

염수 환경에서 Inconel 718의 국부 부식 거동

이준섭^{1,2,†} · 이예진² · 권순일³ · 신정호³ · 이재현^{1,2}

¹국립창원대학교 신소재공학부, 경남 창원시 창원대학로 20

²국립창원대학교 소재융합시스템공학과, 경남 창원시 창원대학로 20

³세아창원특수강 기술연구소, 경남 창원시 적현로147

(2021년 11월 09일 접수, 2021년 11월 18일 수정, 2021년 11월 20일 채택)

Localized Corrosion Behavior of Inconel 718 in a Chloride-Containing Aqueous Solution

Jun-Seob Lee^{1,2,†}, Yejin Lee², Soon il Kwon³, Jungho Shin³, and Je-Hyun Lee^{1,2}

¹Materials Science and Engineering, Changwon National University, 51140 Changwondaehak-ro 20, Changwon, 51140, South Korea

²Materials Convergence and System Engineering, Changwon National University, 51140 Changwondaehak-ro 20, Changwon, 51140, South Korea

³R&d Center, SeAH CSS corporation, Jeokhyun-ro 147, Changwon, 51708, South Korea

(Received November 09, 2021; Revised November 18, 2021; Accepted November 20, 2021)

Localized corrosion behavior of Ni-based Inconel 718 alloy was investigated by electrochemical anodic polarization techniques in NACE TM 0177 A solution of 5 wt% NaCl + 0.5 wt% acetic acid at room temperature. After the solution heat treated at 1080 °C for 2.5 h, Inconel 718 was age-hardened at 780 °C for 8 h. The microstructure of the alloy surface was investigated by optical microscopic or scanning electron microscopic technique. The austenitic phase with the presence of metal carbides was observed on the surface of Inconel 718. Metal-carbides such as Nb-Mo and Ti-carbide with diameters of approximately 10 and 3 μm, respectively, were formed in Inconel 718. Anodic polarization results revealed that localized corrosion was observed at the interface between austenitic phase of a substrate and metal carbides. Difference in electrochemical property between a metal carbide and an austenitic substrate could provide an initiation site for localized corrosion of Inconel 718 surface.

Keywords: Inconel, Corrosion, Passivity, Pitting, Carbide

1. 서론

Inconel 718은 Ni, Fe, Cr의 주요 합금 원소와 더불어 Nb, Mo, Ti 등이 포함되어 부식 및 고온 산화, 기계적 물성 등이 기존의 오스테나이트 계열의 스테인리스강보다 우수하여 석유 시추, 발전 설비 구조 및 부품 등으로 널리 사용된다 [1-4].

Inconel 718의 기계적 또는 부식 특성은 시효 열처리 공정에 의한 오스테나이트 입내 또는 입계에 석출된 수십 ~ 수 백 nm 크기의 γ' Ni₃(Nb,Ti), γ' Ni₃(Al,Ti), δ Ni₃Nb 등의 상들에 영향을 받는다고 알려져 있다 [5-7].

주로 결정립계에 형성되는 δ 상은 그 모양에 따라 국부 부식 저항성에 영향을 미친다는 보고가 있다 [6]. 또 다른 주요 석출상인 γ' , γ'' 이 Inconel 718의 국부 부식 거동에 미치는 영향은 아직 제대로 보고 되어있지 않다.

Inconel 718에 형성되는 금속 탄화물(Metal Carbide)은 오스테나이트 입내 또는 입계에 형성되어 재료의 기계적 성질에 영향을 준다고 하였다 [8,9]. 입계에 NbC등이 형성되면 재료의 취성에 영향을 준다는 보고가 있었다 [9]. 다만, 금속 탄화물이 Inconel 718의 부식 거동에 미치는 영향은 아직 제대로 보고되지 않았다.

Inconel 718은 해수 환경에서 볼트, 너트 등의 체결구 및 밸브 [1-3] 등에 많이 사용되기 때문에 염수 환경에서의 국부 부식 특성은 재료의 안전한 사용을 위해 중요하다. 안타깝게도 아직까지 Inconel 718의 국부 부식

[†]Corresponding author: junseoble@changwon.ac.kr

이준섭: 교수, 이예진: 석사과정, 권순일: 주임연구원, 신정호: 수석연구원, 이재현: 교수

거동에 미치는 미세구조의 영향은 잘 알려져 있지 않았다. 그 이유 중 하나는 오스테나이트 입내 또는 입계에 생성된 미세 석출물 또는 금속 탄화물 등 어디에서 국부 부식이 시작되는지 잘 알지 못하기 때문일 것이다. 염수 환경에서 Inconel 718의 국부 부식의 개시에 대하여 알게 된다면 Inconel 718의 국부 부식 기구에 대한 이해를 위한 중요한 정보가 될 것이라고 생각한다.

