

소형편치 시험법을 이용한 INCONEL Alloy 617의 수소취화거동 평가

서현욱*, 마영화**, 윤기봉**[†]

*중앙대학교 대학원, **중앙대학교 기계공학부

Evaluation of Hydrogen Embrittlement Behavior in INCONEL Alloy 617 by Small Punch Test

HYONUK SEO*, YOUNGHWHA MA**, KEEBONG YOON**[†]

**Grad. School of Chung Ang Univ.*

***Dep. of Mechanical Engineering, Chung Ang Univ. 221,
Heuksuk-dong Dongjak-gu, Seoul, 156-756, Korea*

ABSTRACT

For the conversion into hydrogen society, not only studying facilities of hydrogen production, storage, transportation and charging system but also developing technique of ensuring safety are essentially needed. Hence, for the first step of that, evaluated the hydrogen embrittlement of Inconel alloy 617, Ni-based super heat-resisting alloy, by small punch test. Prepared the various specimens through changing electrochemical charging time and measured the toughness degradation of the specimens by small-punch test. The analysis of hydrogen embrittlement behavior were carried out by investigating the fractured surface of specimens. This study has significance on revealing mechanism of hydrogen embrittlement behavior and the factor affecting hydrogen embrittlement in the future study.

KEY WORDS : Hydrogen embrittlement(수소취화), Small punch test(소형편치시험법), Electrochemical hydrogen charging(전기화학적 수소장입), INCONEL Alloy 617(인코넬 합금 617)

Nomenclature

L_{\max} : maximum load, kn
 δ : deformation, mm
 t_c : hydrogen charging time, hr

1. 서 론

수소 사회로의 전환을 위해서는 수소의 생산, 저장, 수송 및 충전 설비의 연구뿐만 아니라 안전성 확보를 위한 기술 개발도 필수적이다. 이와 관련하여 다양한 형태의 연구가 이루어지고는 있으나 일부 재료에 국한되는 등 충분치 못한 것이 현실이다. 따라서 생산, 저장, 수송 및 충전 설비 등에 사용 가능한 다양한 재료들에 대해 수소취화 거동 및 손상기

[†]Corresponding author : kbyoon@cau.ac.kr

[접수일 : 2010.7.30 수정일 : 2010.8.19 게재확정일 : 2010.8.20]

Table 1 Chemical composition and mechanical properties of Inconel alloy 617 used in this study

(a) Chemical composition (wt. %)

C	Fe	Ni	Cr	Mo	Co	Ti
0.09	1.16	53.94	21.68	9.74	11.53	0.52
Si	Mn	P	S	B	Cu	Al
0.06	0.06	0.006	0.001	0.002	0.05	1.14

(b) Mechanical properties

Yield Strength (MPa)	Tensile Strength (MPa)	Elongation (%)	Reduction of Area (%)
364	823	53.8	55.9

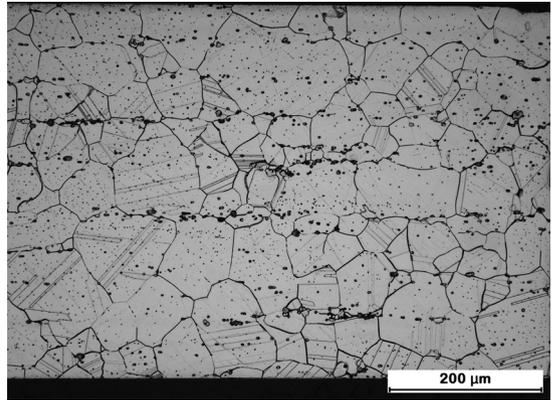


Fig. 1 Microstructure of Inconel alloy 617 plate.

구에 관한 연구가 보다 활발히 이뤄져야 하겠다. 본 연구에서는 차세대 수소 제조법의 일환으로 연구되고 있는 원자력발전 수소 생산 설비¹⁾의 재료로 사용이 가능한 후보재료군 중 한 강종에 대해 전기화학적 방법으로 수소를 강제 장입 시킨 후 소형편치 시험법을 이용하여 수소취화 거동을 평가해보고자 하였다. 장입시간을 변화시켜 다양한 종류의 수소장입 시험편을 준비한 후 소형편치 시험을 통해 기계적 물성치 변화를 측정하여 장입 시간에 따른 취화 정도를 평가하였다. 또한 소형편치 시험 후 파면을 관찰함으로써 장입 시간에 따른 수소취화 거동이 어떤 양상으로 진행되는지를 분석하여 향후 수소취화 손상기구의 연구 방향을 고찰해 보고자 하였다.

