

냉간가공된 316LN 스테인리스강의 고온 크리프-파단 특성

Creep-Rupture Properties of Cold-Worked Type 316LN Stainless Steel

김우곤, 김대환, 류우석

한국원자력연구소
대전광역시 유성구 덕진동 150번지
wgkim@kaeri.re.kr

이경용

중앙대학교
서울특별시 동작구 흑석동 221번지

요 약

316LN 스테인리스강을 0% (용체화 처리), 20%, 30%, 40%, 50% 로 5단계의 냉간 가공율에 따라 제조하고 고온 인장강도 및 크리프 파단 시험을 수행하여 최적의 크리프 특성을 갖는 냉간 가공율을 조사하였다. 크리프 시험은 일정하중 시험기를 이용하여 모든 시편에 600°C, 280MPa 의 동일한 조건으로 실시하였으며, 크리프 파면의 미세조직을 분석하였다. 시험결과, 30%까지의 냉간 가공율에서는 크리프 수명이 점진적으로 증가하였으나 그 이후의 가공율에서는 크리프 수명이 오히려 감소하였으며, 냉간 가공율이 30%일 경우가 가장 높은 크리프 파단 수명을 보였다. 그리고 인을 0.018% 첨가한 PH 강이 인을 첨가하지 않은 P0 강에 비해 크리프 수명이 현저히 높음을 보였다. 이러한 결과는 P0 강이 PH 강에 비하여 입계과괴 면적 및 cavity 밀도가 높았기 때문임을 파면 사진으로 확인할 수 있었다. 또한 30% 가공율에서 크리프 수명이 가장 좋은 것은 입계 및 입내에서 미세한 석출물을 생성하였고, 이들 석출물에 전위가 고정되어 장시간 유지되기 때문이며, 그 이상의 높은 가공율에서는 과도한 가공율로 인하여 변형결함의 생성을 유발하고, 전위에 석출물의 양이 상대적으로 감소하기 때문으로 사료된다.

Abstract

High-temperature tensile strength and creep properties for cold-worked(CW) type 316LN stainless steels were investigated with regard to reduction percentages of thicknesses ; 0%(solution annealing), 20%, 30%, 40%, and 50%, and then an optimum CW level was presented. A series of creep-rupture test was conducted under 600°C and 280MPa using constant-load creep machines, and fracture micrographs were observed. In the testing results, at the CW levels up to 30%, the creep-rupture time increased gradually, but at the CW levels over 30% the creep-rupture time decreased inversely. The longest rupture time was exhibited at the CW level of 30% reduction, and also PH specimen of doped 0.018% phosphorus(P) showed superiority in creep-rupture time to P0 one of non-doped phosphorus. It was identified because P0 specimen was higher in intergranular fracture area and cavity density than PH one. To keep superior creep-rupture time at the 30% reduction is considered because fine carbides precipitate during creep and dislocations are pinned by them, so the high dislocations may be sustained for a long time at high temperature. However, it is assumed that a higher CW level over 30% leads to excessive generation of deformation faults and the quantity of precipitates on dislocations is relatively reduced.

1. 서론

액체금속로(LMR)나 고속증식로(FBR) 등 원자력 발전소에 사용되는 많은 구조재들은 크리프 현상이 상당히 나타나는 고온에서 사용되므로 장시간 사용 시 고온 크리프 성질이 중요하게 고려된다. 또한 향후 개발될 미래형 원자로들은 더 높은 열효율을 얻고자 운전온도는 계속 상승될 것이며 여기에 사용되는 재료 또한 높은 열-저항 합금이 요구된다[1-3]. 따라서 원자력 발전소의 고온화를 실현하기 위해서는 우수한 고온특성을 갖는 재료 개발이 중요하다.

현재 원자력발전소의 고온 구조재료로는 사용 경험이 많고 고온강도, 연성, 인성, 내식성 등이 우수한 오스테나이트 스테인레스강이 주요 기기에 많이 사용되고 있으며, 이들 중 316계 스테인레스강은 고온에서 장시간 사용시 조직의 안정성이 304에 비해 우수하고 사용경험도 많아 경수로의 노내구조물, 액체금속로, 핵융합로 등의 구조재료로서 많이 사용되고 있다[4]. 특히 냉간가공(cold work, CW)으로 제조된 316 강은 고온강도 및 swelling 저항성이 우수하여 고속증식로의 핵연료 피복관, 액체금속로의 파이프 및 duct 류 부속품, 경수로의 노내 볼트 및 너트 등 높은 고온강도가 요구되는 체결부품에 사용되고 있다[5,6]. 최근에는 기존의 316 강에 탄소량을 0.03% 정도로 제한하여 고온에서 입계 탄화물의 석출을 줄이고, 고용도가 C에 비해 큰 N을 기본 강화원소로 하여 고온 강도가 우수한 316LN 강이 새롭게 개발되고 있는데[7-9], 이 강은 원자력 발전소의 일차계 고온 구조재료로 주목받고 있으며, P, B, Nb, Mo, Ni, Si 등의 미량 원소의 첨가효과에 대한 연구가 관심을 끌고 있다.

