

Inconel 718 선재의 경도에 미치는 냉간신선가공의 영향

정용권 · 조창용* · 정병호** · 김인배

부산대학교 금속공학과

*한국기계연구원 내열재료실

**부경대학교 금속공학과

Effects of Cold Drawing Ratio on the Hardness of Inconel 718 Wire

Yong-Kwon Jeong, Chang-Yong Jo*, Byong-Ho Jung** and In-Bae Kim

Dept. of Metallurgical Eng., Pusan National University, Pusan, 609-735

*Korea Institute of Machinery & Metals, Changwon, 641-010

**Dept. of Metallurgical Eng., Pukyung National University, Pusan, 608-739

(1997년 12월 19일 받음, 1998년 2월 13일 최종수정본 받음.)

초록 Inconel 718 선재의 경도에 미치는 냉간신선가공량과 시효시간의 영향을 경도측정과 전자현미경을 사용하여 조사하였다. 고용화처리된 재료의 경도는 245Hv이었으나 50% 냉간신선가공으로 450Hv까지 증가했다. 경도값은 시효시간이 증가함에 따라 초기에 증가하다 감소하는 것으로 나타났으며, 시효 초기 경도증가는 γ'' 과 γ' 상의 석출에 의한 것이며, 최고경도 이후의 경도감소는 γ'' 상이 δ 상으로 변태되었기 때문이다. 냉간가공도가 증가함에 따라 최고경도에 이르는 시간은 감소되어 0, 30, 50% 가공재들에 대해 각각 30, 10, 5분으로 나타났다. 이는 냉간가공으로 인해 γ''/γ' 상의 석출이 촉진되었기 때문이다. 50% 가공재의 경우 1116K에서 5분 시효로 γ'' 및 γ' 상들이 석출되었다. 또한 50% 가공재에서는 초기경도 이하로 경도값이 감소되었는데, 이와 같은 경도값의 큰 감소는 재결정이 일어났기 때문이다.

Abstract Effect of cold drawing ratio and aging time on the hardness of Inconel 718 wire aged at 1116K were investigated by hardness measurement and scanning & transmission electron microscopy. Hardness which was 245Hv in as-solution treated condition increased very rapidly to 450Hv as cold drawing ratio increased to 50%. The hardness in the early stage of aging was increased by the precipitation of γ'' and γ' phases and after the peak hardness, the hardness was decreased by the transformation of γ'' phase to δ phase. The time to reach peak hardness during aging appeared to be reduced with the increase of cold drawing ratio, and those times were 30, 10, and 5 minutes for 0, 30 and 50% cold drawn materials, respectively. For the 50% cold drawn material, γ'' and γ' were precipitated by aging for 5 minutes at 1116K. The hardness in the same material was largely decreased under the initial hardness by the recrystallization.

1. 서 론

Inconel 718은 923K까지의 온도에서도 크라이프 저항성, 저주기 피로특성, 응력파단특성 및 고온안정성이 우수하여 제트엔진의 터빈 디스크재뿐만 아니라 engine frames, exhaust nozzles, compressor blades and vanes 등으로 사용됨¹⁾은 물론, 저온에서의 연성 및 파괴특성이 우수하여 rocket motor casing이나 초전도 구조재 등의 저온 구조물로서 20K까지의 저온에서도 사용되어 20K에서 923K의 넓은 온도 범위에 걸쳐서 사용된다. 또한 Inconel 718은 내식성뿐만 아니라 수소 취성 저항성, 응력부식 저항성 등이 좋아 석유나 가스산업용 장치의 구조물 등으로도 사용되고, 시효에 따른 주강화 석출상인 γ'' 의 석출이 느려 용접 열영향부의 strain-age cracking이 감소됨으로서 용접성도 좋다. 이러한 여러 가지 장점으로 인하여 우주항공 산업, 원자력 산업, 석유화학 공업 등 그 용도가 매우 다양하고 수요도 많아 초내열합금 생산량의 약 35%를 점유하

