

## 316LN 스테인레스강의 크리프 특성과 미세조직에 미치는 질소의 영향

### Effect of Nitrogen on Creep Properties and Microstructure in Type 316LN Stainless Steels

김대환, 김우곤, 국일현, 류우석

한국원자력연구소  
대전광역시 유성구 덕진동 150

#### 요 약

질소를 0.04~0.15% 함유한 316L 스테인리스 강을 진공유도용해 방법으로 제작하여 1100°C에서 1시간 용체화처리하여 수냉한 후 직경이 4mm이고 평행부가 30mm인 크리프 시편을 압연방향과 일치하게 제작하였다. 크리프 시험은 일정하중방식으로 550, 600 및 650°C에서 각 응력에 따라서 수행하고 미세구조 변화를 관찰하였다. 질소첨가에 의해서 크리프 파단강도가 증가하여 파단시간은 증가하였고 최소크리프속도는 감소하였다. 크리프 파단연신율은 550, 600°C에서는 질소함량에 따라서 변화가 없었지만 650°C에서는 질소량이 0.10%까지는 일정한 반면 0.15%에서는 감소하였다. 파괴형태는 온도, 응력, 질소의 함량과는 관계없이 모든 시편에서 입계, 입내파괴가 혼재한 형태를 나타내었고 일정한 파단시간(1,000시간)에서 관찰한 탄화물의 분포에 미치는 질소의 영향은 크지 않았다.

#### Abstract

The effects of nitrogen on the creep properties of type 316L stainless steels with three different nitrogen contents from 0.04 to 0.15% were investigated. Stainless steel ingots were melted by VIM (Vacuum Induction Melting) and hot-rolled to plate with thickness of 15mm. The plate was solution-treated for 1 hr at 1100°C and then water-quenched. Specimens were taken parallel to the rolling direction of the plate. The geometry of specimen was 4mm diameter and 30mm gauge length. Creep test were carried out using constant-load single-lever machines at 550, 600 and 650°C in air. The time to rupture increased and the minimum creep rate decreased with the

addition of nitrogen, On the other hand the rupture elongation was not strongly influenced by the nitrogen content at 500 and 600°C but it was almost same up to 0.10%N and decreased above 0.10%N at 650°C. Fracture surface showed a mixed mode of intergranular and transgranular in all specimens. Cavity and carbides were nucleated at grain boundary and twin boundary. Their distribution and size did not changed greatly with the addition of nitrogen at a constant rupture time (1,000 hrs).

## 1. 서 론

오스테나이트계 스테인리스강은 고온 강도, 연성, 인성 및 내식성 등이 우수하여 고온에서 사용되는 구조물이나 경수로 및 액체금속로와 같은 원자력발전소의 일차계 구조 재료로서 널리 사용되고 있다. 특히 316계의 스테인리스 강은 제조된 경험도 많고 특성도 우수할 뿐만 아니라 사용 환경과 증성자 조사 등에 대한 내구성도 양호하고 설계에 필요한 데이터 베이스도 구축되어 있어서 차세대 원자로, 액체금속로 및 핵융합로의 구조 재료로서 유망한 재료이다[1].

고온에서 사용되는 재료는 산화, 회복, 피로, 크리프 및 동적변형시효 등과 같은 여러 현상으로 인하여 손상을 받게 된다. 이들 손상기구 중에서 크리프에 의한 손상이 액체금속로의 일차계 구조재료에서 주요 손상원인으로 알려져 있다. 316LN 스테인리스 강을 550°C에 이르는 고온에서 구조재료로 사용하기 위해서는 크리프 손상에 미치는 질소의 영향을 반드시 평가하여야 하지만 질소함량의 변화에 따른 체계적인 보고는 미흡한 실정이다. 따라서 본 연구에서는 550~650°C에서 질소함량을 0.04~0.15%로 변화시키면서 질소가 크리프 특성에 미치는 영향을 크리프 파단시간, 최소크리프속도, 크리프 파단연신율, 파괴형태, cavity분포 등의 관점에서 고찰해보고자 한다.

