

TEP 분석을 이용한 냉간가공된 Zr-based 합금의 등온열처리에 따른 회복 및 재결정 거동에 관한 연구

오영민 · 정홍식 · 김선진
한양대학교 공과대학 신소재공학부

Study on the Recovery and Recrystallization of Cold-rolled Zr-based Alloys by Thermoelectric Power Measurement During Isothermal Annealing

Young Min Oh, Heung Sik Jeong and Seon Jin Kim

Dept. of Materials Engineering, Hanyang University, Seoul, 133-791, Korea

(2001년 3월 31일 받음, 2001년 5월 11일 최종수정본 받음)

초 록 냉간가공된 Zr 합금을 575°C에서 650°C의 온도범위에서 유지시간을 달라하여 열처리하는 동안에 발생하는 회복 및 재결정 거동을 TEP (ThermoElectric Power)와 미소경도 분석을 통하여 연구하였다. 냉간가공과 열처리에 따른 합금의 회복 및 재결정은 격자결함, 공공, 전위, 적층결함 등이 소멸함에 따라 TEP가 증가하는 거동을 보였다. 이러한 TEP 분석은 미소경도 분석에 비해 재결정의 완료를 정확하게 예측할 수 있었으며, 특히, Zr-0.4Nb-xSn 합금에서는 미소경도 분석으로 쉽게 구분하기 어려운 회복 및 재결정 단계를 명확하게 나타내었다. TEP와 미소경도 분석을 이용한 Zr-base 합금의 재결정 거동에 따르면, Sn을 첨가하는 경우에 Sn이 치환형 고용체로 존재하기 때문에 이로 인한 용력장과 전위와의 상호작용에 기인하여 회복이 지연되는 현상을 가져왔으며, Nb 함량을 증가시키는 경우에는 재결정 지연 효과가 미미하였으나, 석출물 형성에 의한 결정립 성장의 지연효과가 크게 나타났다.

Abstract Abstract The recovery and recrystallization behavior of cold-rolled Zr-based alloys during isothermal annealing at temperatures from 575°C to 650°C was studied by thermoelectric power and Vickers microhardness measurement. The recovery and recrystallization resulted in the increase of TEP due to the extinction of lattice defect, vacancy, dislocation and stacking fault during isothermal annealing after cold-rolling. The completion of recrystallization could be determined much clearly by TEP behavior than by microhardness change in Zr-based alloys. Especially, the recovery and recrystallization were classified separately by TEP behavior in Zr-0.4Nb-xSn alloys. From the analysis of TEP behavior and microhardness, the addition of Sn caused to form the interaction between stain field and dislocation, which resulted in the delay of recovery in Zr-based alloys. The precipitation due the addition of Nb suppressed the grain growth after recrystallization effectively in Zr-based alloys.

Key words : Key words : Zr-based alloys, recovery, recrystallization, thermoelectric power, Vickers microhardness

1. 서 론

Zr 합금은 중성자 흡수단면적이 작고 고온에서의 기계적 강도, 크립 특성, 피로 특성, 내부식성 및 열전도도 등이 우수하여 오랫동안 원자력 발전소의 핵연료 피복관 및 구조재로 널리 사용되어 왔다.¹⁾ 특히 피복관 재료의 내식성 및 기계적 특성을 향상시키기 위해 많은 연구를 거듭한 끝에 1960년대 초에 개발된 Zircaloy-4 합금은 원자로의 핵연료 피복관 재료로서 현재까지 사용되고 있으며, 일반적으로 가압경수로의 핵연료는 농축우라늄을 이용하여 33Mwd/kg의 연소도까지 운전되고 있다. 하지만, 최근에 이르러 발전 효율의 개선 및 핵폐기물의 감소 등을 목적으로 60Mwd/kg으로의 고연소도 및 장주기 운전으로 변화하는 추세이다. 이에 따라 기존 핵연료 피복관 재료인 Zircaloy-4는 변화된 가동조건에서 내부식성 및 크립 저항성 등의 급격한

열화가 예상되기 때문에 핵연료의 건전성을 유지하기 위해서 피복관의 내부식성 개선과 기계적 특성의 향상이 필수적이며, 원전 선진국을 중심으로 이러한 가동조건에 적용할 수 있는 피복관 재료의 개발이 진행되고 있다.^{2~7)}

핵연료 피복관용 재료를 개발하기 위해서는 합금설계 및 열적기계적(thermomechanical) 처리의 최적화가 필요하며, 특히 합금조성이 변화하는 경우에는 회복 및 재결정 거동이 달라지기 때문에 새로운 재료의 공정 최적화를 위해서는 변화된 조성에 적합한 재결정 거동의 분석이 필요하다. 일반적으로 재료의 재결정 거동은 경도나 전기전도도의 분석에 의해 이루어지지만, 오차가 매우 크기 때문에 수많은 반복실험이 필요하다. 최근 들어 재료의 열전기적(thermoelectric) 특성을 이용함으로써 열처리에 따른 재료의 재결정 거동이나 석출 등을 정확하게 분석한 결과가 보고되고 있다.^{8~10)} 본 연구에서는 이러한 TEP 측정방법을 이용하

여 현재 개발이 진행중인¹¹⁾ Zr-based 합금의 회복 및 재결정 거동의 분석뿐만 아니라 Nb과 Sn의 첨가가 Zr-based 합금의 회복 및 재결정 거동에 미치는 영향을 분석하였으며, 동일한 합금의 미소경도 변화거동과 비교함으로써 TEP 분석방법의 응용 가능성을 연구하였다.

2. 실험 방법

TEP 변화거동을 이용하여 Zr-based 합금의 재결정 거동을 분석하기 위하여 3종류의 Zr-0.8Sn-xNb 합금과 3종류의 Zr-0.4Nb-xSn 합금을 제조하였으며, 이들 합금의 합금조성은 표 1에 나타내었다. 모든 합금들은 진공아크 용융법 (Vacuum Arc Remelting) 방법을 이용하여 button 형태로 제조하였으며, 합금원소들의 편석을 방지하기 위하여 5회에 걸쳐 반복해서 용해를 수행하였다. 제조된 button 형태의 합금은 합금조성을 균질하게 유지하기 위하여 β-영역인 1050 °C에서 30분간 열처리한 후에 급냉하였다. 급냉한 시편은 700 °C에서 20분간 유지한 후에 압하율 60 %로 열간압연을 실시하였다. 열간압연 후에는 진공로에서 2시간동안 균질화 처리를 하였으며, 압하율 50%로 1차 냉간압연을 수행하였다. 1차 냉간압연 후에는 610 °C에서 2시간동안 열처리를 실시하였으며, 다시 압하율 60%로 2차 냉간압연을 각각 실시하였다. 제조된 최종 시편은 크기는 50.0mm (L) × 8.0mm (W) × 0.7mm (T)로 균일하게 만들었다. 이렇게 제조된 시편의 재결정 열처리는 수직진공관상로를 이용하여 575 °C ~ 650 °C의 온도구간에서 시간을 달리하여 열처리 하였으며, 열처리가 끝난 직후에 바로 급냉시켰다. 열처리한 모든 시편은 압연 방향에 수직한 면을 선택하여 Vickers microhardness tester를 이용하여 하중