본 연구는 염수 환경에서 Inconel 718의 국부 부식 개시에 대한 정보를 얻는 것을 목표로 한다.

2. 실험

2.1 시편 준비 및 미세조직 분석

본 연구에서 사용된 합금 시험편은 Inconel 718 (UNS 07718) 이다. 시험편의 화학 조성은 Table 1에 나타났다. 직경 26 mm 길이 300 mm 봉형 시험편을 1080 °C에서 2.5 시간 동안 용체화 열처리를 한 뒤 수냉하고 다시 780 °C에서 8시간 동안 시효 경화 열처리를 한 후 공랭하였다.

시효처리를 한 시험편을 약 5 mm 두께로 절단하고 SiC 사포를 사용하여 #3000까지 연마한 뒤 1 μm 크기의 alumina가 포함된 현탁액을 사용하여 경면 연마하였다. 경면 연마 후 Kalling's No.2 용액(2 g CuCl₂ + 20 mL HCl + 20 mL C₂H₅OH)에서 35초 간 침지하여 에칭하였다. 에칭된 표면은 광학현미경으로 관찰하였다. 표면에 관찰된 수 μm 크기의 입자들은 광학현미경 사진을 디지털 이미지 분석기에서 얻은 입자 크기 및 개수에 대하여 입자 크기의 범위를 설정하고 그에 따른 개수 정보를 얻었다.

경면 연마된 시험편 표면을 주사전자현미경(MIRAI LMH, TESCAN) 후방산란전자상(Back-scattered Electron Image, BSE), 이차전자상(Secondary Electron Image) 으로 얻었고 에너지분산 분광기(Energy Dispersive Spectroscopy, EDS)를 사용하여 분석하였다.

2.2 전기화학 실험

전위차계(sp-200, Biologic)에 전기적으로 연결된 전기화학 셀은 3전극 시스템을 사용하였다. 작업 전극은 직경 26 mm Inconel 718 시험편과 동선을 주석으로 용접한 뒤 에폭시 레진에 침지하여 경화시킨 뒤 SiC 사포 #600으로 연마하였다. 보조 전극은 직경 5 mm에 표면적 약 20 cm²인 고밀도 탄소봉을 사용하였다. 기준 전극은 포화 KCl 수용액에 침지 되어있는 Ag/AgCl 전극(silver/

silver chloride electrode in sat. KCl, SSE)을 사용하였다. Inconel 718은 주로 해양 및 석유화학산업에 많이 사용되는 재료이기 때문에 실험에 사용된 용액은 염수 환경보다는 높은 농도의 염화물과 산성의 NACE TM0177 A 상온 5 wt% NaCl + 0.5 wt% acetic acid을 사용하였다.

Inconel 718 전극의 전극 전위를 3600초 동안 측정된 뒤 부식 전위에서 -0.05 V 인 전위에서부터 작업 전극에 큰 과전압을 부하하기 위하여 1 mV/s의 주사 속도로 전류 밀도가 5 mA/cm² 이 될 때까지 양극 분극하였고 재현성을 확인하기 위해 3번 이상의 유효한 실험 결과를 얻었다. Inconel 718 전극을 0.5 V_{SSE}의 전위를 3600 초 동안 인가하여 시간에 따른 전류 밀도의 변화를 측정하였다. 전기화학 실험 전후 전기화학 셀의 시편 접착부 등에서 틈부식은 발생하지 않았다.

3. 연구결과 및 고찰

3.1 미세조직

Fig. 1은 경면 연마 후 에칭한 뒤 광학현미경으로 관찰한 Inconel 718의 미세조직 사진이다. 전체적으로 오스테나이트 상 기반 미세 조직이 관찰된다. 오스테나이트 상의 입내 또는 입계 어느 곳에 편중되지 않고 수 μm 크기의 입자가 분산되어있다.

