

Type 316LN 스테인리스강의 크리프 파단수명에 미치는 냉간가공의 영향

Effect of Cold Works on Creep-Rupture Life of Type 316LN Stainless Steel

김우곤, 한창희, 류우석
한국원자력연구소
대전광역시 유성구 덕진동 150

요 약

316LN 스테인리스강을 0%(용체화 처리), 20%, 30%, 40%, 50%의 냉간 가공율에 따라 가공하여 냉간 가공율이 크리프 파단 수명에 미치는 영향을 조사하였다. 크리프 파단수명은 30% 가공율에서 가장 높은 값을 보였으며 그 이상이 되면 오히려 감소하였다. 이러한 결과는 30% 가공율에서 입계 및 입내에 미세하게 분산된 석출물의 생성에 기인되며, 이들 석출물에 전위가 고정되어 장시간 유지하여 크리프 특성이 좋았던 것으로 판단된다. 반면 30% 이상의 가공율에서는 과도한 변형결함을 일으키고, 변형 부위에 거칠은 석출물이 국부적으로 발생되어 크리프 수명이 감소한 것으로 사료된다. 냉간 가공재의 크리프 파면 조직은 가공율이 증가함에 따라서 치밀한 조직으로 입계파괴를 일으키지 않기 때문에 크리프 수명이 향상되는 것으로 판단된다.

Abstract

Effect of cold works on creep-rupture life of the cold-worked type 316LN stainless steels, which are fabricated with the various reductions; 0%(solution annealing), 20%, 30%, 40%, and 50%, was investigated. The creep-rupture time increased gradually up to 30% reduction, but it decreased inversely over 30% reduction. The longest rupture time exhibited at cold-worked reduction of 30%. The reason for this is that fine carbide precipitates are uniformly generated in grain boundary and the dislocations are pinned in the precipitates and the dislocations are sustained for a long time at high temperature. However, it is assumed that the higher cold-work reductions over 30% lead to excessive generation of deformation faults. The SEM fractographs of the cold-worked specimens showed dense fracture micrographs, and they did not show intergranular structures in creep fracture mode. From this result, it is believed that the cold-worked specimens were superior in creep-rupture time to solution annealed ones.

1. 서 론

액체금속로(LMR)나 고속증식로(FBR) 등 원자력 발전소에 사용되는 많은 구조재들은 크리프 손상을 일으키는 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 열저항용 합금이 요구된다.⁽¹⁻³⁾ 따라서 원자력 발전소의 고온화를 실현하기 위해서는 우수한 고온특성을 갖는 재료 개발이 중요하다.

원자력발전소의 고온 구조재료로는 사용 경험이 많고 고온강도, 연성, 인성, 내식성 등이 우수한 오스테나이트 스테인레스강이 많이 사용되고 있으며, 이중에 316계 스테인레스강은 고온에서 장시간 사용시 조직의 안정성이 우수하고 사용경험도 많아 경수로의 노내 구조물, 액체금속로, 핵융합로 등의 구조재료로서 많이 사용되고 있다.⁽⁴⁾ 특히 냉간가공(cold work, CW)된 316 스테인리스강은 고온강도 및 스웰링(swelling) 저항성이 우수하여 고속증식로의 핵연료 피복관, 액체금속로의 파이프 및 duct 류 부속품, 경수로의 노내 볼트 및 너트 등 높은 강도가 요구되는 체결부품에 사용되고 있다.^(5,6) 최근에는 기존의 316 스테인리스강에 탄소량을 0.03% 정도로 제한하여 고온에서 입계 탄화물의 석출을 줄이고, 고용도가 탄소에 비해 큰 질소를 기본 강화원소로 하는 316LN 스테인리스강이 개발되고 있는데,⁽⁷⁻⁹⁾ 이 강은 원자력 발전소의 일차계 고온 구조재료로 주목받고 있다.