고 있다.²⁾

Inconel 718의 강화원은 DO_{22} BCT구조의 정합규칙상으로 디스크 형태로 석출하는 γ'' (Ni_3Nb)과 L_{12} FCC구조의 정합규칙상인 구형의 γ' ($Ni_3(Al,Ti)$)으로서,³⁾ 이를 석출물이 FCC γ 기지와 coherency strain을 발생시키는데, 이러한 coherency strain이 전위의 입자로의 penetration을 방해하고 규칙격자를 전위가 지나감으로서 생기는 역위상 경계에 의해서 강화된다. 이와 같은 석출물에 의한 강화 이외에도 Cr, Mo 등의 고용체 강화 및 탄화물의 형성에 의한 강화와 γ'' 과 같은 Ni_3Nb 의 조성을 갖지만, orthorhombic 구조를 갖는 부정합 안정상인 δ 상의 형상이나 양이 강도 특성에 영향을 미치고, 결정입계에서의 입자의 분포상태, 결정입계의 형상, 결정립의 크기 등이 복합적으로 영향을 미친다.^{4,5)}

한편 Inconel 718 합금은 용체화 처리된 상태에서는 석출상이 거의 존재하지 않으므로 용체화 처리된 상태에서 가공이 용이하다. 냉간가공은 재료 내부에 가공 잔류 응력을

Table 1. Chemical compositions of specimen.

(wt%)

Element	C	Si	Mn	S	Ni	Cr	Mo	Fe	Cu	Nb+Ta	Al	Ti
Specification	Max. 0.08	-	-	-	53	19	3.0	Bal.	Max. 0.15	5.1	0.5	0.9
Specimen	0.06	0.12	0.17	0.004	53.33	18.29	3.06	Bal.	0.02	5.17	0.58	0.95

남겨하여 후열처리시 조직의 변화를 줄 수 있으며, 또한 냉간가공의 정도에 따라 후열처리시 혹은 시효시 석출상의 양과 형상 그리고 석출에 필요한 시효시간 등이 변화될 수 있다.

현재까지의 많은 연구들은 주로 이 재료의 주강화상인 γ'' 과 γ' 상의 석출거동과 관련된 것이 대부분으로서, 특히 시효 전에 냉간가공을 행하였을 때 냉간가공도가 γ''/γ' 상의 석출거동과 그에 따른 기계적 성질의 변화에 초점을 두고 연구한 논문은 거의 없다. 따라서 본 연구에서는 Inconel 718 합금을 냉간신선가공도를 변화시키고, Merrick 열처리¹⁰⁾ 공정 중에서 1단계 시효온도인 1116K에서 시효처리를 하였을 때 시효시간에 따른 γ'' 및 γ' 상들의 석출거동 및 이에 따른 경도의 변화를 조사하였다.

2. 실험 방법

본 연구에 사용된 시료는 독일 VDM사로부터 제조한 것으로서 VIM과 VAR의 double melting에 의해 제조된 후 열간단조, 열간신선한 후 1339K에서 고용화처리된 직경이 10.3mm의 봉으로서, 평균 결정립의 크기는 30~40 μm 이었으며, 그 화학조성은 표 1과 같다.

냉간신선가공은 상온에서 실시하였으며, 단면감소율을 30%와 50%로 냉간 신선한 후, 1116K 시효온도에서 5분에서 7시간까지 등온 시효처리한 후 공냉하였다. 기계적 성질의 변화는 미세경도로 조사하였으며, 미세경도의 측정은 선재의 수직 단면을 하중300g, 부하시간 10초로 하여 20회 측정한 후 산술평균하였다.

미세조직의 변화는 주사전자현미경 및 투과전자현미경으로 관찰하였다. 주사전자현미경조직 관찰을 위한 부식액으로는 칼링용액을 약 100°C로 가열하여 사용하였으며, 투과전자현미경 관찰을 위한 jet polishing은 ethanol 70%, glycine 10%, 과염소산 20%를 사용하여 전류 120mA로 상온에서 수행하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1 냉간가공에 의한 가공경화

그림 1은 Inconel 718 합금의 냉간신선가공도의 변화에 따른 경도의 변화를 보여준다. 그림 1에서 볼 수 있듯이 고용화 처리된 상태에서의 경도가 245Hv 정도의 값을 보였지만, 50% 냉간신선가공을 행하였을 경우 450Hv까지 증가함을 보여주고 있다.

그림 2는 Inconel 718과 본 연구에서 측정한 유사 초내열 합금의 냉간가공경화도를 비교한 그림으로서, 그림에서 볼 수 있듯이 같은 Ni-base합금인 Inconel 601이나 Mo-

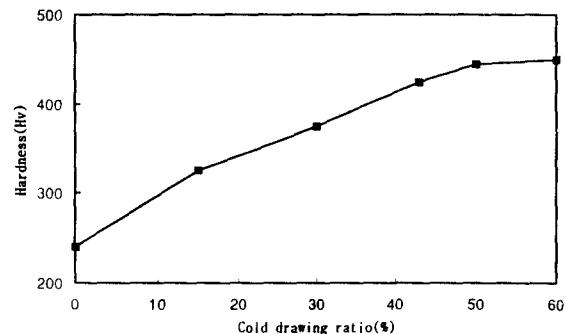


Fig. 1. Relation between cold drawing ratio and hardness in Inconel 718.

