

Incoloy 825 합금의 기계적 성질에 미치는 열처리의 영향

박영태 · 김도훈 · 강창룡[†]
부경대학교 금속공학과

Effect of Solution Heat Treatment on Mechanical Properties in Incoloy 825 Alloy

Y. T. Park, D. H. Kim, C. Y. Kang[†]

Dept. of Metallurgical Engineering, Pukyong National University, Busan 608-739, Korea

Abstract This study was carried out to investigate the effect of heat treatment on the microstructure and mechanical properties in 90% hot forged Incoloy 825 alloy. With increasing solution treatment temperature, the grain size increased and the volume fraction of total precipitates decreased, and the precipitates disappeared at 1,000°C. With increasing aging time at 700°C, the volume fraction of precipitate increased and the precipitates size increased. Most of the precipitates consist Cr₂₃C₆ carbide, and a small amount of TiC carbide was also observed. With decreasing solution treatment temperature and increasing aging time, tensile strength and hardness increased, and the elongation and impact value decreased. With increasing aging time, the impact value decreased sharply by the increased of the precipitate size.

(Received March 17, 2017; Revised March 27, 2017; Accepted March 31, 2017)

Key words : Incoloy 825 alloy, Tensile properties, Impact value, Solution treatment, Aging

1. 서 론

Ni-Fe-Cr을 기본으로 하고 여기에 Co, Ti, Al 등과 같은 합금원소가 들어 있는 Incoloy 825 합금은 전면부식, 틈부식, 입계부식 및 응력부식 등에 강하고 특히 황산, 인산 및 황을 포함하는 연료가스 등에서 우수한 내식성을 지니고 있다. 때문에 해양플랜트, 화학 및 정유산업 등에 많이 사용되고 있을 뿐만 아니라 고온과 저온 특성 등도 우수하여 원자력 플랜트 및 LNG 선박 등의 부품에 이르기까지 다양하게 사용되고 있다[1-5].

최근, Incoloy 합금과 같은 초내열합금 등을 사용하고 있는 산업분야 중 정유 및 해양플랜트산업 등에서는 장치의 사용효율을 높이기 위한 한 방법으로 설비를 대형화 하고 있고, 이러한 변화에 따라 단조에 의한 부품 제조공법도 소형부품을 제조하는 형단조에서 대형부품을 제조하기 위한 자유단조 공법으로 점차 바뀌어 가고 있다. 그러나 부품이 대형화

되면 질량효과가 커지고, 단조작업 온도가 낮아지는 등과 같은 현상이 일어나고, 또한 이에 기인되어 석출물의 석출거동이 달라질 뿐만 아니라 단조비 등에 따라 결정립 크기 등이 달라지는데 기인되어 재료의 강도와 인성 등 기계적 성질이 달라지게 된다[5]. 따라서 이들 합금의 사용상 안정성 확보와, 사용범위 확대를 위해서는 열간 단조와 열처리 등과 같은 공정에서 최적의 공정개발이 필요하다.

Incoloy 825합금 등은 이들 합금이 갖는 여러 우수한 특성 때문에 다양한 산업분야에서 사용량이 증가됨에 따라 이들 합금에 대한 연구도 석출물의 고온 석출거동, 고온변형 안정성과 내식성, 고온 단조 조건 및 용접성 등에 대하여 많이 수행되어 왔다[1-8]. 그러나 이들 합금의 사용상 안정성과 사용범위 확대 등을 위해서는 더 많은 연구가 필요하다. 또한 이들 합금은 고온 등과 같은 열악한 환경하에서 많이 사용되고 있기 때문에 고온에서 높은 강도와 표면 안정성 등이 요구되고[9], 이러한 특성은 제조 공정과

[†]Corresponding author. E-mail : metkcy@pknu.ac.kr
Copyright © The Korean Society for Heat Treatment

관련되어 달라지는 미세조직, 특히 석출물의 석출거동, 결정립 크기 등이 달라지는데 따라서도 크게 영향을 받을 것으로 예상된다. 따라서 단조 공정 후 열처리에 따른 미세조직 등을 조사하고 이러한 미세조직 변화가 기계적 성질 등에 미치는 영향을 조사하는 것이 필요하다.

따라서 본 연구는 Incoloy 825 합금에서 자유단조 공법으로 90% 열간 단조한 다음 용체화 처리 온도와 시효시간 변화에 따른 기계적 성질 변화를 조사하였다.