## 2. 실험 방법

질소가 첨가된 316L 스테인리스강은 탄소함량을 0.02%로 일정하게 유지하면서 질소함량을 0.04~0.15% 범위를 갖도록 진공 유도용해 하여 두께가 15 mm인 판재로 열간압연하였고, 각 시편의 화학성분은 표 1에 나타내었다. 압연방향과 시편의 길이방향이 일치하게 시편을 채취하여 1100°C에서 1시간 용체화처리를 한 후 수냉하였다. 크리프 시험편은 평행부 길이가 30mm이고 직경이  $\phi$ 4mm인 봉상시편으로 가공하였다. 표면의 영향을 제거하기 위하여 시편의 표면을 길이방향으로 SiC 연마지 #1000까지 연마하여 시험을 수행하였다.

크리프 실험에 사용된 장비는 일정하중 방식의 Power Engineering사의 PCM-L30M3 모델을 사용하였고 레버비는 20 : 1 이었다. 시험은 모두 공기중에서 수행하였고 시험은

도는 550, 600, 650°C이었으며 시험편의 평행부에서 온도의 편차를  $\pm 2^\circ\text{C}$  이내로 제어하였다. 시험편의 균일한 온도분포를 위하여 시험온도에서 1시간 유지 후 하중을 가하였다. 크리프에 의한 연신률의 변화는 LVDT를 통하여 signal conditioner를 거쳐 증폭되어  $\pm 25 \times 10^{-4} \text{mm}$ 의 오차 범위 내에서 computer system과 strip chart를 사용하여 연속적으로 기록되었다.

Cavity의 형상과 분포를 관찰하기 위하여 크리프시험 후 파단된 시험편을 길이방향으로 절단하여 파면부근에서  $\text{HCl} : \text{CH}_3\text{COOH} : \text{HNO}_3 : \text{H}_2\text{O} = 2 : 3 : 2 : 3$ 의 부식액을 사용하여 부식시킨 후 광학현미경으로 관찰하였다. 크리프 파단면과 탄화물의 분포는 주사전자현미경 (Scanning Electron Microscopy : SEM)을 이용하여 관찰하였다.

### 3. 실험결과 및 토의

각 온도와 질소함량에서 부하하중에 따른 파단시간의 변화를 그림 1에 나타내었다. 부하하중과 온도가 증가할수록 크리프 파단시간은 짧아지는 경향을 나타내었고 각 온도에서 질소를 첨가하면 크리프 파단시간은 증가하였다. 그러나 600°C에서는 질소첨가에 따라서 파단시간은 증가하지만 질소함량이 0.10%와 0.15%에서 파단시간이 거의 일정한 경향을 나타내었다. 일정한 파단시간에서는 질소첨가에 따라서 파단강도가 증가하는 경향을 나타내는데 이러한 원인은 질소에 의해서 강도가 증가하였기 때문으로 판단된다.

각 온도와 질소함량에서 최소크리프속도의 변화를 그림 2에 나타내었다. 부하응력이나 온도가 감소하거나 질소를 첨가하면 최소크리프속도는 감소하는 경향을 나타내었다. 온도가 일정할 때 Norton[2]에 의해서 제안된 응력과 최소크리프속도와 의 관계는 다음과 같이 표현되고 있다.

$$\dot{\epsilon}_m = A\sigma^n$$

여기서 A와 응력지수 n은 응력에 무관한 상수인데 A는 온도의 함수로 알려져 있다.

본 실험에서는 그림 2에서의 최소크리프 속도와 응력의 기울기로부터 응력지수의 값을 구해본 결과 각 온도와 질소함량에 따라서 6~8의 값을 나타내었다. 이 값은 전위의 상승에 의해서 크리프 변형이 발생한다는 다른 연구자[3-5]들의 값과 일치한다. 따라서 질소를 첨가한 316L 스테인리스강의 변형기구는 본 실험조건에서 power-law를 만족하는 전위에 의한 크리프 변형기구인 것으로 판단된다.

파단시간에 따른 파단연신율을 각 질소량에 따라서 그림 3에 나타내었다. 파단시간이 증가할수록 파단연신율은 감소하는 경향을 나타내었다. 온도가 550, 600°C에서는 질소의 영향이 거의 없고 650°C에서는 질소량이 0.10%까지는 파단연신율의 변화가 없지만 0.15%에서는 파단연신율이 감소하는 경향을 나타내었다. 질소의 함량이 0.16% 이상에서 질화물이 석출되는 것으로 알려져 있고 결정입계에 질화물이 석출되면 연신율을 현저히 감소시키는 것으로 보고되고 있으며[6,7], 질소량이 0.15%N인 경우 5%이상 냉간가공을

받으면 예민화정도가 매우 심각히 빠른 시간내에 발생한다는 보고[10] 등을 고려하면, 본 연구에서는 질화물의 존재를 확인하지는 못하였지만 650°C, 0.15%에서의 연신을 감소는 질화물 등 입계석출물의 영향에 의한 것으로 사료된다.

