(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2016년03월21일
(11) 등록번호 10-1604598
(24) 등록일자 2016년03월14일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C22C 19/05 (2006.01) *C22F 1/10* (2006.01)
(21) 출원번호 10-2014-0164756
(22) 출원일자 2014년11월24일
심사청구일자 2014년11월24일
(56) 선행기술조사문헌
WO2007018593 A1*
KR1020140123138 A*
JP2011084812 A
*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자
한국기계연구원
대전광역시 유성구 가정북로 156 (장동)
(72) 발명자
정희원
경상남도 김해시 월산로 74, 203동 1902호
유영수
경남 창원시 성산구 대정로 73, 111동 1501호 (남양동, 성원1차아파트)
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
특허법인 대아

전체 청구항 수 : 총 7 항 심사관 : 김수성

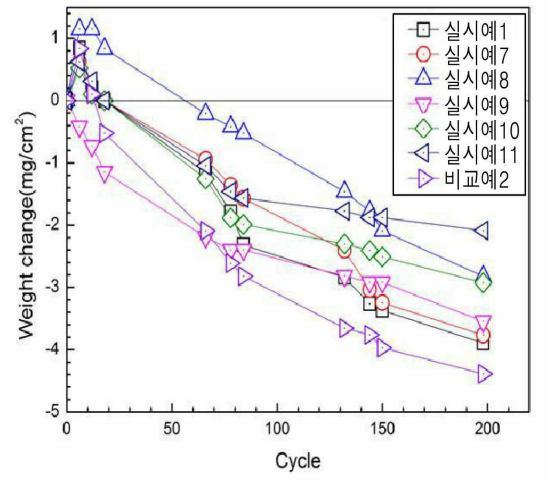
(54) 발명의 명칭 **내산화성 및 크립 특성이 우수한 니켈기 초내열합금 및 그 제조 방법**

(57) 요 약

합금성분 조절 및 공정 조건의 제어로 에너지 플랜트와 스테인리스강이 견딜 수 없는 산화성 및 환원성의 부식 분위기의 화학플랜트용 부품으로 사용하기에 적합한 내산화성 및 크립 특성이 우수한 니켈기 초내열합금 및 그 제조 방법에 대하여 개시한다.

본 발명에 따른 내산화성 및 크립 특성이 우수한 초내열합금은 크롬(Cr) : 20 ~ 26 중량%, 텅스텐(W) : 13 ~ 17 중량%, 몰리브덴(Mo) : 1 ~ 5 중량%, 망간(Mn) : 0.1 ~ 1.0 중량%, 실리콘(Si) : 0.1 ~ 0.6 중량%, 알루미늄(Al) : 0.1 ~ 1.0 중량%, 란탄(La) : 0.01 ~ 0.06 중량%, 탄소(C) : 0.01 ~ 0.20 중량% 및 나머지 니켈(Ni)과 불가피한 불순물로 조성되는 것을 특징으로 한다.

대 표 도 - 도4



(72) 발명자

서성문

경남 창원시 성산구 삼정자로 78, 121동 303호 (성주동, 성주효성해링턴코트)

윤대원

경상남도 김해시 능동로 117 부영아파트 401동 1102호

명 세 서

청구범위

청구항 1

크롬(Cr) : 20 ~ 26 중량%, 텅스텐(W) : 13 ~ 17 중량%, 몰리브덴(Mo) : 1 ~ 5 중량%, 망간(Mn) : 0.1 ~ 1.0 중량%, 실리콘(Si) : 0.1 ~ 0.6 중량%, 알루미늄(Al) : 0.1 ~ 1.0 중량%, 란탄(La) : 0.01 ~ 0.06 중량%, 보론(B) : 0.001 ~ 0.015 중량%, 탄소(C) : 0.01 ~ 0.20 중량% 및 나머지 니켈(Ni)과 불가피한 불순물로 조성되는 것을 특징으로 하는 내산화성 및 크립 특성이 우수한 니켈기 초내열합금.

청구항 2

삭제

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 니켈기 초내열 합금은

700℃의 조건에서, 항복강도(YS) : 195 ~ 300MPa 및 인장강도(TS) : 420 ~ 580MPa 및 연신율(EL) : 35 ~ 55%를 갖는 것을 특징으로 하는 내산화성 및 크립 특성이 우수한 니켈기 초내열합금.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 니켈기 초내열 합금은

900℃의 고온조건에서 항복강도(YS) : 160 ~ 200 MPa, 인장강도(TS) : 235 ~ 300MPa 및 연신율(EL) : 48 ~ 59%를 갖는 것을 특징으로 하는 내산화성 및 크립 특성이 우수한 니켈기 초내열합금.

청구항 5

(a) 크롬(Cr) : 20 ~ 26 중량%, 텅스텐(W) : 13 ~ 17 중량%, 몰리브덴(Mo) : 1 ~ 5 중량%, 망간(Mn) : 0.1 ~ 1.0 중량%, 실리콘(Si) : 0.1 ~ 0.6 중량%, 알루미늄(Al) : 0.1 ~ 1.0 중량%, 란탄(La) : 0.01 ~ 0.06 중량%, 보론(B) : 0.001 ~ 0.015 중량%, 탄소(C) : 0.01 ~ 0.20 중량% 및 나머지 니켈(Ni)과 불가피한 불순물로 조성되는 원료를 혼합 및 용해하는 단계;

(b) 상기 혼합 및 용해된 합금을 열간압연하는 단계;

(c) 상기 열간압연된 합금을 열처리하는 단계; 및

(d) 상기 열처리된 합금을 냉각하는 단계;를 포함하는 것을 특징으로 하는 내산화성 및 크립 특성이 우수한 니켈기 초내열합금 제조 방법.

