

## 인코넬 690의 강화기구에 관한 연구

허무영\* · 박용수\*\* · 안성욱\*\*\*

(1997년 2월 3일 접수)

## On the Strengthening Mechanisms of INCONEL 690

Moo-Young Huh, Yong-Soo Park and Seong-Uk An

### Abstract

The microstructure of the inconel 690 alloy was varied by the solution treatment and the thermal treatment. The specimens having different microstructures were examined in order to understand the strengthening mechanism of the inconel 690. The level of supersaturation of carbon in the solid solution was increased by applying a longer solution treatment at 1150°C. As increased carbon content in the solid solution, more carbides precipitated during the thermal treatment at 700°C. Since the carbides played a role of obstacle on the movement of dislocations, a higher tensile strength was obtained in the sample having a large number of carbides. The accumulation of dislocations at the grain boundary carbides caused the development of intergranular fracture which led to a lower elongation.

**Key Words :** Inconel 690, Stengthening Mechanism, Solution Treatment, Thermal Treatment

### 1. 서 론

경수로용 원자력 발전소의 중요한 설비인 전열관은 가혹한 부식환경에서 사용됨으로 재료의 선택이 중요하다. 현재는 INCO사의 인코넬 600 합금이 전열관 재료로 주로 사용하고 있다. 그러나 이 재료를 고온, 고압하에서 장시간 사용함에 따라 부식문제<sup>(1)-(5)</sup>가 발생하여 최근에 이를 해결하기 위하여 Cr의 함량을 높힌 인코넬 690 합금이 개발되었다. 최근에 인코넬 690을 전열관 재료로 적용하는 가능성을 시험중에 있으며 특히 인코넬 690의 합금설계시 내식성과 더불어 각 제조공정에 따른 기계적성질의 향상을 도모하고 있다.<sup>(6)-(8)</sup> 따라서 전열관 재료로 사용되는 인코넬 690의 기계적성질에 미치는 인자들을 이해하

는 것은 중요하다.

일반적으로 기존의 초합금(superalloy)의 기계적 특성을 향상시키는 강화기구로는 고용강화, 기지-석출물간의 격자불일치에 의한 강화, 입자미세화에 의한 강화, 분산강화등이 있다.<sup>(9)-(15)</sup> 일반적인 Ni계 초합금의 강도는 열처리에 의하여 얻어지는  $\gamma'$ 상의 석출로 특징지워진다. 그런데 이와 같은 Ni계 초합금과는 달리 인코넬 690은  $\gamma'$ 상의 형성원소인 Ti, Al의 함량이 적기 때문에 인코넬 690의 기계적특성은  $\gamma'$ 상의 석출강화가 아닌 새로운 강화기구가 작용할 것으로 기대된다. 그런데 현재까지 인코넬 690의 기계적 특성에 영향을 미치는 인자들에 대한 연구은 거의 보고된 것이 없다.

본 연구에서는 용체화처리 및 TT처리(thermal treat-

\* 고려대학교 공과대학 재료금속공학부

\*\* 연세대학교 공과대학 금속공학과

\*\*\* 한국과학기술연구원 특성분석센터

ment)를 변화시켜 결정립의 크기와 탄화물의 부피분율과 분포형태가 서로 다른 인코넬 690을 제조하였다. 각 조건으로 제조된 시료는 상온인장시험을 통하여 기계적 특성을 평가하였고 광학현미경, 투과전자현미경, 주사전자현미경으로 미세조직과 파단면을 관찰하여 인코넬 690의 작용하는 강화기구를 고찰하였다.

## 2. 실험방법

본 실험에 사용한 인코넬 690 합금의 화학조성은 Table 1과 같다. 합금을 진공에서 용해 주조하여 잉고트로 제조한 후, 1200°C에서 열간압연하여 3 mm의 열연판재를 제조하였다. 냉간압연은 직경 127 mm의 실험실용 쌍를 냉간압연기에서 60% 까지 냉간압연하여 냉간압연 판재의 두께를 1.2 mm로 제조하였다. 이 냉간압연 판재를 Ar 분위기에서 1150°C에서 각각 10분, 30분간 용체화처리 하였다. 인코넬 합금의 강도를 높히기 위하여 700°C에서 1시간에서 3시간까지 열처리 하였는데 이 공정을 TT처리(thermal treatment)라 한다. 인장강도, 연신률 등은 상온인장하여 얻었으며, 각종 열처리에 따른 미세조직의 변화는 광학현미경과 투과전자현미경으로 관찰하였다. 미세조직의 관찰방향은 판재의 축면방향(transverse direction)이였다.