종래의 316 스테인리스강은 고온강도는 우수하나 스웰링 저항성의 문제가 있어 이를 해결하기 위해 일본은 PNC (Power reactor and Nuclear fuel development Corporation)를 중심으로 많은 연구가 이루어져 PNC-1520과 PNC-FMS 같은 기존의 SUS 316 규격 조성을 벗어난 새로운 강을 개발하였다.⁽¹⁰⁾ 그리고 Fujiwara, Uchida 등은⁽⁵⁾ 316 스테인리스강을 고속증식로의 핵연료 피복관에 적용하고자 냉간 가공율의 효과, 미량원소 영향, 중성자 조사시의 보이드 스웰링(void swelling) 영향 등을 연구하여 고온강도 및 스웰링 저항성이 좋은 냉간 가공된 개량 316 핵연료 피복관을 개발하였다. 그러나 고온 구조재료로 주목받고 있는 질소가 첨가된 316LN 스테인리스강의 냉간가공 효과에 대하여는 고온강도 특성이 아직 확립되어 있지 않으며, 크리프 데이터 또한 매우 부족하며 제한되어 있는 실정이다.

본 연구에서는 316LN 스테인리스강을 0%-50%까지 단계별 냉간 가공된 시편을 제조하고, 고온 인장 및 크리프 파단시험을 수행하여 크리프 수명에 미치는 냉간가공의 영향을 조사하였다. 또한 냉간 가공재의 크리프 수명에 미치는 영향을 분석하고자 크리프 시편에서 생성된 석출물 및 파면 미세조직을 관찰하여 논하였다.

2. 실험

2.1 시편준비

시험에 사용된 316L(N) 강의 화학조성은 Table 1과 같다. 합금 용해 시 질소의 목표량은 0.10%로 하였다.⁽¹⁰⁾ 크리프 시편은 진공유도용해로 제조된 30kg 잉곳을 1270°C의 알곤 분위기에서 2시간 유지 후 열간 압연으로 두께를 3mm로 줄인 다음 이것을 1100°C에서 1시간 동안 알곤 분위기에서 용체화 처리(solution annealing, S.A)하여 수냉하였다. 냉간 가공율은 Table 2와 같이 0%(3.0t), 20%(2.4t), 30%(2.1t), 40%(1.8t), 50%(1.5t) 5단

계로 냉연가공하여 압연방향이 시편의 길이방향이 되도록 하는 판상 크리프 시편을 제조하였다. 여기서 0%의 가공율 시편은 용체화 처리후의 냉간가공되지 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 25.0mm인 판상시편을 제조하였다.

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

S.P.	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	N
316LN	0.019	0.63	0.97	0.018	0.004	17.26	12.35	2.41	0.10

Table 2 Cold worked reduction of type 316LN stainless steel

Cold worked reductions				
0%(S.A)	20%	30%	40%	50%
3.0 mm	2.40 mm	2.10 mm	1.80 mm	1.50 mm

2.2 크리프 시험 및 미세조직 관찰

5단계로 냉간 가공된 각 시편의 고온 인장시험은 INSTRON사의 4505 모델을 사용하여 변형속도를 $2 \times 10^{-3} \text{sec}^{-1}$ 로 하였다. 시험온도는 0°C, 200°C, 400°C, 600°C, 700°C 온도별로 수행하였다. 크리프 파단 시험은 파워 엠앤씨 사(Power MnC Co.)의 레버비(arm ratio)가 20:1인 일정하중방식 시험기를 사용하여 냉간 가공율에 따른 파단시간을 측정하였다. 크리프 시험조건은 600°C에서 280MPa의 동일한 조건으로 시편별 파단시간을 비교하였다. 크리프 시험중 시편의 온도 측정은 게이지 길이 중앙부에는 열전대를 부착하여 실시간으로 측정하여 온도편차를 ASTM의 오차 범위 내로 제어하였다. 크리프 파단된 시편의 석출물 및 cavity 관찰을 위한 OM 및 SEM 시편의 준비는 염산, 초산, 질산, 물을 10% : 15% : 10% : 65% 비로 혼합한 용액에서 5분간 에칭하였다. TEM (JEOL, 200FX) 관찰을 위한 시편은 두께 80 μm 정도까지 기계적으로 연마한 후 지름 3mm의 디스크로 펀칭하여 10% HClO_4 + 90% CH_3OH 의 혼합 용액에서 twin jet polisher를 이용하여 준비하였다. 용액의 온도는 -30°C로 유지하였고 부하전압은 30V로 하였다.