청구항 6

삭제

청구항 7

제5항에 있어서,

상기 (b) 단계에서,

상기 열간압연은

1100 ~ 1250℃에서 40 ~ 80%의 압하율로 실시하는 것을 특징으로 하는 내산화성 및 크립 특성이 우수한 니켈기 초내열합금 제조 방법.

청구항 8

제5항에 있어서,

상기 (c) 단계는,

(c-1) 상기 열간압연된 합금을 1200 ~ 1280℃에서 용체화 열처리하는 단계; 및

(c-2) 상기 용체화 열처리된 합금을 700 ~ 850℃에서 시효처리하는 단계;를 포함하는 것을 특징으로 하는 내산화성 및 크립 특성이 우수한 니켈기 초내열합금 제조 방법.

청구항 9

제5항에 있어서,

상기 (d) 단계 이후,

(e) 상기 냉각된 합금을 950 ~ 1100℃에서 0.5 ~ 4시간 동안 추가 열처리를 실시하는 것을 특징으로 하는 내산화성 및 크립 특성이 우수한 니켈기 초내열합금 제조 방법.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 니켈기 초내열합금 및 그 제조 방법에 관한 것으로, 보다 상세하게는 합금성분 조절 및 공정 조건의 제어로 에너지 플랜트와 스테인리스강이 견딜 수 없는 산화성 및 환원성의 부식 분위기의 화학플랜트용 부품으로 사용하기에 적합한 내산화성 및 크립 특성이 우수한 니켈기 초내열합금 및 그 제조 방법에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 초내열합금은 고온에서의 사용에 견디는 것을 주된 목적으로 하여 만들어진 합금이며, 내열강은 고온에서도 기계적 성질이 안정되고 내식성 등이 좋은 합금강을 말한다.

[0003] 종래에 개발된 단련용 니켈기 초내열합금에서 내산화성과 크립 특성이 우수한 합금으로 알려져 있는 상용합금은 Haynes 230 과 Alloy 617 합금이 대표적으로, 이들은 대략 650℃까지 우수한 상 안정으로 장시간 사용할 수 있다. 특히, A-USC(Advanced-Ultra supercritical)와 같은 발전설비의 경우, 이산화탄소 감축과 에너지 효율을 위해 주증기의 온도가 기존의 650℃에서 700 ~ 760℃까지 상승할 것으로 기대되는데, 종래의 상용합금은 700 ~ 760℃의 온도에서 사용하기 어려워 크립 특성이 우수한 새로운 합금 개발이 요구되고 있다.

[0004] 또한, 종래의 상용합금은 우수한 크립 특성과 더불어 우수한 내산화성을 동시에 갖지 못하는 문제가 있었다.

[0005] 관련 선행 문헌으로는 대한민국 공개특허공보 제10-1998-022301호(1998.07.06. 공개)가 있으며, 상기 문헌에는 주조용 니켈기 초내열 합금이 기재되어 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0006] 본 발명의 목적은 합금성분 조절 및 공정 조건의 제어로 에너지 플랜트와 스테인리스강이 견딜 수 없는 산화성 및 환원성의 부식 분위기의 화학플랜트용 부품으로 사용하기에 적합한 내산화성 및 크립 특성이 우수한 니켈기 초내열합금 및 그 제조 방법을 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0007] 상기 목적을 달성하기 위한 본 발명의 실시예에 따른 내산화성 및 크립 특성이 우수한 니켈기 초내열합금은 크롬(Cr) : 20 ~ 26 중량%, 텅스텐(W) : 13 ~ 17 중량%, 몰리브덴(Mo) : 1 ~ 5 중량%, 망간(Mn) : 0.1 ~ 1.0 중량%, 실리콘(Si) : 0.1 ~ 0.6 중량%, 알루미늄(Al) : 0.1 ~ 1.0 중량%, 란탄(La) : 0.01 ~ 0.06 중량%, 탄소(C) : 0.01 ~ 0.20 중량% 및 나머지 니켈(Ni)과 불가피한 불순물로 조성되는 것을 특징으로 한다.

[0008] 상기 목적을 달성하기 위한 본 발명의 실시예에 따른 내산화성 및 크립 특성이 우수한 니켈기 초내열합금 제조 방법은 (a) 크롬(Cr) : 20 ~ 26 중량%, 텅스텐(W) : 13 ~ 17 중량%, 몰리브덴(Mo) : 1 ~ 5 중량%, 망간(Mn) : 0.1 ~ 1.0 중량%, 실리콘(Si) : 0.1 ~ 0.6 중량%, 알루미늄(Al) : 0.1 ~ 1.0 중량%, 란탄(La) : 0.01 ~ 0.06 중량%, 탄소(C) : 0.01 ~ 0.20 중량% 및 나머지 니켈(Ni)과 불가피한 불순물로 조성되는 원료를 혼합 및 용해하는 단계; (b) 상기 혼합 및 용해된 합금을 열간압연하는 단계; (c) 상기 열간압연된 합금을 열처리하는 단계; 및 (d) 상기 열처리된 합금을 냉각하는 단계;를 포함하는 것을 특징으로 한다.