200g, 유지시간 10초의 조건으로 미소경도를 측정하였다. TEP (thermoelectric power)는 측정장치 내부의 온도롤 12 °C로 일정하게 유지시킨 후에 시편 양단의 온도차 (T, T ± ΔT)를 10 °C로 고정하여 측정하였다. 열처리 과정에서 형성된 산화막에 의한 오차를 줄이기 위하여 시편 양단을

Table 1. The results for ICP analysis of Zr-based alloys

Alloys	Analyzed Composition (at.%)			Notation
	Zr	Sn	Nb	
Zr-0.8Sn-0.2Nb	bal.	0.76	0.23	SN-2
Zr-0.8Sn-0.8Nb	bal.	0.76	0.87	SN-8
Zr-0.8Sn-1.0Nb	bal.	0.75	0.98	SN-10
Zr-0.4Nb-0.8Sn	bal.	0.68	0.38	NS-8
Zr-0.4Nb-1.4Sn	bal.	1.14	0.38	NS-14
Zr-0.4Nb-2.0Sn	bal.	1.70	0.39	NS-20

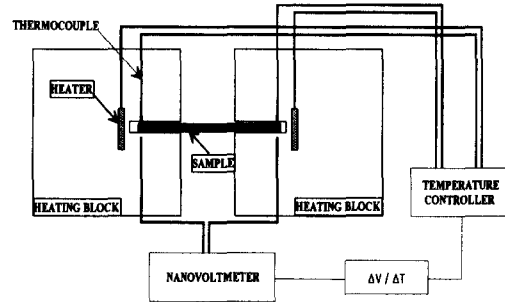


Fig. 1. Schematic representation of TEP measurement equipment.

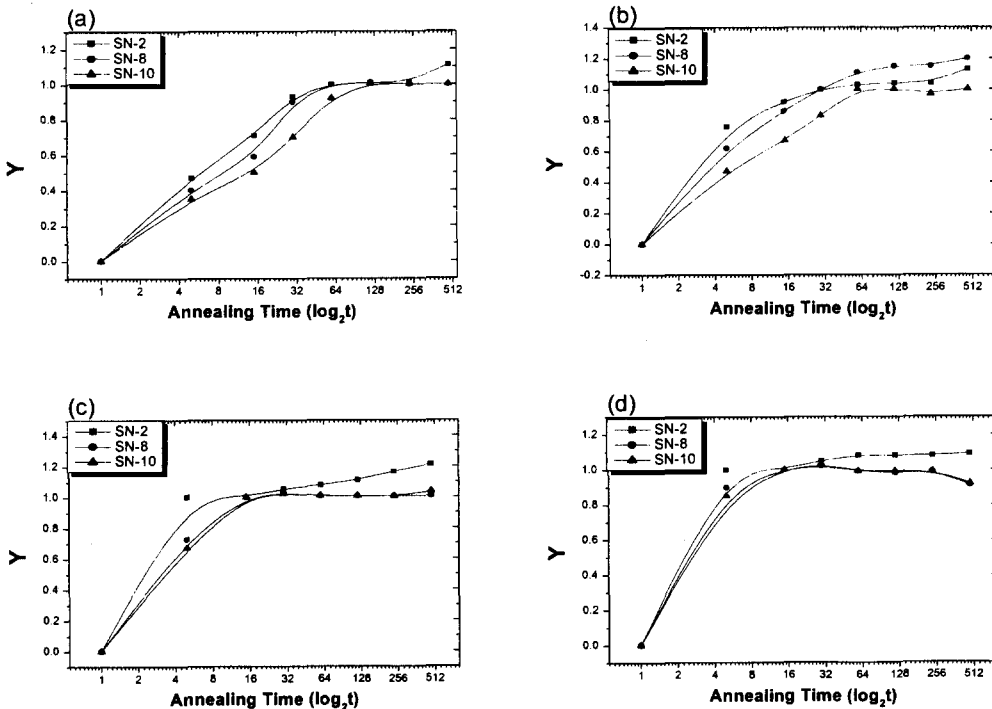


Fig. 2. Transformed fraction, Y, as a function of the aging time in Zr-0.8Sn-xNb alloys annealed at various temperatures : (a) 575 °C, (b) 600 °C, (c) 625 °C, (d) 650 °C