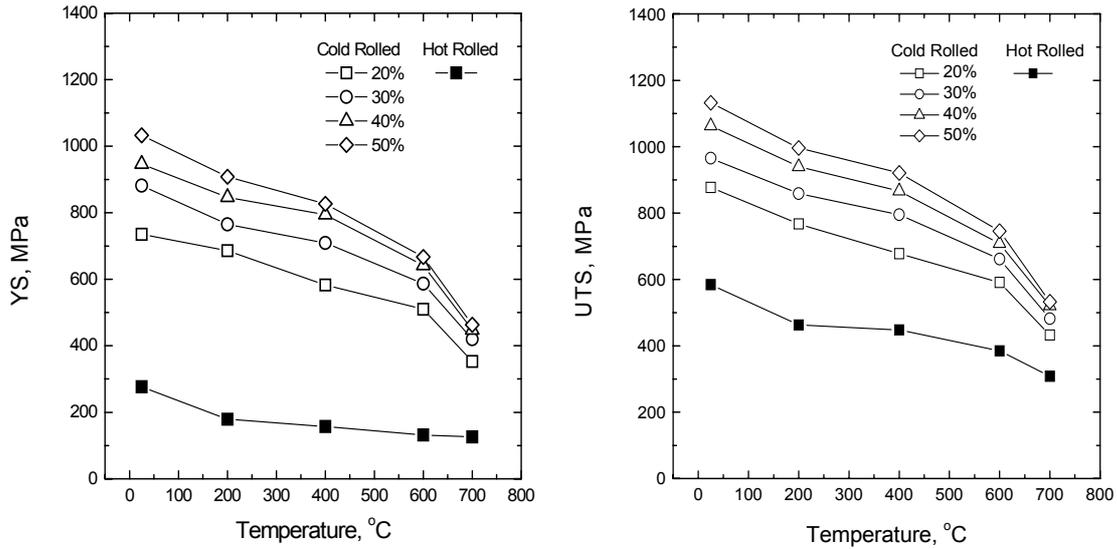
3. 결과 및 고찰

3.1 고온 인장강도 특성

Fig. 1 (a), (b)는 0%(S.A)에서 50%까지 단계적으로 냉간 가공된 316LN 스테인리스강의 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 증가할수록 인장강도는 증가되고 있으며, 특히 20% 냉간 가공된 강일지라도 600°C의 고온에서 항복응력 값은 500 MPa에 이르는 높은 강도치를 가지고 있음을 알 수 있다. 그리고 냉간 가공을 하지 않은 열간 가공된 시편과 비교

하면 항복강도 및 인장강도는 현저히 높은 값을 가지며, 특히 냉간가공으로 항복응력 강도에서 큰 증가를 보임을 알 수 있다.

Fig. 2는 냉간 가공된 316LN 스테인리스강의 파단 연신율 결과를 온도별로 나타낸 것이다. 냉간 가공율이 높아질수록 낮은 연신율을 보이고 있으며, 600°C 이후부터는 연신율이 급격히 증가되는 경향을 보인다. 냉간 가공을 하지 않은 열간가공의 S.A 시편은 전 온도 구간에서 최소 45%가 넘는 높은 연신율을 보이지만 냉간 가공 시편에서는 현저히 낮은 연신율을 보이고 있음을 알 수 있다.