발명의 효과

[0009] 본 발명에 따른 내산화성 및 크립 특성이 우수한 니켈기 초내열합금 및 그 제조 방법은 크롬(Cr) 및 실리콘(Si)의 함량을 낮추어 크립 특성을 개선시키고, Fe 첨가를 배제하고 망간(Mn)의 첨가량을 증가시켜 내산화성을 향상시킴으로써, 내산화성 및 크립 특성을 동시에 향상시킬 수 있다.

[0010] 또한, 본 발명에 따른 방법으로 제조되는 니켈기 초내열합금은 합금성분 조절 및 공정 조건의 제어로 700℃ 이상의 고온에서도 우수한 내산화성 및 크립 특성을 가짐으로써, 에너지 플랜트와 스테인리스강이 견딜수 없는 산화성 및 환원성의 부식 분위기의 화학 플랜트용 부품으로 활용하기 적합하다.

도면의 간단한 설명

[0011] 도 1은 본 발명의 실시예에 따른 니켈기 초내열합금 제조 방법을 나타낸 공정 순서도이다.

도 2는 실시예 1 ~ 6 및 비교예 2에 따른 시편들에 대한 시간별 크립 변형율을 나타낸 그래프이다.

도 3은 실시예 1 ~ 6 및 비교예 1, 3에 따른 시편들에 대한 크립 특성 결과를 나타낸 그래프이다.

도 4는 실시예 1, 실시예 7 ~ 11 및 비교예 2에 따른 시편들에 대한 반복산화 특성 결과를 나타낸 그래프이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0012] 본 발명의 이점 및 특징, 그리고 그것들을 달성하는 방법은 첨부되는 도면과 함께 상세하게 후술되어 있는 실시예를 참조하면 명확해질 것이다. 그러나, 본 발명은 이하에서 개시되는 실시예에 한정되는 것이 아니라 서로 다른 다양한 형태로 구현될 것이며, 단지 본 실시예는 본 발명의 개시가 완전하도록 하며, 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자에게 발명의 범주를 완전하게 알려주기 위해 제공되는 것이며, 본 발명은 청구항의 범주에 의해 정의될 뿐이다. 명세서 전체에 걸쳐 동일 참조 부호는 동일 구성요소를 지칭한다.

[0013] 이하 첨부된 도면을 참조하여 본 발명의 바람직한 실시예에 따른 내산화성 및 크립 특성이 우수한 니켈기 초내열합금 및 그 제조 방법에 관하여 상세히 설명하면 다음과 같다.

[0014] **니켈기 초내열합금**

[0015] 본 발명에 따른 니켈기 초내열합금은 크롬(Cr) : 20 ~ 26 중량%, 텅스텐(W) : 13 ~ 17 중량%, 몰리브덴(Mo) : 1 ~ 5 중량%, 망간(Mn) : 0.1 ~ 1.0 중량%, 실리콘(Si) : 0.1 ~ 0.6 중량%, 알루미늄(Al) : 0.1 ~ 1.0 중량%, 란탄(La) : 0.01 ~ 0.06 중량%, 탄소(C) : 0.01 ~ 0.20 중량% 및 나머지 니켈(Ni)과 불가피한 불순물로 조성된다.

[0016] 또한, 상기 니켈기 초내열합금은 보론(B) : 0.001 ~ 0.015 중량%를 더 포함할 수 있다.

[0017] 또한, 상기 니켈기 초내열합금은 700℃의 조건에서, 항복강도(YS) : 195 ~ 300MPa 및 인장강도(TS) : 420 ~ 580MPa 및 연신율(El.) : 35 ~ 55%를 갖고, 900℃의 고온조건에서 항복강도(YS) : 160 ~ 200MPa, 인장강도(TS) : 235 ~ 300MPa 및 연신율(EL) : 48 ~ 59%를 갖는다.

[0018] 특히, 본 발명에 따른 내산화성 및 크립 특성이 우수한 니켈기 초내열합금을 개발함에 있어서, 크립 특성을 향상시키기 위해서는 크롬(Cr) 함량을 낮추는 것이 유리한 반면, 내산화성을 향상시키기 위해서는 크롬(Cr) 함량을 높이는 것이 유리한바, 크립 특성 및 내산화성이 동시에 향상될 수 있는 최적의 크롬(Cr) 첨가 범위를 알아내었다. 또한, 텅스텐(W) 및 몰리브덴(Mo)은 적절하게 함유될 경우 크립 특성을 향상시키는 반면에 과하게 함유되면 크립 특성을 저하시키는 것을 알아내었다.

[0019] 따라서, 본 발명에서는 크롬(Cr) 및 실리콘(Si)의 함량을 낮추어 크립 특성을 개선시키고, Fe 첨가를 배제하고 망간(Mn)의 첨가량을 증가시켜 내산화성을 향상시킴으로써, 내산화성 및 크립 특성을 동시에 향상시킬 수 있는 최적의 합금성분 조성비를 알아내었다.

[0020] 이 결과, 본 발명의 실시예에 따른 내산화성 및 크립 특성이 우수한 니켈기 초내열합금은 합금성분 조절 및 공정 조건의 제어로 700℃ 이상의 고온에서도 우수한 내산화성 및 크립 특성을 가짐으로써, 에너지 플랜트와 스테인리스강이 견딜수 없는 산화성 및 환원성의 부식 분위기의 화학 플랜트용 부품으로 활용하기 적합하다.

[0021] 이하, 본 발명에 따른 니켈기 초내열합금에 포함되는 각 성분의 역할 및 그 함량에 대하여 설명하면 다음과 같다.