종래의 316 강은 고온강도는 우수하나 swelling 저항성의 문제가 있어 이를 해결하기 위해 일본은 PNC (Power reactor and Nuclear fuel development Corporation)를 중심으로 많은 연구가 이루어져 PNC-1520 과 PNC-FMS 와 같은 SUS 316 규격조성을 벗어난 새로운 강을 개발하였다[10]. 또한 Fujiwara, Uchida 등은 316 스테인리스강을 고속증식로의 핵연료 피복관에 적용하고자 냉간가공율의 효과, 미량원소 영향, 중성자 조사시의 void swelling 영향 등을 조사하여 고온특성 및 swelling이 좋은 CW Type의 개량 316 핵연료 피복관을 개발하였다[5]. 316 스테인리스강의 최적의 냉간가공 정도는 시험온도에 따라서 다소 차이가 있으며, 냉간가공에 의한 크리프 수명의 향상은 크리프 동안 미세한 탄화물이 가공전위에 석출하고, 전위가 이들 탄화물에 고정(pining)되어 전위밀도가 높은 상태가 고온에서 장시간 유지되기 때문으로 이해되고 있다. 그러나 고온 구조재료로 주목받고있는 질소가 첨가된 새로운 316LN 스테인리스강에 대하여는 고온 강도 특성이 아직 확립되어 있지 않으며, 크리프 데이터 또한 매우 부족하며 제한되어 있는 실정이다.

본 연구에서는 CW 316LN 강을 가공도에 따라 크리프 파단 수명을 조사하여 적정의 냉간 가공도를 제시하고자 하였다. 이를 위해 냉간 가공도에 따른 고온 인장시험 및 크리프 시험을 수행하고 파면의 미세조직을 관찰 분석하였다. 또한 316LN 강을 냉간가공시 인(P)의 첨가효과를 조사하고자 인을 첨가하지 않은 강(P0)을 사용하여 크리프 특성을 비교 조사하였다.

2. 실험

2.1 시편준비

시험에 사용된 316L(N) 강의 화학조성은 Table 1과 같다. 합금 용해 시 질소의 목표량은 0.10% 로 하였고, 인의 함량은 0.018% 첨가한 PH 강과 크리프 특성을 비교하기 위하여 사용된 인이 거의 첨가되지 않은(0.002%) P0 강을 사용하였다[10]. 크리프 시험은 진공유도용해로 제조된 30kg 잉곳을 1270°C의 알콘 분위기에서 2시간 유지 후 열간 압연으로 두께를 3mm 로 줄인 다음 이것을 1100°C에서 1시간 동안 알콘 분위기에서 용체화 처리(solution annealing, S.A)하여 수냉하

였다. 냉간 가공율은 Table 2와 같이 0%(3.0t), 20%(2.4t), 30%(2.1t), 40%(1.8t), 50%(1.5t) 5단계로 냉연가공하여 압연방향이 시편의 길이방향이 되도록 하는 판상 크리프 시편을 제조하였다. 여기서 0%의 가공율 시편은 용체화 처리후의 냉간가공 되지 않은 강을 나타낸다. 시편의 게이지 길이 부에 대해서는 연마지 #1000번까지 길이방향으로 표면 연마하여 파면의 영향이 없도록 하였다. 고온 인장시편은 크리프 시험과 동일한 방법으로 제조된 강에 대해 게이지 길이 25.0mm, 두께 3.0mm인 판상시편을 제조하였다.

2.2 고온인장 및 크리프 시험

크리프 파단 시험은 arm ratio가 20:1인 일정하중방식 시험기를 사용하여 시편별 파단시간을 측정하였다. 시편별 시험조건은 600°C, 280MPa의 동일한 조건으로 수행하여 시편별 파단시간을 비교하고자 하였다. 시편의 게이지 길이 중앙부에는 열전대를 사용하여 온도편차를 ASTM의 오차 범위 내로 제어하였다. 고온 인장시험은 INSTRON사의 4505를 사용하여 변형속도를 $2 \times 10^{-3} \text{sec}^{-1}$ 로 하였으며, 시험온도는 0°C, 200°C, 400°C, 600°C, 700°C 온도별로 측정하였다. 그리고 크리프 파단된 시편에 대하여 OM 및 SEM 분석을 위한 시편준비는 염산, 초산, 질산, 물을 10%:15%:10%:65% 비로 혼합한 용액에서 5분간 에칭하였다.

Table 1 Chemical compositions of type 316L(N) stainless steel(wt. %)

Elements Heats	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	N
P0	0.019	0.64	0.97	0.002	0.006	17.25	12.41	2.39	0.10
PH	0.019	0.63	0.97	0.018	0.004	17.26	12.35	2.41	0.10

Table 2 Cold worked 316LN stainless steel

CW levels Heats	Cold worked levels				
	0(S.A)%	20%	30%	40%	50%
P0	3.0 mm	2.40 mm	-	1.80 mm	-
PH	3.0 mm	2.40 mm	2.10 mm	1.80 mm	1.50 mm

3. 결과 및 고찰

3.1. 고온 인장강도 특성

Fig. 1은 0% (solution annealing, S.A) 상태에서 50%까지 단계적으로 냉간 가공된 316LN-PH 강에 대하여 0.2% 오프셋 항복응력 및 최대 인장강도 변화를 온도별로 나타낸 것이다. 전체적으로 보면 온도가 증가하면 강도는 저하되고 있으며, 특히 약 600°C 이후부터는 급격히 저하되고 있음을 보인다. 냉간 가공율이 20%, 30%, 40%, 50%로 증가할수록 인장강도는 증가되고 있으며, 특히 20% 냉간 가공된 강일지라도 600°C 고온에서 항복응력 값은 500MPa의 높은 강도치를 가지고 있음을 알 수 있다. 그리고 냉간 가공을 하지 않은 열연시편과 비교하면 항복강도 및 인장강도는 현저히 낮으며 항복응력 값의 저하 폭이 더욱 크게되고 있다.

Fig. 2는 냉간 가공된 316LN-PH 강에 대하여 파단 연신율의 변화를 온도별로 나타낸 것이다.

