

Inconel 718의 표면에 존재하는 탄화물의 산화거동에 관한 연구

A Study on oxidation behavior of carbides on the surface

in Inconel 718

배 중국*, 김 병익, 안 진수, 홍 재근, 강 정윤

부산대학교 재료공학부

1. 서 론

Ni기 초내열 합금인 Inconel 718은 높은 강도와 우수한 내크리프 특성, 응력파단 저항성, 가공성, 용접성, 응력부식저항을 가지고 있을 뿐만 아니라, 비용 효과면에서도 경제성 등으로 전 초내열 합금의 생산량 중 35% 이상을 차지하고 있다²⁾. 따라서 적용되는 분야는 핵융합로, 항공 운송 기구, 항공기용 pending cable, 항공기 엔진, 고온용 볼트, 너트등 그 사용 범위가 아주 넓다. 초내열 합금은 그 특성상 절대용융온도(T_m)의 50%이상 되는 고온에서 장시간의 노출이나 원심력 등에 의한 반복적인 하중을 받게 된다. 따라서, 본 연구에서는 고온 반복 하중 또는 복합적인 하중을 받는 부품에 주로 사용되는 Inconel 718에 있어서, 피로특성에 영향을 미치는 인자 중 표면에 존재하는 탄화물의 고온에서의 산화물 형성에 의한 산화거동을 확인하고자 한다.

2. 실험방법

본 연구에 사용된 재료는 미국 Allvac사에서 제조된 As rolled상태의 $\phi 20\text{mm}$ 인 봉재로서 탄화물의 산화거동 확인을 위해 이 봉재를 적당한 크기로 채취하여 에머리페이퍼로 연마한 후 $1\mu\text{m}$ 다이아몬드페이스트와 메틸계 윤활제를 연마포에 도포하여 정마하였으며, 마블용액(HCl 100ml, H₂O 100ml, CuSO₄ 10g, H₂SO₄ few drops)을 사용하여 엿칭하였다. 또한 광학현미경과 주사식 전자현미경을 이용하여 모재의 미세조직과 탄화물의 분포를 관찰하였으며, MC Carbide의 정성 분석을 위해 전해추출액은 Methanol에 10% HCl와 1% Tartaric acid을 사용하였으며, 상온에서

전류를 $0.05\sim 0.10\text{A}/\text{cm}^3$ 로 하여 장시간 추출을 실시하였고 여과된 시료로 XRD시험을 실시하였다. 산화실험은 $0.12\sim 360\text{ks}$, 350, 450, 650°C의 다양한 시간과 온도를 통하여 실시하였다.

3. 실험결과 및 고찰

Fig. 1은 모재 표면에 존재하는 탄화물의 SEM 조직과 EDX 결과를 나타낸 것이며 Fig. 2는 탄화물의 크기 및 분포를 나타낸 것이다. 탄화물은 Nb계 탄화물과 Ti계 탄화물이 존재함을 알 수 있다. 탄화물의 크기는 $1\mu\text{m}\sim 15\mu\text{m}$ 로 다양하였고, 대부분 탄화물은 NbC이고, TiC는 아주 적다. 탄화물의 정확한 상동정을 위해 전해추출하여 XRD로 분석한 결과, NbC만이 검출되었다. TiC라 예측되었던 carbide는 그 양이 적어 검출되지 않은 것으로 사료된다.

탄화물의 산화거동을 파악하기 위하여, 300°C ~ 650°C 온도에서 $0.12\sim 360\text{ks}$ 간 공기중에서 산화시켰다. Fig. 3, Fig. 4, Fig. 5는 각각 600°C, 450°C 및 350°C에서 산화시킨 경우 유지시간에 따른 NbC와 TiC의 산화된 양상을 나타낸 것이다. NbC와 TiC의 산화과정은 차이가 있음을 알 수 있다. NbC의 산화과정은 온도에 관계없이 탄화물과 계면에서 산화가 우선적으로 일어나고, 유지시간이 증가함에 따라 내부로 진전되면서 계면에서 eruption이 발생하고, 그후 완전히 eruption이 발생한다. TiC의 산화과정은 계면에서 산화가 시작되지만 NbC보다 산화속도가 느리고, 유지시간이 증가하여도 내부까지 침투하지 않고 계면에서만 eruption이 발생한다. 온도가 높을수록 산화속도가 급격히 증가하는 것을 알 수 있다. 유지시간에 따른 NbC와 TiC의 산화과정을 정리하면

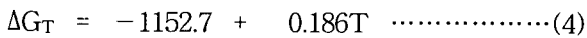
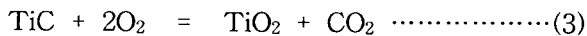
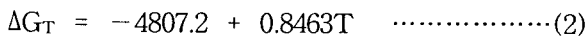
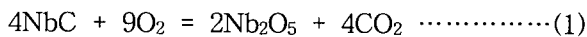
Fig. 6과 같이 나타낼 수 있다.