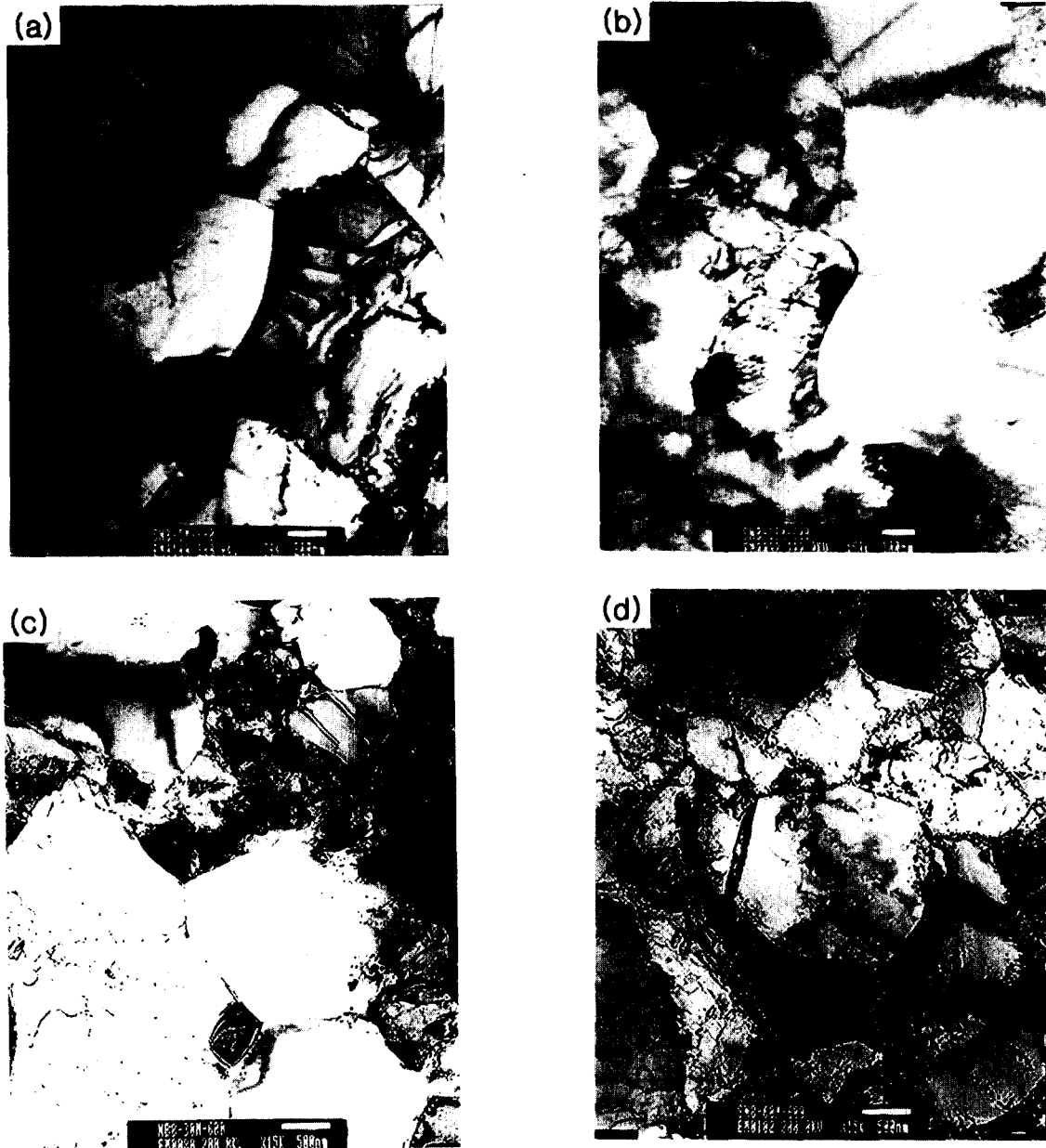


Fig. 3. TEM micrographs of Zr-0.8Sn-0.8Nb alloy annealed for various annealing time at 600°C. (a) 5 min, (b) 10 min, (c) 30 min, (d) 60 min

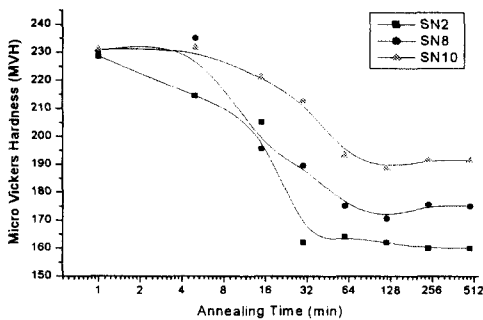


Fig. 4. Variation of Vickers microhardness of Zr-0.8Sn-xNb alloys annealed at 600°C for various annealing times.

기계적인 연마 후에 아세톤으로 세척하여 TEP를 측정하였

다. TEP 장치의 개략도는 그림 1에 나타내었다. 시편 양단의 온도를 고정시키고 $\Delta T(10^\circ\text{C})$ 에 의해 발생한 Seebeck 전위를 nano-voltmeter를 이용하여 측정하여 다음과 같은 식으로 TEP의 변화를 나타내었다.

$$Y = \frac{\Delta S_r - \Delta S_0}{\Delta S_\infty - \Delta S_0}$$

여기서, Y는 열처리에 따라 합금의 재결정된 분율이며, ΔS_0 는 재결정을 위한 열처리 이전의 TEP, ΔS_r 는 t시간 동안의 열처리에 따른 TEP, ΔS_∞ 는 재결정에 기인한 미소경도의 감소가 초기값의 95% 이하로 감소되었을 때의 TEP이다. 측정이 완료된 시편의 미세구조 및 석출물의 분석은 주사전자현미경과 투과전자현미경을 이용하여 관찰하였다. 투과전자현미경용 시편은 $60\mu\text{m}$ 까지 기계적 연마를 실시한

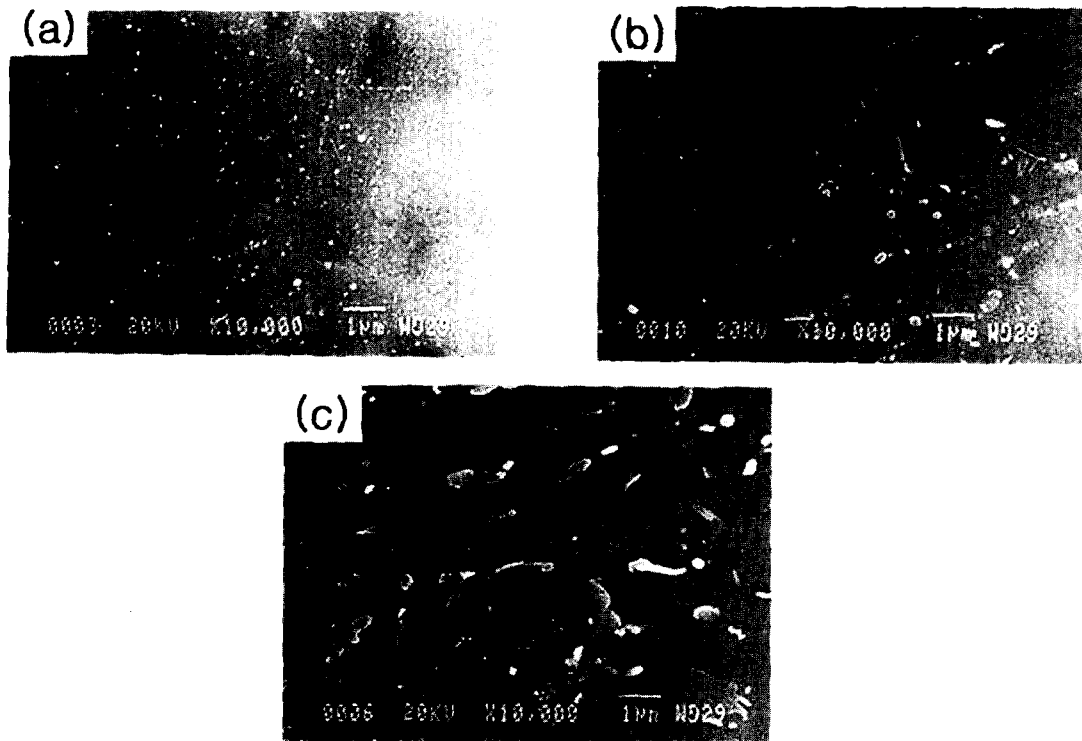


Fig. 5. SEM micrographs of precipitates in Zr-0.8Sn-xNb alloys annealed for 60min at 600°C.
(a) SN-2, (b) SN-8, (c) SN-10

