

2001 추계학술발표회 논문집
한국원자력학회

Type 316L(N) 스텐레스 강의 최적 질소함량 평가

Evaluation of the Optimum Nitrogen Content in Type 316L(N) Stainless Steel

김대환, 김우곤, 류우석
한국원자력연구소
대전광역시 유성구 덕진동 150

요 약

질소를 첨가하면 인장강도, 피로수명, 크리프-피로 수명, 크리프 파단시간은 증가하였고 피로균열전파속도는 감소하는 경향을 나타내었다. 질소함량에 따라서는 질소함량이 0.10%까지는 고온 기계적 특성이 향상되지만 질소함량이 0.10% 이상에서는 포화되거나 오히려 감소하는 경향을 나타내었다. 따라서 316L(N) 스텐레스 강에서 탄소의 함량을 0.02%로 하였을 때 고온 특성이 우수한 최적의 질소함량은 0.10%로 평가하였다.

Abstract

Tensile strength, fatigue life, creep-fatigue life, and the time to rupture increased with the addition of nitrogen but fatigue crack growth rate decreased with the addition of nitrogen. These mechanical properties were improved up to 0.10% nitrogen content but saturated or decreased at above 0.10% nitrogen content. Therefore, the optimum nitrogen content for the high temperature mechanical properties of type 316L(N) stainless steel is evaluated as 0.10% in the 0.02% carbon content.

1. 서 론

오스테나이트 스테인레스강은 고온강도, 연성, 인성, 내식성 등이 우수해서 경수로 및 액체금속로의 일차계 구조재료로서 국제적으로 사용되고 있다. 316형태의 스테인레스강은 제조된 경험도 많고 특성도 우수할 뿐만 아니라 사용환경과 중성자조

사 등에 대한 내구성도 양호하고 설계에 필요한 데이터 베이스도 구축되어 있어서 차세대원자로 및 고속로의 구조재료로서 유망한 재료이다. 종래의 316 스테인레스 강은 강도를 확보한다는 관점에서 탄소량을 0.04% 이상 함유하도록 되어 있었으나 온도가 올라가면 탄화물을 석출시켜서 고온 기계적 특성을 현저히 저하시키므로 최근에는 탄소의 함량을 낮추는(316L) 경향이다¹⁾. 그러나 저탄소 스테인레스 강은 강도저하를 유발하므로 강도를 확보하기 위해서 고용강화효과가 탄소보다 큰 질소를 탄소대신 첨가한 새로운 강(316LN)이 개발되고 있다. 질소를 첨가한 316LN 스테인레스 강을 액체금속로의 일차계 구조물로 사용하기 위해서는 질소가 고온 기계적 특성에 미치는 영향을 파악하여 최적의 질소함량을 평가하여야 한다. 따라서 본 연구에서는 질소의 함량을 0.04~0.15 wt%변화시키면서 인장, 피로, 크리프, 크리프-피로 특성을 평가하여 최적의 질소함량을 평가하고자 한다.

2. 실험방법

실험에 사용된 type 316L(N) 스테인리스 강은 진공유도용해에 의해 제조되었으며, 화학조성은 표1에 나타난 바와 같이 탄소의 함량을 0.02%로 일정하게 유지하면서 질소의 함량이 0.04~0.15%를 각각 갖도록 하였다.

Table 1. Chemical composition of specimens (wt%)

Spec. ID	C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	N	P(max.)	S(max.)
N04	0.018	0.67	0.95	12.21	17.78	2.36	0.042	0.007	0.002
N06	0.023	0.75	1.02	12.55	17.4	2.35	0.061	0.029	0.005
N10	0.019	0.70	0.97	12.46	17.23	2.38	0.103	0.007	0.002
N13	0.019	0.70	0.96	12.45	17.17	2.39	0.131	0.007	0.002
N15	0.020	0.67	0.96	12.19	17.88	2.41	0.151	0.007	0.002