Fig. 2는 경면 연마 후 에칭한 뒤 광학현미경으로 관찰한 Inconel 718의 표면에 관찰된 수 μm 입자들의 크기와 개수의 분포를 보여준다. 입자들의 크기는 가장 작은 입자가 약 2.7 μm에서 가장 큰 입자가 약 19.5 μm 까지 분포한다. 5 μm 이하의 입자 크기가 전체 입자에서 55%, 5 ~ 10 μm 이하의 입자가 31%, 10 μm 이상의 입자가 15%를 차지한다. 대부분의 입자는 10 μm 이하의 크기로 분포하고 있다.

Fig. 3은 Inconel 718의 표면을 경면 연마한 후 에칭

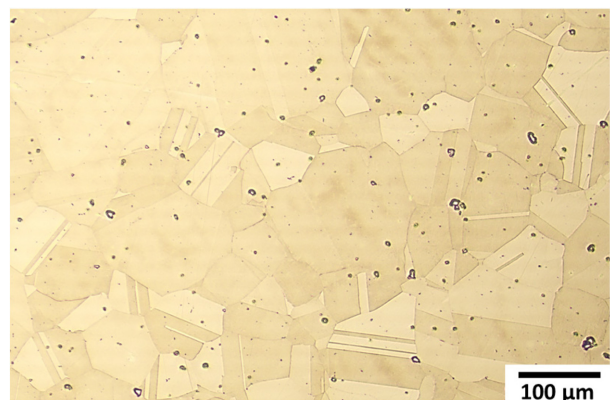


Fig. 1. Optical microscopic image of Inconel 718

Table 1. Chemical compositions of Inconel 718

	C	Ni	Cr	Mo	Ti	Nb	Fe
wt%	0.05	53.3	18.4	2.9	0.9	5.2	Bal.

하지 않고 주사전자현미경의 후방산란전자(BSE) 이미지로 관찰한 사진과 에너지 분산 분광기(EDS)로 측정된 주요 합금 원소들의 맵핑 분석 사진이다. BSE 이미지에서 보면 상대적 밝으면서 10 μm 정도의 크기를 가진 입자와 상대적 어두면서 3 μm 정도의 입자가 분포되어있다. 일반적으로 BSE 이미지에서는 상대적으로 무거운 원자량을 가진 원소가 상대적으로 밝게 관찰된다. EDS 원소 맵핑 이미지에서 보면 입자의 크기와는 상관

없이 입자들의 합금원소 Ni, Cr, Fe 농도가 낮은 것을 알 수 있다. 더욱이 상대적 밝은 입자들은 Nb, Mo의 농도가 높고 상대적 어두운 입자들은 Ti의 농도가 높다. 이러한 입자들은 Inconel 718의 응고 과정에서 생성되는 금속 탄화물(MC; Nb, Mo, or TiC) 이라고는 보고가 있다 [9,10]. EDS 원소 맵핑 결과, 상대적 밝으면서 10 μm 정도의 크기를 가진 입자는 Nb-Mo 계열의 탄화물, 상대적 어두면서 3 μm 정도의 크기를 가진 입자는 Ti 계열의 탄화물로 생각된다.

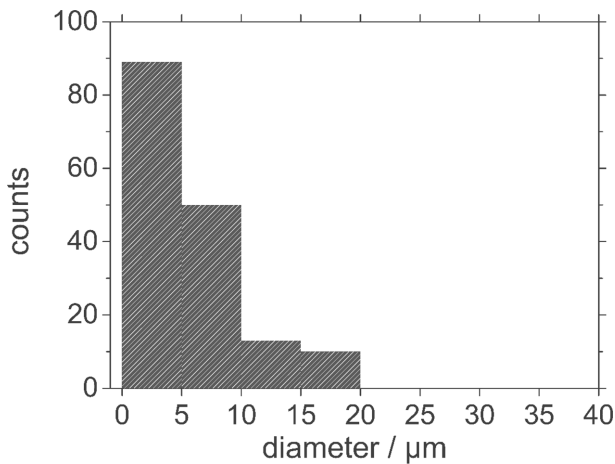


Fig. 2. Frequency distribution for particle sizes observed in Inconel 718 surface