[0022] 크롬(Cr)

[0023] 크롬(Cr)은 초내열합금에서 내식성과 내산화성을 향상시켜 주는 역할을 하는 반면, 과도하게 첨가될시 탄화물이나 TCP(Topologically Close Packed) 상을 생성시킬 수 있다.

[0024] 따라서, 상기 크롬(Cr)은 본 발명에 따른 초내열합금 전체 중량의 20 ~ 26 중량%의 함량비로 첨가되는 것이 바람직하다. 크롬(Cr)의 함량이 20 중량% 미만일 경우에는 내식성에 문제가 발생할 수 있다. 반대로, 크롬(Cr)의 함량이 26 중량%를 초과할 경우에는 크리프 특성이 저하되며 고온에서 장시간 노출될 시 기계적 특성에 나쁜 영향을 주는 TCP 상이 생성될 수 있다.

[0025] 텅스텐(W)

[0026] 텅스텐(W)은 고용강화에 의해 고온강도와 크리프 강도를 높이는 원소이다.

[0027] 상기 텅스텐(W)은 본 발명에 따른 초내열합금 전체 중량의 13 ~ 17 중량%의 함량비로 첨가되는 것이 바람직하다. 텅스텐(W)의 첨가량이 13 중량% 미만일 경우에는 상기의 효과를 제대로 발휘하는데 어려움이 따를 수 있다. 반대로, 텅스텐(W)의 첨가량이 17 중량%를 초과할 경우에는 인성 및 연성이 저하되며 상 안정성이 저하되는 문제점이 있다.

[0028] 몰리브덴(Mo)

[0029] 몰리브덴(Mo)은 고용강화 원소로 초내열합금의 고온인장 특성, 크리프 특성을 향상시키는 역할을 한다. 또한,

몰리브덴(Mo)은 탄소(C)와 결합하여 결정립계에 M_6C형 탄화물을 형성하여 결정립 성장을 억제한다.

[0030] 상기 몰리브덴(Mo)은 본 발명에 따른 니켈기 초내열합금 전체 중량의 1 ~ 5 중량%의 함량비로 첨가되는 것이 바람직하다. 몰리브덴(Mo)의 첨가량이 1 중량% 미만일 경우에는 그 첨가량이 미미한 관계로 고용강화 효과를 기대하기 어려우며, 크립 특성을 저하시키는 문제를 야기한다. 반대로, 몰리브덴(Mo)의 첨가량이 5 중량%를 초과할 경우에는 열간가공성이 저하되며, TCP 상이 형성되기 쉽다.

[0031] 망간(Mn)

[0032] 망간(Mn)은 합금의 내산화성을 향상시키는 역할을 한다.

[0033] 상기 망간(Mn)은 본 발명에 따른 니켈기 초내열합금 전체 중량의 0.1 ~ 1.0 중량%의 함량비로 첨가되는 것이 바람직하다. 망간(Mn)의 첨가량이 0.1 중량% 미만일 경우에는 그 첨가량이 미미한 관계로 크립 특성 향상 효과가 불충분할 수 있다. 반대로, 망간(Mn)의 첨가량이 1.0 중량%를 초과할 경우에는 가공성과 내산화성을 저하시키는 문제가 있다.

[0034] 실리콘(Si)

[0035] 실리콘(Si)은 망간(Mn)과 마찬가지로 합금의 내산화성을 향상시키는 역할을 한다.

[0036] 상기 실리콘(Si)은 본 발명에 따른 니켈기 초내열합금 전체 중량의 0.1 ~ 0.6 중량%의 함량비로 첨가되는 것이 바람직하다. 실리콘(Si)의 첨가량이 0.1 중량% 미만일 경우에는 그 첨가량이 미미한 관계로 내산화성 향상 효과를 제대로 발휘하는데 어려움이 따를 수 있다. 반대로, 실리콘(Si)의 첨가량이 0.6 중량%를 초과하여 과도하게 첨가될 경우에는 내산화성은 향상되나, 크립 특성이 급격히 저하되는 문제가 있다.

[0037] 알루미늄(Al)

[0038] 알루미늄(Al)은 니켈기 초내열합금의 주 강화상인 γ'의 구성 원소이며, 내산화성 향상에 기여한다.

[0039] 상기 알루미늄(Al)은 본 발명에 따른 니켈기 초내열합금 전체 중량의 0.1 ~ 1.0 중량%의 함량비로 첨가되는 것이 바람직하다. 알루미늄(Al)의 첨가량이 0.1 중량% 미만인 경우에는 상기의 효과를 제대로 발휘하는데 어려움이 따를 수 있다. 반대로, 알루미늄(Al)의 첨가량이 1.0 중량%를 초과할 경우에는 과도한 γ' 상의 석출로 가공성이 저하되는 문제가 있다.

[0040] 란탄(La)

[0041] 란탄(La)은 내산화성을 향상시키는 역할을 한다.

[0042] 상기 란탄(La)은 본 발명에 따른 니켈기 초내열합금 전체 중량의 0.01 ~ 0.06 중량%의 함량비로 첨가되는 것이 바람직하다. 란탄(La)의 첨가량이 0.01 중량% 미만일 경우에는 그 첨가량이 미미한 관계로 상기의 효과를 제대로 발휘하는데 어려움이 따를 수 있다. 반대로, 란탄(La)의 첨가량이 0.06 중량%를 초과할 경우에는 보론(B)과의 상호 작용으로 인하여 내산화성이 저하되는 문제가 있다.