고온 인장시험에서는 600°C에서 질소함량에 따라서 40~45%의 연신율을 나타내지만 [8] 크리프에 의한 파단연신율은 인장시험에 의한 연신율보다는 감소하는 경향을 나타낸다. 이러한 원인은 입계에 탄화물이 석출하여 응력이 집중되어 cavity가 형성됨으로써 입계파괴가 발생되기 때문으로 알려져 있으므로 파단면 관찰을 통하여 질소가 입계파괴의 형태에 미치는 영향을 관찰하였다. 600°C에서 일정한 하중에서는 질소를 첨가함에 따라서 파단시간이 약 10배 정도 차이가 나는데 파단면은 큰 차이가 없이 입계파괴와 입내파괴가 혼재한 형태를 나타내었다.

결정입계에 석출한 탄화물 분포를 관찰한 결과가 그림 4이다. 600°C, 210MPa의 일정한 하중하에서 실험한 경우 질소량이 0.04%에서는 파단시간이 짧기 때문에 탄화물의 석출을 관찰 할 수 없었고 질소를 첨가하면 파단시간이 길어지기 때문에 결정입계에 탄화물의 석출이 관찰되었다. 650°C에서 1,000시간에서 파단된 경우는 질소량과는 상관없이 결정입계와 쌍정입계에서 탄화물이 석출하였고 탄화물의 형태와 량을 질소량에 따라서 구별하기가 어렵다. 따라서 투과전자현미경을 사용하여 입계석출물의 종류, 분포, 량 등을 추가적으로 확인할 필요가 있다. 600°C에서 질소량이 0.10%까지는 cavity가 많지 않고 질소량이 0.15%에서는 결정입계에 큰 cavity들이 관찰되어졌다. 650°C에서 1,000시간에서는 cavity가 결정입계에 분포하고 있지만 질소량에 따라서 cavity의 크기와 분포는 크게 차이가 나지 않았다. 질소의 함량변화에 따른 탄화물의 석출에 대한 보고에 의하면[9] 316 스테인리스 강에서 탄화물이 가장 활발히 석출하는 온도는 750°C 부근이다. 따라서 600°C 보다는 650°C에서 탄화물의 석출이 더욱 활발할 것으로 판단된다. 그러나 600°C에서 보다는 650°C에서 연신율이 증가하기 때문에 본 실험조건에서는 크리프 손상은 입계에서 발생한 탄화물이 cavity의 생성장소가 되어 cavity가 성장하여 입계파괴를 발생시키기 때문이라기 보다는 전위의 움직임에 의한 손상이 지배적인 것으로 판단된다. 따라서 질소의 첨가에 의한 파단시간의 증가는 결정입계에 석출한 탄화물에 의한 cavity의 형성과 성장에 의한 것이라기 보다는 질소가 단범위규칙을 형성하여 파단강도를 증가시킴으로써 인해서 전위의 움직임을 감소시켜 최소크리프 속도를 감소시키기 때문으로 판단된다.

#### 4. 결 론

질소를 0.04~0.15% 함유한 316L 스테인리스 강으로 550, 600 및 650°C에서 각 응력에 따라서 크리프 시험을 수행하여 다음과 같은 결과를 얻었다.

1. 질소첨가에 의해서 크리프 파단강도가 증가하여 파단시간은 증가하였고 최소크리프속

도는 감소하였다.

2. 크리프 파단연신율은 550, 600°C에서는 질소함량에 따라서 변화가 없었지만 650°C에서는 질소량이 0.10%까지는 일정한 반면 0.15%에서는 감소하였다.
3. 파괴형태는 온도, 응력, 질소의 함량과는 관계없이 모든 시편에서 입계, 입내파괴가 혼재한 형태를 나타내었고 일정한 파단시간에서 관찰한 탄화물의 분포에 미치는 질소의 영향은 크지 않았다.
4. 질소첨가에 의한 크리프 파단시간의 증가는 질소가 cavity의 생성에 영향을 미치지보다는 최소크리프속도를 지연시키기 때문이다.