3.2 전기화학적 부식 거동

Fig. 4는 5 wt% NaCl+0.5 wt% acetic acid 에서 Inconel 718 전극의 시간에 따른 전극 전위의 변화를 보여준다. 시간에 따라 전극 전위는 약 $-0.20 V_{SSE}$ 에서 약 $-0.13 V_{SSE}$ 인 귀방향으로 이동하고 있다. 전극 전위가 귀방향으로 이동하면서 전위의 순간적인 변화 등은 없다. 이는 표면에서 주로 양극 반응이 일어나고 있음을 추측할 수 있다. 일반적인 자연 침지 상태에서의 전극 표면에서는 양극 반응과 음극 반응이 일어날 것이다. 전극 표면에서 발생할 수 있는 양극 반응에는 전면 부식 또는 부동태 피막의 형성 및 성장, 국부 부식 등이 있고 음극 반응에는 수소 이온, 물의 환원, 실험 용액 화학종의 환원 반응 등이 있을 수 있다. 5 wt% NaCl + 0.5 wt% acetic acid에서 1시간 침지 되어있는 동안에는

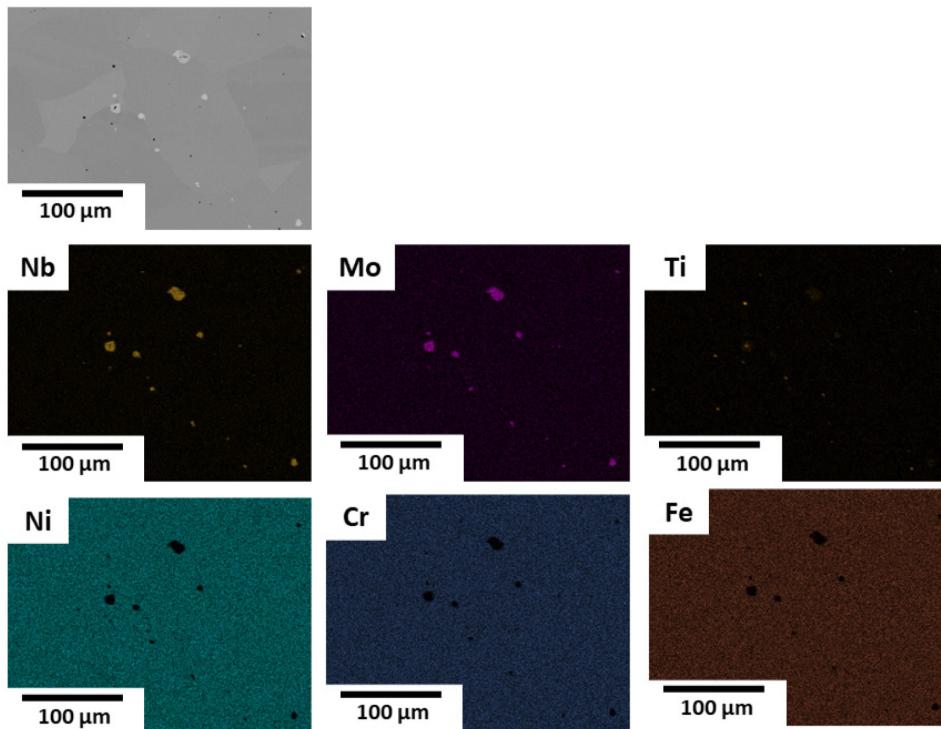


Fig. 3. SEM back-scattered electron and EDS elemental mapping images of Inconel 718 surface

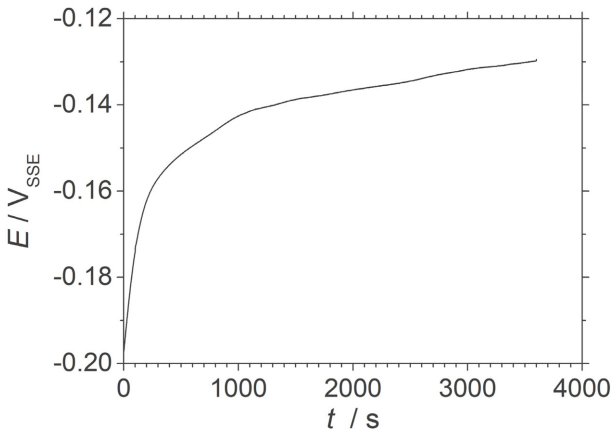


Fig. 4. Electrode potential transient of Inconel 718 electrode in 5 wt% NaCl + 0.5 wt% acetic acid for 3600 s

