

## 1073K에서 IN617의 반복주기변형과 회복변형에 따른 전위구조의 관찰

안 성 옥

한국과학기술연구원 특성분석센터

### Observation of Dislocation Structures in IN 617 during Cyclic and Stress Reduced Deformation at 1073K.

Seong-Uk An

Advanced Analysis Center, Korea Institute of Science and Technology, Seoul 136-791

초 록 IN 617의 시편으로 1073K의 온도와 107과 180 MPa의 응력에서  $\epsilon=0.20$ 까지 정압크리프 변형을 하였다. 또한, 180 MPa에서  $\epsilon=0.18$ 까지 정압크리프를 한 직후 107 MPa로 응력을 낮추고(응력강 하시험), 또다른 시편에는 180  $\leftrightarrow$  0.2 MPa의 응력으로 각각 17초씩 반복주기변형을 수행하여 정압크 리프변형시의 크리프곡선과 비교를 하였다. 그결과 IN 617의 반복주기변형에서는 변형속도둔화(CCD)가 발생함을 알 수 있었고, 응력강하와 반복변형시험은 모두 거의 같은 모양의 회복 크리프곡선을 나타내 었다. 이러한 회복 크리프는 아결정립크기와 자유전위밀도로서 그 회복기구를 설명할 수 있었다.

**Abstract** IN 617 was crept under applied stresses of 107 and 180 MPa by monotonic deformation to  $\epsilon = 0.20$  at 1073 K. Also, after creeping to  $\epsilon=0.18$  at 180 MPa, the stress was reduced to 107 MPa for one specimen, while a cyclic load ranging from 0.2MPa to 180 MPa was repeatedly imposed to other specimens for 17 second periods, respectively. The creep curves for each case were compared in terms of dislocation structure with that of monotonic creep deformation. The creep curves from stress reduction change of 180 to 107 MPa and cyclic deformation of 108 and 0.2 MPa exhibited nearly identical transition creep curves, the latter also showing cyclic creep deceleration(CCD). The recovery creep curves can be explained in terms of subgrain size and free dislocation density.

### 1. 서 론

항공엔진과 발전을 위한 가스터빈, 정유산 업의 반응탑과 고온유체 송유관 및 원자로의 각종부품들은 최첨단 산업의 핵심부품으로서 고도의 제조기술과 관리기술을 요한다. 그러나 이 부품들은 대개 600-1200°C의 고온과 부식성 분위기에서 높은 하중이나 불규칙 반복하중하에 놓이게 되어 예측하지 못했던 부품의 파손으로 대형사고를 유발한다. 즉, 부품이 사용중에 반복주기변형이 발생하는 경우가 많으며, 반복주기변형시 재료에 따라 변형이 가속화(CCA : Cyclic Creep Acceleration)되거나 둔화(CCD : Cyclic Creep Deceleration)가 된다<sup>1)</sup>. 그러므로 반복주기변형의 가속화(CCA)와 둔화(CCD)에 대하여 체계적인 연

구가 필요하다. 그결과, 부품의 수명예측을 정확하게 하여 대형사고를 예방할 수 있음과 동시에 부품의 수명을 연장하거나, 부품의 고온 가공범에 토대를 마련할 수 있다.

Blum등<sup>1~3)</sup>은 CCA를 설명하기 위하여 Fig. 1과 2에 나타난 바와 같이 AI를 사용하여 반복주기변형을 실시하였다. Fig. 1에서 같은 응력인 경우 반복주기의 속도가 빠를수록 소성 변형양이 현저히 증가를 하므로, 반복주기의 속도가 빠를수록 CCA가 더욱 뚜렷할 것이 예상이 된다. 그러나 반복주기의 속도는 같고 (Fig. 1의 300s/300s) 응력이 10배가 차이가 나지만, 이에 따른 소성변형양의 차이가 근소하므로, AI에 있어서 CCA의 중요한 원인이 반복주기속도에 있음을 알 수 있다. 이를 확인하기 위하여 Fig. 1의 52.5와 0 MPa에서 각

각 4초씩 반복주기변형(4s/4s)을 하여 정압변형한 크립변형속도를 Fig. 2에 비교하여 나타내었다. 즉, 각각 4초씩 반복주기변형을 할 때 52.5MPa의 응력을 일정하게 가할 때 보다 오히려 크립속도가 2-10배 이상 빠른 것을 알 수 있었다. 이러한 CCA가 발생하는 원인은 Al인 경우, 응력을 가하면 전위가 발생을 하고 발생된 전위들은 상호 동적인 반응이 용이하여, 전위의 동적반응에 의한 전위회복이 발생을 한다. 응력을 감할 때에는 재료의 성질상 회복이 잘 일어나므로, 다시 응력을 가할 때에는 전위밀도가 충분히 낮으므로, 초기에 응력을 가할 때와 같이 높은속도의 크립변형을 일으킨다. 이때문에 반복주기변형시에 변형속도 가속화현상이 발생을 한다.