시험편은 용체화처리는 1100°C에서 1시간 유지 후 수냉하였고, 인장시험편은 직경이 4 mm이고 평행부가 25, 피로 및 크리프-피로 시편은 평행부가 8 mm이고 직경이 7 mm, 크리프 시편은 직경이 6 mm이고 평행부가 30인 봉상시편으로 압연방향이 시편의 길이방향이 되도록 가공하였다. 피로균열전파시험은 두께 6mm의 C-T 시편을 사용하였고 균열이 길이는 DCPD 방법으로 측정하였다. 시험온도는 상온에서 600°C까지 변화시켰고 각 온도에서의 시편의 길이 방향의 온도편자는 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ 이내로 제어하였다. 시험은 모두 공기중에서 수행하였고 시편은 시험전에 연마지 1000번까지 시편의 길이방향으로 연마하여 시험을 수행하였다. 각 질소량에 따라서 인장시험은 변위제어로 시험하였고 피로 및 크리프-피로시험은 완전 대칭인 삼각파로서 전체변형범위 0.8~2.0%의 범위에서 $2 \times 10^{-3}/\text{sec}$ 의 변형속도로 시험편에 직접 strain gage를 부착하여 strain 제어로서 시험하였다. 피로 및 크리프-피로수명은 포

화응력의 75%되는 사이클로 정의하였다. 크리프 실험에 사용된 장비는 일정하중 방식의 Power Engineering사의 PCM-L30M3 모델을 사용하였고 레버비는 20 : 1 이었다. 크리프에 의한 연신률의 변화는 LVDT를 통하여 signal conditioner를 거쳐 증폭되어 $\pm 2.5 \times 10^{-4}$ mm의 오차 범위 내에서 computer system과 strip chart를 사용하여 연속적으로 기록되었다. 피로균열전파시험은 sine파, 10 Hz, R=0.1, $\Delta P=297$ kgf, 하중제어로 수행하였다.

3. 실험결과 및 토의

인장특성

각 질소량에서 인장결과를 그림 1에 나타내었다. 질소를 첨가하면 항복강도와 최대인장강도는 증가하지만 연신율은 거의 일정한 결과를 나타내었다. 질소가 0.06% 이상 첨가되면 항복강도와 인장강도 및 연신율의 변화가 거의 없는 것으로 나타났다.

항복강도에 미치는 질소의 영향을 크게 두 부분으로 나누어서 설명되어지고 있는데 200°C 이하의 비교적 저온에서는 항복강도가 thermal인 영역이고 200°C 이상의 고온부분에서는 항복강도가 athermal한 경향을 나타낸다. 질소첨가에 의해서 고온 인장강도가 증가하는 원인은 질소와 Cr에 의해 형성된 단벌위규칙에 의한 것으로 알려져 있다^{2~4)}.

피로특성

그림 2에서 보은 바와같이 질소를 첨가하면 온도와 관계없이 피로수명이 증가하는데 이는 질소첨가가 전위구조에 영향을 미치기 때문이다. 상온과 600°C에서 피로 시험한 시편의 전위구조를 그림 3에 나타내었다. 질소를 첨가하면 상온과 600°C에서 전위구조는 완전한 cell에서 planar로 변화되었다.

일반적으로 오스테나이트 스테인리스 강에서 planar 슬립이 발생하는 원인은 적층결합에너지가 낮아지거나 단벌위규칙이 발생할 때로 알려져 있다^{5~7)}. 질소를 첨가하면 적층결합에너지를 증가한다는 결과와 감소한다는 상반된 결과가 보고되고 있지만^{8~10)}. 본 실험에서 사용된 316L(N) 스테인리스 강에서의 질소함량 범위에서 적층결합에너지를 측정한 Murr의 결과¹¹⁾에 의하면 적층결합에너지는 질소량이 낮으면(< 0.1%) 24 ± 3 mJ/m² 정도이고 질소량이 높으면(> 0.2%) 23 ± 5 mJ/m² 정도로서 질소첨가에 의한 적층결합에너지의 변화는 거의 없는 것으로 나타났다. 따라서 질소를 첨가한 오스테나이트 스테인리스 강에서 planar 슬립형태가 나타나는 현상을 적층결합에너지로서 설명하기가 곤란하므로 Cr과 질소에 의해 형성된 단벌위규칙에 의한 이론이 대두되었다^{12,13)}. 단벌위규칙에 의해서 형성된 planar slip은 slip reversibility를 증가시켜 피로수명을 증가시키는 것으로 보고되고 있다⁶⁾.