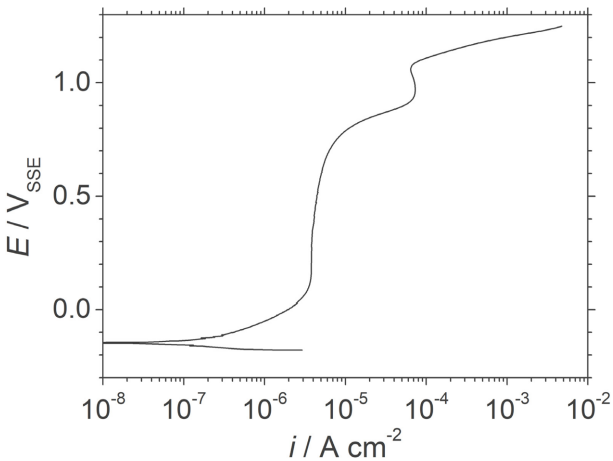


Fig. 5. Potentiodynamic polarization curve of Inconel 718 electrode in 5 wt% NaCl + 0.5 wt% acetic acid for 3600 s

급격한 표면의 열화가 일어나지 않을 가능성이 크다고 생각한다.

Fig. 5는 5 wt% NaCl + 0.5 wt% acetic acid 에서 Inconel 718 전극의 동전위 양극분극 곡선을 보여준다. 부식 전위 부근에서 활성-부동태 천이(active-to-passive transition) 거동은 보이지 않는다. 이는 Inconel 전극이 실험 용액에서 침지된 상태에서 이미 부동태화가 이루어지고 있는 것으로 판단할 수 있다. 부식 전위에서부터 약 $0.8 V_{SSE}$ 까지는 Inconel 전극에 흐르는 양극 전류는 부동태를 유지하기 위한 전류이다. 약 $0.8 V_{SSE}$ 에서 약 $0.9 V_{SSE}$ 까지 양극 전류가 증가한다. 이는 또다른 양극 반응에 의한 것으로 생각되며 일반적으로 기지 금속 또는 부동태 피막안의 금속 또는 양이온의 추가적인 양극 반응이라고 알려져 있다 [12]. 약 $0.9 V_{SSE}$ 에서 약 $1.1 V_{SSE}$ 까지 양극 전류가 감소한다. 이것은 약 $0.8 V_{SSE}$ 가

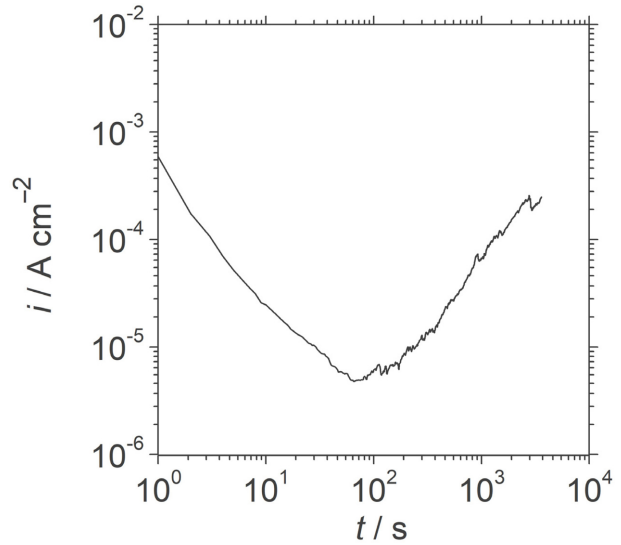


Fig. 6. Double logarithmic plot of current density of Inconel 718 electrode and time during potentiostatic polarization at $0.5 V_{SSE}$ for 3600 s in 5 wt% NaCl + 0.5 wt% acetic acid

지의 전위에서 형성된 부동태와는 다른 부동태에 의한 전류 감소로 생각된다. 약 $1.1 V_{SSE}$ 이상에서는 양극 전류가 급격히 증가한다. 이것은 탈부동태 현상으로 생각되며 주로 산소 발생 또는 국부 부식 등에 의한 것으로 생각된다. 동전위 분극 실험 후 Inconel 작업 전극 표면을 관찰한 결과, 국부 부식이 발생한 곳을 찾기 어려웠으므로 산소 발생에 의한 양극 전류로 생각된다.