반면에 고용강화 및 석출강화재료인 RR350( $\theta$ -석출강화 AlCu합금 (AlCu5NiCo))<sup>4)</sup>과 Incoloy 800 H<sup>5)</sup>에서는 반복주기 크립속도 둔화(CCD : Cyclic Creep Deceleration)가 일어난다. 고용 및 석출강화재료에서 CCD의 발생원인은 Al에서와는 달리 전위들의 동적인 상호

반응이 적극적이지 못하여 전위의 동적회복이 활발하지 않기 때문인 것으로 보고하고 있다. 특히, Incoloy 800 H<sup>5)</sup>에서 반복주기시간이 감소할수록 크립변형속도가 더욱 뚜렷하게 감소한다고 보고하는 것으로 보아, 고용 및 석출강화재료에서 반복주기변형시 하중을 가할 때에 전위가 상호 동적회복을 야기하기 위하여 시간이 필요하다. 그러므로 Incoloy 800 H에서는 반복주기시간을 증가할수록 크립 변형속도가 증가를 한다.

본연구에서 사용한 IN 617은 약한 석출강화합금으로서 Cr과 Mo을 각각 22와 9wt.%를 함유하므로 고용강화 효과도 있기 때문에 Incoloy 800 H에서와 같이 반복주기변형에서 CCD가 예상이 되었다. 그러므로 180→107MPa로 응력을 감소함으로써 발생한 크립곡선의 모양과 속도를 얻기 위하여 예비실험한 결과, 반복주기 변형실험에서 180↔0.2MPa의 응력에서 각각 약 17초를 유지하였다(실험방법 참고).

## 2. 실험방법

본 실험에서 사용한 시편은 IN 617로서 화학조성을 Table 1에 나타내었다. 크립시편은

Table 1 : Chmical Composition of IN 617 (NiCr22Mo9) in wt. %

Ni	Cr	Co	Mo	Al	Fe	Ti, C, S etc.
54.6	21.9	12.0	8.9	1.0	1.0	Rest

1473K에서 1시간동안 용체화처리한 다음, 6mm와 길이 30mm의 변형영역을 갖는 총길이 100mm의 원통형으로 가공하였다. 크립시편에서 holder가 물리는 부분과 시편의 변형구간 사이는 2mm의 반경(R=2mm)으로 하였다. 크립장비는 크립시험중에 일정한 응력을 유지시키기 위하여 Andrade-Charlmers arm을 사용하였으며, 실험온도는 IN 617이 가스터빈 부품으로 사용이 될 때의 온도인 1073K였다. 크립시험도중에 응력의 강하와 반복주기변형을 위한 무게조절은 자동적으로 위치를 제어할 수 있는 고속수직모터를 사용하였다. 따라서 Fig. 3과 같은 반복주기변형시험을 장시간 자동적으로 수행을 할 수 있었다. Fig. 3의 아

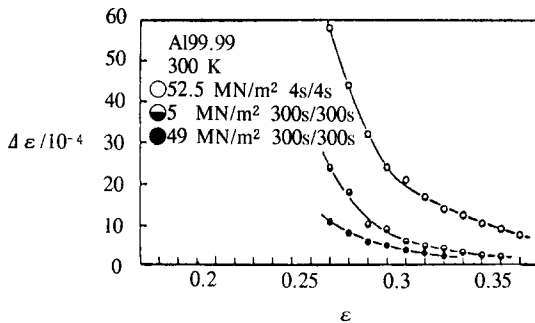


Fig. 1. Creep rates  $\epsilon$  of Al as a function of strain  $\epsilon$  during monotonic and cyclic deformation<sup>1)</sup>.