(a) 0.2% offset yield strength(YS) (b) Ultimate tensile strength(UTS)

Fig. 1 Tensile strength with cold work reductions of type 316LN SS

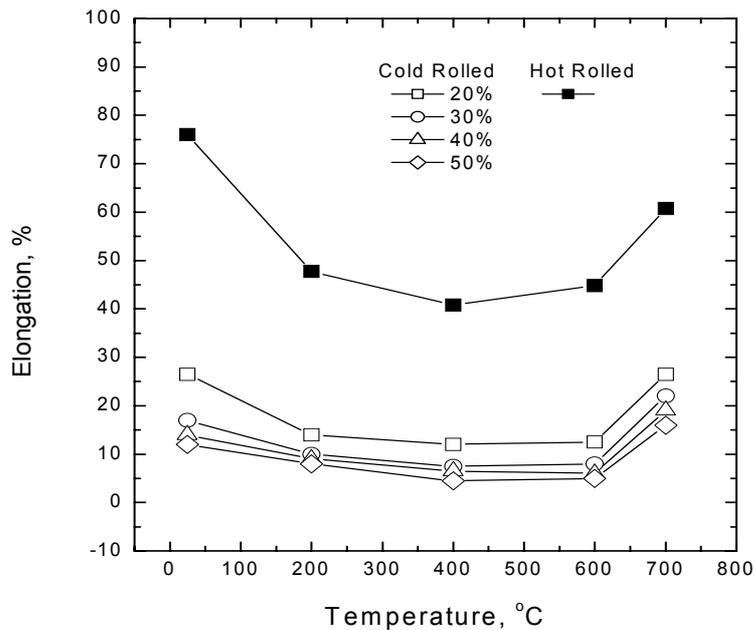


Fig. 2 Elongation with cold work reductions of type 316LN SS

그리고 냉간 가공율에 따른 인장시편의 SEM 파면조직의 변화 경향을 관찰한 결과 딥플(dimple)들의 합체에 의한 전형적인 연성파괴 조직을 보였다. 그러나 냉간 가공율이 높은 40% 및 50%의 조건에서는 딥플들이 떨어져나간 부분적인 벽개 파싯트(cleavage facet) 조직들이 일부 관찰되었다.

3.2 크리프 파단 수명

Fig. 3은 316LN 스테인리스강의 600°C에서 280 MPa의 응력 조건에서 냉간 가공율에 따른 크리프 파단수명의 결과를 비교하여 나타낸 것이다. 냉간 가공율이 30% 일 경우가 가장 높은 크리프 파단 수명을 보이고 있으며, 그 이후부터는 점차 감소함을 알 수 있다. 냉간 가공된 시편은 냉간가공을 하지 않은 용체화 처리된 시편에 비해 전 가공율에서 크리프 수명의 큰 향상을 가져옴을 잘 알 수 있다. 그리고 크리프 파단 연신율의 결과를 보면 Fig. 4와 같이 20%이후의 냉간 가공율이 증가될 지라도 15% 내외로 크리프 파단 연신율이 변화가 거의 없음을 알 수 있다. 이러한 것은 고온의 크리프 조건에서 시간 경과에 따라서 응력완화로 인한 연성의 회복을 가져오기 때문으로 판단된다. 이상의 결과에서처럼 냉간 가공된 시편에서 크리프 수명의 큰 향상은 크리프 변형 시간 동안 생성되는 석출물과 가공 전위밀도와 관계되는 것으로 볼 수 있다. 이의 분석은 크리프 파면의 석출물과 전위밀도 분석을 통하여 고찰하기로 한다.