후에 ethanol(90%)과 perchloric acid(10%)의 혼합용액에서 12V의 전압을 걸어 -45°C 이하에서 jet polishing하여 준비하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1. Zr-0.8Sn-xNb 합금의 TEP 변화

Zr-0.8Sn-xNb 합금의 재결정 거동에 따른 TEP 변화를 그림 2에 나타내었다. 575°C에서 SN-2와 SN-8의 경우에는 회복과 재결정이 진행됨에 따라 TEP가 지속적으로 증가하다가 60분의 열처리 시간 이후에서 TEP가 포화된다. TEP의 증가는 회복과 재결정 과정에서 격자결함, 공공, 전위, 적층결함 등이 소멸함에 따라 전자 산란인자가 감소하기 때문에¹²⁾ 발생한다. 따라서, 그림 2에 나타난 TEP의 증가는 회복과 재결정이 동시에 발생하는 것으로 보이며, 이러한 현상은 600°C에서 열처리에 따른 SN-8의 미세구조 변화를 나타낸 그림 3으로부터 다시 확인할 수 있었다. 그림 3을 살펴보면, 5분의 열처리에서도 부분적인 재결정이 발생하는 것을 확인할 수 있으며, 60분간 열처리한 경우에도 부분적으로 높은 밀도의 전위가 관찰되었기 때문에 재결정이 완료된 것이 아님을 알 수 있다. 따라서, Zr-0.8Sn-xNb 합금에서는 회복과 재결정이 동시에 진행되면서 TEP의 증가가 발생하였기 때문에 TEP 측정방법으로 회복과 재결정 단계를 구분하는 것은 어렵다. 하지만, Borrelly의 보고에서처럼⁹⁾ TEP의 포화는 높은 전위밀도의 결정립이 모두 새로운 결정립으로 대체되고 새로운 결정립의 성장과정에서 발생하기 때문에 60분 이상의 열처리에서 나타나는 TEP의 포화는 60분 이후에 재결정이 완료된

것을 의미한다. SN-10의 경우에는 120분의 열처리 시간 이후에서 TEP의 포화가 발생하였는데, 이는 Nb의 증가에 따라 재결정이 지연되는 현상을 의미한다.

한편, 600°C에서 열처리한 SN-2의 경우에는 TEP가 지속적으로 증가하다가 30분의 열처리 시간 이후에서 포화되고, 240분 이후에서는 TEP의 재증가가 발생한다. 이러한 현상은 SN-2의 합금원소 첨가량이 매우 적기 때문에 대부분 기지내에 고용되어 석출물에 의한 결정립계의 고착효과가 없기 때문에 결정립의 조대화가 발생하고, 이로 인한 전자의 산란인자인 결정립계의 표면적이 감소하기 때문에 발생하는 것으로 생각된다. 그러나, SN-8의 경우에는 SN-2에서 재결정이 완료되는 시점인 30분 이상의 열처리에서도 TEP 포화가 발생하지 않고 급속하게 증가하다가 포화된다. 이는 석출물 형성과 성장으로 인하여 결정립 내부의 용질원자가 국부적으로 고갈되고, 따라서 전자산란이 감소하여 TEP가 급속하게 증가하는 것으로 생각된다.⁹⁾ 또한, SN-2와는 달리 석출물에 의한 결정립계의 고착으로 인하여 결정립의 조대화가 크게 발생하지 않아 240분의 열처리 시간 이후의 TEP 증가는 크지 않은 것으로 생각된다. SN-10의 재결정 완료 시점은 SN-2와 SN-8에서와 같이 30분의 열처리 시간에서 TEP의 포화가 나타나지 않고 60분 이상에서 나타난다. 이는 다량의 합금원소로 인하여 재결정이 상당히 억제되고, 재결정이 진행되는 동시에 석출물이 생성되어 TEP의 포화가 상당히 지연되는 것으로 생각된다. 그러나, SN-8의 경우에서처럼 결정립의 조대화가 발생하지 않아 TEP의 재증가 현상은 나타나지 않았다.