Fig. 6은 Inconel 718 전극을 5 wt% NaCl + 0.5 wt% acetic acid 에서 $0.5 V_{SSE}$ 로 인가하면서 얻어지는 시간에 따른 전류 변화를 나타낸 정전위 분극 곡선이다. Inconel 전극의 표면에 흐르는 전류는 양극 전류이며 그 값은 분극 후 62초에서 $4.9 \times 10^{-6} A cm^{-2}$ 까지 감소한다. 62초 이후에는 전류 밀도가 급격히 증가하여 분극 후 3600초가 경과하면 $2.5 \times 10^{-4} A cm^{-2}$ 에 이른다. 전류밀도와 시간의 관계에서 가로-세로 축을 모두 대수(log scale)로 표기하여 얻어지는 기울기 $d\log(i)/d\log(t)$ 값이 -1에 가까우면 high field mechanism에 의해 양극 전류의 많은 부분이 부동태를 유지하는데 사용된다고 알려져 있다 [13]. $0.5 V_{SSE}$ 에서 정전위 분극 된 Inconel 전극은 62초 까지 $d\log(i)/d\log(t)$ 값이 -0.64이므로 전극에 흐르는 양극 전류의 일부는 부동태 또는 기지의 양극 용해로 사용되며 대부분의 양극 전류는 부동태를 형성하거나 유지하는데 사용되고 있다고 생각한다. 하지만, 62초 이후의 전류의 급격한 증가는 또다른 양극 반응에 의한 전류의 증가로 생각된다. 이는 석출물 자체의 양극 반응, 기지 금속 표면위에 형성된 부동태의 파괴와 재부동태 또는 탈부동태 [14] 등에 의한 양극 전류일 수

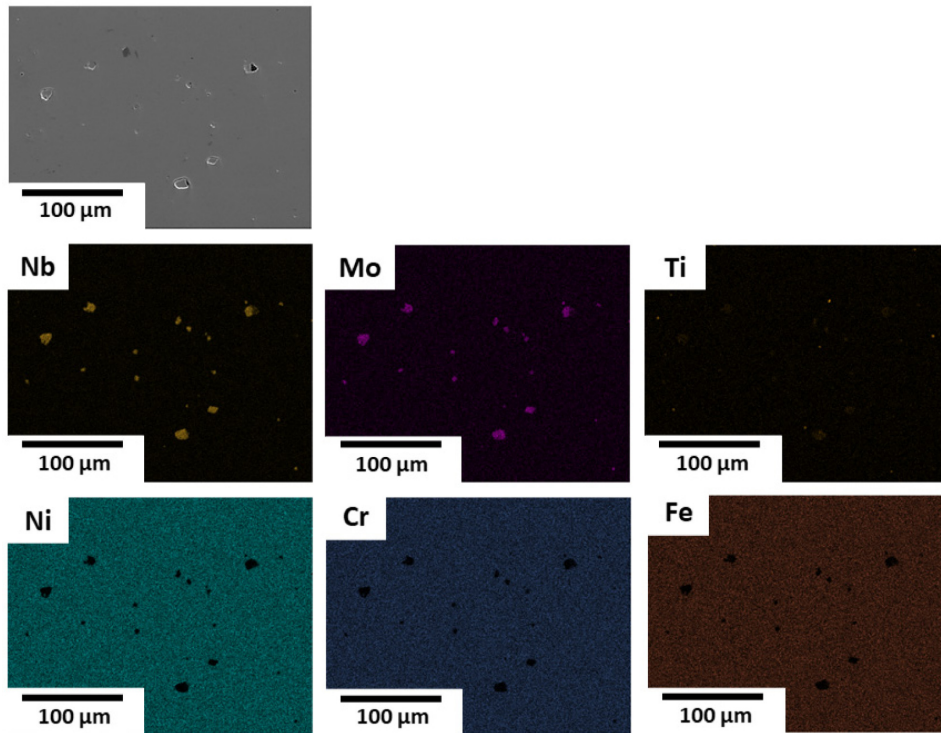


Fig. 7. Secondary electron and elemental mapping images of Inconel 718 surface after the potentiostatic polarization at 0.5 V_{SSE} for 3600 s in 5 wt% NaCl + 0.5 wt% acetic acid

있다.