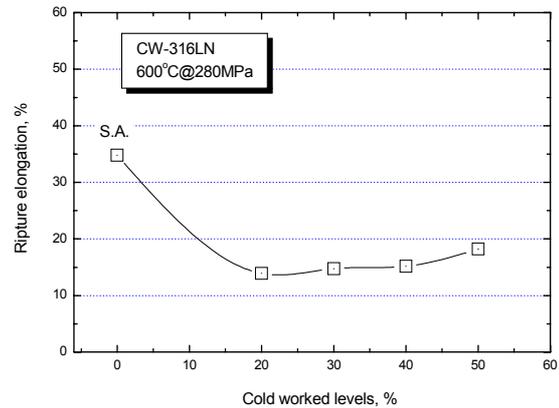
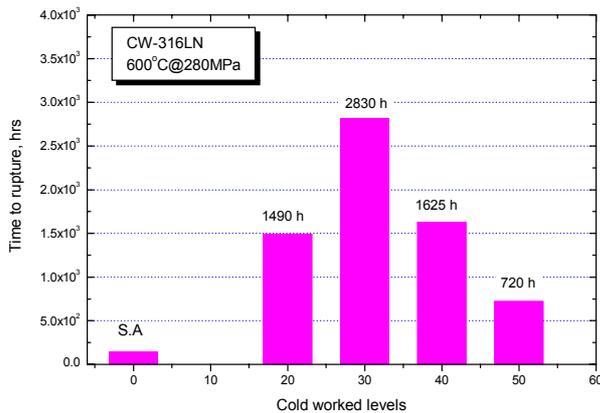


Fig. 3. Rupture time of CW-316LNSS Fig. 4 Rupture elongation CW-316LNSS

3.3 크리프 미세조직 관찰

Fig. 5는 0%(S.A), 20%, 30%, 50%의 각 냉간 가공율에서 크리프 파단된 파면조직을 대표적으로 나타낸 SEM 사진이다. 전체적인 파면 조직은 가공율이 증가함에 따라서 입계파괴(intergranular)에서 치밀화 된 파면 조직을 보이고 있다. 냉간가공을 하지 않은 용체화된 시편은 입계가 잘 관찰되는 입계파면 조직이 조직을 보이나, 가공율이 높아지면서 입계 파괴가 관찰되지 않으며 단지 높은 가공율로 인하여 치밀하게 변형된 조직만이 관찰됨을 알 수 있다. 비교적 낮은 가공율인 20%의 경우는 입계 및 입내 파괴가 일부 혼재하는 조직을 보이나 그 이상의 가공율에서는 입계파괴가 관찰되지 않는다. 냉간 가공된 시편에서의 이러한 치밀한 조직은 높은 가공율로 인하여 발생된 것으로 입계파괴를 일으키지 않기 때문에 크리프 수명이 향상되는 것으로 판단된다.