질소를 첨가하면 고온에서 포화응력이 증가하는 것으로 부터¹⁴⁾ 단벌위규칙이 고

온에서도 유효한 효과를 나타내어 고온에서도 planar slip을 형성된다고 판단된다.

질소첨가에 의한 피로수명은 질소함량이 0.10%까지는 증가하다가 0.10%에서 최대값을 나타낸 후 0.10%이상에서는 피로수명이 오히려 감소하는 경향을 나타내었다. 질소를 0.10%이상 첨가시에 전위구조가 planar한 형태를 가짐에도 불구하고 피로수명이 포화되거나 감소하는 경향을 나타내는 것은 질소를 많이 첨가하면 피로수명초기에 경화가 많이 발생하는 것으로 미루어¹⁴⁾ 고온에서 동적변형시효가 발생하여 영향을 미치기 때문으로 판단된다.

피로균열전파특성

질소함량이 증가하면 피로균열전파속도는 감소하는 경향을 그림 4에 나타내었지만 질소함량이 0.15% 일때 보다는 0.10% 일때가 피로균열전파속도에 더 저항적이었다. 이와같은 현상은 그림 2에서의 피로수명 결과와도 일치하는 경향을 나타내었다. 따라서 저주기 피로수명이 0.10%에서 가장 우수한 것은 피로균열전파속도가 영향을 미쳤기 때문으로 판단된다.

피로균열전파속도에는 변형중에 발생되는 martensite 량과 관계가 있기 때문에 각 온도와 질소함량에 따라서 변형유기 matensite 함량을 XRD로서 측정한 결과를 그림 5에 나타내었다. 상온에서는 변형유기 matensite가 상당량 발생하지만 온도가 증가하면 그 함량은 급격히 감소하는 경향을 나타내었고 각 온도에서 질소를 첨가하면 변형유기 martensite 함량이 감소하는 경향을 나타내었다. 변형유기 matensite는 피로균열전파속도를 감소시키는 것으로 알려져 있기 때문에¹⁵⁾ 질소의 첨가에 따라서 피로균열전파속도가 감소하는 것은 변형유기 matensite에 의한 것보다는 질소를 첨가에 의해서 전위구조가 cell 구조에서 planar구조로 변화되어서 slip reversibility가 증가하기 때문으로 판단된다. 질소의 첨가에 의한 planar한 전위구조는 600°C에서도 유지되지만 질소첨가에 의해서 Cr과의 상호작용에 의해서 형성된 단면위규칙에 의해 강도가 증가하기 때문에 균열선단에서의 응력집중이 증가하게되어 고온에서의 피로균열전파속도는 전위구조가 planar함에도 불구하고 질소함량이 0.10%에서 가장 우수한 특성을 나타내는 것으로 판단된다.

크리프특성

각 온도와 질소함량에서 부하하중에 따른 파단시간의 변화를 그림 6에 나타내었다. 부하하중과 온도가 증가할수록 크리프 파단시간은 짧아지는 경향을 나타내었고 각 온도에서 질소를 첨가하면 크리프 파단시간은 증가하였다. 질소함량이 0.06%가 0.10%보다는 파단수명이 길게 나타나지만 0.10%이상에서는 크리프 파단시간이 거의 일정한 값을 나타내었다. 질소첨가에 의해서 파단시간이 증가하는 것은 질소에 의해서 강도가 증가하여 최소크리프속도를 감소시키고 질소가 결정입계 탄화물의 석출을 억제하는 효과가 있기 때문에¹⁾ 이들의 상호작용으로 발생하는 것으로 판단된다.

크리프-피로 특성

피로와 크리프-피로시험을 600°C에서 각 변형범위에 따라 수행하여 그 결과를 그림 7에 전체변형범위와 파단수명의 관계로 나타내었다. 인장부분에 유지시간이 없는 순수한 피로수명보다 인장부분에 10분간의 유지시간을 가한 크리프-피로수명이 1/5정도로 감소하였고, 질소를 첨가하면 피로수명은 약 45%, 크리프-피로 수명은 약 25% 정도 증가하였다. 이와같이 질소가 크리프-피로 수명을 증가시키는 원인은 질소에 의해서 최대인장변형동안에 발생하는 응력완화가 적게 발생하여 소성변형을 억제하고 결정입계 탄화물의 석출을 억제하여서 cavity의 생성과 전파를 억제하는 효과가 있기 때문으로 판단된다.