전체적으로 냉간 가공율이 높아질수록 낮은 연신율을 보이고 있으며, 600°C 이후부터는 연신율이 급격히 증가되는 경향을 보인다. 또한 20% 냉간 가공된 시편이 냉간 가공율에 비하여 연신율의 저하가 비교적 적은 높은 연신율을 보이고 있으므로 높은 크리프 수명을 보일 것으로 판단된다. 그리고 냉간 가공을 하지 않은 열연시편은 전 온도구간에서 최소 45%가 넘는 높은 연신율을 보이고 있으며, 냉간 가공 시편과 비교하면 약 30% 이상의 현저히 높은 연신율을 보이고 있다.

Fig. 3은 20% CW 316LN 강에서 PH 강과 P0 강에 대하여 온도별 연신율의 변화를 나타낸 것이다. 인을 0.018% 첨가한 PH 강이 인을 0.002%로 거의 첨가하지 않은 P0 강에 비하여 고온 파단 연신율이 높음을 알 수 있다. 이러한 결과로 보아 인을 첨가한 PH 강이 P0 강에 비하여 크리프 파단 수명이 높을 것으로 예측되고 있다. PH 강에서의 이러한 연신율의 증가는 크리프 동안의 입계에서 생성되는 입계 석출물의 거동과 밀접한 영향을 가지는 것으로 분석되는데, 자세한 논의는 크리프 결과에서 고찰하기로 한다.

Fig. 4는 20% CW 316LN 강의 온도별 고온 인장파면을 주사전자현미경 사진을 보인 것이다. 온도별로 보면 큰 차이를 발견할 수 없으나 온도가 증가할수록 파면 dimple 들의 크기가 크게 되고 있으며, 비록 20% 냉간 가공된 강일 지라도 연성파면을 보이고 있음을 알 수 있다.

3.2. 크리프 특성

Fig. 5는 PH 및 P0 강에 대하여 냉간 가공율에 따른 크리프 파단 수명을 비교한 결과를 나타낸 것이다. 그림에서 냉간 가공율이 30% 일 경우가 가장 높은 크리프 파단 수명을 보이고 있으며, 그 이후부터는 점차 감소한다. 그리고 PH 강이 P0 강에 비해 크리프 수명이 현저히 높음을 보이고 있다.

Fig. 6은 PH 및 P0 316LN 강에서의 크리프 파단 연신율의 결과를 나타낸 것으로 P0 강에 비해 PH 강이 크리프 파단 연신율이 전 압연율에 걸쳐 높게 나타나고 있다. 따라서 PH 강은 P0 강에 비해 크리프 강도의 감소 없이 크리프 파단 연신율을 증가시키므로 크리프 수명이 향상되는 것으로 볼 수 있다. 이러한 냉간 가공된 강에서의 크리프 수명의 큰 향상은 크리프 동안 생성되는 석출물과 가공 전위밀도와 관계되므로 크리프 파단 후의 파면 및 석출물의 거동을 분석하기로 한다.

Fig. 7은 크리프 파단 후의 입계 석출물 거동을 관찰한 것으로 가공율이 증가됨에 따라서 석출물의 양이 점차 증가되고 있으며, 30% 이상의 가공율에서는 석출물의 크기도 불규칙하며 국부적으로 많은 양이 생성되고 있다. 30% 가공율에서는 입계 변형부에서도 비교적 균일한 석출물이 관찰되었다. 또한 동일한 가공율인 20% 시편에 대하여 PH와 P0시편의 석출물의 양과 분포를 비교하면, 사진에서 보인 것처럼 인을 첨가하지 않은 P0 시편이 PH 시편에 비해 입계 석출물의 양이 많고 크다. 그리고 PH 시편인 경우 기지내에서도 미세한 석출물들이 분포되고 있음을 관찰할 수 있는데, 기지내의 미세한 석출물은 석출강화 효과를 나타내어 크리프 수명향상에 기여하는 것으로 알려진다[9].

현재까지 전위의 관찰을 위한 TEM 분석은 아직 완전하게 이루어지지 않았지만, 30%의 가공율에서 크리프 수명이 가장 우수하였던 것은 미세하게 분산된 석출물에 전위가 고정되어 전위밀도가 높은 상태가 고온에서 장시간 유지되면서 크리프 특성이 좋은 것으로 판단된다. 그러나 30% 이상의 가공율에서 과도한 가공율로 인하여 변형결합의 과도한 생성을 유발과 전위에서의 석출물의 양이 상대적으로 감소하였기 때문에 크리프 수명이 저하된 것으로 판단하고 있다. 문헌에 의하면 상용 316 스테인리스강의 경우 최적 냉간 가공율은 온도별에 따라서 다소 변화하는데 650°C의 경우는 18%, 750°C의 경우는 약 15% 내외의 냉간 가공율에서 크리프 강도가 가장 좋으며, 온도가 750°C 이상의 고온에서는 냉간가공 효과가 점차적으로 사라지며 비교적 낮은 온도일수록 냉간가공 효과가 분명하게 나타나는 것으로 알려지고 있다[5]. 따라서 냉간가공에 의한

고온 크리프 특성의 향상은 가공 전위의 회복속도와 밀접한 영향을 갖는 것으로 볼 수 있다.

본 실험에서 얻은 600°C 조건의 316LN 강의 최적의 냉간 가공율 30%에 대하여 650°C 조건의 상용 316 강에서 보고된 약 15%의 최적 가공율과 비교하여 보면, 온도차이 의하여 316LN 강이 상용 316 강보다 다소 높은 가공율에서 좋은 크리프 특성을 보이며, 전체적인 경향은 316 강과 큰 차이가 없는 것으로 판단된다. 그러나 질소를 첨가한 LN 강이 고온에서 장시간 고용효과가 상용 316강에 비하여 좋으므로 고온에서의 크리프 특성이 우수하며, 냉간 가공효과도 보다 분명히 나타날 것으로 사료된다.