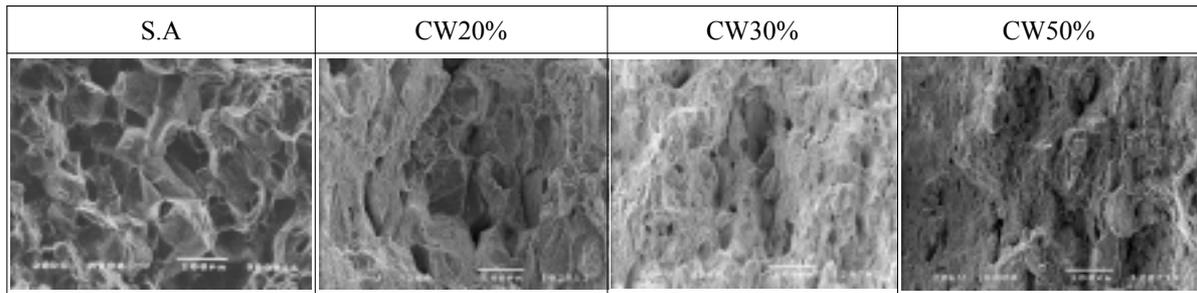


Fig. 5 SEM fractographs with cold-work levels of type 316LN SS

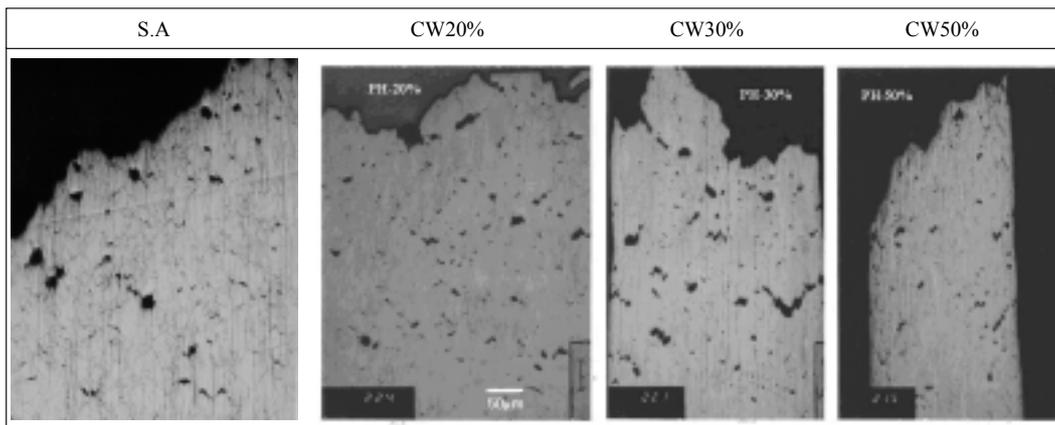


Fig. 6 Creep cavity observed with cold-work levels of type 316LN SS

Fig. 6은 동일한 응력 및 온도조건에서 0%(S.A), 20%, 30%, 50%로 냉간 가공된 강에 대하여 크리프 cavity의 성장 및 분포를 시편의 길이방향으로 관찰한 사진이다. Cavity의 변형 방향은 응력방향의 직각방향이며 크리프 수명이 좋았던 30% 가공율에서는 cavity들이 전 단면에 걸쳐 골고루 성장되어 있음을 보인다. 50%의 높은 가공율에서는 cavity들의 큰 성장 없이 과단이 일어나고 있음을 보인다.

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. 크리프 수명이 가장 길었던 30% 가공율에서는 입계 및 입내에 비교적 미세한 석출물이 균일하게 분포되고 있다. 그리고 용체화 처리된 시편에 비해 냉간가공을 한 시편에서 기지내에서의 미세한 석출물들이 분포되고 있음을 관찰할 수 있는데, 이러한 기지내의 미세한 석출물은 석출강화 효과를 나타내어 크리프 수명향상에 기여하는 것으로 알려져 있다.⁽⁹⁾

Fig. 8은 크리프 시험전의 냉간 가공율에 따른 TEM 관찰 사진을 나타낸 것으로 검은 띠들의 기계적 쌍정변형(mechanical twin) 조직들이 관찰되고 있다. 냉간 가공율이 증가함에 따라서 쌍정변형 밴드 폭은 줄어들지만 조밀해지며 전위들이 관찰되고 있음을 보인다. 크리프 시험 후의 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 변형 결함의 생성과 전위에

서의 석출물의 양이 상대적으로 감소하였기 때문에 크리프 수명이 저하된 것으로 사료된다.