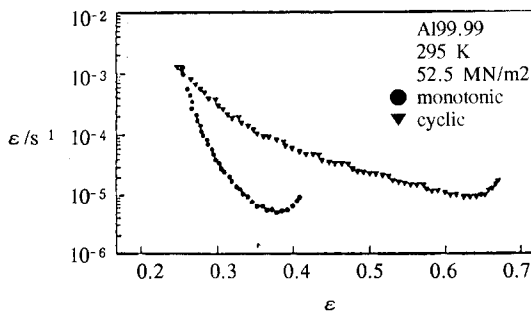


Fig. 2.  $\Delta\epsilon$  as a function of strain  $\epsilon$ <sup>1)</sup>.

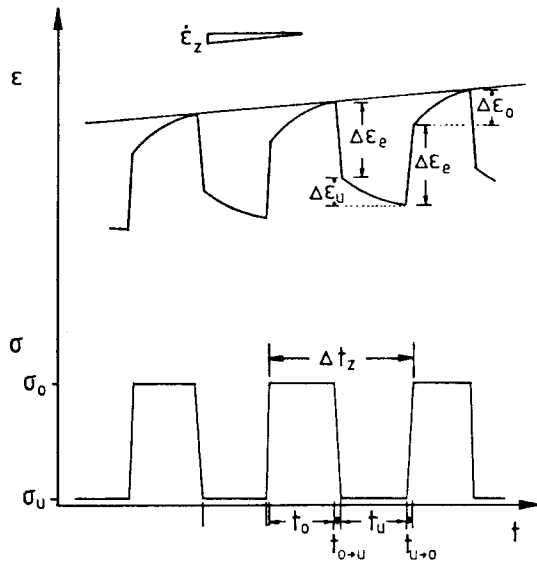


Fig. 3. Schematic elongation ( $\epsilon$  : strain in top) and applied stress ( $\sigma$  : in down) in terms of time during cyclic deformation in this work.

래 그림의 한 주기는  $\Delta t_z$ 로 나타낼 수 있다.  $t_0$ 와  $t_u$ 는

$$\Delta t_z = t_0 + t_{0 \rightarrow u} + t_u + t_{u \rightarrow 0}$$

각각 시편에 응력을 가할때와 응력을 제거할 때의 시간이며,  $t_{0 \rightarrow u}$ 와  $t_{u \rightarrow 0}$ 는 응력을 가하거나 감할때 소요되는 시간을 나타낸다. 본 연구에서는  $\sigma_u = 180$ ,  $\sigma_0 = 0.2 \text{MPa}$ 의 반복주기응력에서 한 주기내의 각시간은  $t_0 = 17.3$ ,  $t_{0 \rightarrow u} = 2.7$ ,  $t_u = 16.5$  및  $t_{u \rightarrow 0} = 2.1$ 초였다. 이러한 반복응력에 따른 변형( $\epsilon$ )을 Fig. 3의 상단에 나타내었다.  $\Delta \epsilon_e$ 는 탄성변형,  $\Delta \epsilon_u$ 는 전위의 회복에 의한 의탄성적인 회복변형이며,  $\Delta \epsilon_e$ 는 가압에 의한 의탄성 변형이다. 여기서 모서리의 최상단을 연결하면 반복주기 변형속도  $\dot{\epsilon}_z$ 가 형성이 된다. Fig. 4는 본 연구에서 실제로 수행한 반복주기변형의 시험결과이다. Fig. 4의 하단은 반복주기에 의해 변형속도가 느린 구간이

