

‘98 추계 학술발표회 논문집  
한국원자력학회

AISI 316L(N) 스테인레스강의 Creep 특성에 미치는 인(P)의 효과  
Effect of Phosphorus on the Creep Properties  
in AISI 316L(N) Stainless Steel

김우곤\*, 김대환, 류우석, 국일현  
한국원자력연구소  
대전광역시 유성구 덕진동 150번지

이윤규  
충남대학교

요 약

액체금속로용 후보재료로 주목되는 316L(N) 스테인레스강에서 인(P)의 함량을 변화시킨 3 Heats(P0:0.002%, PL:0.009%, PH:0.018%)를 제조하여 크리프 특성을 조사하였다. 동일한 응력하에서 크리프 파단수명은 인의 함량 증가에 따라서 증가하고 크리프 속도는 감소하였다. 인의 함량에 따라 크리프 파단연신율의 변화는 거의 없었으며, 고온강도 차이는 무시할 정도였다. 파단면은 전형적인 입계에서의 wedge crack을 보였으며, 인의 함량에 따른 큰 차이를 관찰하기는 어려웠다. 스테인레스강에 통상 함유된 0.02% 인의 함량은 입계 석출물 및 크리프 cavity 생성에 큰 영향을 미치지 않으며 크리프특성은 오히려 향상되는 것으로 밝혀졌다.

Abstract

Creep properties on three heats(P0:0.002%,PL:0.009%,PH:0.018%) of 316L(N) stainless steels have been investigated at 550°C and 600°C. With phosphorous(P) amounts, creep rupture life increased without changing rupture elongation and creep rate decreased. Hot tensile strength with P contents was a very slight difference. Crept fracture photographs showed the typical wedge cracks observed in stainless steel, but it was difficult to find some differences for P0, PL, PH specimens. Ordinary amount(0.02%) in P content in stainless steel was not largely effected in forming both grain boundary precipitates and creep cavities. Consequently, P content of 0.02% was improved in creep properties.

1. 서 론

21세기 미래형 원자로로서 이용이 기대되고 있는 액체금속로(LMR)는 운전온도(약

550°C)가 높아 사용되는 재료는 고온 열하중 설계를 행하며 이때 크리프, 크리프-피로 등의 성질이 중요하게 고려된다. 액체금속로의 구조재료로는 사용 경험이 많고 고온강도, 연성, 인성, 내식성등이 우수한 오스테나이트 스테인레스강이 주요 기기에 많이 사용되고 있다.[1] 특히 316계 스테인레스강은 고온에서 장시간 사용시 조직의 안정성이 우수하여 크리프 특성이 304계에 비해 우수한 재료로 알려지고 있다[2]. 이 강에서 탄소량을 0.03% 정도로 제한하여 고온에서 입계 탄화물의 석출을 줄이는 반면, 고용도가 C에 비해 큰 N을 기본 강화원소로 하여 고온강도와 크리프연성을 떨어뜨리지 않는 316LN강이 개발되고 있으며, 미량원소의 첨가효과에 대한 크리프특성 연구가 많이 진행되고 있다.[3-6] 오스테나이트 스테인레스강에서 인(P)과 같은 불순물은 취성과 공공농도를 증가시켜  $M_{23}C_6$  입계석출을 가속시키므로 일반적으로 나쁜 첨가물로 받아 들여져 왔다. 그러나 최근 스테인레스강에서 적당량의 인은 크리프파단 연성과 강도를 높이는 역할을 하는 것으로 밝혀짐에 따라[1,6] 용접성 및 부식성을 해치지 않는 범위 내에서 인의 효과에 대한 크리프특성 연구가 관심을 끌고 있다. 또한 316LN 강에 대한 고온기기 설계시 사용될 크리프특성과 관련된 재료 물성치 및 여러상수들의 자료는 제한되어 있으며 부족한 실정에 있다.