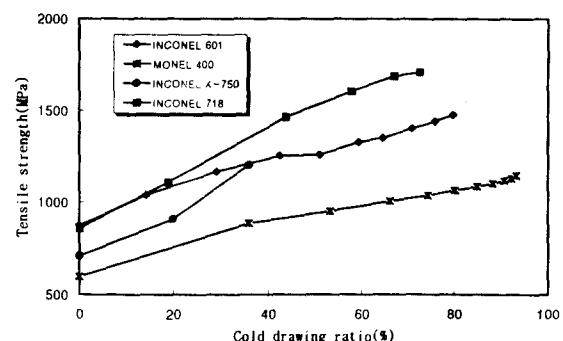


Fig. 2. Relation between cold drawing ratio and tensile strength in some materials including Inconel 718.

nel 400에 비해서는 상당히 크고, 시효처리에 의해 γ' 상을 석출하는 같은 계열인 Inconel X-750과는 비슷한 가공경화 특성을 나타낸다.

그림 3은 30% 및 50% 냉간가공한 재료의 TEM 조직을 나타내는 사진으로서 냉간가공으로 인해 많은 전위가 생성되어 있으며, 부분적으로는 tangled network을 형성하고 있으나, 대체적으로 planar array를 하고 있음을 볼 수 있다.

이러한 planar array는 적층결합에너지가 작은 금속에서 일어나는 현상으로서, 적층결합에너지가 클 경우에는 교차슬립이 쉽게 일어나서 dislocation tangle이 일어나지만, 적층결합에너지가 낮을 경우에는 상대적으로 교차슬립이 어려워 planar array를하게 되며, 이러한 재료는 일반적으로 가공경화도가 높다.⁷⁾ 순 Ni의 경우는 적층결합에너지가 150mJ/m² 정도로서 상당히 큰 편이지만,⁸⁾ Inconel 718의 경우는 대략 50mJ/m²로서⁹⁾ 상대적으로 상당히 작다. 이와 같이 순 Ni보다 적층결합에너지 값이 작은 이유는 적

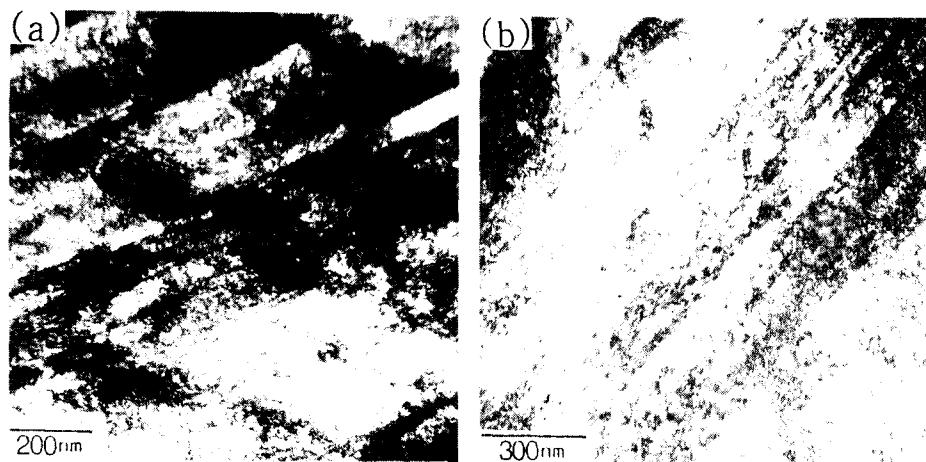


Fig. 3. TEM microstructures of Inconel 718 wire cold drawn to (a) 30% and (b) 50%.

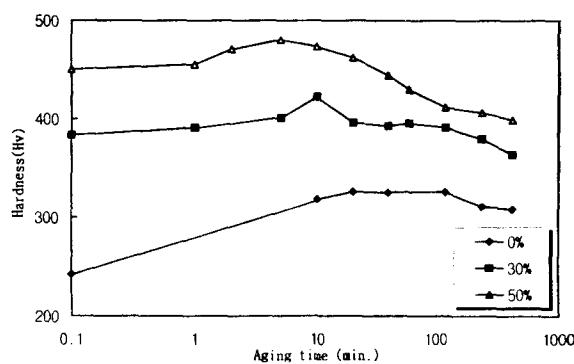


Fig. 4. Relation between hardness and aging time at 1116K.

