

'98 춘계학술대회 논문집

한국원자력학회

## 열처리에 따른 HT9강의 미세조직 변화

김성호, 이창규, 류우석, 국일현

한국원자력연구소

송병준, 조성석

충남대학교

### 요약

액체금속로 노심재료로 사용되고 있는 HT9강의 열처리에 따른 미세조직 변화를 관찰하였다. 열간압연상태에서의 조직은 마르텐사이트,  $\delta$ -페라이트, 잔류 오스테나이트, 그리고 탄화물로 이루어져 있다. 잔류 오스테나이트는 austenitization하여도 그 함량은 감소하지만 완전히 제거되지는 않았으나, tempering후에는 잔류하지 않았다. 오스테나이트 입자크기는 austenitization 온도가 증가함에 따라 성장하여 1100°C에서는 약 42 $\mu$ m였다. Austenitization 온도 증가에 따라 탄화물의 평균 크기 및 평균 면적 분율은 크게 감소하고 있었다. 500°C에서 tempering한 경우에는 Fe-rich 탄화물이 석출하였으나, tempering 온도가 증가하면 Cr-rich  $M_{23}C_6$  탄화물이 석출하고 있었다. Austenitization 상태에서는 1000°C까지는 탄화물의 분해가 일어나 경도값이 증가하나 1000°C 이상에서는 일정한 경도값을 나타내었다. Tempering한 시편에서는 탄화물의 석출과 전위의 회복으로 인해 tempering 온도가 증가함에 따라 경도값이 급격히 감소하였다.

### 1. 서론

냉각재로 액체나트륨을 사용하고 기존 경수로에 비하여 우라늄의 이용률이 60배 정도 증대되는 액체금속로는 우라늄 자원 활용의 극대화와 원자로 고유의 안정성 때문에 21세기 미래형 원자로로서 그 이용이 기대되고 있다. 액체금속로 노심재료는 경수로에 비해 더 높은 운전온도, 고속중성자 영역에서의 사용, 액체나트륨과의 양립성 등 경수로와 다른 운전조건에 기인하는 재료의 특별한 특성이 요구되어 이에 대한 기술확보가 필요하다. 액체금속로

노심재료는 고속중성자 분위기에 노출되어 있으므로 많은 조사손상을 입어 미세조직 및 기계적 특성 변화, 즉 조사 creep와 swelling 특성이 변화한다. 액체금속로 개발 초기에는 노심재료로써 오스테나이트 스테인레스강을 사용하였으나, 조사시 재료의 부피팽창, 즉 조사 swelling이 일어나는 문제점이 발견되어 조사 swelling 저항성이 우수한 것으로 알려진 페라이트/마르텐사이트 스테인레스강에 대한 많은 연구를 수행하였다. 여러 합금중 12Cr-1MoVW 합금인 HT9이 높은 조사량에서도 매우 우수한 조사 swelling 저항성[1,2]과 낮은 조사 creep 속도를 나타내고 있다. 그러나 이 재료는 사용온도가 500°C 이상이 되면 고온 기계적 특성이 크게 악화되는 사용상의 한계를 가지고 있다[3,4]. 조사 특성은 탄화물과 전위밀도등에 의해 큰 영향을 받으므로 본 연구에서는 최적의 미세조직을 얻기 위한 열처리 조건을 도출하기 위해서 각 열처리 조건에 따른 미세조직의 변화를 관찰하였다.

## 2. 실험방법

진공유도로를 이용하여 시편을 제조하였으며, 용해후 1150°C에서 열간압연하여 최종 두께를 4 mm로 하였다. 시편의 화학조성은 표 1과 같다. 열처리는 진공 tube로를 이용하였다. Austenitization은 900°C에서 1100°C의 범위에서 하였으며, austenitization 후 공기 중에서 냉각하였다. Tempering은 500°C에서 800°C 범위에서 하였으며, 마찬가지로 열처리후 공냉하였다. 광학현미경을 이용하여 prior 오스테나이트 결정립 크기를 측정하였으며, X-선 회절기로 잔류하는 오스테나이트 함량을 측정하였다. 그리고 HT9의 상변화 거동을 시차주사열량계(DSC)로 측정하였다. 투과전자현미경으로 열처리에 따른 탄화물의 거동과 종류 등을 관찰하였다. 그리고 열처리에 따른 정도의 변화를 측정하였다.