## 3. 실험결과 및 고찰

예비실험결과 1150°C에서 1시간 이상의 용체화처리시에는 몇몇 특정결정립이 매우 조대화되는 비정상결정립성장이 일어났기 때문에 구조재로 사용하기 부적합하기 때문에 본 연구에서는 1150°C에서의 용체화처리 시간을 10

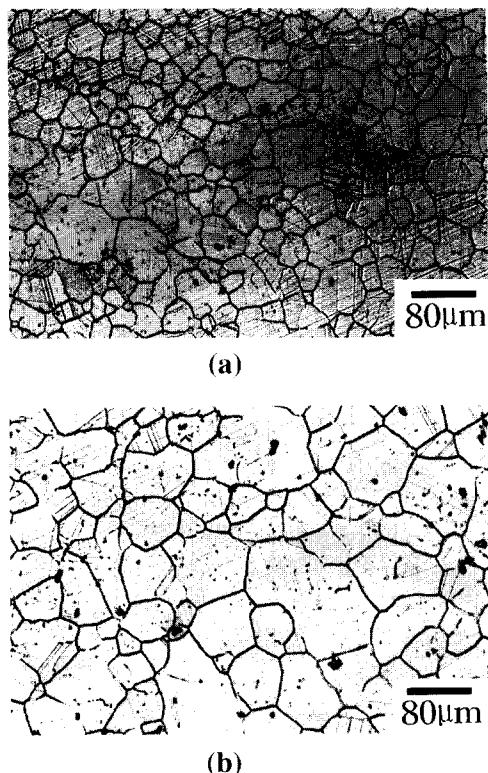


Fig. 1 Optical micrographs of Inconel 690 after the solution treatment at 1150°C for (a) 10 min. (b) 30 min.

분과 30분으로 정하였다. Fig. 1(a)와 (b)는 열간압연된 인코넬 690을 1150°C에서 각각 10, 30분 용체화처리한 시료의 미세조직을 광학현미경으로 관찰한 결과이다. 결정립 내부에서는 용체화처리시 형성된 많은 어닐링쌍정이 관찰되며, 30분간 용체화처리한 시료의 평균 결정립 크기

Table 1 Chemical composition of Inconel 690(wt. %)

C	Mn	Si	Cr	Ni	Nb	Ti	P	S	Fe	Al	Co	Cu
0.037	0.73	0.39	27.17	bal	0.51	1.06	trace	<0.003	10.19	0.035	0.04	0.17

Table 2 Tensile properties and grain size of Inconel 690 after solution treatment at 1150°C

Solution Treatment	Tensile Strength (MPa)	Elongation (%)	Grain Size (μm)
1150°C, 10 min.	903	32.8	30
1150°C, 30 min.	722	43.3	50

는 약 50  $\mu\text{m}$ 로 10분간 용체화된 시료의 결정립 크기 약 30  $\mu\text{m}$ 에 비하여 약 2배 정도였다. 이것은 1150°C의 열처리에 의하여 결정립의 성장이 일어났음을 의미한다.

Fig. 2의 (a)는 열간압연한 시편, (b)와 (c)는 각각 1150°C에서 10분, 30분 용체화처리한 시편의 미세조직을 투과전자현미경으로 관찰한 결과이다. Fig. 2(a)의 열