본 연구에서는 액체금속로의 후보 재료로 주목되는 316L(N) 스테인레스강에서 인(P)의 첨가량을 달리한 3 Heats를 진공유도용해로 제조하여 인의 효과에 대한 크리프특성을 조사하고자 하였다. 액체금속로의 운전온도에서 크리프시험을 하여 응력-크리프파단시간( $tr$ ), 응력-최소크리프속도( $\dot{\epsilon}_{min}$ ),  $tr-\dot{\epsilon}_{min}$ 의 관계를 얻어 이들 관계를 비교 분석하였다. 향후 이들 자료들은 국내에서 추진중인 액체금속로 실증로인 KALIMER(Korea Advanced Liquid Metal Reactor) 구조재료의 설계시 활용될 수 있을 것이다.

## 2. 실험

시험에 사용된 3 Heats의 316L(N) 강 화학조성은 표 1과 같다. 합금 용해시 질소의 목표량은 0.10% 로 하였고, 인의 함량을 0.002%(P0), 0.009%(PL), 0.018%(PH) 로 하였다. 크리프 시편은 진공유도용해로 제조된 30kg 잉곳을 1270°C의 알곤 분위기에서 2시간 유지후 열간압연하여 두께를 15mm 로 줄인 다음 압연방향이 시편의 길이방향이 되도록 시편을 가공하였다. 이것을 1100°C에서 1시간 동안 알곤 분위기에서 용체화 처리하여 수냉후 게이지 길이가 36mm, 직경이 6mm인 봉상의 크리프 시편을 제조하였다. 시편의 게이지길이부에 대해서는 연마지 1000번 까지 길이방향으로 표면연마하였다. 고온 인장 시편은 크리프 시험과 동일한 조성의 잉곳에 대하여 열간압연으로 두께를 3.3mm까지 가공한 다음, 크리프 시편과 같은 조건으로 열처리를 하여 게이지 길이 25.0mm, 두께 3.0mm인 판상시편을 제조하였다.

크리프 시험은 arm ratio가 20:1 인 일정하중방식 시험기를 사용하였으며, 시간경과에 따른 시편의 변형량은 extensometer로 부피의 변위를 LVDT 를 거쳐 PC 로 자동으로 읽어 들인 후 저장하였다. 시험온도는 550°C 및 600°C에서 수행하였고, 시편의 게이지길이 중앙부에 열전대를 사용하여 온도편차를 ASTM 의 오차 범위 내로 제어하였다. 고온

인장시험은 INSTRON 사의 4505를 사용하여 변형속도를  $2 \times 10^{-3} \text{ sec}^{-1}$  로 하였고, 시험온도는 상온에서부터 800°C 까지 100°C 간격 및 액금로의 운전온도 영역인 550°C 에서 수행하였다. 그리고 크리프 파단된 시편에 대하여 OM 및 SEM 분석을 위한 시편준비는 염산, 초산, 질산, 물을 10%:15%:10%:65% 비로 혼합한 용액에서 5 분간 에칭하였다.

표 1. 316L(N) 스테인레스강 시편의 화학조성(wt. %)

Element 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	0.08
PL	0.018	0.65	0.97	0.009	0.004	17.22	12.44	2.39	0.10
PH	0.019	0.63	0.97	0.018	0.004	17.26	12.35	2.41	0.10

### 3. 결과 및 고찰

#### 3.1 고온인장 특성

그림 1은 316L(N)강의 상온에서 800°C 까지 인의 함량에 따른 고온 인장강도 특성을 나타낸다. 고온 인장 및 항복강도에 있어서 인의 함량에 따라 전체적인 경향으로 보면 큰 차이는 없으나 인을 첨가하지 않은 P0 에 비해 PL, PH가 약간 높다. 그리고 크리프 시험을 행하는 응력영역이 될 수 있는 항복강도는 인을 함량이 적은 P0 시편에 비해 PL, PH 시편에서 강도가 미소하게 증가를 보이고 있다. 고온연성은 그림 2의 결과에서 처럼 P0, PL, PH의 3 Heats 모두 온도에 따라 큰 차이 없이 비슷한 경향을 보이고 있다. 이러한 결과로부터 알 수 있듯이 인의 량이 0.009% 및 0.018% 인 시편이 인을 첨가하지 않은 시편에 비해 고온강도 및 연성이 미소한 경향으로 향상되므로 크리프 강도가 높을 것으로 판단할 수 있다. 그리고 3 Heats 중 PH 시편에 대하여 온도별 고온인장 파면을 주사전자 현미경으로 관찰한 결과, 파면형태는 연성과괴이며 온도가 증가할수록 dimple 들의 크기가 크게 되는 경향을 보였다.