625°C에서의 TEP 거동에 의하면, 모든 합금이 10~15

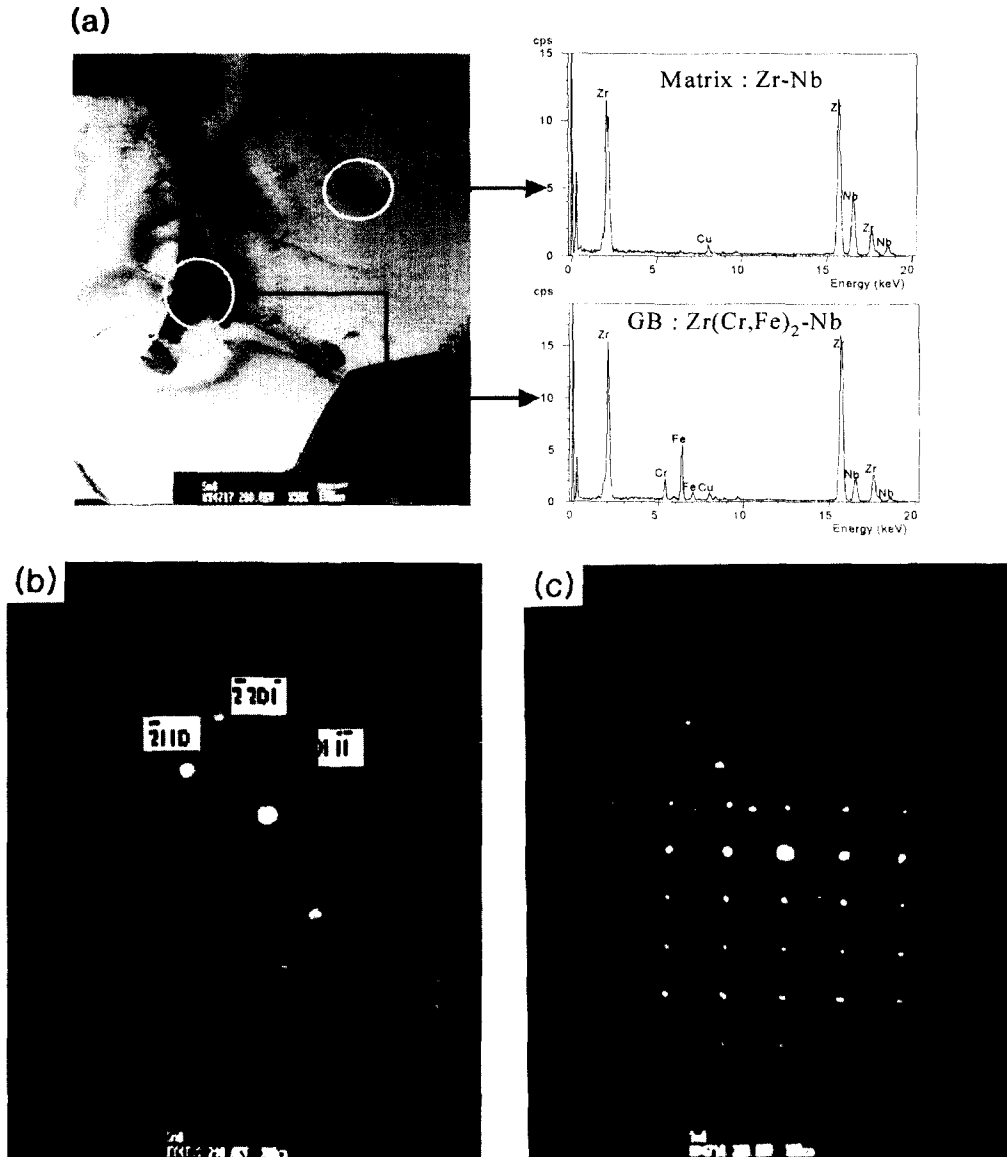


Fig. 6. TEM micrographs of Zr-0.8Sn-0.8Nb alloy annealed at 600°C for 60 min. (a) TEM image of the precipitate and EDS results (b) SAD pattern of the precipitate on grain boundary (c) SAD pattern of the precipitate in matrix

분 사이에 회복 및 재결정이 완료되는 것으로 생각된다. SN-2는 후속 열처리에 따른 결정립의 성장으로 TEP의 재증가가 나타나며, SN-8과 SN-10은 재결정 완료 이후의 TEP의 변화를 관찰할 수 없었다. 650°C에서 모든 합금들은 5~10분 사이에 TEP의 포화가 발생하였고, 이후에도 TEP의 급속한 재증가 현상은 관찰되지 않았다. 이로부터 650°C 열처리에서는 5~10분 사이에 재결정 등의 변태현상이 완료되는 것으로 판단된다. SN-2에 비하여 Nb의 첨가량이 증가한 SN-8 및 SN-10의 경우에는 30분의 열처리 시간 이후에 약간의 TEP 감소를 나타내었는데, 이것은 석출되거나 편석된 합금원소들의 미세한 재고용에 따른 현상이라고 생각된다.¹⁰⁾

TEP 측정으로 분석한 재결정 거동을 미소경도에 의한 재결정 거동과 비교하기 위하여 600°C에서 열처리 시간에 따른 Zr-0.8Sn-xNb 합금의 미소경도 변화를 그림 4에 나

타내었다. 그림 4로부터 600°C의 열처리 시간에 따른 미소경도의 변화는 모든 합금에서 회복과 재결정을 보여주는 전형적인 재결정 거동을 보이고 있다. SN-2는 냉간가공 상태인 ~230Hv에서 재결정이 완료되는 30분에서 ~160Hv를 나타내며, SN-8과 SN-10의 경우는 냉간가공 상태인 ~240Hv에서 60분의 열처리 시간 후에는 ~175Hv와 ~190Hv를 나타내므로 재결정이 완료되는 것으로 생각된다. 이러한 거동은 TEP 측정방법을 이용한 재결정 거동 분석과 크게 차이가 없는 것으로 보인다.

한편, 그림 4로부터 Nb 첨가량이 증가함에 따라 재결정 후의 경도값은 증가하는 현상을 볼 수 있다. 즉, 재결정이 완료된 후에 SN-2, SN-8 및 SN-10의 미소경도 측정값을 살펴보면, Nb의 함량이 증가할수록 높은 경도값을 나타내고 있다. α-Zr 내에 Nb의 고용도가 610°C에서 0.6wt.%로¹³⁾ 매우 낮기 때문에 Nb의 함량이 증가함에 따라 냉간

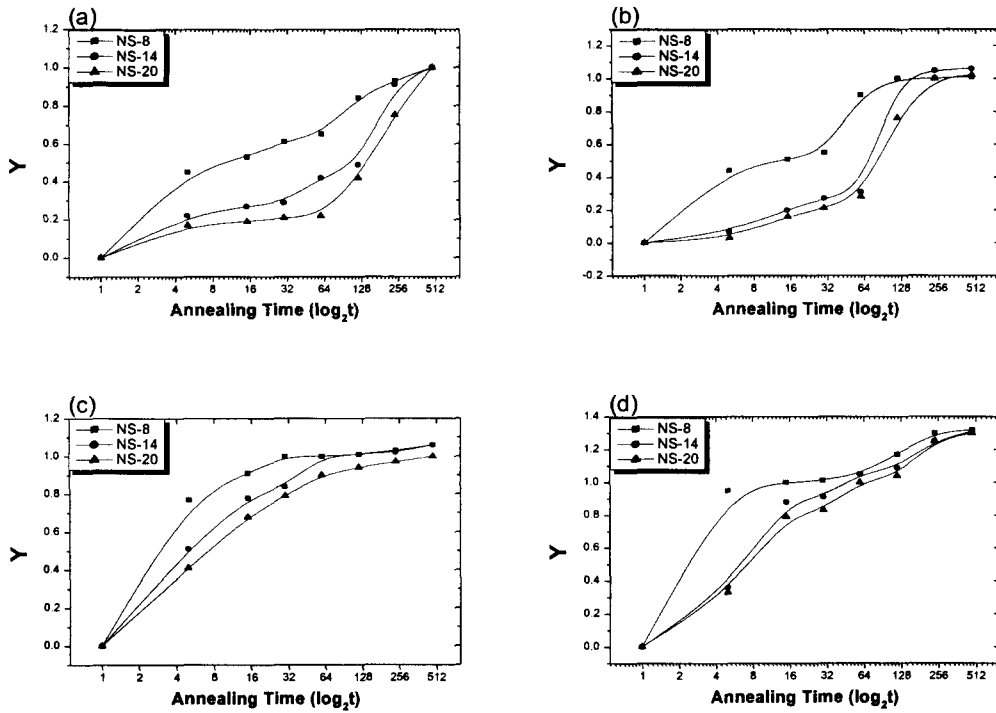


Fig. 7. Transformed fraction, Y, as a function of the aging time in Zr-0.4Nb-xSn alloys annealed at various temperatures: (a) 575°C, (b) 600°C, (c) 625°C, (d) 650°C

가공과 열처리 과정에서 석출물의 형성이 쉬워지고, 이러한 석출물 및 석출물에 의한 결정립계 성장의 억제가 이러한 미소경도 증가의 원인이 되었으리라 생각된다.