## 3. 결과 및 고찰

열간압연 상태에서의 조직은 마르텐사이트,  $\delta$ -페라이트, 잔류 오스테나이트, 그리고 탄화물로 이루어져 있다. XRD 측정 결과 잔류 오스테나이트 함량은 약 7% 정도였다. Austenitization하면 탄화물의 석출 및 분해가 일어나고, 잔류 오스테나이트와 페라이트 함량이 감소한다. 900°C에서 austenitization하였을 때 잔류 오스테나이트 함량은 5%이하로 감소하였으며, austenitization 온도가 1000°C 이상이 되어도 잔류 오스테나이트는 완전히 사라지지 않고 소량이나마 존재하고 있었다. Austenitization 온도가 증가함에 따라 prior 오스테나이트 입자크기가 변화하는데 1000°C에서 austenitization하면 입자크기가 약 25 $\mu$ m 정도였으나, 1100°C로 austenitization온도가 높아지면 입자크기도 약 42 $\mu$ m로 증가하였다. Austenitization후 공기 중에서 냉각하면 마르텐사이트로의 변태가 일어나는데 마르텐사이트 래스내에는 아결정립이 존재하고 있으며, 변태로 많은 전위들이 생성된다. Austenitization후

tempering하면 탄화물들의 석출과 전위의 회복이 일어나고, 잔류하던 오스테나이트는 변태되어 존재하지 않는다. 그림 1에 HT9강에서 나타나는 대표적인 조직들을 나타내었다.

투과전자현미경의 SAD pattern과 EDS를 이용하여 austenitization 온도에 따른 탄화물의 거동을 관찰하였다. 표 2에 austenitization 처리에 따른 탄화물의 크기 변화를 나타내었다. 열간압연상태에서는 탄화물의 평균 크기가  $0.23\mu\text{m}$ 였으며, 평균 면적 분율은 2.4% 정도였다.  $900^\circ\text{C}$ 에서 austenitization시키면 탄화물의 평균 크기는  $0.3\mu\text{m}$  정도로 되었으며, 평균 면적 분율은 10.7%였으나, austenitization 온도가 높아지면서 탄화물의 분해가 일어나 탄화물의 크기 및 면적 분율이 크게 감소하고 있었다.  $1100^\circ\text{C}$ 에서 austenitization한 경우에는 탄화물의 양이 급격히 감소하고 있었다. 각 열처리 상태에서 존재하는 탄화물들을 보면 열간압연하였을 때는 Cr-rich  $\text{M}_{23}\text{C}_6$ , Nb-rich MC, 그리고 Fe-rich 탄화물이 상당량 존재하고 있었으며, 이 시편을  $900^\circ\text{C}$ 에서 austenitization한 경우에도 Cr-rich  $\text{M}_{23}\text{C}_6$ 와 Nb-rich MC가 존재하고 있었다.  $1000^\circ\text{C}$ 에서 austenitization하여도 Cr-rich  $\text{M}_{23}\text{C}_6$ 가 완전히 분해되지 않고 소량 존재하고 있었다.  $1050^\circ\text{C}$ 에서는 Cr-rich  $\text{M}_{23}\text{C}_6$ 가 완전히 분해되어 나타나지 않았으나, Nb-rich MC, 그리고 Mo와 W 탄화물인 MC 또는  $\text{M}_2\text{C}$ 형 탄화물이 존재하고 있었다. 그리고  $1050^\circ\text{C}$ 에서 austenitization한 시편을 tempering시킬 때 석출하는 탄화물들을 보면  $500^\circ\text{C}$ 에서는 Fe-rich 침상의 탄화물이 주로 석출하고 있었으며, tempering온도가  $650^\circ\text{C}$ 로 증가하면 탄화물은 Cr-rich  $\text{M}_{23}\text{C}_6$ 형으로 변화하였다. Tempering온도가 증가함에 따라 석출되는 탄화물의 양도 증가하였으며 탄화물의 성장도 일어났다. 이것들을 그림 2에 나타내었다. 오랜 시간 열처리하였을 때의 평형상은  $\text{M}_{23}\text{C}_6$ 이므로[5] 다른 석출물이 존재한다는 것은 열처리시 평형에 도달하지 않았다는 것을 의미한다.