2. 실험 방법

시료는 일본 Daido Steel사에서 진공용해(VIM, Vacuum Induction Melting)와 일렉트로 슬래그 재용해(ESR, Electro Slag Remelting)하여 제작한 직경 600 mm, 길이 1,740 mm, 중량 4,064 kg인 소재를 시료로 사용하였다. 이때 사용한 시료의 화학조성은 Table 1에 나타내었다.

열간 단조 작업은 일반적으로 Incoloy 825 합금에서 요구되고 있는 [5] 결정립 크기인 50 μm 크기 이하로 미세화하기 위하여 시료를 1,150°C로 가열한 다음 일정 시간 유지 후 5,000톤 프레스로 단조비가 90%가 되도록 단조 작업을 하였다. 또한 이 때 마무리 단조 온도는 900°C가 되도록 하였다. 다음 용체화 처리 온도의 영향을 조사하기 위하여 90% 열간 단조한 시료를 700°C, 800°C, 900°C 및 1,000°C에서 1시간 유지 후 수냉하는 용체화 처리를 하였다. 뿐만 아니라 시효 시간의 영향을 조사하기 위하여 90% 열간 단조한 시료에 대하여 700°C에서 30분에서 최대 30시간까지 시간을 달리하여 유지한 다음 수냉하는 시효처리를 하였다.

열간단조 이전 및 열간단조 후 열처리한 시료의 미세조직 변화는 시료를 연마 후 전해부식(4% 옥살산, 3V, 10초)한 다음 광학현미경과 주사전자현미경으로 관찰하였다. 또한, 이들 시료에서 석출된 석출물들이 갖는 화학조성은 에너지분산형분광분석기

(EDS, Energy Dispersion Spectrum)로 분석하였고, 석출물의 분석은 먼저 10% HCl, 1% 주석산과 89% Methanol을 혼합한 전해액에서 2V의 조건으로 전해추출 하여 얻은 석출물 분말에 대하여 Cu-K α 특성 X선을 사용하여 20~80° 사이의 각도를 1 mm/min. 속도로 회절시험 하였을 때 회절선도로 부터 분석하였다.

한편, 기계적 성질 변화를 조사하기 위한 경도시험은 브리넬 경도시험기(Mitutoyo 810)를 사용하여 3,000 kg의 하중으로 5회 이상 측정된 다음 평균하여 구하였고, 인장시험은 시험편을 평행부 길이가 25 mm 크기를 갖는 ASTM E-8의 규격을 따라 제작한 다음 Cross head speed를 1 mm/min.로 하여 시험하였으며, 충격시험은 2 mmV 노치를 갖는 샤르피 충격시험편으로 제작한 다음 상온에서 시험하였다.

3. 시험 결과 및 고찰

3.1 미세 조직

Fig. 1은 본 연구에 사용된 열간 단조 이전 Incoloy 825 합금의 미세조직을 광학현미경과 주사전자현미경으로 나타낸 것이다. 쌍정이 부분적으로 존재하고 있는 결정립 크기가 200 μm 이상의 크기를 갖는 오스테나이트 단상조직으로 되어 있는 것을 알 수 있다.

Fig. 2는 단조후 용체화처리 온도의 영향을 조사하기 위하여 1150°C에서 90%로 열간 단조하여 결정립 크기를 50 μm 크기 이하로 만든 다음 700°C에서 1,000°C 사이의 여러 온도에서 1시간 유지 후 수냉하는 용체화처리한 시료의 미세조직을 주사전자현미경으로 나타낸 것이다. 용체화처리 온도가 700°C에서 900°C까지는 온도에 관계없이 모두 동일하게 오스테나이트의 결정입계 뿐만 아니라 입내에서 부분적으로 석출물들이 존재하고 있는 것을 알 수 있다. 이에 반하여 1,000°C에서 용체화처리한 시료에서는 오스테나이트의 입내뿐만 아니라 입계에서도 석출물들이 존재하고 있지 않는 오스테나이트 단상

Table 1. Chemical composition of specimen (wt. %)

C	Si	Mn	S	Ni	Cr	Cu	Mo	Al	Ti	Fe
0.03	0.30	0.60	0.01	45.07	22.2	1.70	3.00	0.10	0.10	26.9