총결합에너지를 감소시킬 수 있는 Cr, Mo, Al, Ti 등이 합금화됨으로서 나타난 결과이다.^{7,10)} 따라서 본 시험재료인 Inconel 718의 경우 TEM 조직 관찰을 통하여 알 수 있는 바와 같이 planar array를 하고 있으므로, 냉간가공으로 인한 가공경화 정도가 높은 합금이라 할 수 있으며, 이러한 사실은 그림 1과 그림 2의 결과를 잘 설명해 주고 있다.

3.2 시효경도에 미치는 냉간신선가공의 영향

그림 4는 Inconel 718 선재를 0, 30, 50% 냉간신선가공한 후 1116K에서 시효처리하였을 때 시효시간에 따른 경도변화를 나타낸 것으로서, 30% 냉간가공된 경우에는 383Hv에서 10분 시효처리하였을 때 422Hv의 최고값을 보였으나, 냉간가공도가 큰 50%의 경우에는 450Hv에서 불과 5분의 시효처리에 의해 483Hv의 최고경도값을 보임으로서, 가공도가 증가함에 따라 경도의 최대값은 물론 최고경도를 보이는 시효시간이 짧아진다는 것을 알 수 있다.

그림 4에서 볼 수 있는 시효초기 경도값의 증가는 γ'' 과 γ' 의 석출과 관련되었으리라는 판단 아래 냉간가공재의 TEM 조직 관찰을 수행하였다.

그림 5는 50% 냉간가공한 시료를 5분 시효처리한 경우의 TEM 조직과 SADP이다. 그림 5 (a)의 bright field 사진에서는 석출상의 확인이 어려웠으나, 그림 5 (b)의 dark field 사진에서는 미세한 석출상을 확인할 수 있었다. 이들 석출상의 규명을 위하여 그림 5 (c)와 같은

SADP 분석을 행한 결과 이들 석출상들은 γ'' 과 γ' 상임을 알 수 있었다. 일반적으로 γ'' 상의 석출은 γ' 상과 밀접한 관계를 갖고 있으며, 이들 두 상은 중복되어 관찰되는 경우가 많다.^{3,11,12)} 그림 5 (c)의 SADP에서 확인할 수 있듯이 본 연구에서도 γ'' 과 γ' 이 중복되어 관찰되었으며, 5분의 짧은 시효시간임에도 불구하고 γ'' 과 γ' 이 석출되었음이 확인되었다. 따라서 시효초기에 경도값의 상승 원인은 γ'' 과 γ' 상의 석출에 의한 것이라고 판단되며, 가공도가 증가함에 따라 이들 석출상의 생성속도가 증가함으로서 최고경도를 보이는 시효시간이 짧아진다는 판단을 할 수 있었다.

최고경도 이후 경도값의 감소현상과 관련하여 그림 4로부터 냉간가공도가 증가함에 따라 최고경도 이후의 경도감소폭이 크다는 것을 알 수 있다. 이러한 결과를 설명하기 위하여 1116K에서 10분동안 동시간 시효처리한 0, 30, 50% 가공재의 SEM 조직을 관찰하였으며, 그 결과가 그림 6이다. 그림 6의 SEM 조직으로부터 0 및 30% 가공재의 경우에는 δ 상의 석출이 일어나지 않았으나, 그림 6 (c)의 화살표에서 볼 수 있듯이 50% 가공재에서는 입계에 δ 상이 석출되었음을 알 수 있다. 또한 동재료에 대하여 본 연구의 연구자들이 보고한¹³⁾ 1116K 시효처리시의 δ 상 거동에 관한 연구결과에 의하면 20분의 시효처리에 의해 입내에서도 입계와 동일한 양과 형태로 δ 상이 석출된다라는 것이 확인되었다. 따라서 가공도가 50%인 경우 10분의 시효처리에 의해서 δ 상이 존재하는 것은 기지인 γ'' 상으로부터 직접 δ 상으로 석출된 것도 있겠으나, 이미 시효초기에 석출된 γ'' 상이 분해되어 δ 상으로 변태되었음^{6,13~16)}을 의미하며, 따라서 본 재료의 주강화상인 γ'' 상의 양이 감소됨으로서 경도의 감소가 일어난 것으로 해석된다. 마찬가지로 30% 가공재의 경우에도 10분 이상 시효시간이 증가하면 γ'' 상이 분해되어 δ 상으로의 변태가 일어날 것이며, 그에 따라 경도의 감소가 일어날 것이라고 생각된다. 그러나 30% 가공재의 경우 장시간의 시효처리에 의해 다양한 δ 상이 형성되었음에도 불구하고 경도감소폭이 50% 가공재에 비해 적은 것은 50% 가공재의 경우 가공에 의해서 γ'' 과 γ' 의 석출site가 많이 제공됨으로서 30% 가공재에 비해 상대적으로