Fig. 8은 동일한 응력 및 온도조건에서 30% 및 50%로 냉간 가공된 강에 대하여 크리프 균열 성장을 길이방향으로 관찰한 사진이다. 두 시편의 균열진전 방향은 응력방향의 직각방향이며 그 성장방향을 관찰하면, 50% 시편이 30% 시편에 비해 균열방향이 가공변형에 의해서 일정하지 않다. 또한 50% 가공율에서는 큰 균열들의 성장 없이 파단이 일어났으나, 크리프 수명이 좋았던 30% 가공율에서는 wedge-type 큰 균열들이 전 단면에 걸쳐 고르게 성장되어 파단이 되었음을 확인할 수 있었다.

Fig. 9 및 10은 20%의 동일한 압연율에서 PH 및 P0 시편에 대하여 각각 크리프 파면사진을 보인 것이다. 파단시간이 1490 hr으로 긴 PH 시편에 비해 파단시간이 300 hr으로 훨씬 작은 P0시편이 입계파괴 면적이 상대적으로 높음을 관찰할 수 있다. 또한 파면 입자내의 cavity 확대사진으로부터 cavity 밀도를 관찰하면 P0 시편이 PH 시편에 비해 보다 많은 cavity를 보이고 있다. 이러한 cavity들이 크리프 수명에 영향을 미쳤던 것으로 판단된다. 오스테나이트 스테인리스강의 경우 고온 크리프 파괴는 입계에서의 cavity 생성 및 성장이 주된 손상기구라고 받아들여지고 있는데, 본 연구에서도 두 재료의 파단면의 cavity 관찰로부터 PH 강이 P0 강에 비해서 입계 cavitation에 대한 저항성이 우수함을 확인할 수 있었다. 문헌에 의하면 cavity에 대한 유용한 생성위치를 제공하는 것은 입계 탄화물이며, 이러한 탄화물의 밀도는 cavity 밀도와 직접적으로 관련되므로 결국 탄화물의 밀도로부터 재료의 크리프 특성을 알 수 있는 것으로 알려진다[11]. 따라서 당 실험실에서 냉간 가공되지 않은 즉 용체화 처리한 PH 및 P0 강에 대하여 크리프 수명을 파악하고자 입계의 미세조직 사진을 관찰한 결과, 인을 0.018% 첨가한 강에서 입계에 조대한 석출물의 생성 및 성장을 억제하는 효과가 있음이 관찰되었으며[12], 이러한 미세한 입내 미세한 석출물의 기지내 분산이 석출강화 효과를 나타내므로써 크리프 파단 시간을 증가시키는 것으로 분석하고 있다.

4. 결론

316LN 스테인리스강을 0%(용체화 처리), 20%, 30%, 40%, 50%의 냉간 가공율에 따라 제조하여 고온 인장강도 및 크리프 특성을 조사하였다. 시험 결과, 고온 인장강도는 냉간 가공율이 증가할수록 인장강도는 증가하였으며, 20% 냉간 가공된 강일지라도 600°C 고온에서 항복응력 값은 500MPa의 높은 강도치를 보였다. 인장 파단 연신율은 냉간 가공율이 높아질수록 낮은 연신율을 보였으며 600°C 이후부터는 연신율이 급격히 증가되는 경향을 보였다. 크리프 파단 수명은 30%까지의 냉간가공율에서는 가공율의 증가에 따라 점진적으로 증가하였으며, 그 이후의 가공율에서는 오히려 감소하였으며, 냉간 가공율이 30%일 경우가 가장 높은 크리프 파단수명을 보였다. 이러한 결과는 30% 가공율에서 미세하게 분산된 석출물의 생성에 기인되며 이들 석출물에 전위가 고정되어 크리프 특성이 좋은 것으로 분석되었다. 반면 30% 이상의 가공율에서는 과도한 가공율로 인하여 변형결함의 생성을 유발하고, 전위에 석출물의 양이 상대적으로 감소하여 크리프 동안 빠른 회복이 일어나 크리프 수명이 감소하는 것으로 사료된다. 그리고 PH 강이 P0 강에 비

해 크리프 수명의 향상은 크리프 동안 입계파괴 및 파면의 cavity 밀도에 기인이 됨을 확인할 수 있었다.

후 기

본 연구는 과기처에서 시행한 원자력중장기연구개발사업중 원자력재료기술개발과제 노심재료 및 종합 DB 구축분야에서 수행한 것입니다.

참고문헌

1. 류우석, 김우곤 외, "액체금속로의 구조재료 개요", *KAERI/AR-487/98*, (1998).
2. Y. Takahashi, "Long-Term High Temperature Strength of 316FR", *PVP ASME 1995*, Vol. 315, pp. 412-426, (1995).
3. G. Belloni, G. Bernasconi and G. Piatti, "Creep Damage and Rupture in AISI 310 Austenitic Steel", *Meccanica*, Vol.12, pp.84-96, (1977).
4. E. E. Bloom and J. O. Stiegler, "Effect of Irradiation on the Microstructure and Creep-Rupture Properties of Type 316 Stainless Steel", *ASTM 529*, pp. 360-380, (1972).
5. M. Fujiwara, H. Uchida, et al., "Development of Modified Type 316 Stainless Steel for Fast Breeder Reactor Fuel Cladding Tubes", *ASTM STP 955*, pp. 127-145, (1986).
6. M. Itoh, S. Onose and S. Yuhara, "Void Swelling and Microstructural Change in Neutron Irradiated Type 316 Stainless Steel", *ASTM STP 955*, (1986).
7. M. D. Mathew, S. Latha, G. Sasikala, S. L. Mannan and P. Rodriguez, "Creep Properties of Three Heats of Type 316 Stainless Steel for Elevated Temperature Nuclear Applications", *Nuclear Technology*, Vol. 81, pp. 114-121, (1988).
8. M. D. Mathew, G. Sasikala, K. Bhanu Sankara Rao and S. L. Mannan, "Influence of Carbon and Nitrogen on the Creep Properties of Type 316 Stainless Steel at 873K", *Materials Science and Engineering*, pp.1 253-260, (1991).
9. 김우곤, 김대환, 류우석, 국일현, "AISI 316L(N) 스테인레스강의 Creep 특성에 미치는 인 (P)의 효과", *한국원자력학회 98 추계학술대회논문집*, p.216 (1998).
10. 김성호, 국일현, 류우석, 김우곤 외, "일본의 액체금속로 핵연료 피복관 개발", *KAERI/AR-482/98*, (1998).
11. 남수우, 최백규, 노병섭, 박연삼, 홍현욱, "질소, 보론이 첨가된 STS304L 강의 고온 피로/크리프 특성 연구(2)", *97C019*, p.31, (1998)
12. 권일수, 김대환, 김우곤 외, "인을 첨가한 Type 316LN 스테인레스강의 크리프와 미세구조 특성", *KAERI/TR-139/99*, (1999).