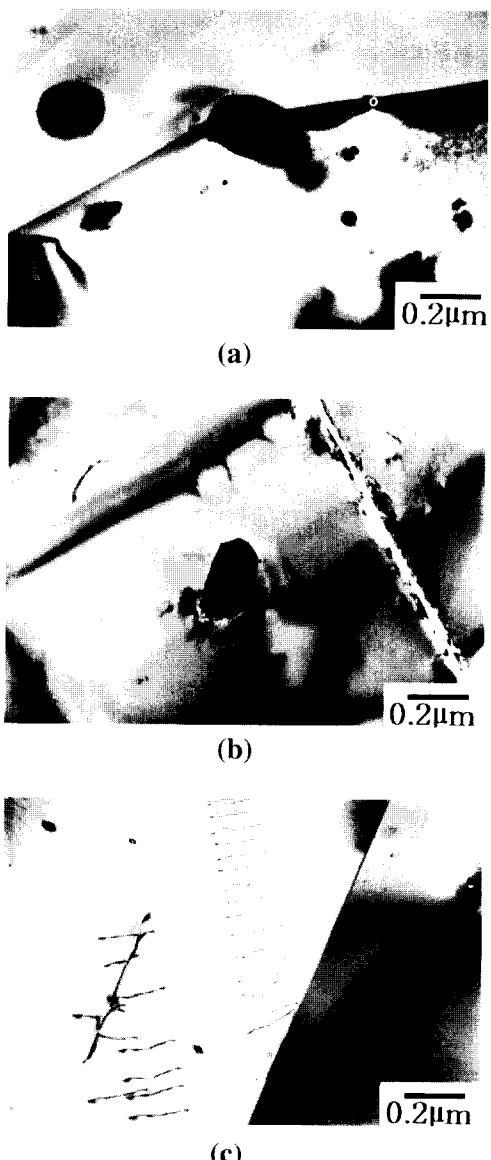


Fig. 2 Transmission electron micrographs of Inconel 690; (a) after the hot rolling, (b) after the solution treatment at 1150°C for 10 min, (c) after the solution treatment at 1150°C for 10 min.

간압연한 시편에서는 주조시 형성된 탄화물이 열간압연 후에도 결정립계와 결정립내에 잔류하고 있음을 알 수 있었다. 또한 Fig. 2(b)의 1150°C에서 10분간 용체화처리 후에도 고용되지 않은 석출물들이 기지에 존재하였다. Fig. 2(c)의 1150°C에서 30분간 용체화처리한 시료의 미세조직에서는 모든 탄화물들이 기지에 고용되어 결정립계와 결정립내의 어느 곳에서도 탄화물이 관찰되지 않아 효과적으로 용체화처리가 행하여 졌음을 확인할 수 있었다.

Table 2는 열간압연된 인코넬 690을 1150°C에서 용체화처리한 시편을 상온인장시험하여 용체화시간에 따른 인장강도와 연신율의 변화를 결정립의 크기와 함께 보여준다. 10분 용체화된 시편은 30분 용체화한 시편에 비하여 인장강도는 더 높고 연신율은 더 낮았다. 이것은 10분 용체화처리한 시편에서는 결정립이 미세하고 경한 탄화물을 갖어 인장강도가 높게 얻어졌을 것이다. 또한 10분 용체화한 시편의 연신율이 낮은 것은 용체화처리시 기지에 완전히 고용되지 않고 결정립계에 존재하는  $M_{23}C_6$ 들에 인장시험시 응력집중이 일어나 입계파괴가 파괴기구로 작용하여 연신율 저하의 원인으로 작용하였을 것이다. 실제로 파단면을 주사전자현미경으로 관찰한 결과 30분 용체화한 시편에 비하여 10분 용체화된 시편의 파단면에서 벽계파괴 구역이 보다 많이 관찰되었다.

용체화한 인코넬 690은 TT처리에 의하여 원자로 소재로 사용될 강도를 얻게된다. Fig. 3은 용체화처리후 TT처리에 따른 미세조직의 변화를 광학현미경으로 관찰한 결과이다. (a)와 (b)는 1150°C에서 10분간 용체화처리 후 700°C에서 각각 1시간 20시간 TT처리한 시료의 미세조직이며, (c)와 (d)는 1150°C에서 30분간 용체화처리 후 700°C에서 각각 1시간, 20시간 TT처리한 시료의 미세조직이다. 700°C에서 20시간까지 TT처리에 의하여 결정립의 크기는 거의 변하지 않았다. 이것은 TT처리 온도가 700°C로 낮고 또한 용체화처리시 고용되지 않은 탄화물과 TT처리시에 형성되는 탄화물이 결정립성장을 방해하는 요인으로 작용하였기 때문일 것이다.

Fig. 4의 (a)와 (b)는 1150°C에서 10분간 용체화처리한 후 700°C에서 각각 1시간, 20시간 TT처리한 시료의 투과전자현미경 미세조직이며, (c)와 (d)는 1150°C에서 30분간 용체화처리 후 700°C에서 각각 1시간, 20시간 TT처리한 시료의 투과전자현미경 미세조직이다. 700°C에서 TT처리에 의하여 석출된 탄화물들이 관찰되었다. 이와 같이 인코넬 690은 TT처리에 의하여 탄화물 석출로 요구되는 강도를 얻게되는 것이다. Fig. 4 (c)는 탄화물