위에서 관찰한 재결정 후의 미소경도 변화의 원인을 분석하기 위하여 600°C에서 60분간 열처리한 Zr-0.8Sn-xNb 합금을 주사전자현미경으로 관찰한 결과를 그림 5에 나타내었다. SN-2의 경우에는 600°C의 모든 열처리 시간에서 석출물이 발견되지 않았으나, SN-8과 SN-10에서는 다량의 석출물을 관찰할 수 있었으며, 이러한 석출물들의 분포와 이들이 결정립의 성장을 억제하였기 때문에 미소경도의 변화를 가져온 것으로 생각된다.

앞서 관찰한 석출물을 정확하게 분석하기 위하여 600°C에서 60분 열처리한 SN-8을 투과전자현미경으로 관찰한 결과를 그림 6에 나타내었다. 결정립계에서는 Zr 외에 Cr과 Fe를 함유한 hcp 구조의 석출상이 관찰되었으며, 이를 분석한 결과에 의하면 $Zr(Cr,Fe)_2$ 의 석출물임을 확인할 수 있었다. Cr과 Fe를 포함한 석출물의 형성은 Zr 내에 미량 포함되어 있었던 고용도가 작은 불순물들이 재결정 과정에서 결정립 경계로 이동하였기 때문이라고 생각된다. 한편, EDS 분석결과에 따르면 Zr과 Nb만을 함유하는 hcp 구조의 또 다른 석출상이 기지상 내에 존재함을 관찰하였다. 이를 분석한 결과에 의하면 $a=3.031\text{Å}$, $c=4.604\text{Å}$ 을 가지는 hcp 구조이었지만, 지금까지의 연구보고에 나타났던 Nb과 관련된 석출물인 ω 상이나 β -Nb 등의 석출물과는¹⁴⁾ 전혀 다른 구조인 것으로 생각된다.

3.2. Zr-0.4Nb-xSn 합금의 TEP 변화

Zr-0.4Nb-xSn 합금의 회복 및 재결정 거동에 따른 TEP 변화를 그림 7에 나타내었다.

앞서와 같은 방법으로 TEP를 분석한 결과, 모든 온도 범위에서 Sn의 함량이 증가함에 따라 재결정 억제 현상을 확인할 수 있었다. 한편, 575°C와 600°C에서는 회복단계와 재결정단계가 명확히 구분되는 TEP 변화를 나타내었는데, 이는 회복과 관련되어 작은 기울기를 가지며 TEP 증가가 서서히 발생하는 첫 번째 단계와 재결정과 관련되어 급속한 기울기를 가지면서 TEP가 증가하는 두 번째 단계로 나누어지는 것으로 생각된다. 이를 확인하기 위하여 NS-14 합금의 600°C에서 열처리 시간에 따른 미세조직 변화를 투과전자현미경으로 관찰한 결과를 그림 8에 나타내었다.

NS-14의 경우에는 10분까지의 열처리에서도 냉간압연에 따른 distortion 때문에 결정립 경계가 불분명한 결정립이 관찰되었다. 30분의 열처리 시간에도 회복단계 중으로 보이며, 60분의 열처리 시간에 이르러서 재결정이 발생하는 것을 확인할 수 있다. 따라서, 냉간가공한 시편의 회복 과정에서는 TEP의 변화가 작은 반면에 재결정 과정에서는 전위가 없는 새로운 결정립의 형성으로 TEP의 급격한 변화가 발생하는 것으로 생각된다.

이러한 Sn의 첨가에 의한 TEP 거동과 Nb 첨가에 따른 TEP 거동의 차이는 Nb에 비하여 Sn의 고용도가 600°C에서 1.6at.%로¹⁵⁾ 상당히 높기 때문이라고 생각된다. 고용도가 높은 Sn은 치환형 고용체로 존재하기 때문에 고용된 Sn에 의한 격자의 뒤틀림과 관련된 응력장이 발생하고, 이러한 응력장이 전위의 움직임을 효과적으로 억제함으로써 회복이 지연되는 것으로 생각된다. 600°C에서 NS-8은 60분 이상의 열처리 시간에서 재결정이 완료되면서 TEP의 포화가 나타나고, NS-14와 NS-20은 120분 이상에서 TEP의 포화가 나타난다. 625, 650°C에서는 575, 600°C