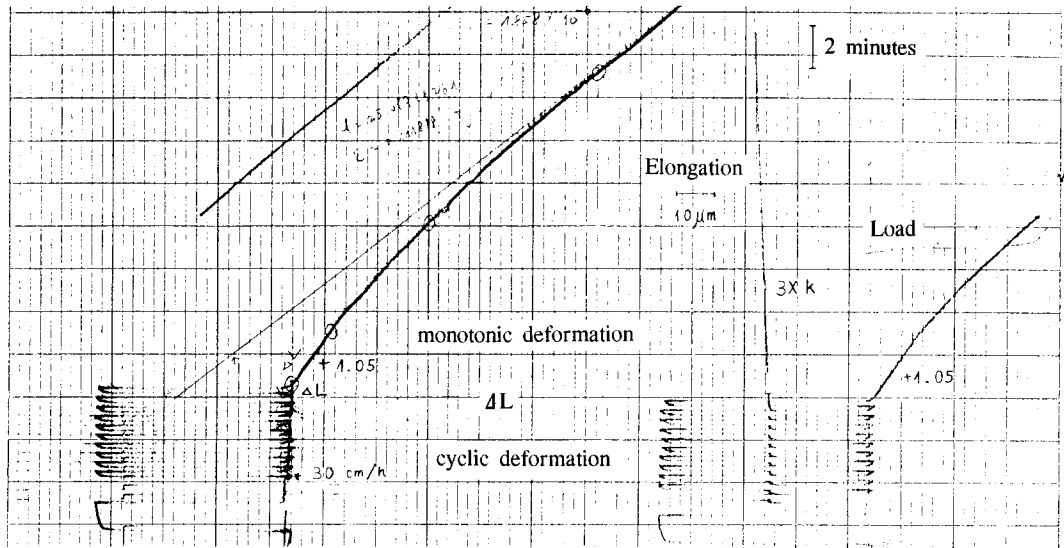


Fig. 4. Original creep curves of elongation (strain), load and record time.

고, 상단은 정압변형으로 바뀌는 구간으로서 변형속도가 빠르다. 때문에 반복주기 변형구간에서는 기록속도를 30cm/h로 느리게 하였으나, 정압으로 바꿀때에는 기록속도를 빨리 하였다. 응력변화(180→107MPa)와 반복주기 변형하는 동안 발생하는 회복현상을 규명하기 위하여 Philips 400T의 투과전자현미경에서 100keV의 가속전압으로 아결정립과 자유전위

등의 전위구조를 관찰하였다. 전위의 구조를 관찰할 때에 시편의 위치에 따라 자유전위밀도와 아결정립의 크기가 크게 변화하기 때문에 주의를 요한다. 본 연구에서는 자유전위밀도를 구하기 위하여, 우선 관찰하고자 하는 위치를 고정시키고 시편을 회전 혹은 기울여 가면서 가장 많은 전위가 잘 나타날 때 촬영하였다. 이렇게 무작위로 촬영한 20-40장의

사진으로부터 전위밀도를 구하였다. 아결정립은 그 모양이 가능한 한 선명하게 나타나도록 조절하고 사진촬영을 하였다. 본 연구에서는 아결정립의 크기가 약  $1-4\mu\text{m}$ 이므로, 아결정립계를 구분하는데 적절한 약 2만배의 배율을 사용하였다. 촬영된 사진들은 Fig. 6-10에서와 같이 연결하여 그 크기를 측정하였다.

### 3. 결 과

#### 크립

Fig. 5는 크립시험결과를 나타낸다. 정압크립변형에서  $\epsilon \leq 0.02$ 의 짧은 변형구간에서 하중을 가함과 동시에 변형속도가 감소를 하고 이어서 증가를 한다. 이러한 변형속도( $\dot{\epsilon}$ : strain rate)는 변형( $\epsilon$ : strain)이 계속됨에 따라 매우 느린 속도로 감소하나, 107MPa의 변형속도 감소가 더욱 현저하였다. 180→107MPa의 응력강하(+++: 1)와 반복주기 변형시험(...: 2)은 모두 180 MPa에서  $\epsilon=0.18$ 까지 크립변형한 직후 수행되었고 그 결과들은 180과 107MPa의 정압크립 시험결과와

비교하였다. 응력강하와 반복주기시험의 결과는 유사하였다. 즉, 변형속도가 우선 감소를 하여  $10^{-8}/\text{s}^{-1}$ 에 도달하고 이어서 다시 상승을 하여 107MPa의 크립속도에 도달함을 알 수 있었다.  $\epsilon=0.20$ 에서의 크립속도는 반복주기 변형을 하였을 때가 응력강하의 경우보다 약간 높았으며, IN617은 RR 350과 Incoloy 800H에서와 같이 반복주기 변형시 변형속도 둔화(CCD)가 일어남을 알 수 있었다.

#### 전위구조

Fig. 6에서 Fig. 10은 투과전자현미경에서 관찰한 전위구조를 나타낸다. Fig. 6은 175 MPa에서  $\epsilon=0.20$ 까지 변형한 전위구조로서 아결정립의 크기는 약  $1.5\mu\text{m}$ 이고, 자유전위밀도( $\rho$ )는 약  $33 \times 10^{12}/\text{m}^2$ 이다. 이러한 전위구조는 i) Fig. 5의 2가 나타낸 바와 같은 107MPa로 응력강하와 ii) 반복주기 변형을 한 결과, Fig. 7에서 10에 나타낸 바와 같은 전위구조로 바뀌었다. 즉, i) 180→107 MPa로 응력을 감하였을 때, Fig. 7에 의하면 아결정립