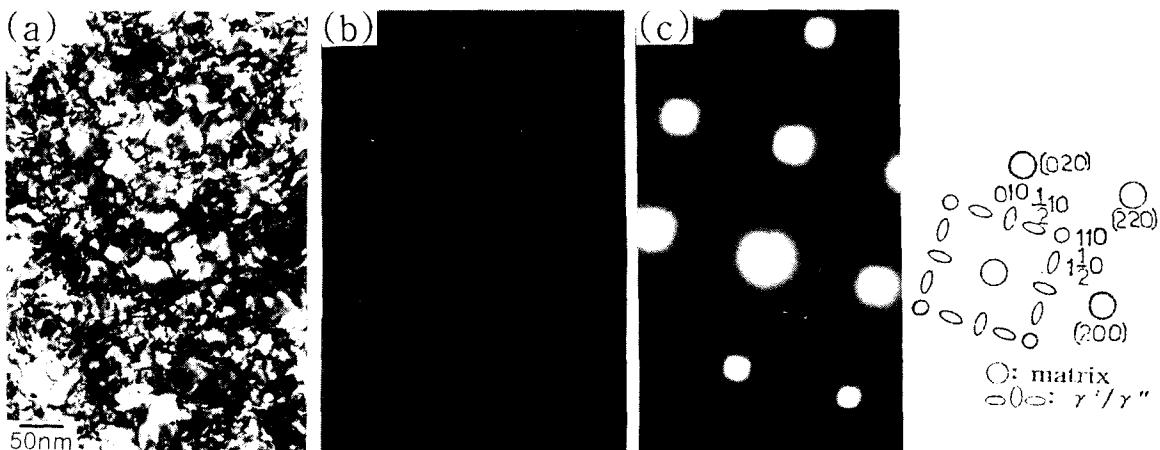


Fig. 5. (a) Bright field micrograph, (b) corresponding dark field micrograph and (c) SADP([001] zone axis) of γ''/γ' from Inconel 718 wire cold drawn to 50% and then aged for 5 minutes at 1116K.

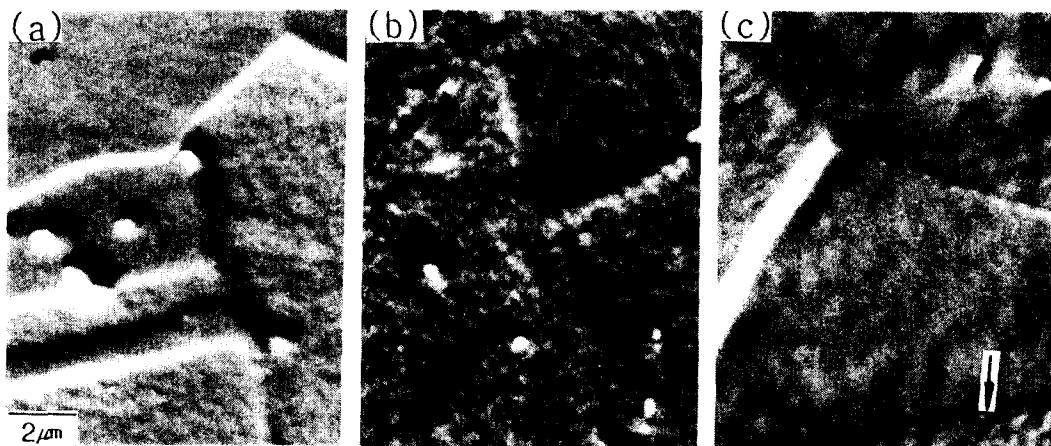


Fig. 6. SEM microstructures of Inconel 718 wire aged for 10 minutes at 1116K.
(a) as-solution treated, (b) 30% cold drawn and (c) 50% cold drawn.