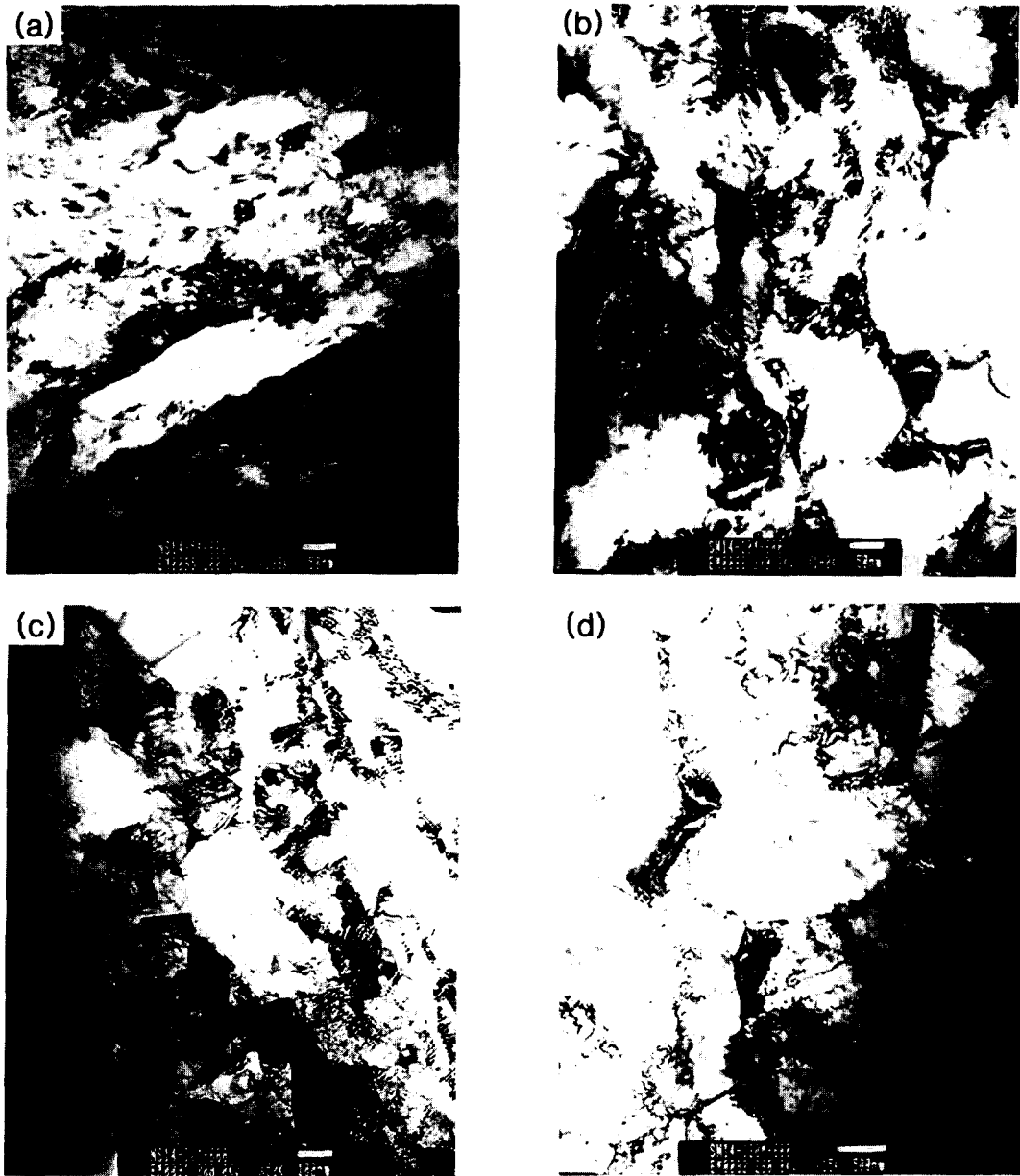


Fig. 8. TEM micrographs of Zr-0.4Nb-1.4Sn alloy annealed for various annealing time at 600°C. (a) 5min, (b) 10min, (c) 30min, (d) 60min

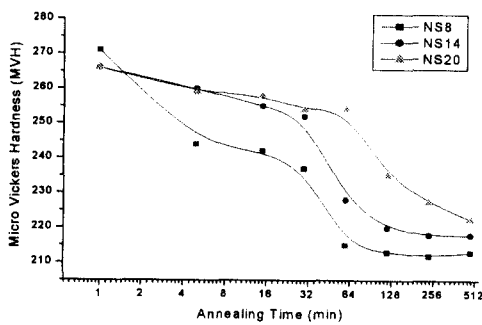


Fig. 9. Variation of Vickers microhardness of Zr-0.4Nb-xSn alloys annealed at 600°C for various annealing time.

와 달리 회복과 동시에 재결정이 발생하기 때문에 TEP가 지속적으로 증가하다가 재결정이 완료되는 시점에서 포화

되는 것으로 생각된다. 650°C에서는 모든 합금에서 재결정이 빠르게 이루어지며, 재결정이 완료되는 동시에 TEP의 커다란 증가가 발생한다.

Zr-0.8Sn-xNb 합금에서처럼 TEP 측정으로 분석한 재결정 거동을 미소경도에 의한 재결정 거동과 비교하기 위하여 600°C에서 열처리 시간에 따른 Zr-0.4Nb-xSn 합금의 미소경도 변화를 그림 9에 나타내었다. Zr-0.8Sn-xNb 합금의 경우와 비슷하게 모든 온도구간에서 회복과 재결정을 포함하는 전형적인 재결정 거동을 나타내었으며, 합금원소의 첨가량이 증가함에 따라 경도의 감소가 억제되는 현상을 나타내었다. NS-20의 경우에는 재결정과 관련된 포화영역이 나타나지는 않았지만, 미소경도의 분석에 따르면 480분의 열처리 시간 이후에서 재결정이 완료되어 미소경도의 포화가 발생할 것으로 생각된다. 한편, 앞서 살펴본 TEP의

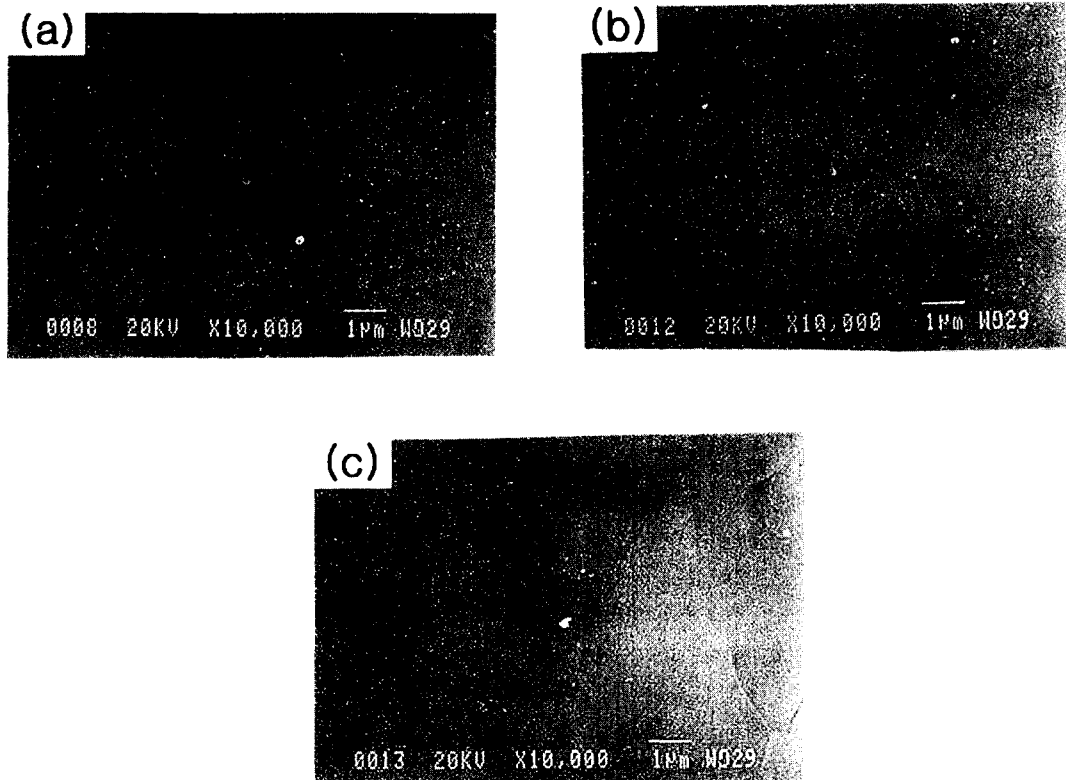


Fig. 10. SEM micrographs of precipitates of Zr-0.4Nb-xSn alloys annealed for 60min at 600°C.
(a) NS-8, (b) NS-14, (c) NS-20

거동과는 달리 이러한 미소경도의 변화를 이용한 분석으로는 회복과 재결정에 관련된 영역을 명확하게 구분하기는 어려웠다.