[0043] 탄소(C)

[0044] 탄소(C)는 텅스텐(W), 몰리브덴(Mo), 크롬(Cr) 등과 결합하여 MC, M_6C 또은 $M_{23}C_6$ 형태의 탄화물을 형성하여 결정립계 미세화에 기여하며, 탄화물을 입계에 형성시킴으로써 결정립계 강도를 향상시킨다.

[0045] 상기 탄소(C)는 본 발명에 따른 니켈기 초내열합금 전체 중량의 0.01 ~ 0.20 중량%의 함량비로 첨가되는 것이 바람직하다. 탄소(C)의 첨가량이 0.01 중량% 미만일 경우에는 충분한 탄화물이 형성되지 않아 강도 향상 효과를 도모하기 어렵다. 반대로, 탄소(C)의 첨가량이 0.20 중량%를 초과할 경우에는 지나치게 많은 탄화물이 형성되어 연성, 가공성 등이 저하되는 문제가 있다.

[0046] 보론(B)

[0047] 보론(B)은 결정립계에 편석되어 입계 강도를 향상시키고 결정립 성장을 억제시켜 크립 특성을 향상시킨다.

[0048] 상기 보론(B)은 본 발명에 따른 니켈기 초내열합금 전체 중량의 0.001 ~ 0.015 중량%의 함량비로 첨가되는 것이 바람직하다. 보론(B)의 첨가량이 0.001 중량% 미만일 경우에는 그 첨가량이 미미한 관계로 크립 특성 향상 효과를 제대로 발휘하기 어렵다. 반대로, 보론(B)의 첨가량이 0.015 중량%를 초과할 경우에는 내산화 특성을 개선시키는 란탄(La)과의 상호작용으로 내산화 특성이 저하되는 문제가 있다.

[0049] **니켈기 초내열합금 제조 방법**

[0050] 도 1은 본 발명의 실시예에 따른 니켈기 초내열합금 제조 방법을 나타낸 공정 순서도이다.

[0051] 도 1을 참조하면, 도시된 본 발명의 실시예에 따른 니켈기 초내열합금 제조 방법은 원료 혼합 및 용해 단계(S110), 열간압연 단계(S120), 열처리 단계(S130) 및 냉각 단계(S140)를 포함한다.

[0052] 원료 혼합 및 용해

[0053] 원료 혼합 및 용해 단계(S110)에서는 크롬(Cr) : 20 ~ 26 중량%, 텅스텐(W) : 13 ~ 17 중량%, 몰리브덴(Mo) : 1 ~ 5 중량%, 망간(Mn) : 0.1 ~ 1.0 중량%, 실리콘(Si) : 0.1 ~ 0.6 중량%, 알루미늄(Al) : 0.1 ~ 1.0 중량%, 란탄(La) : 0.01 ~ 0.06 중량%, 탄소(C) : 0.01 ~ 0.20 중량% 및 나머지 니켈(Ni)과 불가피한 불순물로 조성되는 원료를 혼합 및 용해한다. 이때, 원료를 용탕에서 혼합 및 용해하는 것에 의해 원료 상호 간이 균일하게 혼합된 합금을 제조할 수 있다.

[0054] 본 단계에서, 원료는 보론(B) : 0.001 ~ 0.015 중량%를 더 포함할 수 있다.

[0055] 열간압연

[0056] 열간압연 단계(S120)에서는 혼합 및 용해된 합금을 열간압연한다.

[0057] 이때, 열간압연은 1100 ~ 1250℃에서 40 ~ 80%의 압하율로 실시하는 것이 바람직하다. 열간압연 온도가 1100℃ 미만일 경우에는 열간압연으로 균열이 발생할 수 있는 문제점이 있다. 반대로, 열간압연 온도가 1250℃를 초과할 경우에는 합금의 결정립 조대화로 미세조직 제어에 어려운 문제점이 있다.

[0058] 또한, 열간압연의 압하율이 40% 미만일 경우에는 균일하면서도 미세한 조직을 확보하는 것이 어렵다. 반대로, 열간압연의 압하율이 80%를 초과할 경우에는 압연 공정 시간이 길어져 생산성이 저하되는 문제가 있다.

[0059] 열처리

[0060] 열처리 단계(S130)에서는 열간압연된 합금을 열처리한다.

[0061] 이러한 열처리는 열간압연된 합금을 1200 ~ 1280℃에서 용체화 열처리하는 단계와, 용체화 열처리된 합금을 700 ~ 850℃에서 시효처리하는 단계로 세분화될 수 있다. 시효처리 단계는 합금의 조성에 따라 선택적으로 실시할 수 있다.

[0062] 즉, 열간압연된 합금을 고온영역인 1100 ~ 1280℃에서 5 ~ 180분 동안 유지하는 용체화 열처리를 실시한 후, 중온영역인 700 ~ 850℃에서 4 ~ 8시간 동안 시효처리를 실시하는 것이 바람직하다.

[0063] 이때, 용체화 열처리가 1100 ~ 1280℃를 벗어나 실시되는 경우 석출물이 모두 용해되지 않아 원하는 특성을 갖지 못하는 문제점이 있다. 여기서, 용체화 열처리는 합금에서 균질화 처리가 충분하게 일어나는 즉, 합금 내의 탄화물 및 γ′ 석출상이 충분히 용해 및 고용시키지만 결정립 성장은 발생하지 않을 정도인 5 ~ 180분 동안 실시하는 것이 바람직하다.