#### 3.2 크리프파단 특성

그림 3은 인의 함량에 따른 응력-파단시간의 관계를 나타낸 결과이다. 그림에서 동일한 응력조건에서 3 Heat를 비교하여 보면  $P0 < PL < PH$  순으로 크리프파단 수명이 길어지고 있다. 그리고 인의 함량에 따른 온도에 의한 결과도 뚜렷이 나타나고 있음을 볼 수 있다. 본 시험 결과가 재료의 항복강도와 비교하여 볼 때 비교적 높은 applied stress, 즉 단시간 시험 결과이기는 하나 전체적인 경향을 볼 때 316L(N) 강에서 통상의 0.02%의 인의 함량은 인을 제거한 경우보다 오히려 크리프 특성이 더 양호하다.

그림 4는 시험온도인 550°C 및 600°C에서 인의 함량에 따른 최소크리프속도(minimum creep rate,  $\dot{\epsilon}_{min}$ )-응력과의 관계를 나타낸 것이다. 최소크리프속도는 크리프시험에서 얻은 정상상태 크리프곡선의 기울기를 계산하여 얻었다. 동일 응력조건에서 크리프속도를 3 Heat에 대하여 비교하여 보면  $P0 > PL > PH$  순으로 감소한다. 각 온도별의 결과도 인의 함

량에 따라 분명하게 잘 나타나고 있다. 즉 550°C 에 비해 600°C에서 크리프속도의 절대 값이 높으며, 인을 0.018% 함유한 PH 시편이 공히 동일 온도조건에서 가장 낮은 크리프 속도를 보이고 있다. 316L(N) 강에서 인은 크리프 속도를 낮추어 크리프 수명을 길게 함을 알려준다. 그림 5는 인의 함량 변화에 따른 크리프 파단 연신율을 온도별로 나타낸 것이다. 인의 함량변화에 따른 크리프 파단 연신율의 변화는 거의 없으나 온도별로 차이는 뚜렷이 나타나고 있다. 즉 동일한 응력조건에서 550°C에 비해 600°C가 훨씬 큰 연신율을 보이고 있다.

한편 크리프기구를 규명 및 해석하거나 단시간 시험으로부터 장시간 파단수명등을 예측하기 위해서는 계산함수에 사용되는 여러 재료상수(m, n, K, C..) 을 구하는 것이 필요하다. 따라서 그림 3 및 4의 의 결과를 이용하여 상수 n 을 구하면, 동일 시험 온도조건에서 응력에 대한 크리프 속도와의 관계는 Norton Law에서

$$\dot{\epsilon} = B \cdot \sigma^n \quad (1)$$

로 된다. 여기서 B 와 n 은 상수이다. 그림 3 및 그림 4의 결과를 이용하여 log를 취하여 n 값을 계산하여 비교하면 표 2와 같은 결과를 얻는다.

표 2. 316L(N)강에서 결정된 n 상수

	P0		PL		PH		average	
	550°C	600°C	550°C	600°C	550°C	600°C	550°C	600°C
n (eq.1)	7.95	7.14	8.09	7.26	8.14	7.43	8.06	7.27

즉 n 의 기울기 값은 온도 및 인의 첨가 영향에 큰 변화가 없으므로 크리프 변형기구는 변화되지 않는 것으로 생각할 수 있다. n의 값은 600°C 인 경우 7.14-7.43 범위로 평균치는 7.27이며, 550°C 인 경우는 7.95-8.14 범위로 평균치는 8.06로 계산되었다. 같은 온도에서의 기울기는 거의 변화가 없으나 온도별로는 약간 차이가 있다. 상용 오스테나이트 스테인레스강의 경우 응력지수 n 값은 3-13 정도이며, 316스테인레스강의 경우는 650°C 에서 7.9 로 보고되고 있다.[7]