## 후 기

본 연구는 과학기술부에서 시행한 원자력연구개발 중장기사업중 원자력재료기술개발과제의 노심재료 및 종합데이터베이스 구축분야에서 수행한 결과의 일부분입니다.

## 참고문헌

1. W.S. Ryu et al : KAERI/AR-487/98
2. F.H. Norton : The creep of steel at high temperature, McGraw-Hill, New York (1929).
3. J. Weertman, J. Appl. Phys., 26 (1955) 1213.
4. B. Derby and M. F. Ashby : Scripta metall., 18 (1984) 1079.
5. Y.C. Yoo and H.K. Kim : J. Korean Inst. Metals, 23 (1985) 1324.
6. J.W. Simmons : Scripta Metall., 32 (1995) 265.
7. H. Chsandra Holm : Scripta Metall., 21 (1987) 513.
8. D.W. Kim, W.S. Ryu, J.H. Hong, and S.K. Choi : J. Korean Inst. Met. & Mater., 36 (1998) 342.
9. Y. J. Oh, W. S. Ryu and J. H. Hong : J. Korean Inst. Met., 35 (1997) 774.
10. M. H. Seo et al : J. Korean Inst. Met., 36, No.6 (1998) 918.

Table 1, Chemical compositions of nitrogen alloyed type 316L stainless steels(wt%)

| Elemnt,<br>Spec ID | C     | Si   | Mn   | P     | S     | Cr    | Ni    | Al    | Cu   | N     | Mo   |
|--------------------|-------|------|------|-------|-------|-------|-------|-------|------|-------|------|
| N04                | 0.018 | 0.67 | 0.95 | 0.006 | 0.002 | 17.78 | 12.21 | 0.004 | 0.20 | 0.042 | 2.36 |
| N10                | 0.019 | 0.70 | 0.97 | 0.007 | 0.002 | 17.23 | 12.46 | 0.002 | 0.21 | 0.103 | 2.38 |
| N15                | 0.020 | 0.67 | 0.96 | 0.007 | 0.002 | 17.88 | 12.19 | 0.003 | 0.21 | 0.151 | 2.41 |

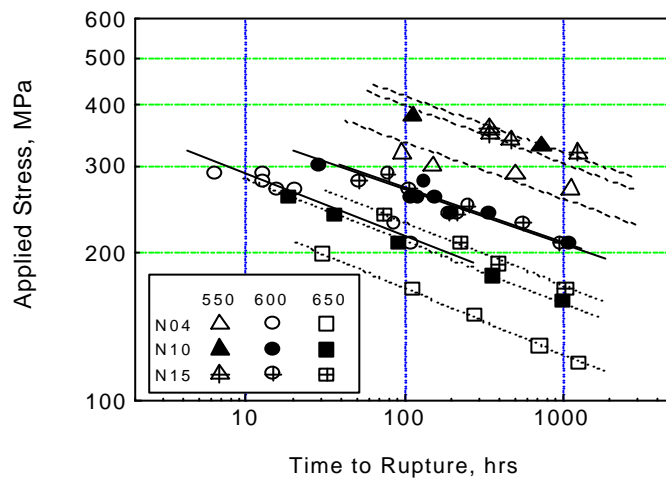


Fig. 1. Time to rupture with applied stress at each nitrogen content.

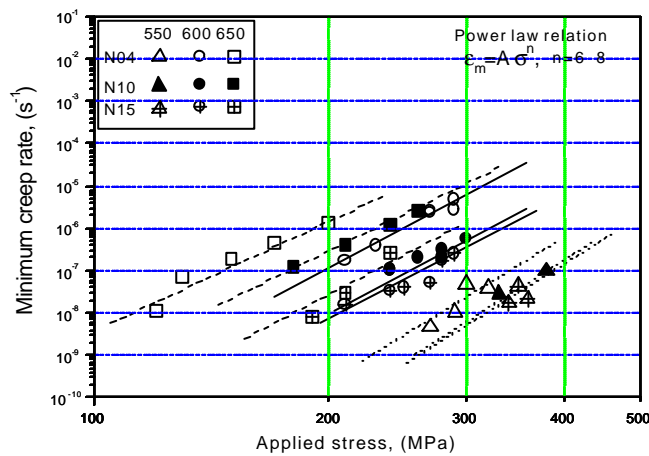


Fig. 2. Minimum creep rate with applied stress at each nitrogen content.