[0064] 한편, 시효처리는 합금의 γ′ 석출상을 기지 내에 균일하게 분포시키고, 탄화물들을 결정립계에 석출시켜 동일

시효처리 온도구간에서 노출을 해도 조직상의 변화가 없을 정도로 시효처리가 충분하게 일어나도록 유도하기 위해 700 ~ 850℃에서 4 ~ 8시간 동안 실시하는 것이 바람직하다.

[0065] 냉각

[0066] 냉각 단계(S140)에서는 열처리된 합금을 냉각한다.

[0067] 이때, 냉각은 수냉 또는 공냉으로 상온까지 수행될 수 있다. 상온은 1 ~ 40℃일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0068] 또한, 도면으로 도시하지는 않았지만, 본 발명의 실시예에 따른 내산화성 및 크립 특성이 우수한 니켈기 초내열합금 제조 방법은 냉각 단계(S140) 이후에 실시되는 추가 열처리 단계(미도시)를 더 포함할 수 있다.

[0069] 추가 열처리 단계에서는 냉각된 합금을 950 ~ 1100℃에서 0.5 ~ 4시간 동안 추가 열처리를 실시한다. 이와 같이, 냉각 단계(S140) 이후 추가적인 열처리를 실시하게 되면 입계가 더 강화되는 효과가 있다. 이때, 추가 열처리를 함에 따라 고용강화된 탄소(C), 크롬(Cr) 등의 합금원소 성분이 석출물을 만들어 고용강화 효과에 있어서는 손해를 보지만, 추가적인 석출강화 효과가 더 생기므로 두 효과의 균형에 의해 기계적 특성이 변화된다.

[0070] 이때, 추가 열처리 온도 및 시간이 상기의 범위를 벗어나는 경우 석출물의 안정영역이 아니므로 석출물 생성, 성장을 방해하여 목적하는 효과가 충분히 나타나지 않을 수 있다.

[0071] 상기의 과정(S110 ~ S140)으로 제조되는 니켈기 초내열합금은 크롬(Cr) 및 실리콘(Si)의 함량을 낮추어 크립 특성을 개선시키고, Fe 첨가를 배제하고 망간(Mn)의 첨가량을 증가시켜 내산화성을 향상시킴으로써, 내산화성 및 크립 특성을 동시에 향상시킬 수 있다.

[0072] 또한, 본 발명에 따른 방법으로 제조되는 니켈기 초내열합금은 합금성분 조절 및 공정 조건의 제어로 700℃ 이상의 고온에서도 우수한 내산화성 및 크립 특성을 가짐으로써, 에너지 플랜트와 스테인리스강이 견딜수 없는 산화성 및 환원성의 부식 분위기의 화학 플랜트용 부품으로 활용하기 적합하다.

[0073] **실시예**

[0074] 이하, 본 발명의 바람직한 실시예를 통해 본 발명의 구성 및 작용을 더욱 상세히 설명하기로 한다. 다만, 이는 본 발명의 바람직한 예시로 제시된 것이며 어떠한 의미로도 이에 의해 본 발명이 제한되는 것으로 해석될 수는 없다.

[0075] 여기에 기재되지 않은 내용은 이 기술 분야에서 숙련된 자이면 충분히 기술적으로 유추할 수 있는 것이므로 그 설명을 생략하기로 한다.

[0076] **1. 시편 제조**

[0077] 표 1의 조성 및 표 2의 공정 조건으로 실시예 1 ~ 11 및 비교예 1 ~ 3에 따른 시편을 제조하였다.

[0078] [표 1] (단위 : 중량%)

구 분	Cr	W	Mo	Mn	Si	Al	La	C	B	Fe	Co	Ti	Ni
실시예 1	21	14	2	0.7	0.2	0.2	0.02	0.1	0.015	-	-	-	Bal.
실시예 2	26	16	2	0.8	0.3	0.5	0.02	0.1	0.015	-	-	-	Bal.
실시예 3	23	14	4	0.1	0.5	0.2	0.02	0.1	0.015	-	-	-	Bal.
실시예 4	21	14	2	0.7	0.2	0.2	0.04	0.04	0.005	-	-	-	Bal.
실시예 5	26	16	2	0.8	0.3	0.5	0.02	0.16	0.005	-	-	-	Bal.
실시예 6	23	14	4	0.1	0.5	0.2	0.04	0.04	0.005	-	-	-	Bal.
실시예 7	21	14	2	0.7	0.2	0.5	0.02	0.1	0.015	-	-	-	Bal.
실시예 8	21	14	2	0.7	0.2	0.8	0.02	0.1	0.015	-	-	-	Bal.
실시예 9	21	14	2	0.7	0.5	0.2	0.02	0.1	0.015	-	-	-	Bal.
실시예 10	21	14	2	0.7	0.5	0.5	0.02	0.1	0.015	-	-	-	Bal.
실시예 11	21	14	2	0.7	0.5	0.8	0.02	0.1	0.015	-	-	-	Bal.
비교예 1	22	14	2	0.5	0.4	0.3	0.02	0.1	0.015	3	5	-	Bal.
비교예 2	22	14	2	0.5	0.4	0.3	0.02	0.1	0.015	1.5	-	-	Bal.
비교예 3	22	-	9	-	-	1.2	-	0.07	-	1	12.5	0.3	Bal.