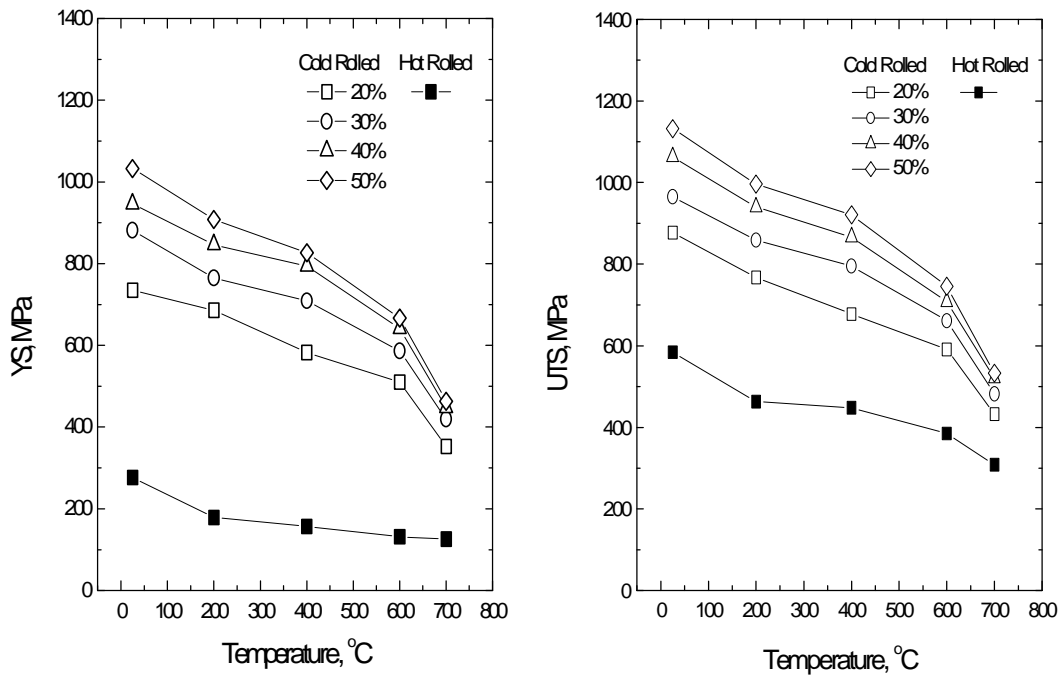


Fig. 1 Tensile strength with temperatures and cold-worked levels of type 316LN-PH specimens

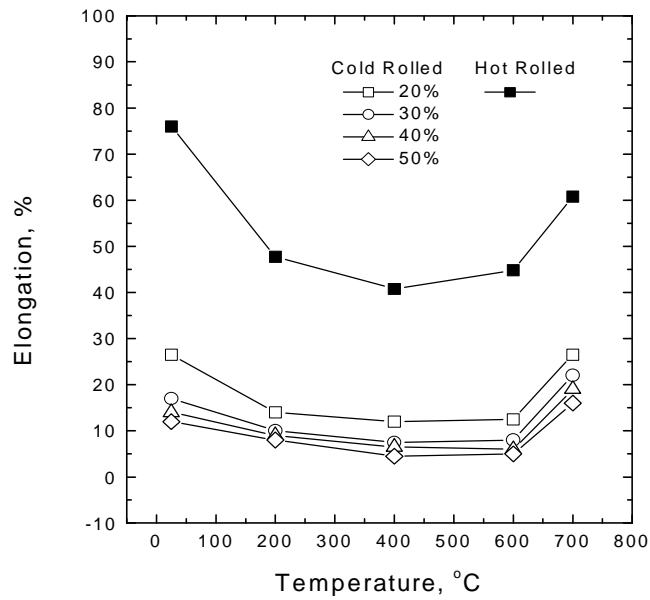


Fig. 2 Elongation with tensile temperatures and cold worked levels for type 316LN-PH specimens