그림 6은 크리프 파단시간과 최소크리프속도의 관계를 550°C 및 600°C에 대하여 모든 data를 나타내었다. 온도별 data가 분명하게 구분되어 그려지고 있으며, 600°C인 경우가 550°C 에 비해 기울기가 다소 크다. 정상상태 크리프속도로 부터 고온 크리프수명을 예측할 수 있는 식으로 Monkman-Grant Relation 이 있다. 이 식은

$$\log t_r + m \log \dot{\epsilon}_{\min} = C \quad (2)$$

이며, m 과 C 는 상수이다. 이 식은 단시간 시험으로부터 장기 수명예측에 편리하고 비교적 정확하므로 현재까지 많이 사용되고 있다. 이들 상수를 구하기 위하여 모든 data를 최소자승법으로 fitting 후 식(2)의 관계를 이용하여 m 값을 계산하면 550°C 인 경우

는  $m=1.05$ ,  $600^{\circ}\text{C}$  인 경우는  $m=1.30$  으로 나타났다.  $m$  값을 이용하면 상수  $C$  를 계산하면  $600^{\circ}\text{C}$  인 경우는 6.550,  $550^{\circ}\text{C}$  인 경우는 5.138 로 계산되었다.

### 3.3 미세조직 관찰

그림 7은  $600^{\circ}\text{C}$ 에서 applied stress 를 260 MPa로 하여 크리프파단 단면의 길이방향에 대하여 크리프 cavity 에 대한 미세조직 사진을 보인 것이다. 크리프응력에 의하여 입계에서 316 스테인레스강의 전형적인 wedge crack 이 생성되어 있다. P0에 비해 PH 의 파면에서 wedge crack 량이 다소 적은듯이 보이거나 큰 차이를 구별하기는 어려웠다.

그림 8은 그림 7과 같은 3개의 시편에 대하여 파단면의 직하부분을 SEM 으로 탄화물을 관찰한 것이다. 인의 함량에 관계없이 입계에 탄화물이 석출되어 있음을 확인 할 수 있으나 그 양의 차이는 구별하기 어려웠다. 스테인레스강의 경우 열처리시 입계탄화물은 FCC 구조를 갖는 Cr-rich  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  를 형성하여 입계에민화 현상을 유발하고 이러한 탄화물은 크리프 cavity 의 생성장소로 중요한 역할을 하는 것으로 알려지고 있다.[8] 그러나 인이 입계탄화물 석출현상과의 관계 그리고 탄화물과 크리프 cavity 와의 관계에 대한 연구는 앞으로 더 많은 연구가 수행되어야 할 것으로 사료된다.

## 4. 결 론

316L(N) 스테인레스강에 대하여 인의 함량을 조절한 3 Heats를 실험실 규모로 (30kg/batch) 용해 제조하고 고온강도 및 크리프시험을 실시하여 크리프특성에 대한 인의 효과를 조사하였다. 동일한 응력하에서 크리프파단 수명은 인의 함량 증가에 따라서 증가하였으며, 크리프속도는 감소하였다. 인의 함량에 따라 크리프 파단연신율의 변화는 거의 없었으며, 고온강도 차이는 무시할 정도였다. 파단면은 스테인레스강의 전형적인 입계에서의 wedge crack을 보였으며, 인의 함량에 따른 큰 차이를 관찰하기는 어려웠다. 이러한 결과로부터 인의 효과는 크리프 속도를 낮추어 주어 크리프 수명에 영향을 미치는 것으로 나타났으며, 통상 0.02% 인의 함량은 입계 석출물 및 크리프 cavity 생성에 큰 영향을 미치지 않으며 오히려 크리프특성은 향상되는 것으로 밝혀졌다. 그러나 입계에서의 탄화물 석출거동에 따른 cavity 생성과 인의 관계는 불명확하였다.

## 참 고 문 헌

1. 류우석 외, "액체금속로 구조재료 개요", KAERI/AR-487/98, (1998)
2. T. Nakazawa, et al., "Relation between creep rupture elongation and time-to-rupture in type 304 and 316 stainless steels", ISIJ, Japan pp 98-105 (1989)
3. T. Nakazawa, et al., "Effects of nitrogen and carbon on creep properties of type 316 stainless steels", Proc. high nitrogen steels conf., HNS 88, pp 218-224 (1988)
4. M.D. Mathew et al., "Influence of carbon and nitrogen on the creep properties of type 316 stainless steel at  $873\text{K}$ ", Materials Science and Engineering, A148 pp 253-260 (1991)