[0079]

[0080] [표 2]

구 분	열간압연 (℃)	압하율 (%)	용체화 열처리 온도 (℃)	용체화 열처리 시간 (min)
실시예 1	1150	57	1135	60
실시예 2	1150	58	1135	60
실시예 3	1150	59	1135	60
실시예 4	1150	61	1135	60
실시예 5	1150	62	1135	60
실시예 6	1150	59	1135	60
실시예 7	1200	58	1135	60
실시예 8	1200	61	1135	60
실시예 9	1200	63	1135	60
실시예 10	1200	64	1135	60
실시예 11	1200	59	1135	60
비교예 1	1150	56	1135	60
비교예 2	1150	62	1135	60
비교예 3	1150	55	1135	60

[0081]

[0082] **2. 기계적 물성 평가**

[0083] 표 3은 실시예 1 ~ 11 및 비교예 1 ~ 3에 따른 시편들에 대한 기계적 물성 평가 결과를 나타낸 것이다.

[0084] [표 3]

구 분	700℃			900℃		
	YS (℃)	TS (℃)	EL (%)	YS (℃)	TS (℃)	EL (%)
실시예 1	266	543	35.1	191	293	51.3
실시예 2	302	583	38.1	160	240	59.8
실시예 3	279	547	34.5	180	262	66.8
실시예 4	193	423	55.4	161	235	54.6
실시예 5	234	482	36.0	167	242	63.4
실시예 6	234	490	39.8	176	259	48.4
실시예 7	268	550	36.2	198	296	50.2
실시예 8	271	561	35.2	201	302	50.6
실시예 9	261	538	38.3	188	291	53.1
실시예 10	270	544	34.1	195	301	54.1
실시예 11	253	536	31.2	185	288	50.1
비교예 1	252	593	62.1	199	280	96.5
비교예 2	240	531	59.2	185	252	89.9
비교예 3	241	553	78.9	175	253	96.5

[0085] .

[0086] 표 1 내지 표 3을 참조하면, 실시예 1 ~ 11에 따른 시편들의 경우, 700℃의 조건에서, 항복강도(YS) : 195 ~ 300MPa 및 인장강도(TS) : 420 ~ 580MPa 및 연신율(EL) : 35 ~ 55%를 갖고, 900℃의 고온조건에서 항복강도(YS) : 160 ~ 200 MPa, 인장강도(TS) : 235 ~ 300MPa 및 연신율(EL) : 48 ~ 59%를 모두 만족하는 것을 알 수 있다.

[0087] 비교예 1 ~ 3에 따른 시편들의 경우, 700℃와 900℃의 항복강도(YS) 및 인장강도(TS)가 실시예 1 ~ 11과 크게 다르지 않은 것을 확인할 수 있다. 따라서, 실시예 1 ~ 11에 따른 시편들의 경우, 코발트(Co)가 첨가되지 않았음에도 불구하고, 비교예 1 ~ 3에 따른 시편들과 고온강도 면에서 유사한 기계적 물성을 나타내는 것을 확인하였다.

[0088] 한편, 도 2는 실시예 1 ~ 6 및 비교예 2에 따른 시편들에 대한 시간별 크립 변형율을 나타낸 그래프이다.

[0089] 도 2에 도시된 바와 같이, 900℃, 60MPa의 조건에서 수행한 크립 시험 결과, 실시예 2 ~ 6은 상용합금인 비교예 2 보다 짧은 크립수명을 나타내고 있다. 반면에, 실시예 1은 최종 크립수명이 1197시간으로 비교예 2에 비하여 대략 3배 가량 증가한 것을 확인할 수 있다.

[0090] 도 3은 실시예 1 ~ 6 및 비교예 1, 3에 따른 시편들에 대한 크립 특성 결과를 나타낸 그래프이다. LMP(Larson-Miller Parameter)에 따른 응력 그래프는 동일한 LMP 에서 응력이 높을수록 크립 특성이 우수함을 보여준다.

[0091] 도 3에 도시된 바와 같이, 실시예 2 ~ 6 은 비교예 1, 3 보다 우수한 크립 특성을 나타내지 못했던 반면에 실시

예 1은 비교예 1, 3 보다 우수한 크립 특성을 나타내는 것이 명백함을 확인하였다.

[0092] 도 4는 실시예 1, 실시예 7 ~ 11 및 비교예 2에 따른 시편들에 대한 반복산화 특성 결과를 나타낸 그래프로, 보다 구체적으로는 실시예 1, 실시예 7 ~ 11 및 비교예 2의 합금을 1150℃ 에서 15분 유지후 상온에서 5분 유지하는 반복 산화시험을 수행한 결과를 나타낸 것이다.

[0093] 도 4에 도시된 바와 같이, 실시예 1, 실시예 7 ~ 11 및 비교예 2에 따른 시편들 모두 시간의 경과에 따라 선형적으로 무게가 감소하는 경향을 나타내는 것을 알 수 있다. 이 결과, 실시예 1, 실시예 7 ~ 11은 상용합금인 비교예 2와 실질적으로 유사한 내산화성을 나타내는 것을 확인하였다.

[0094] 이상에서는 본 발명의 실시예를 중심으로 설명하였지만, 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 기술자의 수준에서 다양한 변경이나 변형을 가할 수 있다. 이러한 변경과 변형은 본 발명이 제공하는 기술 사상의 범위를 벗어나지 않는 한 본 발명에 속한다고 할 수 있다. 따라서 본 발명의 권리범위는 이하에 기재되는 청구범위에 의해 판단되어야 할 것이다.