Fig. 7은 NbC의 eruption된 모양을 관찰하기 위해 시료를 45°경사지게 하여 관찰한 SEM조직으로, 여러겹으로 중첩되어 있는 양상을 나타내고 있다.

Fig. 8은 산화된 NbC와 TiC의 SEM조직과 EDX분석결과를 나타낸 것으로, NbC는 Nb산화물이지만 TiC의 경우, Ti과 Nb가 동시에 검출되는 것으로부터, 이것도 Nb산화물일 것으로 추측된다.

Fig. 9는 각 온도에서 eruption이 발생하는 시간을 나타낸 것이다. 450°C까지 짧은 시간에 발생하지만, 그 이하의 온도에서는 아주 장시간 측에서 발생한다.

NbC가 TiC보다 산화가 잘 일어나는 이유를 규명하기 위하여, 탄화물의 산화반응 자유에너지 변화를 구하여 보았다.



NbC의 산화반응식과 자유에너지 변화는 각각 (1)과 (2)식으로 주어지며, TiC는 각각 (3)과 (4)식으로 주어진다.

Fig. 10은 NbC와 TiC 산화반응의 자유에너지와 온도와의 상관관계를 나타낸 것이다. NbC의 자유에너지 값이 TiC보다 아주 낮은 것을 알 수 있다. 이것은 NbC가 TiC보다 산화되기 쉽다는 것을 의미한다.

금속이 산화하여 산화물을 형성하는 경우 산화물의 형태는 Pilling-Bedworth ratio(PB비)에 의해 결정된다. PB비가 1보다 크고 2.3보다 작을 경우 산화물은 소지금속을 완전히 덮으며, 2.3보다 클 경우 산화물의 상대적 부피가 매우 커서 압축응력이 발생하여 eruption이 발생한다. Nb와 Ti의 PB비를 계산하면 각각 2.61과 1.95이었다. 따라서 NbC는 eruption현상이 발생하지만 TiC는 발생하지 않는다.

4. 결 론

1)모재의 표면에 존재하는 탄화물은 NbC, Ti가 관찰되었고, 그 크기는 1μm~15μm로 다양하였으며, NbC의 경우 TiC보다 많은 탄화

물 개수가 존재하였다.

2)온도와 시간에 따른 NbC, TiC의 산화거동을 확인한 결과, NbC의 경우 외곽부분에서 산화가 시작되어 시간 경과에 따라 내부로 완전 eruption 현상을 관찰할 수 있었으며 TiC의 경우는 시간경과에도 불구하고 외곽 부분만 eruption이 발생하였다. 450°C 이상의 고온에서는 아주 빠른 시간에 eruption이 발생하였다.

3)NbC와 TiC의 산화반응에 대한 자유에너지를 비교한 결과, NbC가 훨씬 낮았다. 따라서 Nb가 TiC보다 쉽게 산화되었다. 또한 NbC는 Pilling-Bedworth비가 2.61이므로 erupti 잘 일어난다.

후 기

본 연구는 한국기계연구원에서 주관하는 민군겸용기술사업 연구개발(02-KI-MP-01)의 일환으로 수행되었으며 이에 감사 드립니다.

참고문헌

1. H.L.Eiselstein , Age-Hardenable Nic Alloy, U.S., Patent office,(1962) p.38
2. E.A Loria, J . Metal and Materials, July(1988) p.36

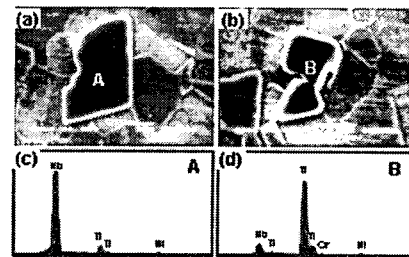


Fig. 1 Results of EDX analysis and SEM microstructures of carbide on the surface (a),(c) Nb-rich carbide (b), (d) Ti-rich carbide