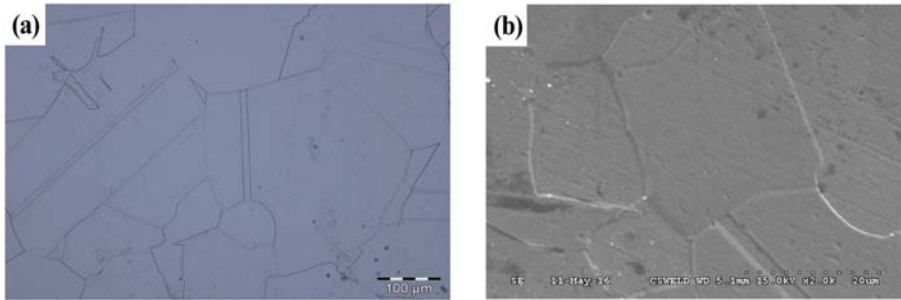


Fig. 1. Micrographs of Incoloy 825. (a) Optical, (b) SEM.

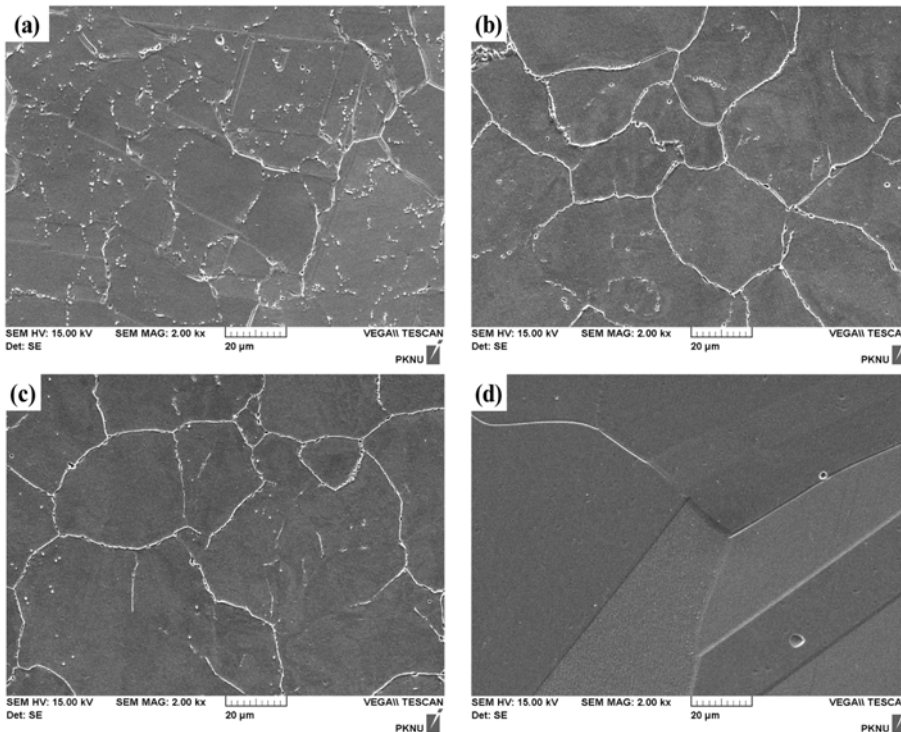


Fig. 2. SEM micrographs showing the effect of solution treatment temperature in 90% hot forged Incoloy 825. (a) 700°C, (b) 800°C, (c) 900°C, (d) 1,000°C.

조직으로 되어 있는 것을 알 수 있다. 또한 이러한 이유는 950°C 이하의 온도에서는 오스테나이트와 탄화물이 공존하는 영역이지만, 1,000°C는 오스테나이트 단상 영역이기 때문이라 판단되며, 이러한 결과는 Superalloys에서 석출물을 연구한 다른 연구결과와 잘 일치하고 있다[8-10]. 한편, 용체화처리 온도가 높아질수록 결정립 크기가 증가하고 있는 것을 알 수 있고, 특히 1,000°C가 되면 결정립이 매우 조대화되어 있는 것을 알 수 있다. 또한 이러한 이유는

용체화처리 온도가 높아질수록 결정립의 성장이 빠르게 일어나기 때문이고, 1,000°C가 되면 매우 조대화 되는 이유는 1,000°C에서는 석출물들이 존재하고 있지 않는 오스테나이트 단상조직으로 되어 있기 때문에 오스테나이트 결정립의 성장이 석출물에 방해받지 않고 빠르게 일어났기 때문이라 판단된다[11].