결 론

탄소의 함량의 0.02%로 일정하게 유지하고 질소함량을 0.04~0.15%까지 첨가한 316L(N) 스텐레스 강으로 600°C까지 인장, 피로, 크리프, 크리프-피로 시험을 수행하여 다음과 같은 결과를 얻었다.

1. 질소를 첨가하면 인장강도, 피로 및 크리프-피로 수명, 크리프 파단시간은 증가하였고 피로균열전파속도는 감소하였다.
2. 질소함량이 0.10%이상에서는 기계적특성이 포화되거나 감소하는 경향을 나타내었으므로 탄소함량이 0.02%일 때 최적의 질소함량은 0.10%로 확인되었다.

후 기

본 연구는 과학기술부에서 시행한 원자력연구개발 중장기사업중 노심재료 및 종합데이터베이스구축과제에서 수행한 결과의 일부분입니다.

참 고 문 헌

1. J.W. Simmons : Mater. Sci. Eng., A207 (1996) 159.
2. M. L. G. Byrnes, M. Grujicic and W. S. Owen : Acta Metall., 7 (1987) 1853.
3. L. A. Norstrom, Metal Science, June (1977) 208.
4. E. Werner, Mater. Sci. Eng., A101 (1988) 93.
5. R. Taillard : Proc. Conf. on Low Cycle Fatigue and Elasto-Plastic Behaviour of Materials, K.-T. Rie (eds.), Elsevier Amsterdam (1987) 83.
6. J. O. Nilsson : Fatigue Engng. Mater. Struct., 7 (1984) 55.
7. R. Taillard and J. Foct : Proc. High Nitrogen Steels Conf. , J. Foct and A Hendry (eds.) Inst. Met. Lille France (1988) 387.
8. R. P. Reed : J. Metals, March (1989) 16.

9. M. Grujicic, J. O. Nilsson, W. S. Owen and T. Thorvaldsson : Proc. High Nitrogen Steels Conf., J. Focet and A Hendry (eds.), Lille France, May 18-20, 1988, The Institute of Metals, London (1989) 151.
10. J. Sassen, A. J. Garratt-Reed and W. S. Owen : Proc. High Nitrogen Steels Conf., J. Focet and A Hendry (eds.), Lille France, May 18-20, 1988, The Institute of Metals, London (1989) 159.
11. L. E. Murr : Res. Mechanics, 9 (1983) 159.
12. D. L. Douglass, G. Thomas and W. R. Roser : Corrosion NACE, January 20 (1964) 15t.
13. V. Gerold and H. P. Kärnthal : Acta Metall., 37 (1989) 2177.
14. D.W. Kim, W.S. Ryu, J.H. Hong and S.K. Choi : J. Kor. Inst. Met & Mater. 36 (1998) 1728.
15. T.H. Lee, S.J. Kim, H.S. Kim, and Y.C. Yang, J. Kor. Inst. Met. & Mater. 38 (2000) 434.

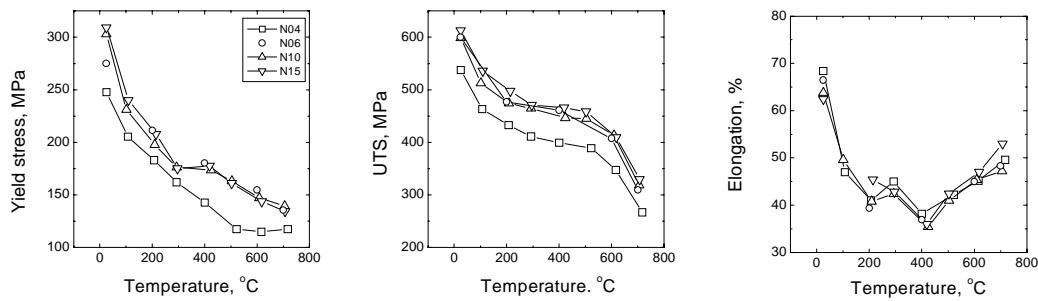


Fig. 1. Tensile properties of type 316L(N) stainless steel with nitrogen content.