시험편은 Fig. 2에 보이는 바와 같이 전기화학적 수소장입 후 소형편치 시험을 수행할 수 있도록 표준 소형편치 시험편에 전극 연결부를 추가하여 제작하였다. 모든 시험편은 표면 상태에 따른 실험 오차를 최소화하기 위하여 600grit으로 0.5±0.005mm 범위 내로 연마하여 준비하였다.

2. 시험재 및 실험절차

2.1 시험재

본 연구에서는 고온 강도 및 고온 내식성이 뛰어나 원자력발전소에서 광범위하게 사용되고 있는 Ni 기 초내열합금인 Inconel alloy 617 강을 사용하였다. 시험재의 화학적 조성 및 기계적 물성치는 Table 1에 나타내었다.

시험재는 압연으로 제조된 판재로서 미세조직은 Fig. 1과 같다. 미세조직 사진에서 알 수 있듯이 본 재료는 탄화물과 판상 조직이 불규칙적으로 널리 분포된 오스테나이트 구조를 이루고 있다.

2.2 수소장입

전기화학적 수소장입법은 물의 전기분해를 이용해 시험편 표면에 수소 분압을 형성하여 내부로 장입시키는 원리를 이용한다. 따라서 시험편을 수소

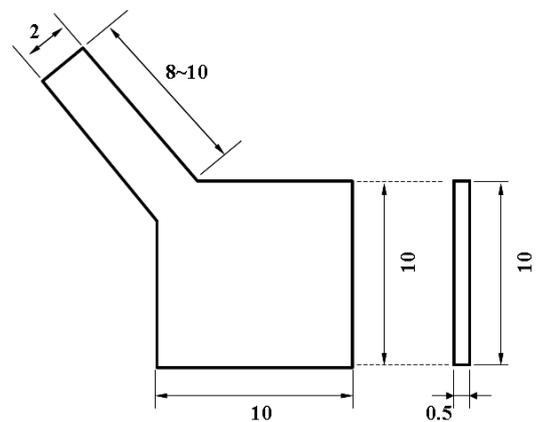


Fig. 2 Test specimen specification.

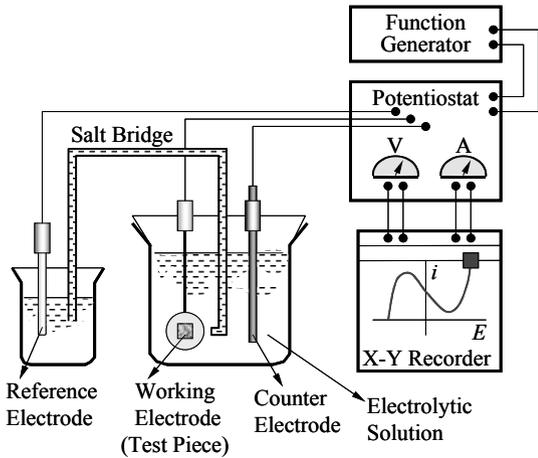
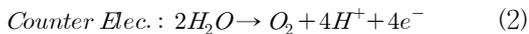
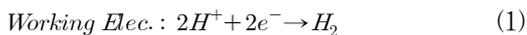


Fig. 3 Schematic diagram of electrochemical hydrogen charging system.

분위기에 직접 노출시켜 장입시키는 방법보다 안전하고 경제적이다. 다만 시험편이 수용액 속에 장시간 담겨있을 경우 부식이 발생하거나 석출물이 발생하여 실험에 영향을 줄 수 있으므로 전해질 선택에 주의하여야 한다²⁾.

실험을 위해 구성한 수소장입 시스템의 구성은 Fig. 3과 같다. 전해액은 앞서 언급한 조건을 감안하여 0.5M H₂SO₄ 수용액을 사용하였으며, 대전극에는 백금(Pt)선을 작동전극에는 준비한 시험편을 사용하였고 기준전극에는 SCE전극(saturated calomel electrode)을 온도는 상온을 기준으로 하였다. 작동전극인 시험편 표면에서의 수소 발생량 및 수소장입량은 시험편에 가해지는 전류밀도에 의해 영향을 받는다. 따라서 모든 시험편은 정전위기(potentiostat)를 통해 100mA/cm²의 전류밀도로 정전류 조건 하에서 동일하게 수소 장입을 실시하였다³⁾. 0.5M H₂SO₄ 수용액의 전기분해시 작동전극 및 대전극에서 발생하는 반응은 식 (1) 및 (2)와 같다.