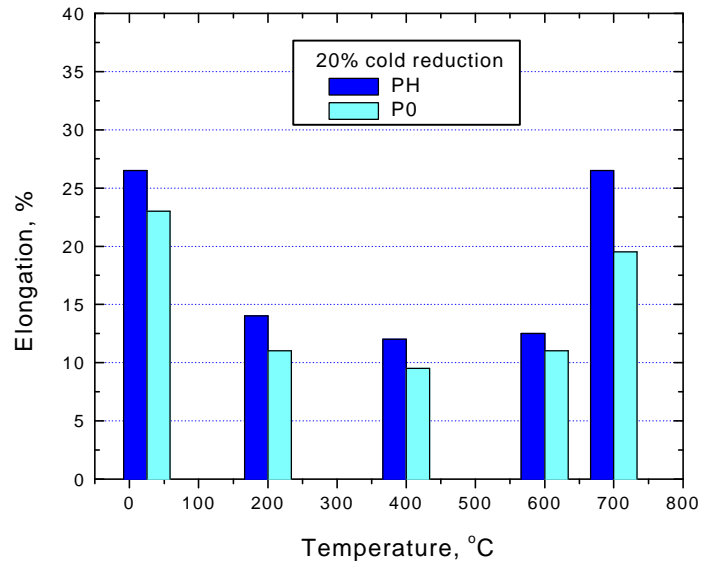


Fig. 3 Elongation with temperatures for 20% CW-316LN-PH and P0 specimens

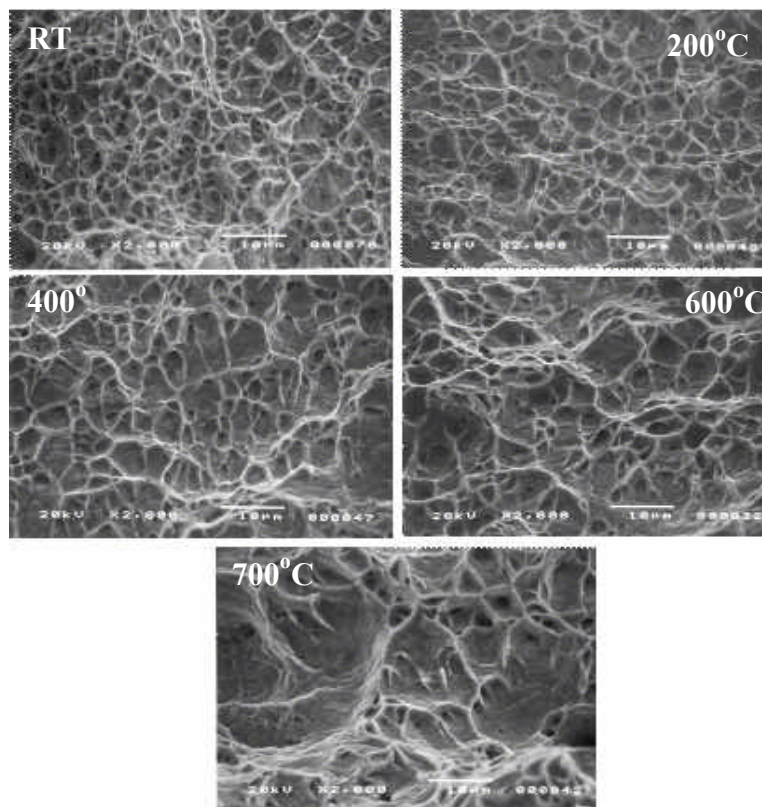


Fig. 4 SEM fractographs with temperatures of 20% CW-316LN-PH specimens

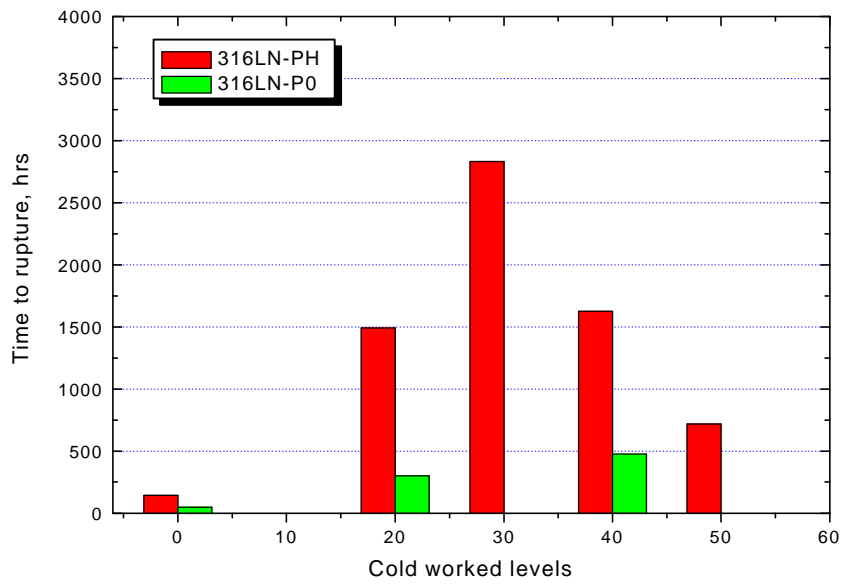


