Behaviour of a Carbon-implanted Pure Polycrystalline Nickel", Mat. Sci. Eng., A115(1989)p323
- [8] 최병호 외 6인, "산업용 Ion Implanter 및 응용기술개발"KAERI/RR-1049/91(1991)p43

[9] Standard Test Method for Measurement of Fatigue Crack Growth Rates, ASTM E 647, 1993

[10] Standard Test Method for Tension Testing of Metallic Materials, ASTM E 8M, 1989

표1 미세경도결과

Load	Cases	
	As-received	Implanted
50gf	171.5	180.2
100gf	190.5	211.0

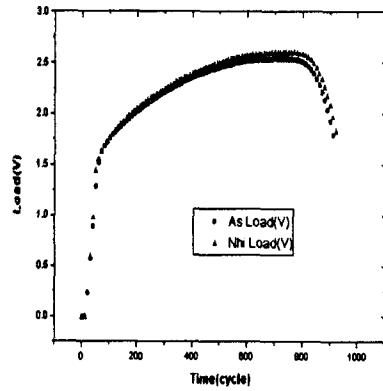


그림1 인장시험결과

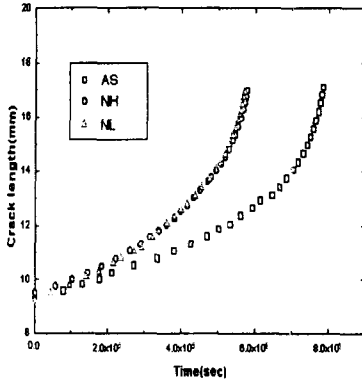


그림2 시간 대 균열전파길이 비

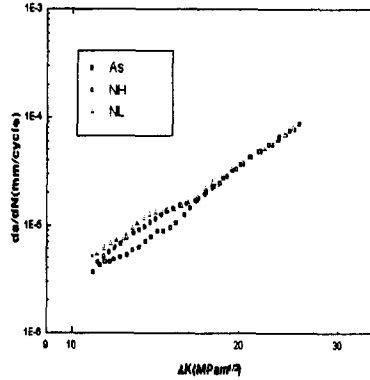


그림3 응력세기인자 대 균열속도 비