작동전극에서의 수소 이온 일부는 시험편으로 장

Table 2 Test specimen list

Specimen ID	NCH	CH1	CH2	CH3	CH4
t _c (hr)	0	25	49	142	410

입되고 나머지는 분자 형태로 배출된다. 본 실험에서는 수소 분위기 하의 노출 시간에 따른 수소 취화 거동 분석을 위해 장입 시간을 달리하여 Table 2와 같이 시험편을 준비하였다.

2.3 소형편치시험

소형편치 시험법은 ASTM E643-84를 바탕으로 하였으며, MTS 만능시험기를 이용하여 2mm/min의 속도로 수행하였다.

수소장입 후 시험편은 증류수로 세척한 후 고압의 공기로 물기를 제거하여 소형편치 시험을 실시하였으며 장입 후 시험 실시까지의 시간은 5분을 경과하지 않도록 하였다. Fig. 4에 본 실험을 위한 시험기 및 실험 개념도를 나타내었다.

3. 실험결과 및 고찰

3.1 소형편치시험

소형편치시험으로 얻어진 시험편별 하중-변위 곡선은 Fig. 5와 같다. 그래프를 보면 장입 시간이 길어질수록 최대 하중과 파단 시까지의 변형량이 감소함을 알 수 있다. 이는 전기화학적 방법에 의한 수소장입이 원활하게 이루어지고 있으며 장입 시간

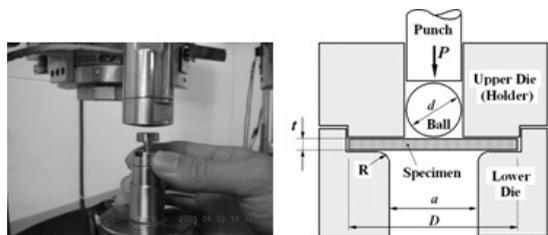


Fig. 4 Schematic diagram of small punch test system²⁾.

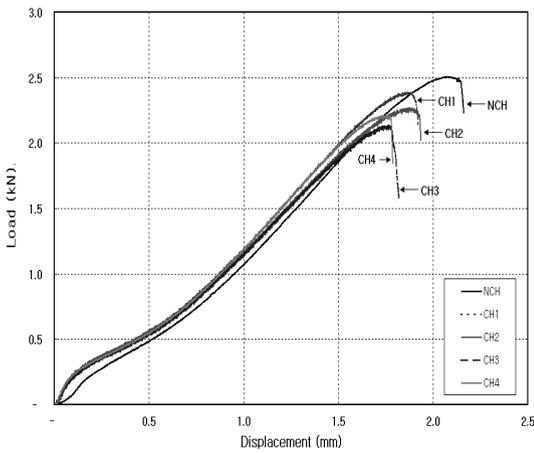


Fig. 5 Load displacement curve by small punch test.

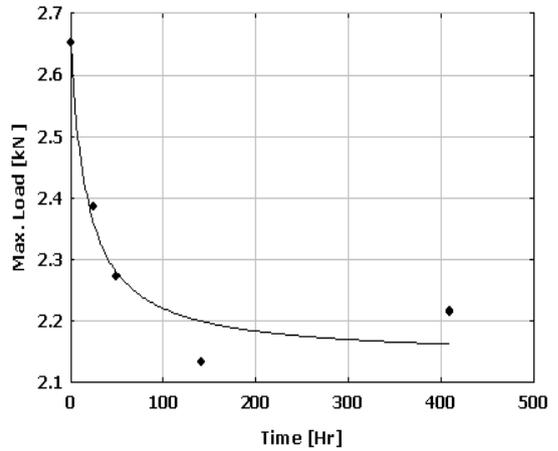


Fig. 6 Variation of maximum load as charging time.

이 길어질수록 수소 장입량이 증가하여 시험편의 수소취화 정도가 심해짐을 의미한다고 볼 수 있다.

보다 구체적으로 분석하기 위하여 최대 하중과 파단 시까지의 변형량을 Table 3에 정리하였다.

또한 수소장입 시간에 따른 최대 하중의 변화를 그래프로 나타내면 Fig. 6과 같다.