Fig. 5 Time to rupture versus cold-worked levels for P0 and PH specimens

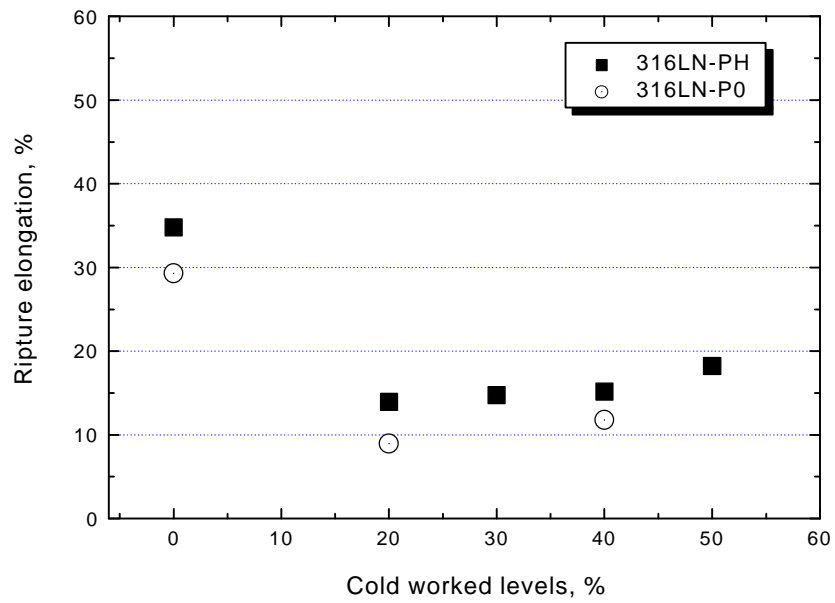


Fig. 6 Rupture elongation versus cold-worked levels for P0 and PH specimens

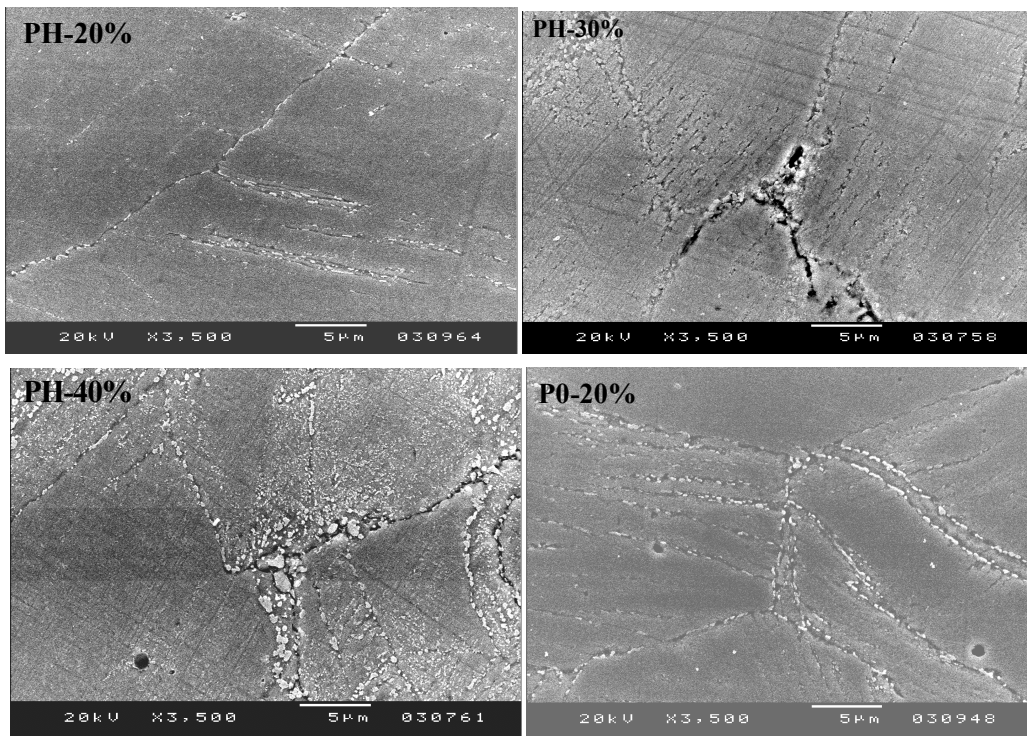


Fig. 7 Precipitates with CW reduction under 280MPa/600°C of 316LN PH/P0 specimens