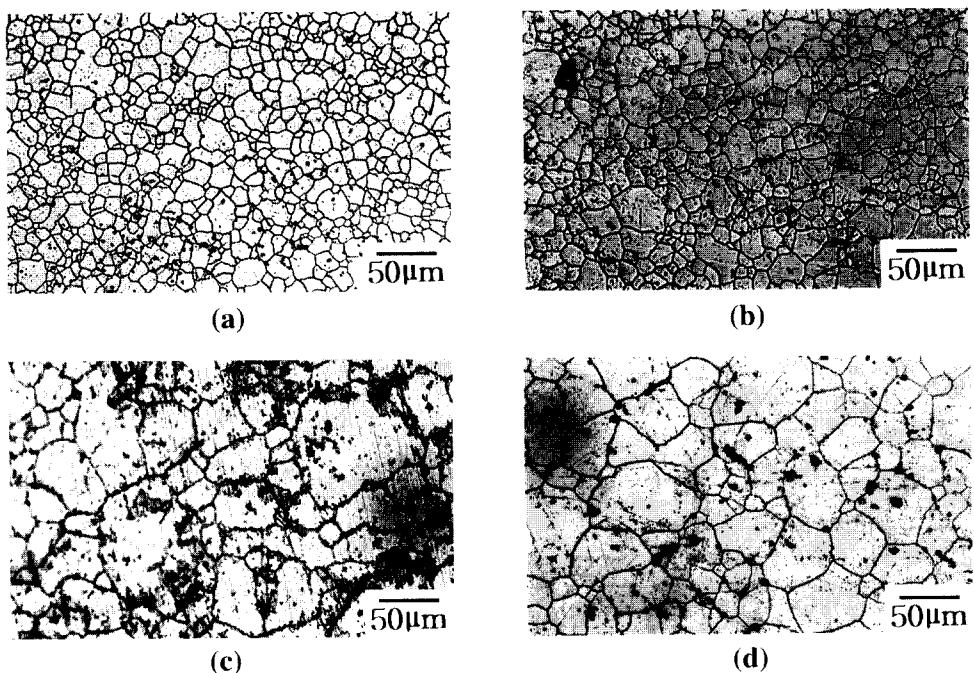


Fig. 3 Optical micrographs observed from the sample;

- (a) thermal treated at 700°C for 1hr. (solution treated for 10 min.)
- (b) thermal treated at 700°C for 20hr. (solution treated for 10 min.)
- (c) thermal treated at 700°C for 1hr. (solution treated for 30 min.)
- (d) thermal treated at 700°C for 20hr. (solution treated for 30 min.)

부근에서 얻어진의 국부전자회절상으로 기지와 탄화물의 격자상수는 각각  $3.5 \text{ \AA}$ 과  $10.5 \text{ \AA}$ 으로 확인되었으며, 이 탄화물은 이미 보고된  $M_{23}C_6$ 였다.<sup>(16,17)</sup> 탄화물의 격자상수는 기지의 격자상수에 정확히 3배이기 때문에 기지와 탄화물과는 정확한 정합관계가 얻어진다.

Fig. 4에서 관찰되는  $M_{23}C_6$  탄화물들은  $0.05\sim0.1 \mu\text{m}$ 의 다양한 크기를 갖으나 대부분 결정립계에 띠모양으로 불규칙하게 석출되었다. TT처리전에 행한  $1150^\circ\text{C}$ 의 용체화처리가  $M_{23}C_6$  탄화물의 석출에 미치는 영향을 살펴보면, 용체화처리 시간이 길수록 TT처리후에 석출되는 탄화물의 양이 증가하였다. 이것은 용체화처리 시간이 길수록 고용탄소량이 많았기 때문일 것이다. 즉  $700^\circ\text{C}$ 에서 TT처리시 과포화된 탄소의 양이 많은 시편에서 석출에 요구되는 구동력이 크므로 보다 많은 탄화물 석출이 일어난 것이다. 동일 조건으로 TT처리할 때 용체화시간이 길었던 (c)와 (d)에 비하여 형성된 용체화 시간이 짧은 시편인 (a)와 (b)에서 형성된 탄화물의 크기가 작았다. 이것은 시편에 고용된 탄소의 과포화도가 높을수록 탄화물의

성장이 크게 일어났기 때문이다.