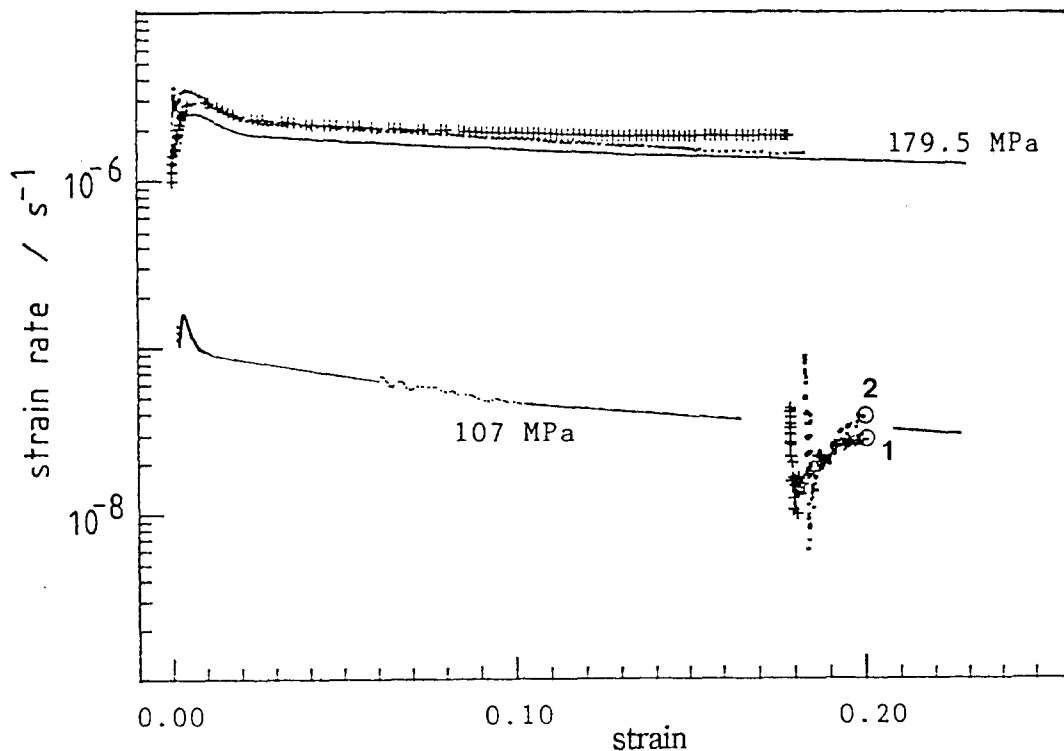


Fig. 5. Creep rates of (1) stress reduction from 180 to 107 MPa and (2) cyclic deformation from 180 MPa(17sec.) to 0.2 MPa(17 sec.), in comparison with monotonic creep rates. The stress reduction(+++: 1) and cyclic (...: 2) deformation have been carried out after monotonic deformation to  $\epsilon=0.18$  at 180 MPa.

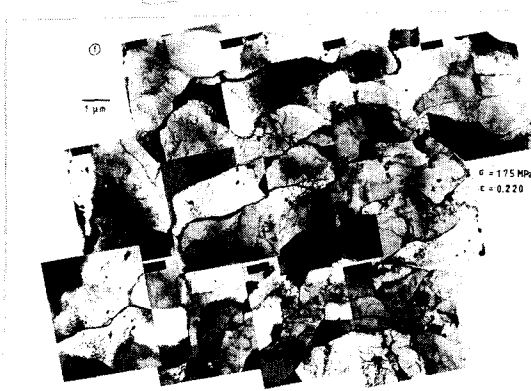


Fig. 6. TEM observations of dislocation structure crept to  $\epsilon=0.22$  at 175 MPa.

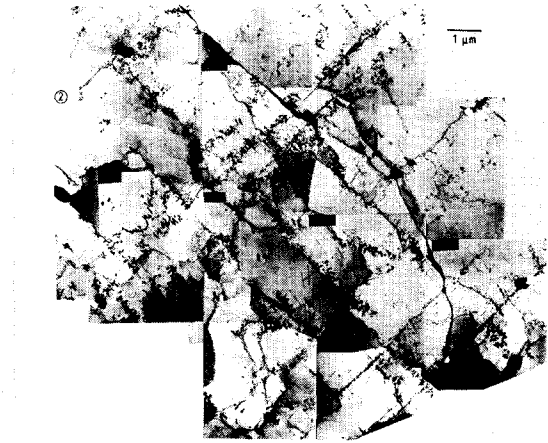


Fig. 7. TEM observations of dislocation structure after stress reduction tests (corresponds to point 1 in Fig. 5).