Austenitization온도에 따른 경도의 변화를 그림 3에 나타내었다. 열간압연상태에 비해  $900^\circ\text{C}$ ,  $950^\circ\text{C}$ 에서 austenitization하면 경도가 급격히 감소하고 있다. 이것은 가공된 기지의 어닐링과 탄화물 석출량의 증가 때문이다.  $1000^\circ\text{C}$ 까지는 경도값이 일정하게 증가하고 있으나, 이 이상의 온도에서는 거의 일정한 값을 유지하고 있다. Austenitization후 경도값은 마르텐사이트내 탄소함량과 마르텐사이트 래스 폭에 따라 변화한다. 마르텐사이트 래스 폭은 austenitization 온도와 tempering 온도에 따라 크게 영향을 받지 않는 것으로 알려지고 있다. 따라서 여기서 경도의 변화는 austenitization시 탄화물의 분해로 설명할 수 있다.  $1000^\circ\text{C}$ 까지는 탄화물의 분해가 일어나 기지내 탄소함량이 증가하게 되어 경도값이 증가하고 있으나,  $1000^\circ\text{C}$  이상에서는 탄화물의 분해가 거의 완료되어 경도값에 큰 변화가 없었다. Tempering하면 탄화물의 석출이 일어나서 기지내 고용 탄소함량이 줄어들게 되고, 석출물들이 조대화되며 전위의 회복이 일어나서 경도값은 tempering 온도에 따라 급격히 감소하고 있었다. 이것을 그림 4에 나타내었다.

#### 4. 결론

(1) 열간압연상태에서의 조직은 마르텐사이트,  $\delta$ -페라이트, 잔류 오스테나이트, 그리고 탄화물로 이루어져 있다. 잔류 오스테나이트는 austenitization하여도 그 함량은 감소하지만 완전히 제거되지는 않았다.

(2) 오스테나이트 입자크기는 1000°C austenitization에서 약 25 $\mu\text{m}$ 였으며, austenitization 온도가 증가함에 따라 성장하여 1100°C에서는 약 42 $\mu\text{m}$ 였다.

(3) austenitization 온도 증가에 따라 탄화물의 평균 크기 및 평균 면적 분율은 크게 감소하고 있었다.

(4) 500°C에서 tempering한 경우에는 Fe-rich 탄화물이 석출하였으나, tempering 온도가 증가하면 Cr-rich  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  탄화물이 석출하고 있었다.

(5) Austenitization 상태에서는 1000°C까지는 탄화물의 분해가 일어나 정도값이 증가하나 분해가 거의 일어난 1000°C 이상에서는 일정한 정도값을 나타내었다. Tempering한 시편에서는 탄화물의 석출과 전위의 회복으로 인해 tempering 온도가 증가함에 따라 정도값이 급격히 감소하였다.

#### 참고문헌

1. A.L. Pitner, S.L. Hecht and R.G. Trenchard ; WHC-SA-1967-FP (1993)
2. F.A. Smidth, Jr. et al. ; ASTM STP 611 (1967) 227
3. M.B. Toloczko and F.A. Garner ; J. Nucl. Mater. 233-237 (1996) 289
4. M.M. Paxton, B.A. Chin and E.R. Gilbert ; J. Nucl. Mater. 95 (1980) 185
5. R. Smith ; ISI Special Report No.64 (1959) 307

표 1 HT9강의 화학조성

합금원소	C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	V	Nb	W
wt%	0.19	0.36	0.59	0.53	11.79	0.99	0.31	0.02	0.49

표 2 Austenitization 온도에 따른 탄화물 크기 변화

Austenitization 온도	평균크기( $\mu\text{m}$ )	최소직경( $\mu\text{m}$ )	최대직경( $\mu\text{m}$ )	면적분율(%)
900°C	0.30	0.04	5.60	10.7
1000°C	0.34	0.08	3.90	2.7
1050°C	0.14	0.05	0.85	0.8
열간압연	0.23	0.05	0.83	2.4