Fig. 5의 (a)와 (b)는  $1150^\circ\text{C}$ 에서 10분, 30분 용체화 처리 후  $700^\circ\text{C}$ 에서 TT처리할 때 TT처리 시간에 따른 인장강도와 연신율의 변화를 측정한 결과이다. 용체화처리 한 상태에서는 용체화 시간이 짧은 시편의 인장강도가 용체화처리 시간이 길었던 시편에 비하여 높았다. 그러나 TT처리를 하면 용체화처리를 길게한 시편에서 오히려 높은 인장강도가 얻어졌다. 또한 용체화처리한 상태에서는 낮은 연신율이 얻어졌던 용체화처리를 짧게한 시편에서는 TT처리후에 용체화처리 시간이 길었던 시료에 비하여 오히려 높은 연신율이 얻어졌다. TT처리에 따른 인장강도와 연신율의 변화에서 특이한 점은 용체화처리 시간이 짧았던 시편에서는 TT처리에 따라 인장강도의 증가가 거의 없으며, 또한 용체화처리 시간이 길었던 시편에서는 1시간의 짧은 TT처리에 의하여 급격한 연신율의 감소(43%에서 25%로)가 얻어졌다는 것이다.

인코넬 690을 용체화처리시에는 기지속으로 탄화물의 고용이 일어나며 동시에 결정립의 성장이 일어났다. 그런

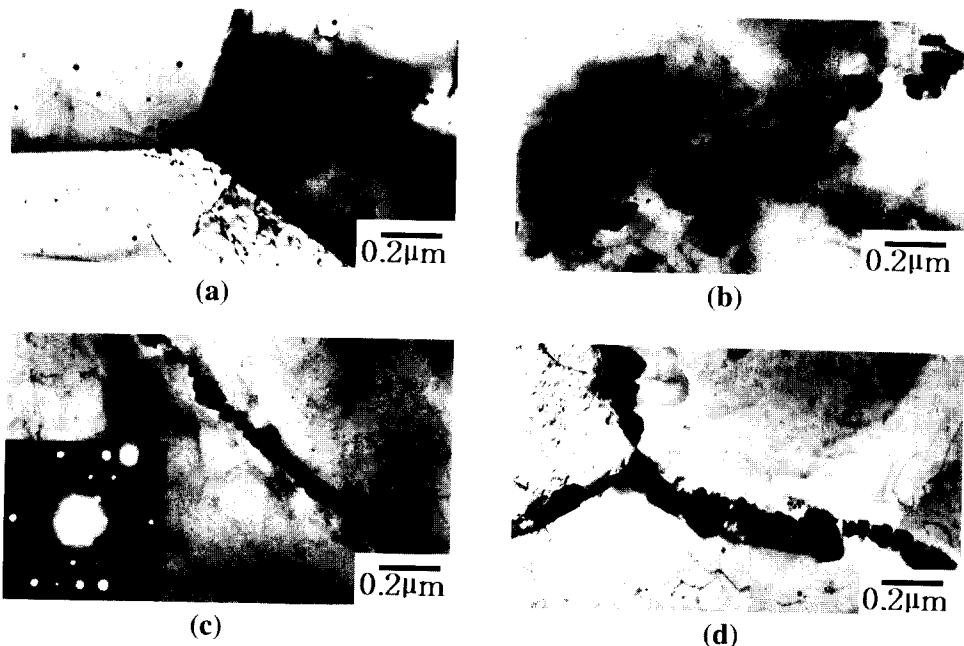


Fig. 4 Transmission electron micrographs of Inconel 690 alloys thermal treated  
 (a) thermal treated at 700 °C for 1hr. (solution treated for 10 min.)  
 (b) thermal treated at 700 °C for 20hr. (solution treated for 10 min.)  
 (c) thermal treated at 700 °C for 1hr. (solution treated for 30 min.)  
 (d) thermal treated at 700 °C for 20hr. (solution treated for 30 min.)

데 TT처리시 결정립 크기의 변화는 거의 없고 과포화된 탄소의 탄화물석출이 일어났다. 따라서 TT처리에 따른 인장강도와 연신율의 변화는 전적으로  $M_{23}C_6$  탄화물의

석출에 의하여 얻어졌을 것이다. 그러므로, 용체화 시간이 길었던 시편에서 TT처리에 따라 인장강도의 증가와 연신율의 감소가 높게 얻어진 것은 TT처리시 형성된 탄화물