Sn 첨가에 따른 석출물 형성의 유무를 확인하기 위하여 600°C에서 60분간 열처리한 Zr-0.8Sn-xNb 합금을 주사 전자현미경으로 관찰한 결과를 그림 10에 나타내었다. 모든 합금에서 어떠한 석출물도 발견되지 않았기 때문에 재결정 완료 이후에 발생하는 TEP의 증가는 석출물에 의한 TEP 변화가 아니라 결정립 조대화와 관련된 TEP 변화임을 확인할 수 있다.

Nb과 Sn의 첨가영향을 비교하기 위하여 600°C에서 열처리에 따른 재결정 거동을 투과전자 현미경으로 관찰한 그림 3과 8을 살펴보면, Sn의 첨가로 인해 발생한 응력장과 전위와의 상호작용에 의한 재결정 지연효과가 Nb의 첨가 과정에서 발생된 결정립 내부와 결정립계에 석출된 석출물에 의한 지연효과보다 크다는 것을 알 수 있다. 또한, 미소경도 분석과는 달리 TEP 분석으로는 앞서 살펴본 바와 같이 회복 및 재결정 단계의 구분이 가능하기 때문에 TEP 측정방법은 Zr-based 합금의 회복 및 재결정 거동을 분석하는데 유용하다.

4. 결 론

TEP로 분석한 Zr-0.8Sn-xNb 합금과 Zr-0.4Nb-xSn 합금의 재결정 거동과 재결정 거동에 미치는 합금원소의 영향에 관한 연구 결과는 다음과 같다.

1) 냉간압연한 시편의 후속 열처리에 따른 TEP 변화 거동으로 재결정 거동을 분석한 결과, Zr-0.8Sn-xNb 합금

에서는 Nb 첨가에 따라 회복과 재결정이 동시에 발생하면서 재결정이 지연되는 현상을 보였으며 이는 Nb 첨가에 따른 석출물의 형성에 기인하는 것으로 보인다. 동일한 시편의 재결정을 미소경도로 분석한 결과도 TEP 분석 결과와 일치하였다.

2) 앞서와 동일한 방법을 이용하여 Zr-0.4Nb-xSn 합금의 재결정 거동을 분석한 결과, 회복과 재결정 단계의 구분이 가능하였으며, Sn 첨가에 따라 회복과 재결정이 지연됨을 알 수 있었는데, Zr-0.4Nb-xSn 합금에서는 석출물이 거의 관찰되지 않았기 때문에, 이러한 재결정의 억제는 치환형 고용체로 존재하는 Sn이 전위의 움직임을 효과적으로 억제하였기 때문으로 생각된다.

3) 열처리 온도의 증가는 Zr-0.8Sn-xNb 합금과 Zr-0.4Nb-xSn 합금 모두에서 회복 및 재결정을 촉진시켰다.

4) Zr에 첨가되는 Sn의 경우에는 주로 치환형 고용체로 존재하기 때문에 합금원소의 첨가에 기인한 응력장 형성으로 회복과 재결정을 지연시킨 반면에 Nb의 첨가는 석출물 형성이 재결정 및 결정립 성장을 억제시켰지만 지연효과는 Sn의 첨가에 비하여 미미하였다.

5) TEP를 이용한 재결정 거동의 분석은 미소경도에 의한 재결정 거동 분석에 비해 회복 및 재결정 단계의 구분에 효과적이었으며, 재결정 완료 시점을 명확하게 나타내었다. 이는 미소경도가 합금의 국부적인 성질을 나타내는 반면에 TEP는 합금 전반에 걸친 성질을 나타내기 때문으로 생각된다.

감사의 글

본 연구는 한양대학교 산업과학연구소의 연구비 지원으로 수행되었으며, 이에 감사드립니다.

참 고 문 헌

1. R.W. Cahn, P. Hassen and E.J. Kramer : *Materials Science and Technology*, Vol. 8, 436 (1996).
2. G. Scheonberger : *Information on Westinghouse Materials Programs*, (1991).
3. G.P. Sabol et al. : *Zirconium in the Nuclear Industry, eighth International Symposium*, 1023 (1989).
4. F. Garazarolli et al. : *Zirconium in the Nuclear Industry, ninth International Symposium*, 1132 (1990).
5. T. Isobe et al. : *Zirconium in the Nuclear Industry, ninth International Symposium*, 5 (1990).
6. D. Charquet, J.P. Gros and J.F. Wadier : *International Topical Meeting in LWR Fuel Performance*, France, Apr. 21~24, (1991).
7. NFIR/EPRI : *Nineteenth NFIR Steering Commitee Meeting*, Sweden, Apr. 18~19, (1991).
8. P. Merle, C. Vauglin, G. Fantozzi, J.L. Derep and D. Charquet : *Zirconium in the Nuclear Industry: Seventh International Symposium*, 939, 555 (1987).
9. D. Benkirat, P. Merle and R. Borrelly : *Acta Metall.*, Vol. 36, No. 3, 613 (1988).
10. N.J. LUIGGI : *Metallurgical and Materials Transactions B*, Vol. 28B, 125 (1997).
11. J.Y. Jeong et al. : *Symposium on Nuclear Materials and Feul 2000*, Aug. 24~25, Taejeon, Korea, 655 (2000).
12. F.J. Blatt, P.A. Schroeder, C.L. Foiles and D. Greig : *Thermoelectric Power of Metals*, (1976).
13. T.B. Massalki : *Binary Alloy Phase Diagrams*, Vol. 3, (ASM, Ohio, 1986) 2788.
14. K.H. Matucha et al. : *Materials Science and Technology*, (Weinheim, Germany, 1996) 441
15. T.B. Massalki : *Binary Alloy Phase Diagrams*, Vol. 3, (ASM, Ohio, 1986) 3416