Table 3 및 Fig. 6을 통해 볼 수 있듯이 최대하중 및 파단 시까지의 변형량은 최대 10% 이상 감소함을 알 수 있으며, 초기에 장입 시간에 따라 급격하게 감소하다가 일정 시간 이상이 흐르면 더 이상 감소하지 않고 일정 범위로 수렴하는 양상을 보임을 파악할 수 있다. 이는 장입 초기에는 시험 내부에 수소 농도 구배가 생기면서 표면 부위만 임계수소 농도에 도달하여 취성을 보이다가 일정 시간이 흐르면 금속 내의 수소 농도가 평형을 이루기 때문으로 사

료되며 다른 재료에 대한 기존의 연구 결과와도 유사한 경향을 보임을 확인할 수 있었다^{3,4)}.

3.2 파면관찰

수소장입에 따른 취화거동을 분석해보고자 소형펀치 시험으로 파단이 발생한 시험편의 파면을 관찰하였다. 파면은 전자주사현미경(SEM)으로 관찰하였으며 시험편 별 사진은 Fig. 7에서 Fig. 11과 같다.

파면 SEM 사진을 면밀히 관찰하면 수소장입 초반에는 시험편 표면에 얇은 균열이 고르게 분포되

Table 3 Small punch test result

Specimen ID	NCH	CH1	CH2	CH3	CH4
t_c (hr)	0	25	49	142	410
L_{max} (kN)	2.507	2.385	2.272	2.132	2.215
δ (mm)	2.161	1.920	1.936	1.817	1.788

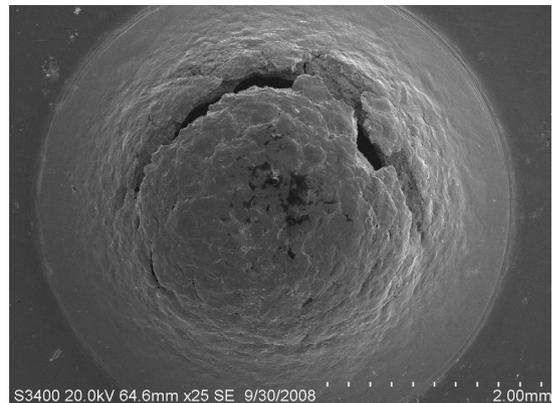


Fig. 7 SEM photograph of NCH.

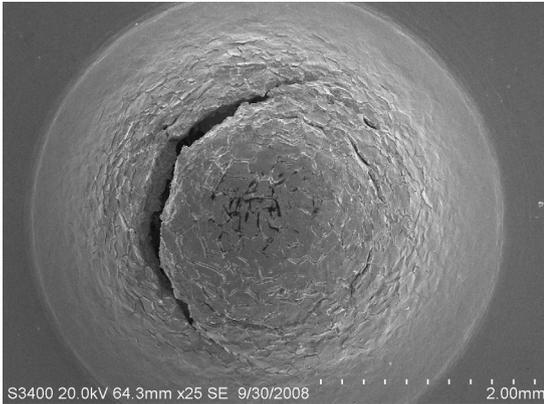


Fig. 8 SEM photograph of CH1.

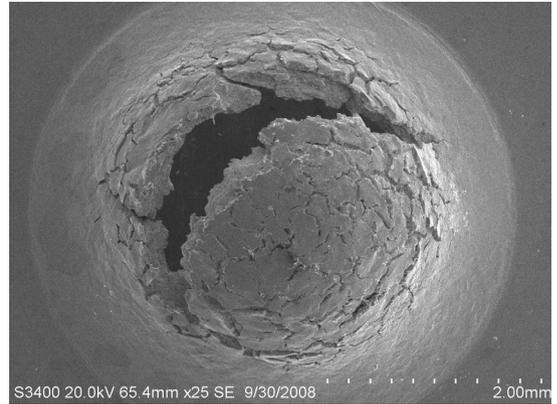


Fig. 10 SEM photograph of CH3.

어 발생을 하고 Fig. 9와 Fig. 10과 같이 장입시간이 길어질수록 표면 균열이 점점 더 깊게 발생을 하다가 Fig. 11처럼 일정 시간 이후에는 다시 사라짐을 볼 수 있다. 또한 절단부의 파면 양상을 보면 수소 미장입재 및 초기 장입재에는 연성파괴의 전형인 덤플(dimple) 파면이 존재함을 확인할 수 있으나 장입시간이 길어질수록 덤플파면은 사라지고 취성파괴의 전형인 벽개(cleavage) 파면이 지배적인 양상을 띄움을 알 수 있다. 더불어 절단부의 두께도 장입시간이 길어질수록 점점 두꺼워져 단면 감소율이 작아짐을 확인할 수 있다.