5. J. K. Solberg, "The influence of carbon and nitrogen on the high temperature creep properties of AISI type 316 austenitic stainless steel", *Materials Science and Engineering*, pp 39-44 (1982)
6. Yuzo Hosoi, et al., "Improvement of creep properties and cavity formation of modified type 316 austenitic stainless steel by microalloying with phosphorus and carbon", *Proc. of the 2nd Int. conf. on creep and fracture of engineering materials and structures part II*, 1st-6th April, pp 763-773 (1984)
7. Hermann Riedel, et al., "Fracture at high temperature", *Spring-Verlag Berlin Heidelberg New York London Paris Tokyo*, p 390 (1986)
8. S. W. Nam et al., "Effect of phosphorus on the creep-fatigue interaction in AISI 304L stainless steel", *J. of the Korean Inst. of Met. & Mater.*, Vol.30, No.11, pp1401-1406(1992)

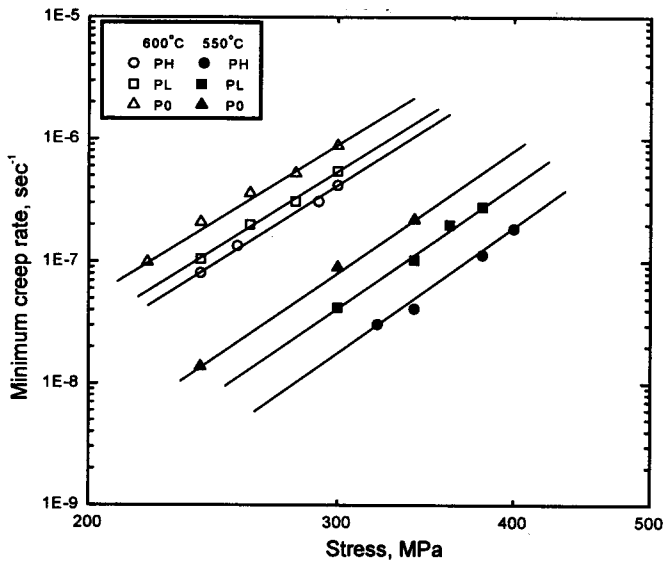


Fig.4 Minimum creep rate vs. time to rupture(*tr*) at 550°C and 600°C.