Fig. 7은 Inconel 718 전극을 5 wt% NaCl + 0.5 wt% acetic acid 에서 0.5 V_{SSE} 로 1시간 동안 분극한 뒤 SEM 으로 관찰한 이차전자상 사진과 EDS 원소 맵핑 분석 사진이다. 금속 탄화물(Nb-Mo, Ti-carbide)과 기지의 계면에서 깊이 방향으로 국부 부식이 발생한 것이 확인된다. 국부 부식이 발생한 금속 탄화물은 Nb-Mo 또는 Ti 계열에 상관없이 발생한다. 탄화물의 크기가 Ti 계열보다 비교적 큰 Nb-Mo 계열의 탄화물의 국부 부식 양상을 확대해서 살펴보면(Fig. 8) 금속 탄화물과 기지 사이의 계면에서 국부 부식이 발생한 것을 확인할 수 있다.

금속 탄화물과 기지의 계면에서 발생한 국부 부식은 금속 탄화물과 기지의 계면 또는 금속 탄화물과 기지 간의 전기화학적 반응성 또는 에너지 차이에 의해서 발생할 수 있을 것이라고 생각한다. Rahman *et al.* [15]은 Inconel 617 표면에 형성된 TiN 과 $M_{23}C_6$ 등의 Volta 전위(Volta potential)의 차이를 켈빈 탐침 힘 현미경(Kelvin Probe Force Microscope)을 사용하여 분석하였고 TiN 과 $M_{23}C_6$ 등의 Volta 전위가 기지 금속보다 귀한 전위 값을 가지는 것을 확인하였다. TiN 과 $M_{23}C_6$ 의 귀한 Volta 전위값에 의해 기지 금속보다 음극 반응이 일어나는 영역으로 작용할 것이라고 주장하였다. Inconel 718 표면에 형성된 금속 탄화물들은 기지 금속보다 귀한 Volta

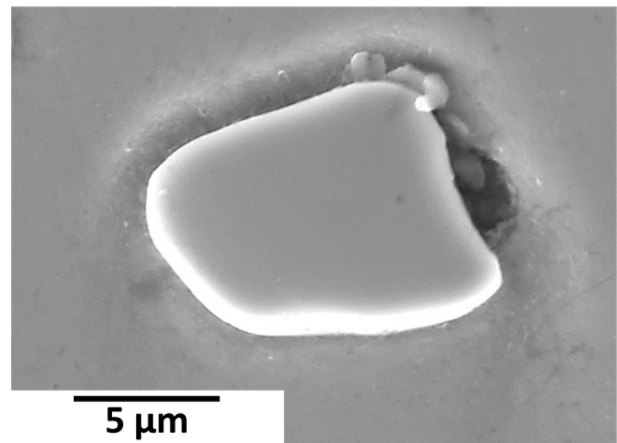


Fig. 8. Expanded secondary electron image of MC in Fig. 7 of Inconel 718 surface after the potentiostatic polarization at 0.5 V_{SSE} for 3600 s in 5 wt% NaCl + 0.5 wt% acetic acid

전위값을 가질 가능성이 있다. 그렇다면 금속 탄화물은 음극 반응 지역으로, 금속 탄화물 주변은 양극 반응이 일어나는 지역으로 작용하여 금속 탄화물과 기지 금속 간의 계면에서 국부 부식이 일어날 수 있다고 생각한다. 금속 탄화물과 기지 사이의 전기화학적 에너지 차이에 기인한 부식의 개시 및 전파 가능성은 추후 연구에서 검토할 예정이다.

4. 결론

본 연구는 5 wt% NaCl + 0.5 wt% acetic acid에서 Inconel 718의 국부 부식 거동에 대하여 검토하였다. Inconel 718의 표면은 오스테나이트 기지에 Nb-No 또는 Ti 계열의 금속 탄화물 등을 포함하는 미세구조를 보였다. 전기화학적 양극 분극 실험 결과, Inconel 718 표면에서 발생한 국부 부식은 주로 금속 탄화물과 기지 금속의 계면에서 일어났다. 이는 국부 부식 개시에 금속 탄화물과 기지의 전기화학적 에너지 차이에 기인할 것으로 생각된다.

감사의 글

이 논문은 2019년도 교육부의 재원으로 한국연구재단의 지원을 받아 수행된 기초연구사업임 (No. NRF-2019R1I1A3A01040990).