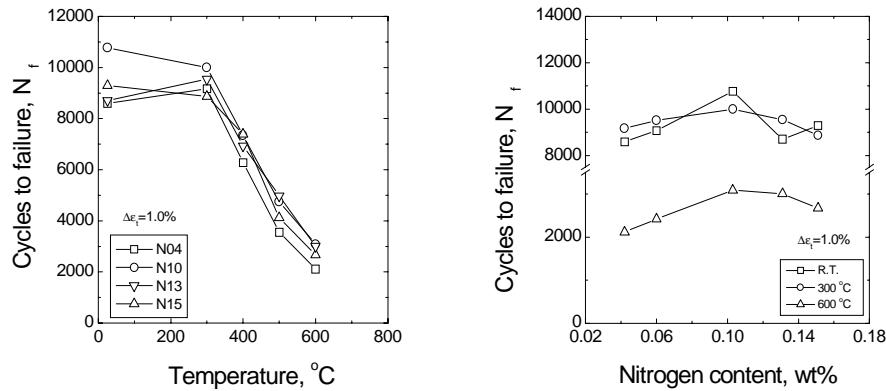


Fig. 2. Low cycle fatigue life of type 316L(N) stainless steel with nitrogen content at $\Delta \epsilon_t = 1.0\%$.

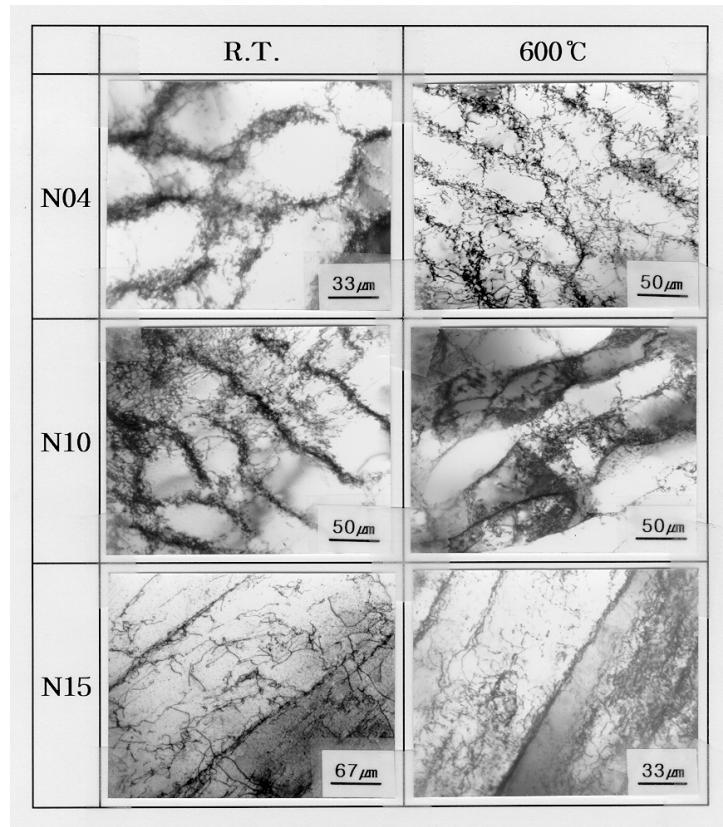


Fig. 3. Dislocation structures tested at $\triangle \varepsilon_t = 1\%$ and R.T. and 600°C for N04, N10 and N15.