이러한 점을 종합해서 판단을 해보면 수소 분위

기에 노출이 된 초반부에는 수소가 침투하기 시작한 표면 부위만 취화되어 표면 균열이 발생한 후 파손으로 이어지다가, 일정 시간이 흐르고 나면 표면으로 침투한 수소가 내부로 확산을 해나가면서 시험편 전체적으로 수소농도 평형을 이루면서 전체적인 임계수소 농도에 도달되어 표면 균열이 아닌 전체적인 취성파괴를 유발하는 것으로 볼 수 있다.

4. 결 론

원자력발전소에서 광범위하게 사용되고 있는 Ni 기 초내열합금인 Inconel alloy 617을 대상으로 전기



Fig. 9 SEM photograph of CH2.

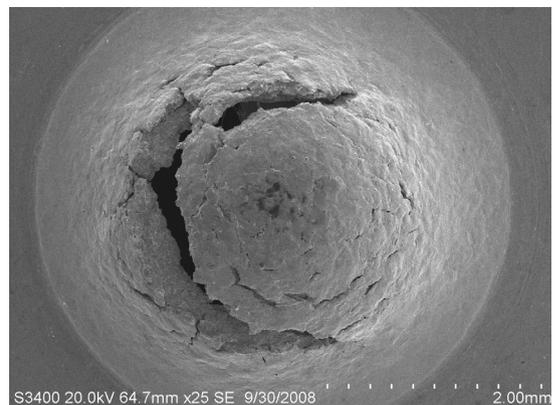


Fig. 11 SEM photograph of CH4.

화학적 수소장입을 실시한 후 소형편치시험법을 통해 재료의 물성치 변화를 측정하고 파면 관찰을 함으로써 수소장입에 따른 취화거동을 평가하고 향후 수소취화 손상기구 연구를 위한 기반을 마련하고자 했으며, 본 연구를 통해 다음과 같은 결론을 얻을 수 있었다.

- 1) Inconel alloy 617에 대해 전기화학적 방법으로 수소를 장입하여 수소취화를 유발하고 취화거동을 평가하는 것이 가능함을 확인할 수 있었다.
- 2) 수소장입 시간에 따라 최대하중 및 파단 시까지의 변형량 등 재료 물성치가 저하됨을 알 수 있었고 이를 바탕으로 수소 장입량이 증가함을 유추할 수 있었다.
- 3) 재료 물성치는 최대 10% 이상 감소함을 알 수 있었으며, 장입 초기에 급격히 감소하다 일정 시간 이상이 지나면 일정 범위로 수렴하여 더 이상 물성치가 저하되지 않음을 파악할 수 있었다.
- 4) 파면 관찰을 통해 수소 분위기 노출 초반부에는 수소가 침투하기 시작한 표면 부위만 취화되어 표면 균열이 발생한 후 파손으로 이어짐을 알 수 있었으며, 노출 시간이 길어지면 표면 균열이 아닌 전체적인 취성파괴가 발생함을 볼 수 있었다.
- 5) 수소 손상기구 및 취화 거동의 명확한 평가를 위해 추가적으로 수소 장입량의 정량적 분석, 수소 장입에 따른 미세조직 변화의 관찰 및 수소 취화에 영향을 줄 수 있는 인자들의 인과관계 규명 등에 대한 향후 연구가 필요할 것으로 사료된다.

후 기

본 연구는 교과부 원자력기술개발사업 “원자력 수소플랜트 재료의 수소손상 평가 및 예측기술 개발”과제의 일환으로 수행되었습니다.

참 고 문 헌

- 1) 이광진, 김영호, 박주식, 배기광 “SI 열화학 수소 제조 공정에서 분젠 반응을 통한 상분리 특성”, 한국수소 및 신에너지학회 논문집, Vol. 19, No. 5, 2008, pp. 386-393.
- 2) 장상엽, 마영화, 윤기봉 “Small punch test를 통한 금속재료의 수소취화 평가방법에 관한 연구”, 한국안전학회 추계학술대회 논문집, 2006, pp. 398-402.
- 3) Kota Murakami, Nobuaki Yabe, Hiroshi Suzuki, Kenichi Takai, Yukito Hagihara, Yoru Wada “Substitution of high-pressure charge by electrolysis charge and hydrogen environment embrittlement susceptibilities for Inconel 625 and SUS 316L”, 2006 ASME Pressure Vessels and Piping Division Conference, PVP2006- ICPVT-11-93397, 2006, pp. 1-8.
- 4) Ming Au “High temperature electrochemical charging of hydrogen and its application in hydrogen embrittlement research”, Materials Science and Engineering : A, In Press, Corrected Proof, 2006.