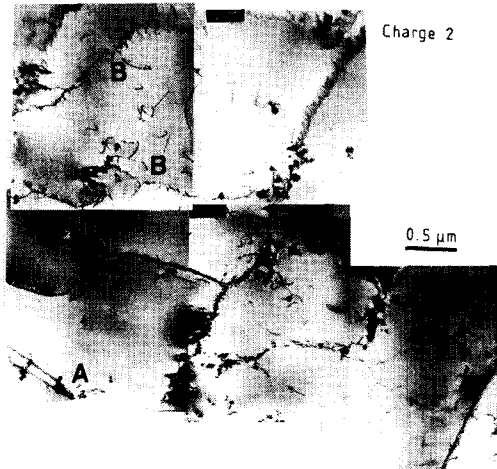


Fig. 8. Detailed dislocation structure of Fig. 7.

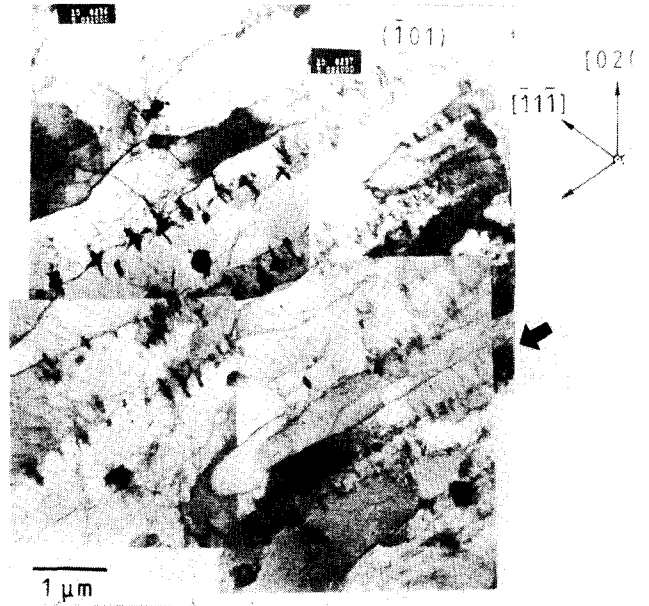


Fig. 9. TEM observations of dislocation structure after cyclic deformation tests (corresponds to point 2 in Fig. 5).

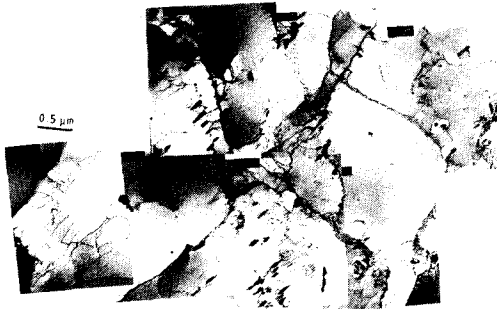


Fig. 10. Detailed dislocation structure of Fig. 9.

의 크기는 2-4 $\mu\text{m}$ 로 조대하게 성장하였고, Fig. 8의 자유전위밀도도  $12 \times 10^{12}/\text{m}^2$ 으로 감

소하여 107MPa의 정압시험에 의한 결과값들과 거의 같았다. 특히 Fig. 8에서 A로 나타낸 부분은 아결정립들이 감압에 따른 역운동으로 부분적으로 아결정립의 크기(L)가 오히려 작아지는 영역도 있으나, 대개의 경우 B로 표시한 것과 같이 아결정립이 파괴가 되면서 자유전위를 생성하면서 König등<sup>(6-8)</sup>등  $L \propto 1/\sigma$ 라고

제의한 바와 같이 아결정립이 커지게 된다.  
 ii) 반복주기변형을 할 때에도 응력강하에서 처럼, 아결정립의 크기(Fig. 9)가  $3\mu\text{m}$ 로 성장을 하였으며, 그내부의 자유전위밀도(Fig. 10)도 약  $11 \times 10^{12}/\text{m}^2$ 로 감소를 하였다.