Fig. 3은 석출물의 석출에 미치는 시효처리 시간의 영향을 알아보기 위하여 90% 열간 단조한 시료를 석출물이 가장 많이 석출된 700°C에서 1시간에서

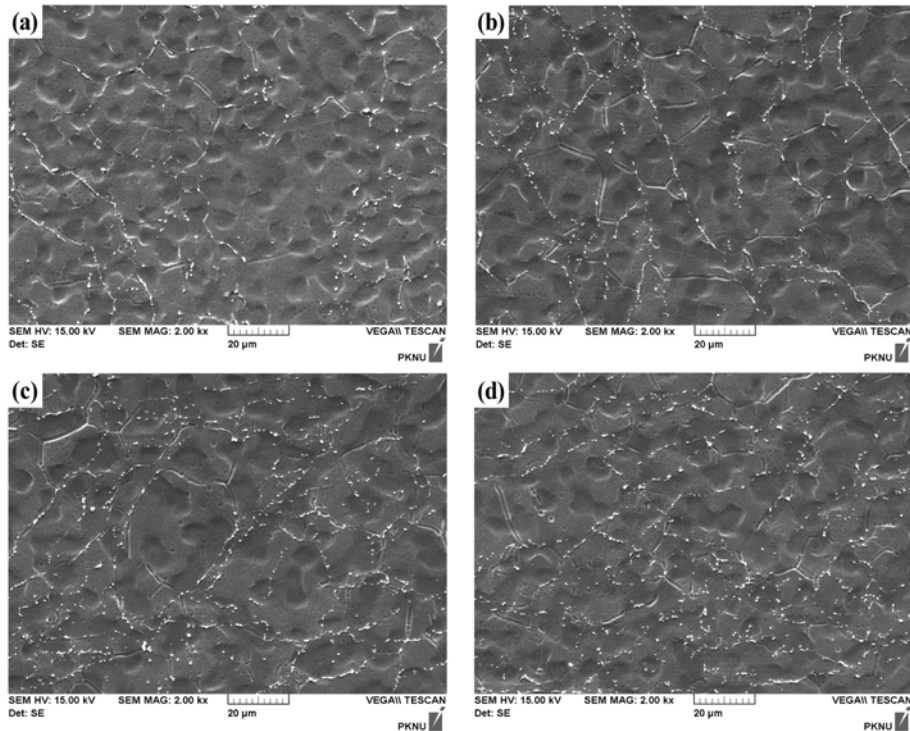


Fig. 3. SEM micrographs showing the effect of aging time at 700°C in 90% hot forged Incoloy 825. (a) 1 hr, (b) 5 hr, (c) 10 hr, (d) 30 hr.

30시간까지 시효처리한 다음 미세조직을 주사전자현미경으로 관찰하여 나타낸 것이다. 시효처리 시간 변화와 관계없이 석출물들이 주로 오스테나이트의 결정입계를 따라 석출되어있는 것을 알 수 있다. 또한 시효처리 시간이 길어지면 입내에서도 석출물들이 석출되고 있으며, 석출되는 양도 많아지고 있는 것을 알 수 있다. 그러나 시효처리 시간이 길어져도 결정립의 성장은 크게 일어나지 않고 있으며, 이는 결정립의 성장이 석출물에 방해를 받았기 때문이라 판단된다.

Fig. 4은 700°C에서 30시간 시효처리한 시료에서 존재하는 석출물들의 화학성분을 조사하기 위하여 석출물을 EDS로 분석하여 나타낸 것이다. 그림 (a)에서는 Ti-rich 탄화물로 조사되었고, 그림 (b)에서는 Cr-rich 탄화물로 조사되었다. 이와 같이 Cr 탄화물과 Ti 탄화물이 존재하는 이유는 700°C에서 30시간 유지하는 동안 합금원소로 첨가되어 있는 Cr과 Ti이 C와 결합하여 탄화물로 생성되었기 때문이고, 이러한 결과는 초내열 합금에서 석출물을 연구한 다른 연구 결과와도 잘 일치하고 있다[12-14]. 한편, Incoloy

825에서는 용해과정에서 유입된 N가 합금원소로 첨가되어 있는 Ti와 결합하여 극소량의 TiN 질화물로 생성되어 존재는 것으로 알려져 있지만[8] 본 연구 범위 내에서는 TiN 질화물은 검출되지 않았다.