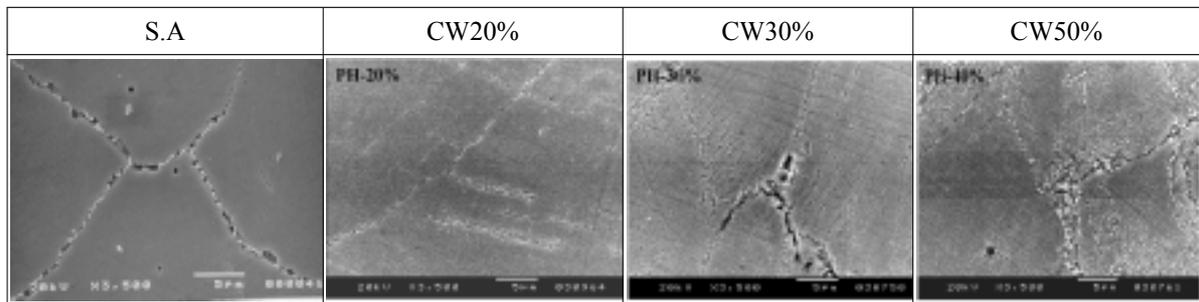


Fig. 7 Precipitates observed with cold-work levels of type 316LN SS

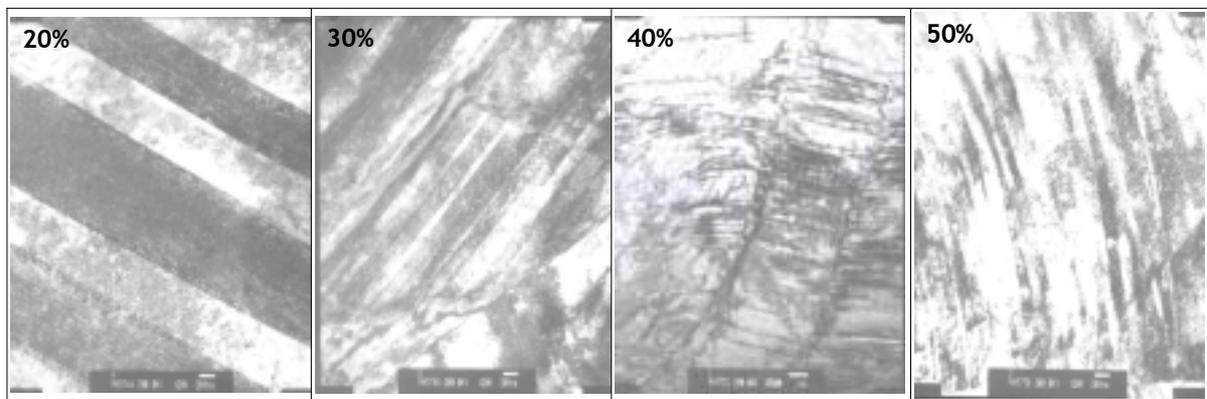


Fig. 8 TEM photos observed with cold-work levels of type 316LN SS

4. 결론

316LN 스테인리스강을 0%(용체화 처리), 20%, 30%, 40%, 50%의 냉간 가공율에 따라 제조하여 냉간가공재가 크리프 수명에 미치는 영향을 조사하였다. 고온 크리프 파단수명은 30% 가공율에서 가장 높은 값을 보였으며 그 이상이 되면 오히려 감소하였다. 이러한 결과는 30% 가공율에서 입계 및 입내에 미세하게 분산된 석출물의 생성에 기인되며, 이들 석출물에 전위가 고정되어 장시간 유지되므로 해서 크리프 특성이 좋았던 것으로 판단된다. 반면 30% 이상의 가공율에서는 과도한 변형결함을 일으키고, 변형 부위에 거칠은 석출물이 부분적으로 과도하게 발생되어 크리프 수명이 감소한 것으로 사료된다. 냉간 가공된 시편의 크리프 파면조직은 가공율이 증가함에 따라서 입계파괴에서 입계 및 입내 파괴가 일부 혼재하는 조직을 보이다가 30% 이상의 가공율에서는 입계파괴가 관찰되지 않는 치밀한 조직을 보였다. 냉간가공 시편에서의 이러한 치밀한 조직은 높은 가공율로 인하여 발생된 것으로 입계파괴를 일으키지 않기 때문에 크리프 수명이 향상되는 것으로 판단된다.

후 기

본 연구는 과기처에서 시행한 원자력 중장기 연구개발 사업중 원자력재료기술개발 고온강도평가 및 신재료 기술개발 과제에서 수행한 것입니다.

참고문헌

1. 류우석, 김우곤 외, 1998, "액체금속로의 구조 재료 개요", *KAERI/AR-487/98*.
2. Y. Takahashi, 1995, "Long-Term High Temperature Strength of 316FR", *PVP ASME*, 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, "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. 253~260 (1991).
9. 김우곤, 김대환, 류우석, 국일현, "AISI 316L(N) 스테인레스강의 Creep 특성에 미치는 인의 효과", '98추계원자력학회논문집, p. 216 (1998).
10. 김성호, 국일현, 류우석, 김우곤 외, "일본의 액체금속로 핵연료 피복관 개발", *KAERI/ AR-482/98* (1998).