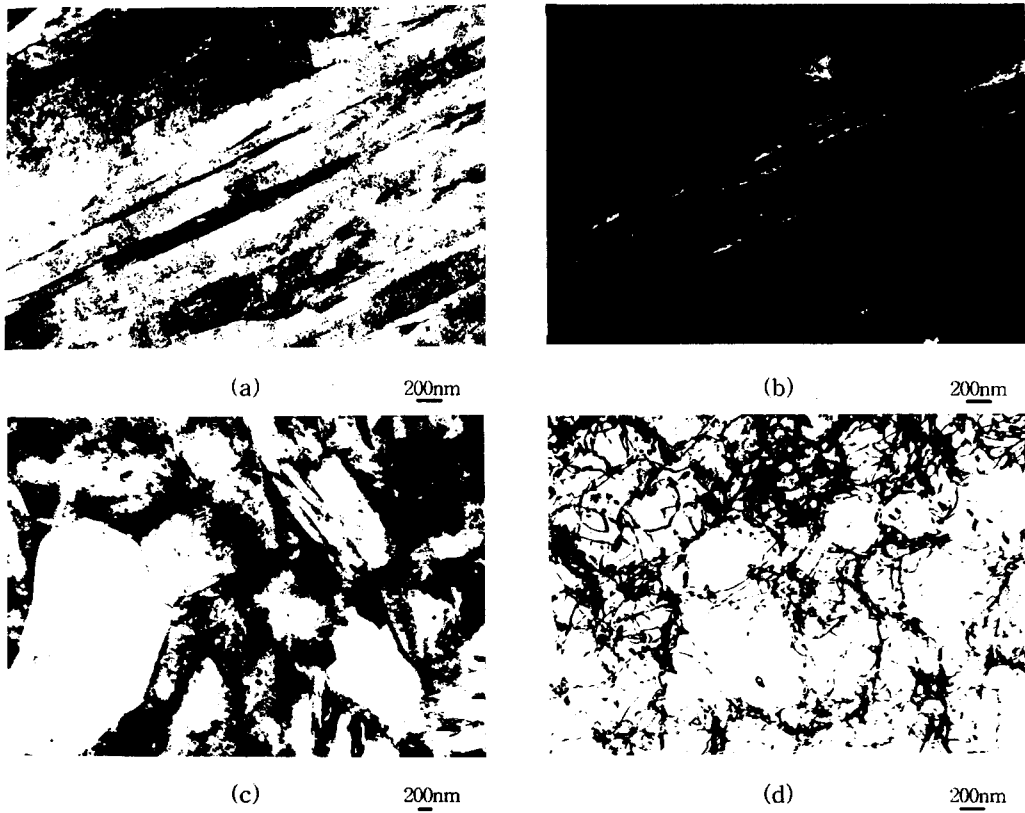


그림 1 HT9의 투과전자현미경 조직 (a) 마르텐사이트 (b) 잔류 오스테나이트  
(c)  $\delta$ -페라이트 (d) 전위

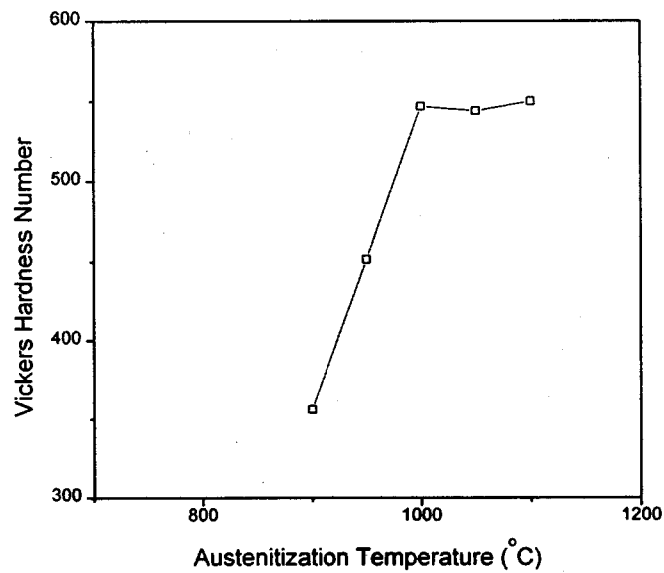


그림 3 Austenitization 온도에 따른 경도 변화