Fig. 5는 700°C에서 석출되는 석출물을 다른 방법으로 조사하기 위하여 90% 열간 단조한 다음 700°C에서 30시간 시효처리한 시료에서 석출되어 있는 석출물을 전해추출한 다음 X선 회절시험 하였을 때 얻은 회절선도를 분석하여 나타낸 것이다. 이 결과로부터 $Cr_{23}C_6$ 탄화물들이 석출되고 있는 것을 알 수 있다. 또한, 이러한 결과도 초내열 합금에서 석출되는 석출물을 연구한 결과와 잘 일치하는 것을 알 수 있다. 한편 EDS 분석결과를 나타낸 Fig. 4 (a)에서는 TiC 탄화물이 존재하고 있는 것으로 나타나 있지만, X-회절시험에서 검출되지 않은 이유는 석출되는 TiC의 양이 극히 적기 때문에 회절시험이 공간분해능이 작아 검출하지 못한 것으로 판단된다[11].

Fig. 6은 Incoloy 합금에서 일반적으로 요구되고 있는 결정립 크기인 50 μm 이하의 크기로 만들기

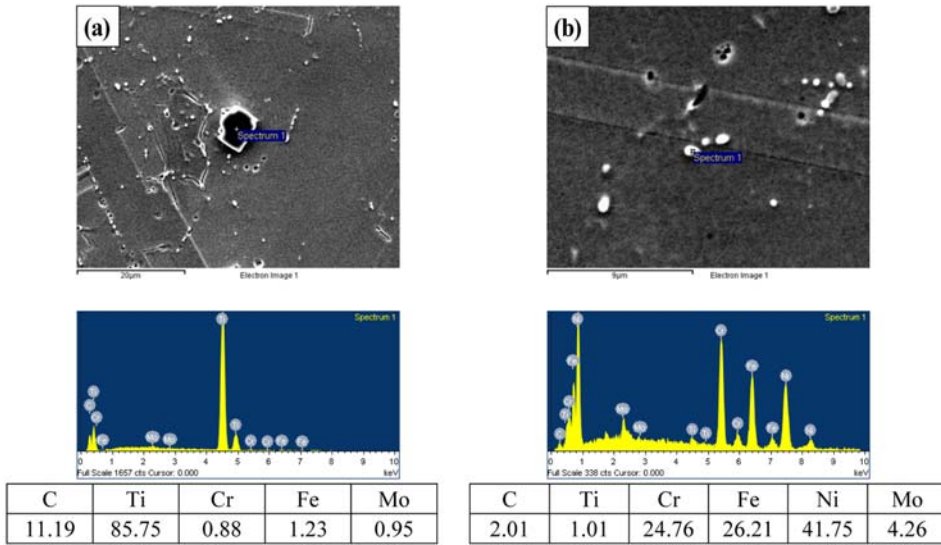


Fig. 4. Chemical composition of precipitate obtained by EDS in Incoloy 825 alloy, aged at 700°C for 30 hr. after 90% hot forging.

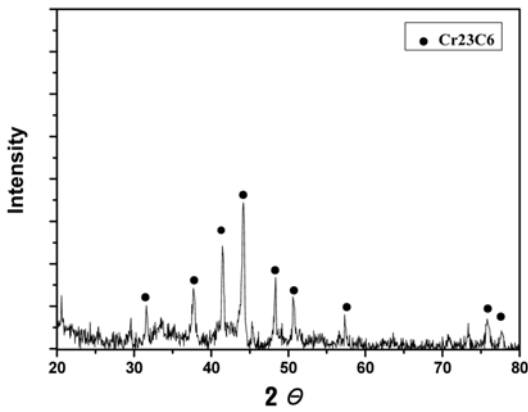


Fig. 5. X-Ray diffraction pattern of precipitate obtained in Incoloy 825 alloy, aged at 700°C for 30 h. after 90% hot forging.

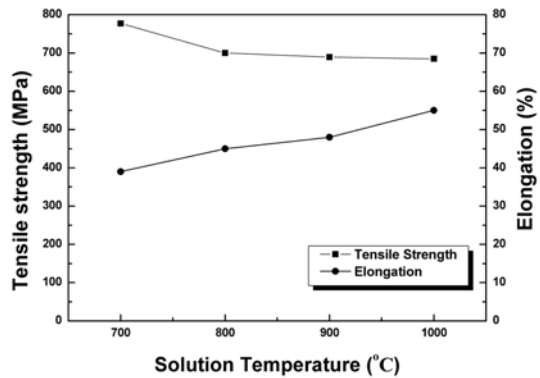


Fig. 6. Effect of solution treatment temperature on the tensile properties of 90% hot forged Incoloy 825 alloy.