앞서 언급한 크립변형과 전위구조에 관한 결과를 Fig. 11에 요약하여 나타내었다; (a) Fig. 5 응력강하와 반복주기변형의 변형에 대한 크립속도를 확대하여 나타내었으며, 이에 따른 (b)자유전위의 변화 및 (c)아결정립의 크기변화를 표시하였다. Fig. 11(a)에 나타낸 바와 같이 응력강하와 반복주기변형에 의한 크립변형속도와 모양은 거의 유사하며, 두 크립변형속도들은 우선 변형이 진행됨에 따라 약  $10^{-5}/\text{s}^{-1}$ 까지 급속히 감소를 하고, 이어서 증가를 하였다. 이러한 실험결과는 König등<sup>6)</sup>이 제시한 설명에 의하면 크립속도의 급속한 감소는 응력감소에 따라 자유전위도 감소하기 때문에 발생하며, 이어서 나타난 크립속도의 증가는 아결정립이 성장하기 때문에 일어나는 것으로 설명할 수 있다. 이러한 크립속도는 Fig. 11(b)의 자유전위밀도의 결과와 비교할 때, 거의 유사한 값을 가지므로, IN 617에 있어서 크립변형속도는 자유전위밀도로 설명할 수 있음을 알 수 있다. 그러나 Fig. 11(a)에서 반복주기변형의 변형속도(2)가 응력강하 때(1)보다 다소 높았으며, 그 결과를 다음과 같이 설명을 할 수 있다; 일반적으로 반복주기변형의 아결정립의 크기는 Al<sup>9)</sup>과 Incoloy 800 H<sup>9)</sup>에 있어서 오직 가해진 응력의 최대값에 의존한다고 보고하고 있다. 본 연구결과에서도 Fig. 11(c)에 나타낸 바와 같이 유사성을 보이나, 반복주기 변형에서 형성된 아결정립의 크기는 약  $1.4\mu\text{m}$ 로서 107 MPa의 정압실험에서 구한  $1.6\mu\text{m}$ 보다 다소 작았다. 이것은 Fig. 9의 우측하단부(←로 표시)가 보여주는 바와 같이 반복주기 변형은, 국부적으로 방향성을 지닌 작은 아결정립을 발달시키기 때문에 응력강하와 107MPa의 정압시험때 보다 아결정립의 크기가 작게 되는 것을 알 수 있다. 이러한 방향성을 띤 아결정립의 모양은 피로시험시 발생하여 소성변형을 급격히 유발시키는 영구 미끄럼 띠<sup>10)</sup>(persistent slip band)와 비유할 수 있다. 영구 미끄럼 띠는 변형속도를 급격히 증가시키는 중요한 요인이므로, 반복주기변형