부호의 설명

[0095] S110 : 원료 혼합 및 용해 단계

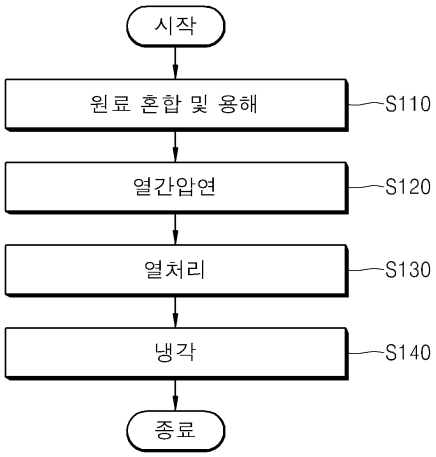
S120 : 열간압연 단계

S130 : 열처리 단계

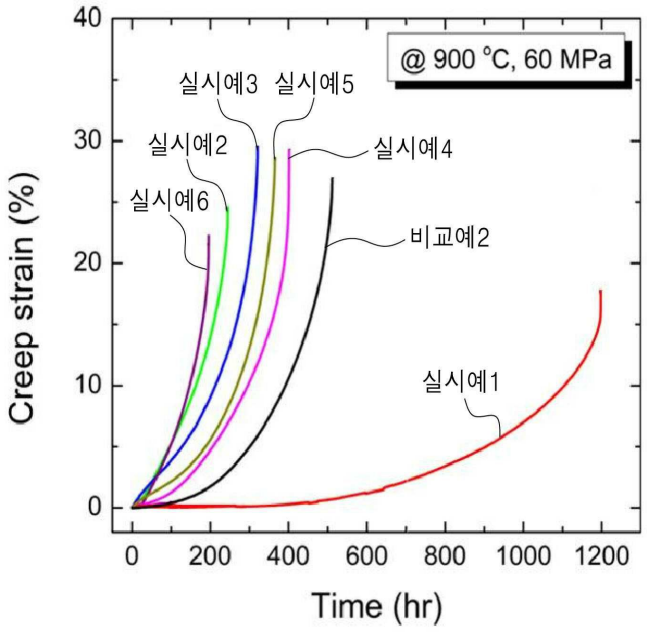
S140 : 냉각 단계

도면

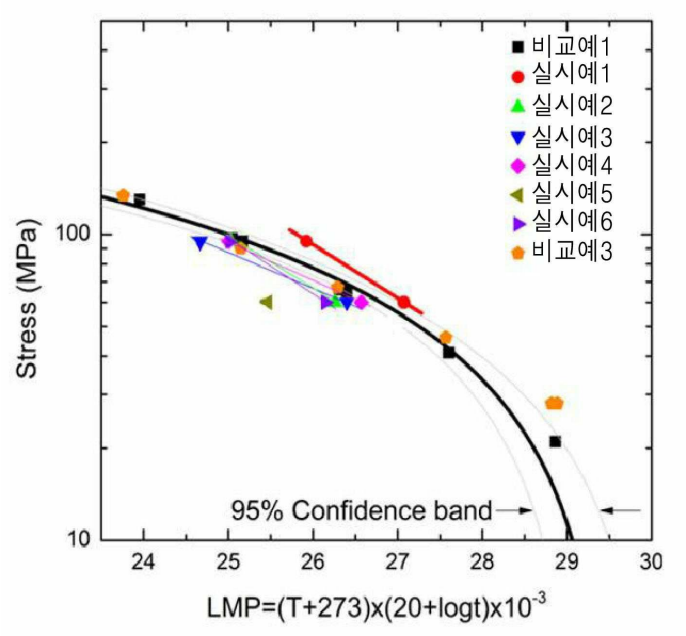
도면1



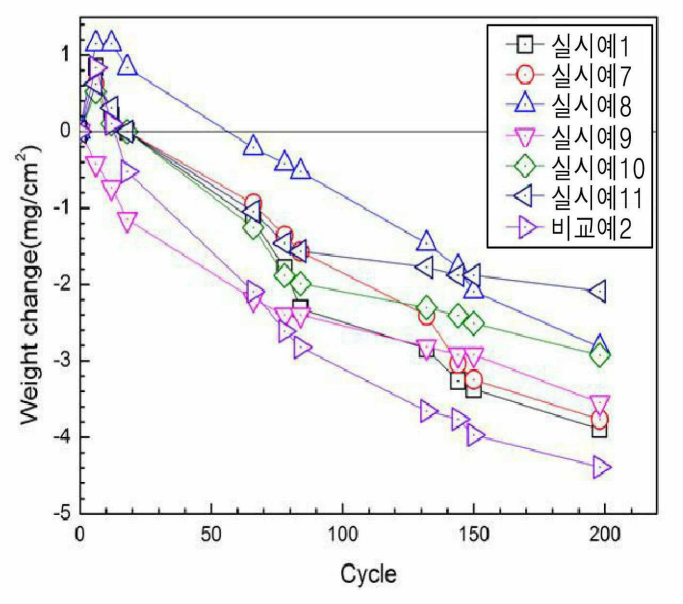
도면2


@ 900 °C, 60 MPa
실시예3
실시예5
실시예2
실시예4
실시예6
비교예2
실시예1
Creep strain (%)
Time (hr)
0
10
20
30
40
0
200
400
600
800
1000
1200

도면3


비교예1
실시예1
실시예2
실시예3
실시예4
실시예5
실시예6
비교예3
95% Confidence band
Stress (MPa)
LMP=(T+273)x(20+logt)x10-3
10
100
24
25
26
27
28
29
30

도면4


실시예1
실시예7
실시예8
실시예9
실시예10
실시예11
비교예2
Weight change(mg/cm²)
Cycle
1
0
-1
-2
-3
-4
-5
0
50
100
150
200