위하여 90% 열간단조한 시료의 인장성질에 미치는 용체화처리 온도의 영향을 알아보기 위하여 90% 열간단조한 시료를 700°C에서 1,000°C 사이의 여러 온도에서 1시간 유지 후 수냉하는 용체화 처리한 다음 인장강도와 연신율을 조사하여 나타낸 것이다. 용체화 처리 온도가 높아질수록 인장강도는 서서히 감소하고 있는데 반하여 연신율은 빠르게 증가하고 있는 것을 알 수 있다.

Fig. 7은 열간 단조한 시료의 경도와 충격값에 미치는 용체화처리 온도의 영향을 조사하여 나타낸 것

이다. 용체화처리 온도가 높아질수록 경도는 서서히 감소하는데 반하여 충격인성은 빠르게 증가하고 있는 것을 알 수 있다.

이상의 결과로 부터 용체화처리 온도가 높아질수록 인장강도와 경도가 서서히 감소하고 연신율과 충격값이 빠르게 증가하고 있는 것을 알 수 있으며, 또한 이와 같은 이유는 용체화처리 온도가 높아지면 결정립 크기가 증가하는데도 영향을 받지만 주로 석출되는 석출물의 양이 적어지거나 석출물이 석출하지 않는데 기인되어 석출강화 효과가 적어지기 때문이라 판단된다.

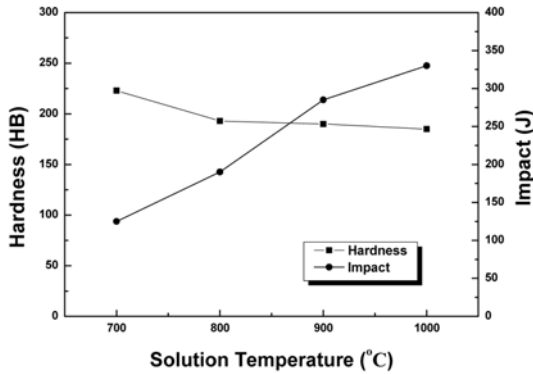


Fig. 7. Effect of solution treatment temperature on the hardness and impact value of 90% hot forged Incoloy 825 alloy.

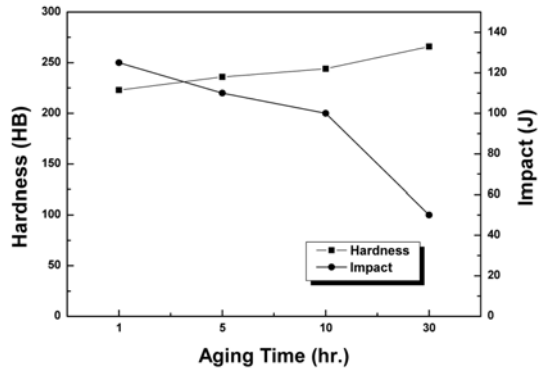


Fig. 9. Effect of aging time at 700°C on the hardness and impact value of 90% hot forged Incoloy 825 alloy.

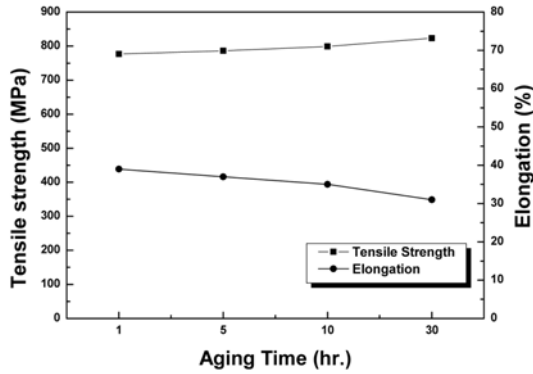


Fig. 8. Effect of aging time at 700°C on the tensile properties of 90% hot forged Incoloy 825 alloy.

Fig. 8은 90% 열간 단조한 시료의 인장성질에 미치는 시효처리 시간의 영향을 알아보기 위하여 90% 열간 단조한 시료를 700°C에서 1시간에서 최대 30시간 까지 시간을 달리하여 시효처리 한 다음 인장강도와 연신율을 조사하여 나타낸 것이다. 시효처리 시간의 증가와 함께 인장강도는 서서히 증가하고, 연신율은 서서히 감소하고 있는 것을 알 수 있다.