References

1. S. Patel, J. J. deBarbadillo, and S. Coryell, *Proc. of the 9th International Symposium on Superalloy 718 & Derivatives: Energy, Aerospace, and Industrial Applications.*, pp. 23 - 49, The Minerals, Metals & Materials Series, Cham, Switzerland (2018). Doi: https://doi.org/10.1007/978-3-319-89480-5_2
2. H. S. Klapper, N. S. Zadorozne, and R. B. Rebak, Localized Corrosion Characteristics of Nickel Alloys: A Review, *Acta Metallurgica Sinica*, **19**, 296 (2017). Doi: <https://doi.org/10.1007/s40195-017-0553-z>
3. J. J. deBarbadillo, and S. K. Mannan, Alloy 718 for Oil-field Applications, *JOM*, **64**, 265 (2012). Doi: <https://doi.org/10.1007/s11837-012-0238-z>
4. J. H. Shin, K. M. Moon, An Electrochemical Evaluation on the Corrosion Resistance of Welding Zone due to Kinds of Repair Welding Filler Metals and Post Weld Heat Treatment, *Corrosion Science and Technology*, **9**, 310 (2010). https://www.j-cst.org/opensource/pdfs/web/pdf_viewer.htm?code=C00090600310
5. S. Azadian, L.-Y. Ying, and R. Warren, Delta phase precipitation in Inconel 718, *Materials Characterization*, **53**, 7 (2004). Doi: <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2004.07.004>
6. L. C. M. Valle, A. I. C. Santana, M. C. Rezende, J. Dille, O. R. Mattos, and L. H. de Almeida, The influence of heat treatments on the corrosion behaviour of nickel-based alloy 718, *Journal of Alloys and Compounds*, **809**, 151781 (2019). Doi: <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.151781>
7. G. A. Rao, M. Kumar, M. Srinivas, and D. S. Sarma, Effect of standard heat treatment on the microstructure and mechanical properties of hot isostatically pressed superalloy inconel 718, *Materials Science and Engineering A*, **355**, 114 (2003). Doi: [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(03\)00079-0](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(03)00079-0)
8. W. Zheng, X. Wei, Z. Song, Q. Yong, H. Feng, and Q. Xie, Effects of Carbon Content on Mechanical Properties of Inconel 718 Alloy, *Journal of Iron and Steel Research International*, **22**, 78 (2015). Doi: [https://doi.org/10.1016/S1006-706X\(15\)60013-9](https://doi.org/10.1016/S1006-706X(15)60013-9)
9. M. Gao, and R. P. Wei, Grain boundary niobium carbides in Inconel 718, *Scripta Materialia*, **37**, 1843 (1997). Doi: [https://doi.org/10.1016/S1359-6462\(97\)00373-4](https://doi.org/10.1016/S1359-6462(97)00373-4)
10. N. C. Ferreri, S. C. Vogel, and M. Knezevic, Determining volume fractions of γ , γ' , γ'' , δ , and MC-carbide phases in Inconel 718 as a function of its processing history using an advanced neutron diffraction procedure, *Materials Science and Engineering A*, **781**, 139228 (2020). Doi: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.139228>
11. M. Sundararaman, and P. Mukhopadhyay, Carbide Precipitation in Inconel 718, *High Temperature Materials and Processes.*, **11**, 351 (1993). Doi: <https://doi.org/10.1515/HTMP.1993.11.1-4.351>
12. M. Gojić, D. Marijan, and L. Kosec, Electrochemical behavior of duplex stainless steel in borate buffer solution, *Corrosion*, **56**, 839 (2000). Doi: <https://doi.org/10.5006/1.3280587>
13. G. T. Burstein, and A. J. Davenport, *Journal of The Electrochemical Society*, **136**, 936 (1989). Doi: <https://doi.org/10.1149/1.2096890>
14. J. S. Lee, T. Kawano, T. Ishii, Y. Kitagawa, T. Nakanishi, Y. Hasegawa, K. Fushimi, Initiation of localized corrosion of ferritic stainless steels by using the liquid-phase ion gun technique, *Journal of The Electrochemical Society*, **164**, C1 (2016). Doi: <https://doi.org/10.1149/2.0291702jes>
15. S. Rahman, G. Priyadarshan, K. S. Raja, C. Nesbitt, and M. Misra, Investigation of the secondary phases of Alloy 617 by Scanning Kelvin Probe Force Microscope, *Materials Letters*, **62**, 2263 (2008). Doi: <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2007.11.077>