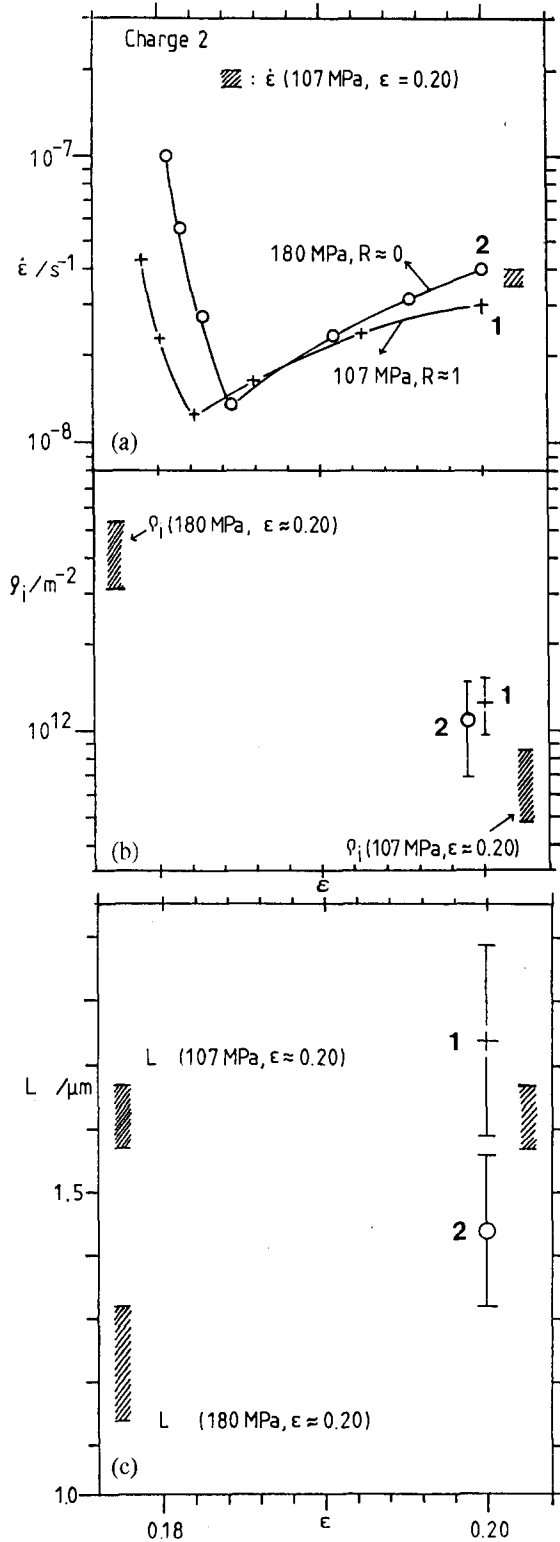


Fig. 11. (a) Creep curves, (b) free dislocation densities and (c) subgrain sizes during transient creep after stress reduction from 180MPa to 107MPa(1) and cyclic deformation between 180 and 0.2MPa(2), after deformation at 180MPa and  $\epsilon=0.18$ .

에 의해 발생된 작으면서 방향성을 지닌 Fig. 9의 아결정립군들은 영구 미끄럼 띠와 유사하기 때문에, Fig. 11(a)에 1로 표시한 반복주기 변형속도가 2로 표시한 응력강하시험의 속도보다 빠른 것으로 사료된다.

#### 4. 결 론

1074K에서 IN 617의 107과 180MPa에서  $\epsilon=0.20$ 까지 정압크립변형을 하였다. 또한, 180MPa에서  $\epsilon=0.18$ 까지 정압크립을 한 직후 한시편에는 107MPa로 응력강하시험을 수행하고, 다른 시편에서는 180  $\leftrightarrow$  0.2 MPa의 응력으로 각각 17초씩 반복주기변형을 수행하여 정압크립변형시의 크립곡선 및 전위구조와 비교를 하였다.

(1) IN617의 반복주기변형에서는 변형속도 둔화(CCD)가 발행함을 알 수 있었다.

(2) 응력강하와 반복변형시험의 크립변형속도와 모양은 상호 비슷하고, 두곡선 모두 회복 변형곡선을 나타내었다.

(3) 이러한 회복크립은 아결정립크기와 자유전위밀도로서 그 회복기구를 설명할 수 있었다. 즉, 변형의 방법의 전혀 다른 응력강하와 반복주기변형을 실시하였으나, 크립속도와 모양이 유사하였으며, 이때 구한 자유전위밀도와 아결정립의 크기도 비슷하였다.

(4) 그 결과 특히, IN 617 크립변형속도는 자유전위밀도에 의존함을 알 수 있었다.

(5) 반복주기변형의 변형속도가 응력강하때보다 약간 높은 이유는 반복주기변형시 시편의 일부에서 전위의 미끄럼이 용이한 일종의 미끄럼 띠를 형성하기 때문인 것으로 사료가

되었다.

#### 참고문헌

1. W. Blum, P.D. Portella and R. Feilhauer, *Festigkeit und Verformung bei hoher Temperatur*, pp. 41, edited by B. Ilschner, Deutsche Gesellschaft für Metallkunde (1983).
2. D.K. Shetty and M. Meshi, *Metall. Trans.*, 6A 349 (1975).
3. W.L. Bradley, S.W. Nam and D.K. Matlock, *Metall. Trans.*, 7A, 425 (1976).
4. A.H. Meleka, *Tet. Rev.* 7, 43 (1962).
5. P.D. Portella and W. Blum, *Proc. of the 4th Riso Intern. Symp. on Metallurgy and materials Science*, p. 493, Roskilde, (1983).
6. G. König and W. Blum, *Acta Metall.* 28, 519, (1980).
7. M.S. Soliman, T.J. Ginter and F.A. Mohamed, *Phil. Mag. A No. 1*, 48, 63 (1983).
8. I. Ferreira and R. G. Stang, *Acta Metall.* 31, 585 (1983).
9. P.D. Portella and W. Blum, *Proc. of the 4th Riso Intern. Symp. on Metallurgy and Materials Science*, pp. 161, Roskilde, (1983).
10. H. Mughrabi, *Proc. of the 5th Int. Conf. on the Strength of Metals and Alloys*, vol. 3, pp. 1615, edited by P. Haasen et al., Pergamon Press, (1980).