Fig. 9는 열간 단조한 시료의 경도와 충격값에 미치는 시효처리 시간의 영향을 조사하여 나타낸 것이다. 시효처리 시간이 증가할수록 경도는 증가하고 충격값은 서서히 감소하다 10시간 이상이 되면 빠르게 감소하고 있는 것을 알 수 있다.

이상의 결과로 부터 시효처리 시간이 증가할수록 인장강도와 경도는 서서히 증가하고 연신율과 충격값은 서서히 감소하고 있으며 특히 충격값은 시효처리

시간이 10시간 이상되면 빠르게 감소하고 있는 것을 알 수 있다. 또한 이러한 이유는 시효처리 시간이 길어지면 석출되는 석출물의 양이 많아지는데 기인되어 석출강화 효과가 커지기 때문일 뿐만 아니라 석출된 석출물의 크기가 커지기 때문이라 판단된다. 또한 충격값이 10시간 이후부터 급격하게 낮아지는 이유는 시효시간이 길어질수록 석출되는 석출물의 양이 많아지는데도 기인되지만, 석출물 크기가 커지기 때문이라 판단된다[15]. 따라서 석출되는 석출물의 조대화는 충격값을 감소시키는데도 크게 영향을 미친다고 판단된다[15].

4. 결 론

Incoloy 825 합금의 미세조직과 기계적 성질에 미치는 열처리 영향을 알아보기 위하여 90% 열간 단조한 다음 여러 온도에서 용체화 처리 및 700°C에서 시간을 달리하여 시효처리 한 다음 미세조직과 기계적 성질 변화를 조사한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 용체화 처리 온도가 높아질수록 결정립 크기가 커지고, 입계 및 입내에서 석출되는 석출물량은 감소하였다. 그리고 1,000°C에서는 석출물은 석출되지 않았다
2. 700°C에서 시효처리 시간이 길어질수록 석출되는 석출물의 양은 증가하고, 크기도 증가하였다.
3. 석출물은 대부분 Cr₂₃C₆ 탄화물로 조사되었고, 소량의 TiC 탄화물도 관찰되었다.

4. 용체화 처리 온도가 낮을수록, 시효시간이 길어질수록 인장강도와 경도는 증가하였고, 연신율과 충격값은 감소하였다.
5. 시효시간이 길어지면 석출물이 커지는데 기인되어 충격값은 빠르게 감소하였다.

References

1. E. Grundy : Mater. Sci. Technol., **3** (1987) 782.
2. E. L Raymond : Corrosion-NACE, **24** (1968) 782.
3. P. L. Ko : ASME Journal of Tribology, **107** (1985) 149.
4. P. S. Kim, H. Y. Kim, S. Y. Choi, Y. S. Kim and J. D. Kim : KOSME, **38** (2014) 698.
5. Y. T. Park, Y. H. Jeong and C. Y. Kang : J. of the Korean Society for Heat treatment, **29**(6) (2016) 259.
6. H. Nahm and J. Motteff : Metal Transactions A, **7** (1976) 1473.
7. M. J. Donachie, Jr. and O. H. Kriege : J. Mater, **7** (1972) 269.
8. M. A. Shaikh, M. Iqbal, M. Ahmad, J. I. Akhtar and K. A. Shoaib : Journal of Materials Science Letter, **11** (1992) 1009.
9. C. T. Shims, N. S. Stoloff and W. C. Hagel : John Wiley & Sons Pub, SUPERALLOYS, II (1986) 111.
10. G. H. Kwon, Y. S. Na, W. D. Yoo, J. H. Lee and Y. H. Park : Korean j. Met. Mater. **50**(9) (2012) 495.
11. C. Y. Kang, S. H. Kim and Y. T. Park : J. of the Kor. Soci. for Power System Engineering, **21**(2) (2017) 51.
12. H. Nahm and J. Motteff : Metal Transactions A, **7A**(11) (1976) 1474.
13. M. J. Donachie, Jr. and O. H. Kriege : J. Mater., **7** (1972) 269-278.
14. M. A. Shaikh, M. Iqbal, M. Ahad, J. I Akhtar and K. A. Shoai : Journal of Materials Science Letter, **11** (1992) 1009.
15. J. R. Keough, W. J. Larid and A. D. Godding : Heat Treatig, ASM Metals Hndbook, ASM International, **4** (1991) 162.