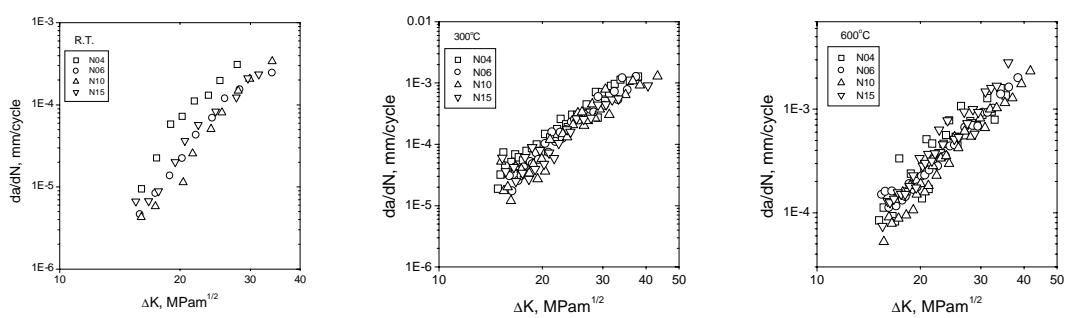


Fig. 4. Fatigue crack growth rate of type 316L(N) stainless steel with nitrogen content.

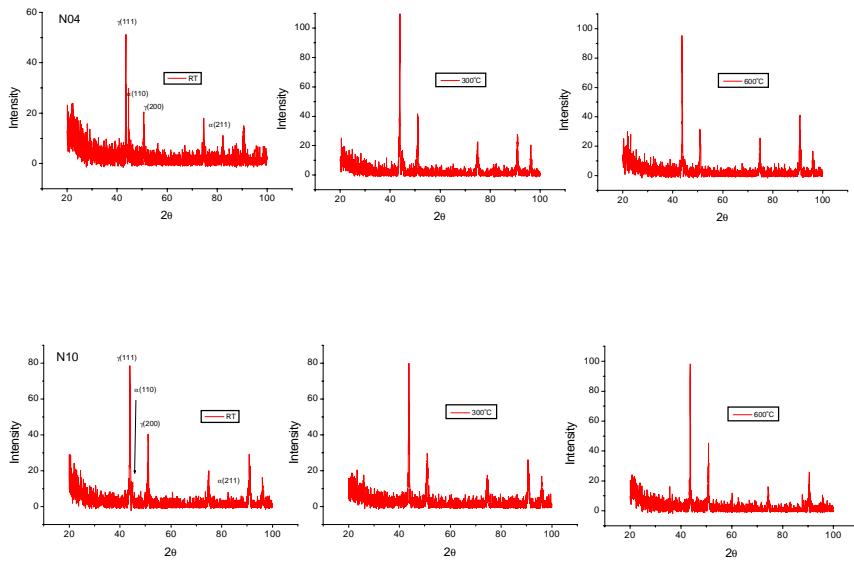


Fig. 5. Strain induced transformed martensite with nitrogen content and temperature.

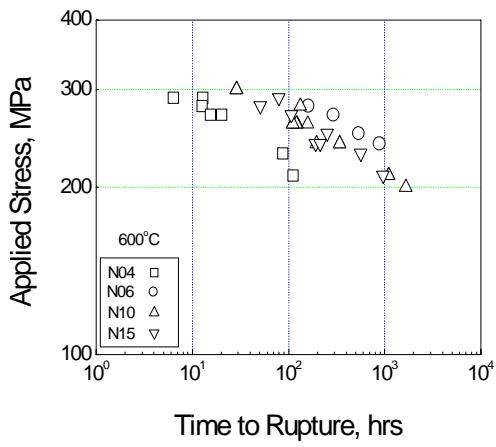


Fig. 6. Time to rupture with nitrogen content at 600°C.

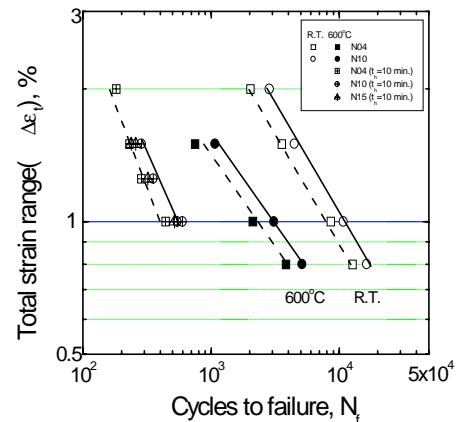


Fig. 7. Creep-fatigue life with nitrogen content at 600°C.