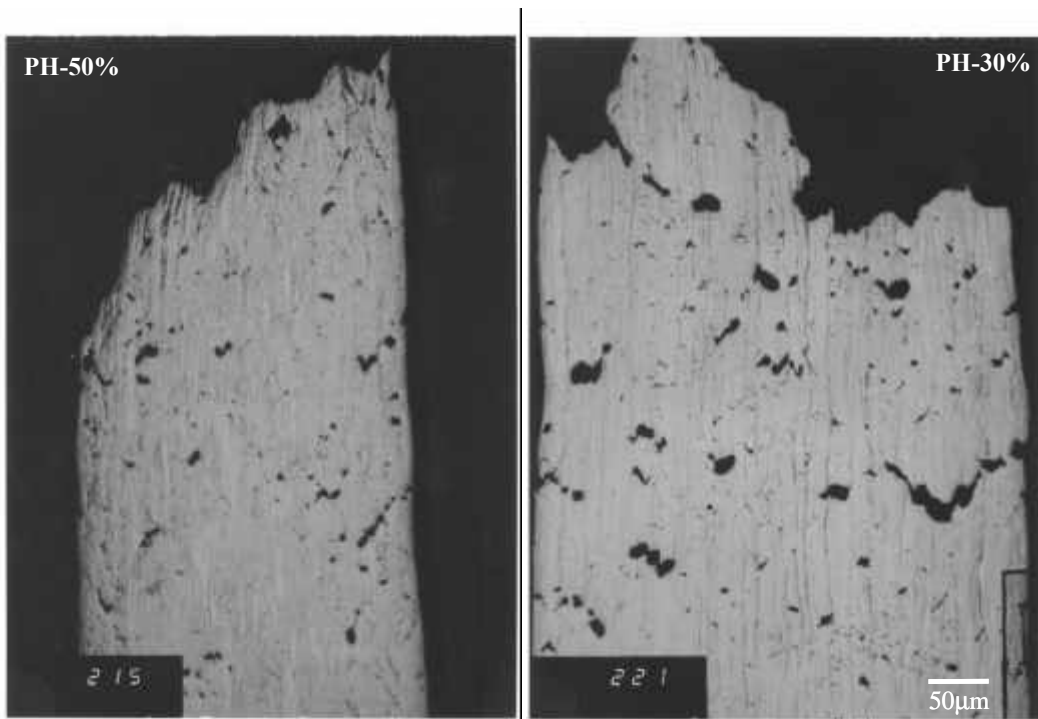


Fig. 8 Typical creep cracks observed at 30% and 50% CW-316LN PH specimens

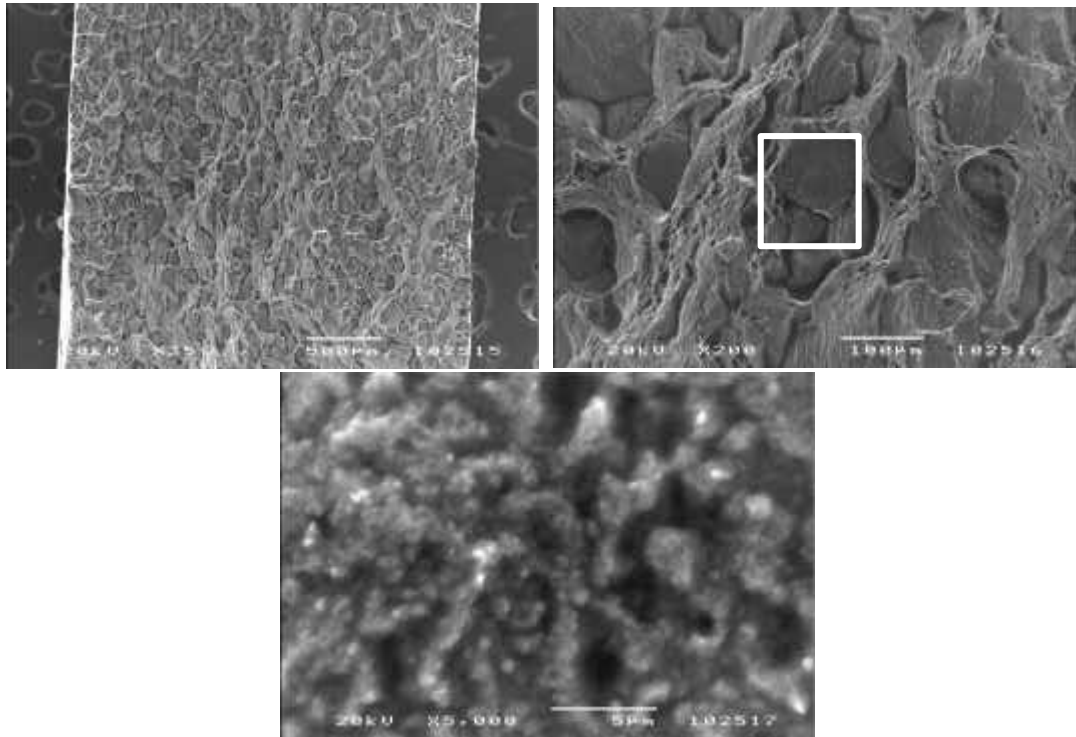


Fig. 9 Fracture surfaces of 20%(2.4t) CW-316LN-P0 specimen

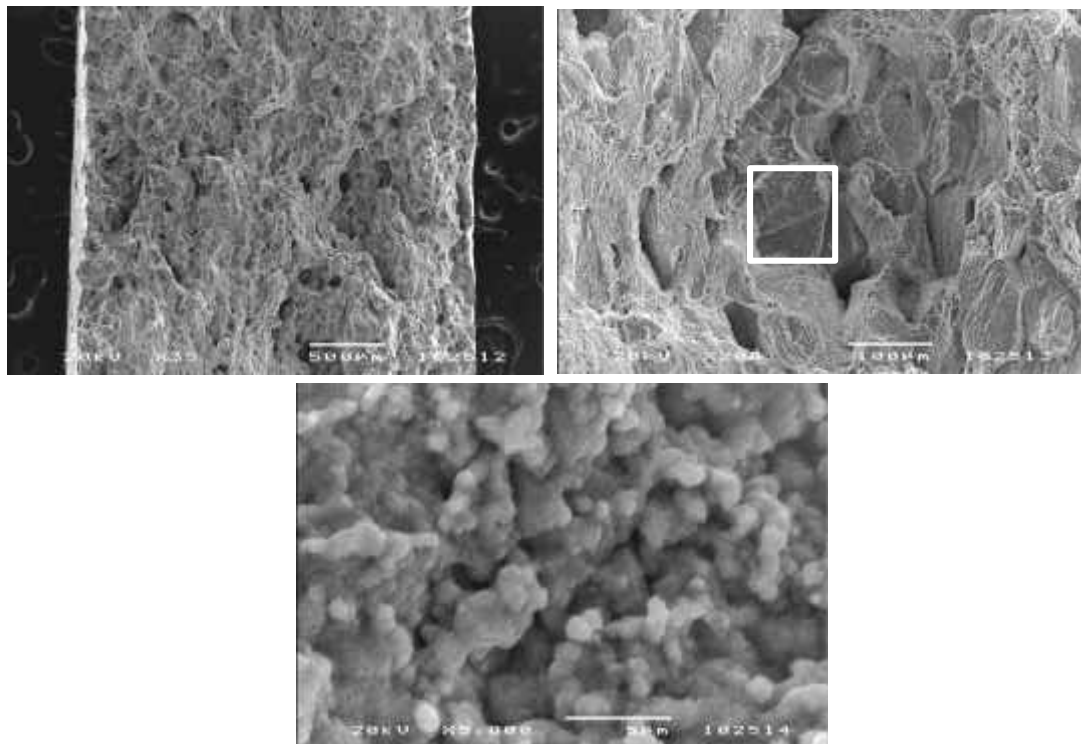


Fig. 10 Fracture surfaces of 20%(2.4t) CW-316LN-PH specimen