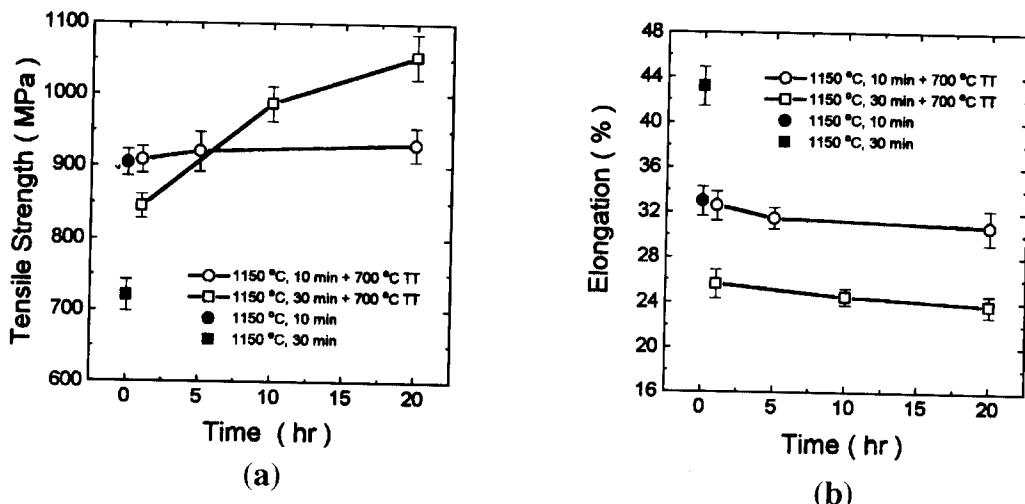


Fig. 5 Variation of the tensile properties during the thermal treatment at 700 °C.  
 (a) tensile strength, (b) elongation.

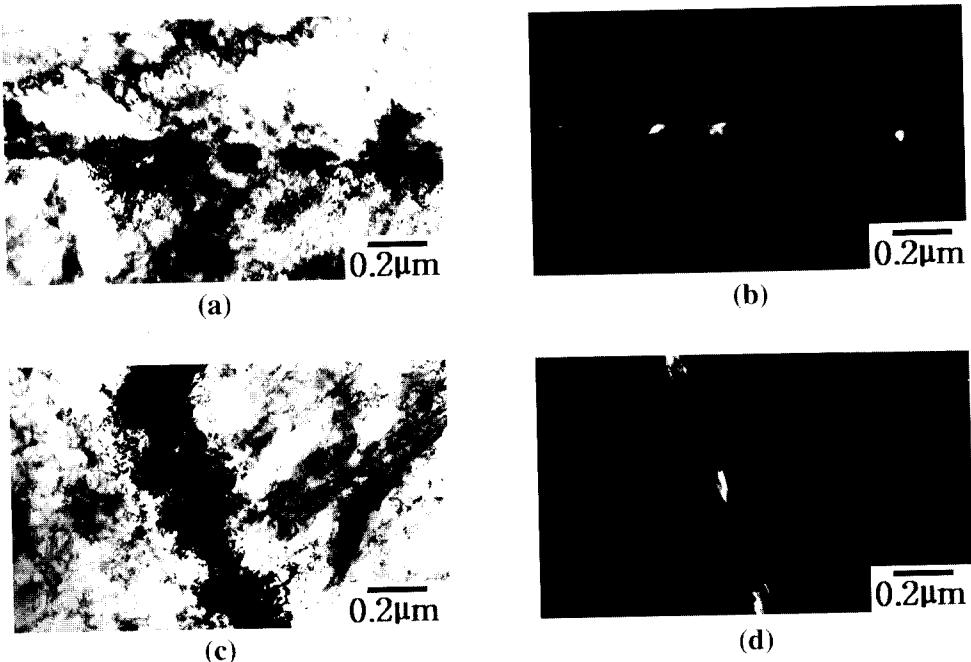


Fig. 6 Transmission electron micrographs showing the deformed microstructure observed after the tension test.

- (a) BF image of the specimen thermal treated at 700°C for 20hr. (solution treated for 10 min.)
- (b) DF image of carbide obtained from (a)
- (c) BF image of the specimen thermal treated at 700°C for 20hr.(solution treated for 30 min.)
- (d) DF image of carbide obtained from (c)

의 양이 많았기 때문일 것이다.

이상의 실험결과로 인코넬 690의 기계적 특성은 전적으로 미세조직에 존재하는  $M_{23}C_6$  탄화물에 의하여 지배 받음을 알 수 있었다. 따라서 원자로 전열관의 소재로 인코넬 690이 사용될 때 목표강도와 목표연신율을 얻기 위해서는 용체화처리시 탄소의 고용양을 제어하고 TT처리에 의하여 적정 수준의 탄화물 석출을 얻어야 한다.