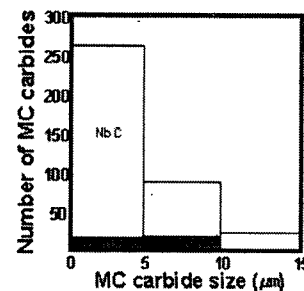


Fig. 2 Distribution of MC carbides on the surface

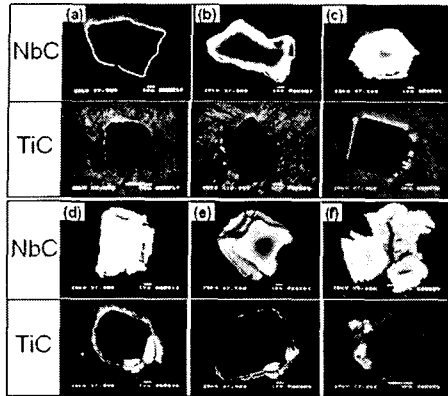


Fig. 3 Oxidation behavior of carbides with holding time at 650°C (a) 0.12, (b) 0.24, (c) 0.36, (d) 0.48, (f) 3.6 ks

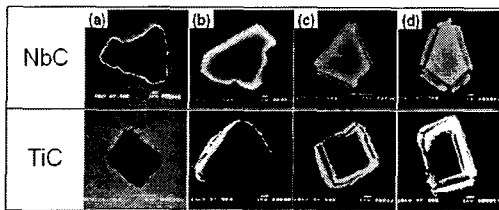


Fig. 4 Oxidation behavior of carbides with holding time at 450°C (a) 3.6, (b) 18, (c) 72, (d) 180 ks

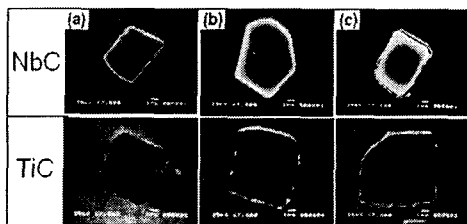


Fig. 5 Oxidation behavior of carbides with holding time at 350°C (a) 180, (b) 270, (c) 360 ks

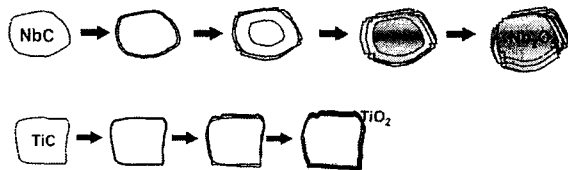


Fig. 6 Schematic representation for the oxidation behaviors of carbides



Fig. 7 SEM microstructures of oxidized NbC on tilt 45°

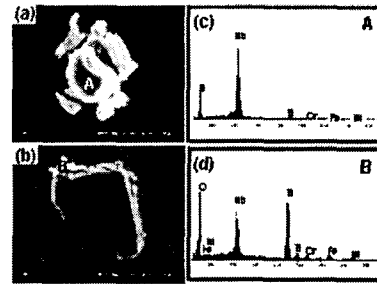


Fig. 8 SEM microstructures and EDX results (a),(c) Oxidized Nb-rich carbide (b),(d) Oxidized Ti-rich carbide

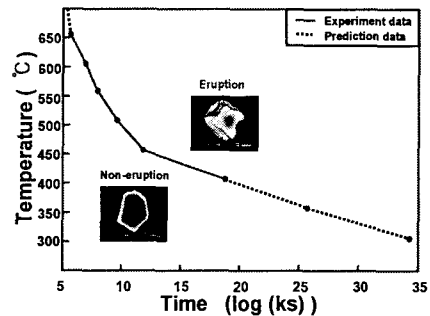


Fig. 9 Effect of temperature and holding time on an eruption

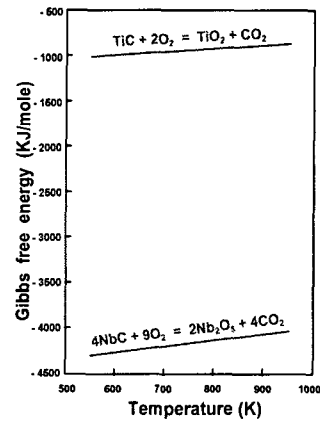


Fig. 10 The change of Gibbs free energy for oxidation reaction of NbC and TiC with temperature