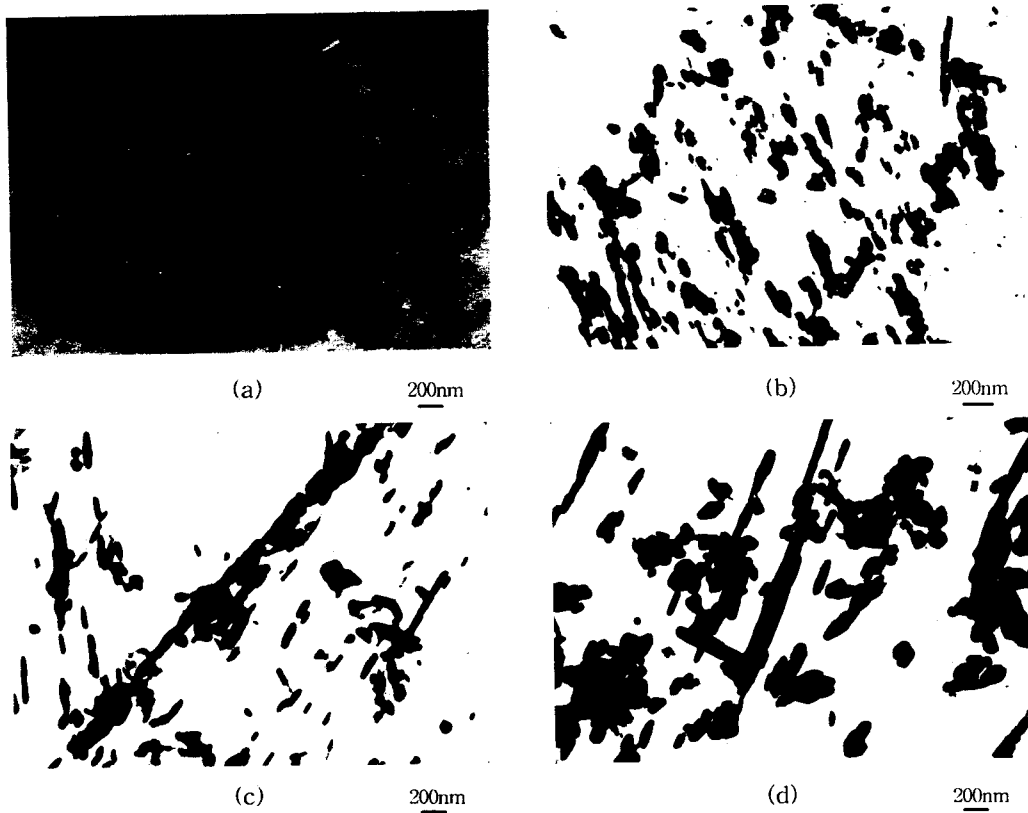


그림 2 Tempering 온도에 따른 탄화물의 석출거동 (a)500°C (b)650°C (c)750°C (d)800°C

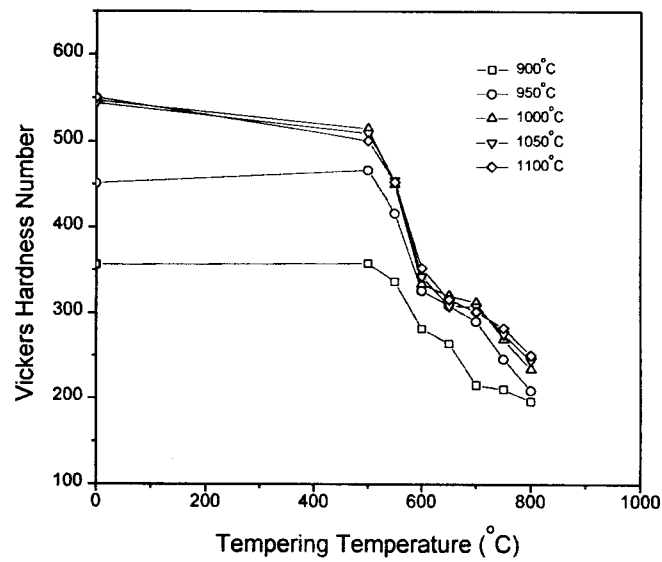


그림 4 Tempering 온도에 따른 경도 변화