Fig. 6은 인장시험한 후 파단이 일어난 인장시험의 파단면 근처의 세로단면을 투과전자현미경으로 관찰한 명시 암시과 탄화물의 암시야상이다. Fig. 6(a)와 (b)는 1150°C에서 10분간 용체화처리한 후 700°C에서 20시간 TT처리한 시료에서, 그리고 (c)와 (d)는 1150°C에서 30분간 용체화처리한 후 700°C에서 20시간 TT처리한 시료에서 관찰한 미세조직이다. 인장소성변형에 의하여 재료에 생성된 전위들이 탄화물에 집적되어 있는 것이 명시야상들에서 관찰되며, 집적된 전위가 존재하는 곳에 탄화물이 있는 것을 암시야상에서 확인할 수 있다. 특히 (c)에는 탄화물이 심하게 엉켜있는 것이 보여지고 있다. 이와 같이 탄화물은 인장소성변형시 전위의 이동을 방해하여 인장강도

를 높이며 또한 연신율을 감소시키는 것이다. 따라서 용체화처리를 길게하여 TT처리시 탄화물의 생성이 많았던 시료에서 인장강도가 높고 연신율이 낮은 것은 탄화물의 역할로 입증할 수 있었다.

Fig. 7의 (a)와 (b)는 1150°C에서 10분간 용체화처리한 후 700°C에서 각각 1시간과 20시간 TT처리한 시료의, 그리고 (c)와 (d)는 1150°C에서 30분간 용체화처리한 후 700°C에서 각각 1시간과 20시간 TT처리한 시료의 인장시험후 파단면을 주사전자현미경으로 관찰한 결과이다. Fig. 7(a)에서는 딥풀형태로 입내파괴가 일어난 연성파괴 구역과 부분적으로 결정립계를 따라 파괴가 일어난 취성파괴 구역도 동시에 관찰된다. TT처리 시간이 길어진 (b)에서는 연성파괴 구역이 감소하고 입계가 뽑혀나간 듯한 입괴파괴의 양상이 두드러졌다. 입계탄화물의 양이 많았던 (c)와 (d)에서는 딥풀형태를 갖는 연성파괴가 관찰되고 있지만 존재하던 결정립계의 형태를 보여주는 조대한 크기의 입계파괴가 관찰된다. 이와 같이 입계탄화물의 양이 많은 시료에서는 파괴가 주로 입계파괴로 일어남을 알 수 있다. 탄화물은 기지에 비하여 경하기 때문에 인

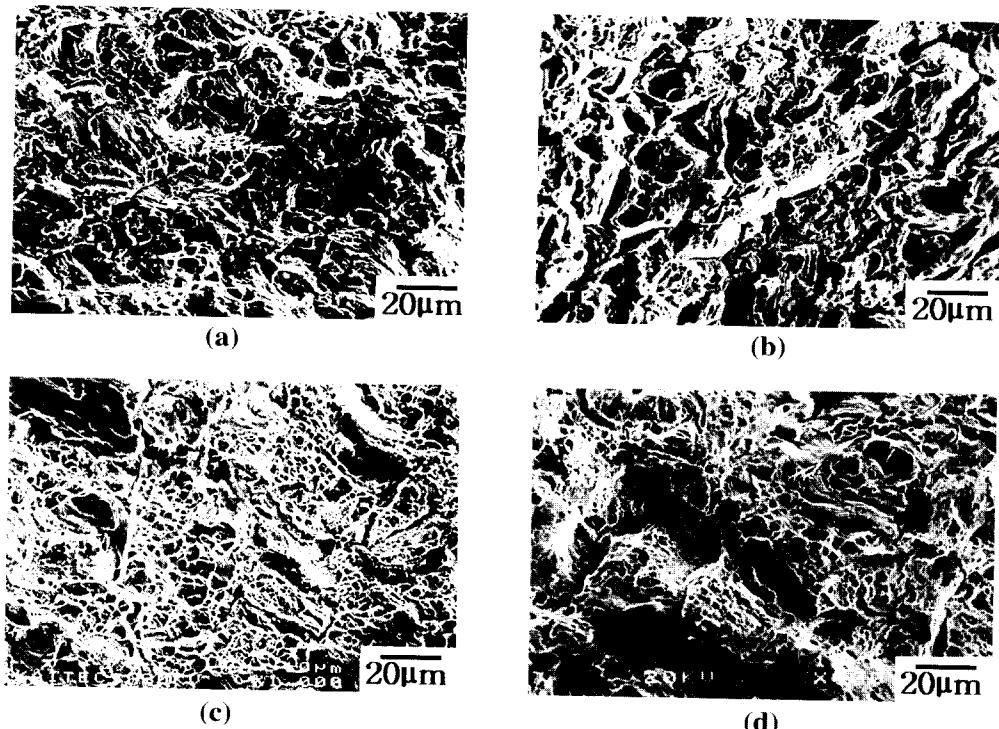


Fig. 7 Scanning electron micrographs showing the fracture surfaces after the tensile test. The sample was  
 (a) thermal treated at 700 °C for 1hr. (solution treated for 10 min.)  
 (b) thermal treated at 700 °C for 20hr. (solution treated for 10 min.)  
 (c) thermal treated at 700 °C for 1hr. (solution treated for 30 min.)  
 (d) thermal treated at 700 °C for 20hr. (solution treated for 30 min.)