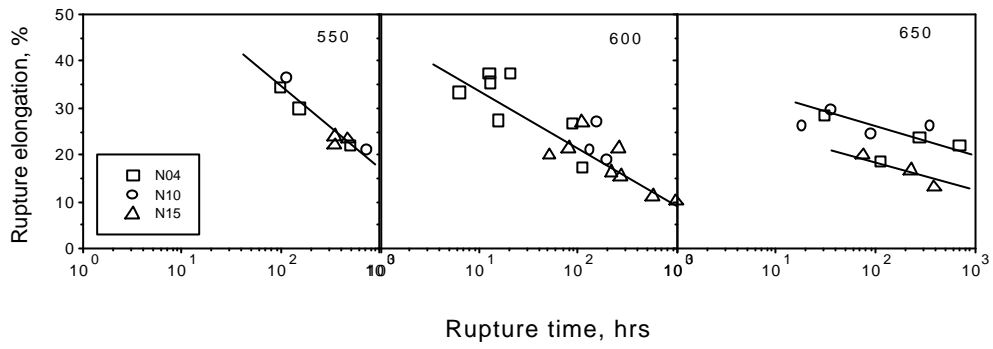


Fig. 3. Rupture elongation with nitrogen content at each temperature.

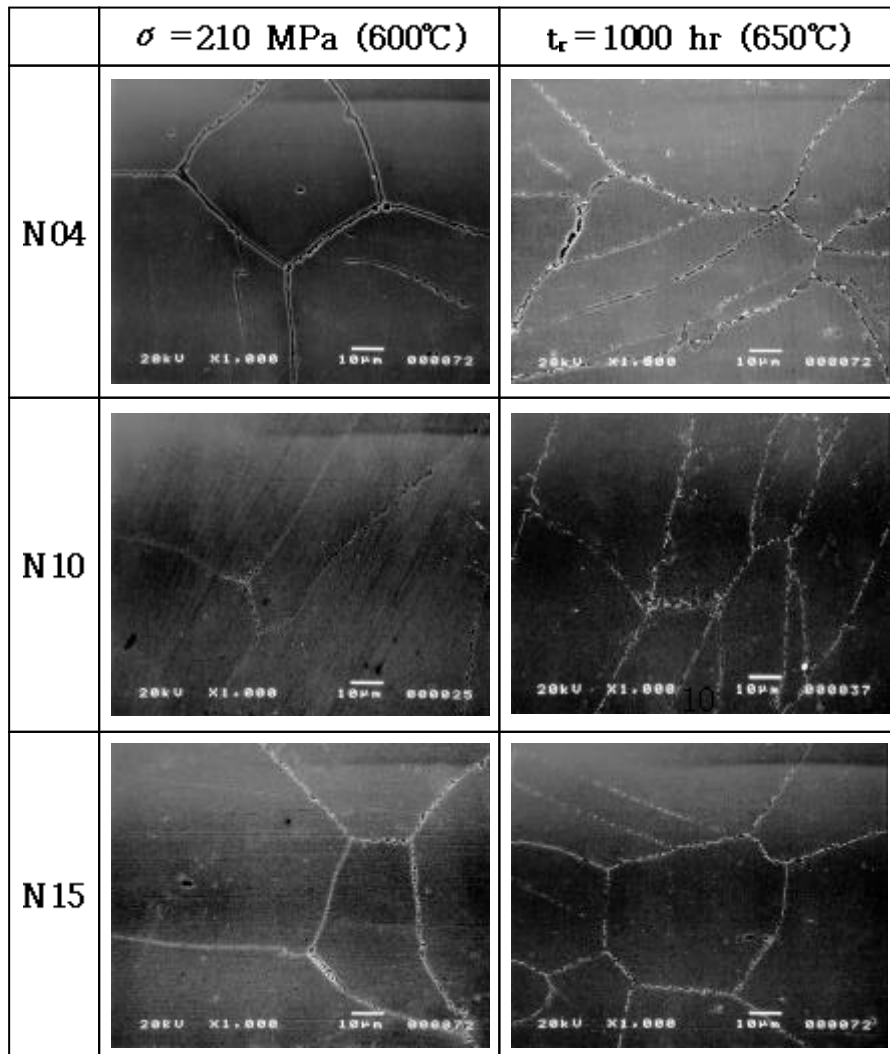


Fig 4. Carbide distribution of specimens crept at 600°C, 210 MPa and 650°C, 1,000 hrs.