많은 양의 γ'' 이 석출되었을 것이며, 그에 따라 50% 처리재의 경우가 γ'' 상 양의 감소가 상대적으로 커기 때문이라고 해석된다.

한편 본 연구의 저자들이 이미 보고한^[13] Inconel 718 선재의 1116K 시효처리시 δ 상의 석출에 미치는 냉간신선가공의 영향에 관한 연구에서는 냉간가공도가 증가함에 따라 δ 상의 석출이 촉진된다는 결과를 얻었으며, 50% 가공재의 경우 5분 시효처리시 δ 상의 석출이 일어나고 60분 시효처리시 재결정이 일어난다는 것을 확인하였다. 이와 같은 연구결과를 고려한다면 본 연구에서 얻어진 가공재의 경도값에는 δ 상의 영향이 포함되었을 것으로 생각되나, Inconel 718의 주강화상이 γ'' 과 γ' 상 경우 최대경도까지 증가한 후 계속적인 감소를 하다가 60분의 시효로 소재의 초기 경도값보다 더 떨어지는 현상은 재결정의 영향이 추가됨으로서 상대적으로 큰 경도감소를 나타낸 것으로 생각된다.^[13, 17]

4. 결 론

1116K에서 등온 시효처리했을 때 석출되는 석출물 거동

및 경도에 미치는 냉간가공의 영향을 조사한 결과 아래와 같은 결론을 얻었다.

- 1) 냉간신선가공으로 전위들이 planar array를 하였고, 50% 가공으로 경도값이 245Hv에서 450Hv로 증가되었다.
- 2) 시효시간의 증가에 따른 경도의 변화는 초기에 증가하다 감소하는 것으로 나타났는데, 시효 초기의 경도 증가는 γ'' 과 γ' 상의 석출에 의한 것이며, 최대경도 이후의 경도감소는 γ'' 상이 δ 상으로 변태되었기 때문이다.
- 3) 냉간가공도가 증가함에 따라 γ'' 과 γ' 상들의 석출이 촉진됨으로서 최고경도에 이르는 시간이 감소되어 0, 30, 50% 냉간가공을 받은 재료들에 대해 각각 30, 10, 5분이었다.
- 4) 50% 가공재의 경우 1116K에서 5분의 시효로 γ'' 상 및 γ' 상들이 석출되었다.
- 5) 50% 가공재의 경우 초기 경도 이하로 경도값이 감소되었는데, 이와 같은 경도값의 큰 감소는 재결정이 일어났기 때문이다.

참고문현

- 727(1967)
1. J.E. Barker, Superalloy 718 - Metallurgy and Applications, TMS, 269(1989)
 2. E.A. Loria, J. of Metals, July, 36(1988)
 3. J.M. Oblak, D.S.Duvall and D.F.Paulonis, Metall. Trans., **5**, 143(1974)
 4. M. Sundararaman et al., Acta Metall., **36**(4), 847 (1988)
 5. D.F. Paulonis et al., Trans., ASM **62**, 611(1969)
 6. H.F. Merrick, Met. Trans., **7A**, 506(1976)
 7. P.S. Kotval, Trans. T.M.S.-A.I.M.E., **242**, 1651 (1968)
 8. P.C.J.Gallagher, Metall. Trans., **1**, 2429(1970)
 9. D. Fourier and A. Pineau, Metal Trans., **81**, 1095 (1977)
 10. L. Delehouze and A. Deruyttere, Acta metall., **15**, 11. R. Cozar and A. Pineau, Metal Trans., **4**, 47(1973)
 12. J.L. Burger, R.R. Biederman and W.H. Couts, Superalloy 718-Metallurgy and Applications, TMS, 207(1989)
 13. Y.K. Jeong, C.Y. Jo, Y.H. Kim and I.B. Kim, The Korean Institute of Metals and Materials, **3**(4), (1997) to be published
 14. I. Kirman and D.H. Warrington, Metal Trans., Oct., 1(1970)
 15. M. Sundararaman, P. Mukhopadhyay and S. Banerjee, Metal Trans., **19A**, 453(1988)
 16. R.R. Singh, Ph.D. Thesis, Drexel University, Philadelphia, PA (1987)
 17. R.P. Singh, J.M.Hyzak, T.E.Howson and R.R. Biederman, Superalloy 718, 625 and Various Derivatives, TMS, 205(1991)