장시험시 대부분의 소성유동은 기지에서만 일어날 것이다. 인장변형시 기지의 소성변형에 의하여 재료에 유입되는 전위들이 Fig. 6과 같이 입계탄화물에 집적되고 이곳에 공공의 형성과 성장이 일어나 입계가 취약해지면 균열이 전파되어 입계파괴가 일어난다. 따라서 TT처리후 입계탄화물의 양이 많은 시료에서는 입계탄화물에 연관된 입계파괴가 폭넓게 일어나 연신율이 낮았던 것임을 입증할 수 있었다.

#### 4. 결 론

본 연구에서는 용체화처리 및 TT처리를 통하여 결정립의 크기와 탄화물의 부피분률과 분포형태가 서로 다른 인코넬 690을 제조하여 기계적 특성을 평가하고 미세조직을 관찰하여 인코넬 690의 작용하는 강화기구를 고찰하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 용체화처리 시간이 길수록 과포화된 고용탄소량이

많아서 석출에 요구되는 구동력이 높아 TT처리후에 석출되는 탄화물의 양도 많고 조대한 탄화물이 형성되었다.

2. 탄화물은 인장소성변형시 전위의 이동을 방해하여 인장강도를 높히며 또한 입계탄화물은 입계파괴를 일으켜 연신율의 감소시켰다.

3. 인코넬 690의 상온인장 특성은 전적으로 미세조직에 존재하는  $M_{23}C_6$  탄화물을 의하여 지배받음을 확인할 수 있었다. 따라서 원자로 전열관의 소재로 인코넬 690이 사용될 때 최적의 목표강도와 연신율을 얻기 위해서는 용체화처리에 의하여 고용탄소의 양을 제어하고 TT처리에 의하여 적정한 탄화물 석출을 얻어야 한다.

#### 후 기

본 연구의 일부는 원자력연구소 소재개발부에서 지원하였으며 이에 감사드립니다. 또한 실험에 수고한 표은종군과 원고를 정리한 안재평박사에게도 감사드립니다.

### 참고문헌

- (1) J.J. Kai, G.P. Yu, C.H. Tsai, M.N. Liu and S.C. Yao, 1989, Met. Trans., 20A, p.2057.
- (2) J.R. Crum, 1986, Corrosion, 42, p.368.
- (3) R.A. Page, 1983, Corrosion, 39, p.409.
- (4) D. Choi and G.S. Was, 1990, Corrosion, 46, p.100.
- (5) G.P. Yu and H.C. Yao, 1990, Corrosion, 46, p.391.
- (6) M.Y. Huh, Y.S. Park and O. Engler, 1996, Proc. ICOTOM 11, p.466.
- (7) 허무영, 표은종, 박용수, 안성욱, 1995, 대한금속학회지, 제33권, 제4호, p.1197.
- (8) 안재평, 표은종, 허무영, 1994, 한국소성가공학회지, 제3권 제4호, p.392.
- (9) J.D. Verhoeven, 1975, Fundamentals of Physical Metallurgy, John Wiley & Sons, New York, p.411.
- (10) R. Pelloux and N.J. Grant, 1960, Trans. Met. Soc. AIME, 218, p.232.
- (11) R.L. Fleisher, 1963, Acta Met., 11, p.203.
- (12) J. Friedel, 1964, Dislocations, Pergamon, Oxford.
- (13) R. Nordheim and N.J. Grant, 1954, J. Inst. Met., 82, p.440.
- (14) B.H. Kear, G.R. Leverant and J.M. Oblak, 1969, Trans. ASM, 62, p.639.
- (15) N.S. Stoloff and R.G. Davies, 1966, Prog. Mat. Sci., 13, 1, p.3.
- (16) B. Pearcey and R. Smashey, 1967, Trans. Met. Soc. AIME, 239, p.451.
- (17) E. Fell, W. Mitchell and D. Wakeman, 1969, Iron Steel Inst. Spec. Rep., 70, p.136.