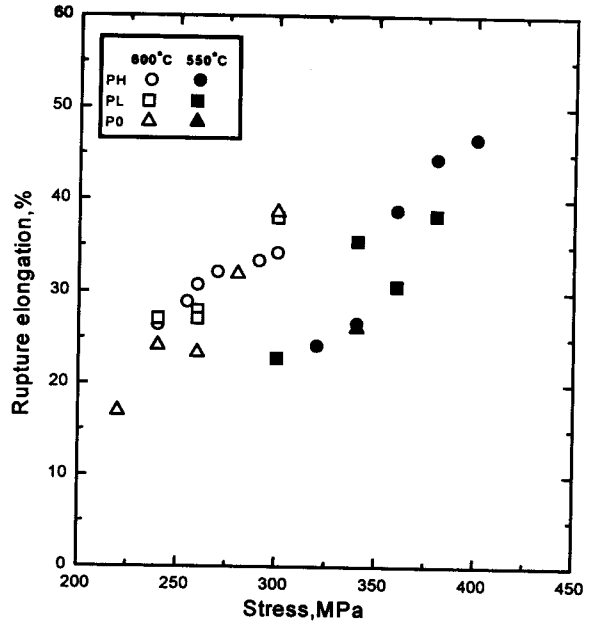


Fig.5 Rupture elongation of 316L(N) steel at 550°C and 600°C

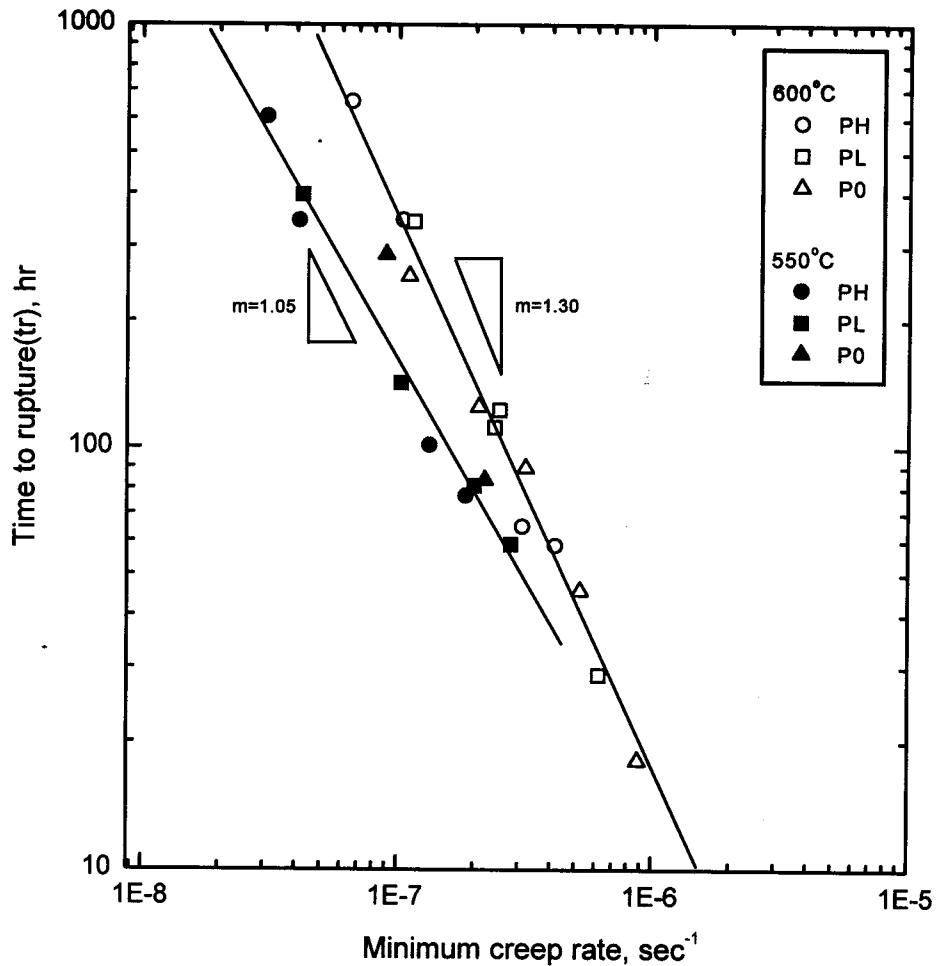
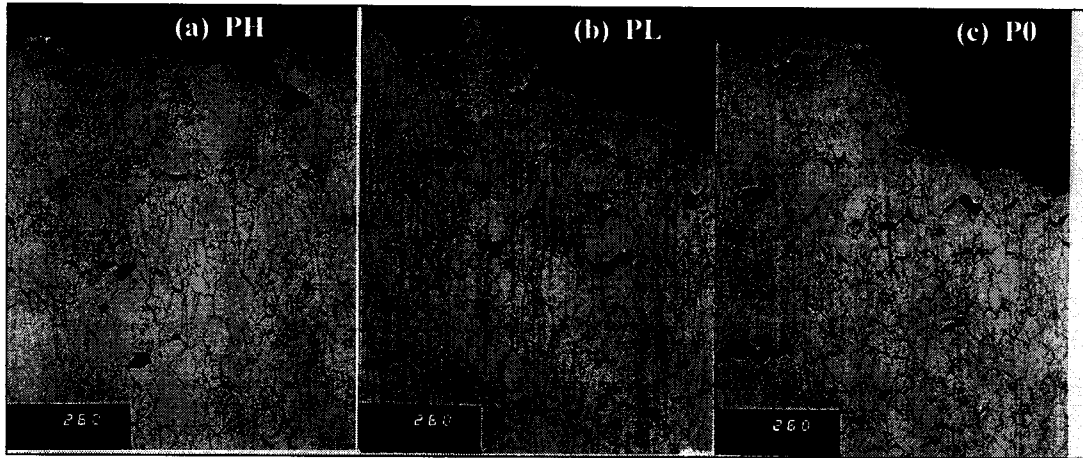
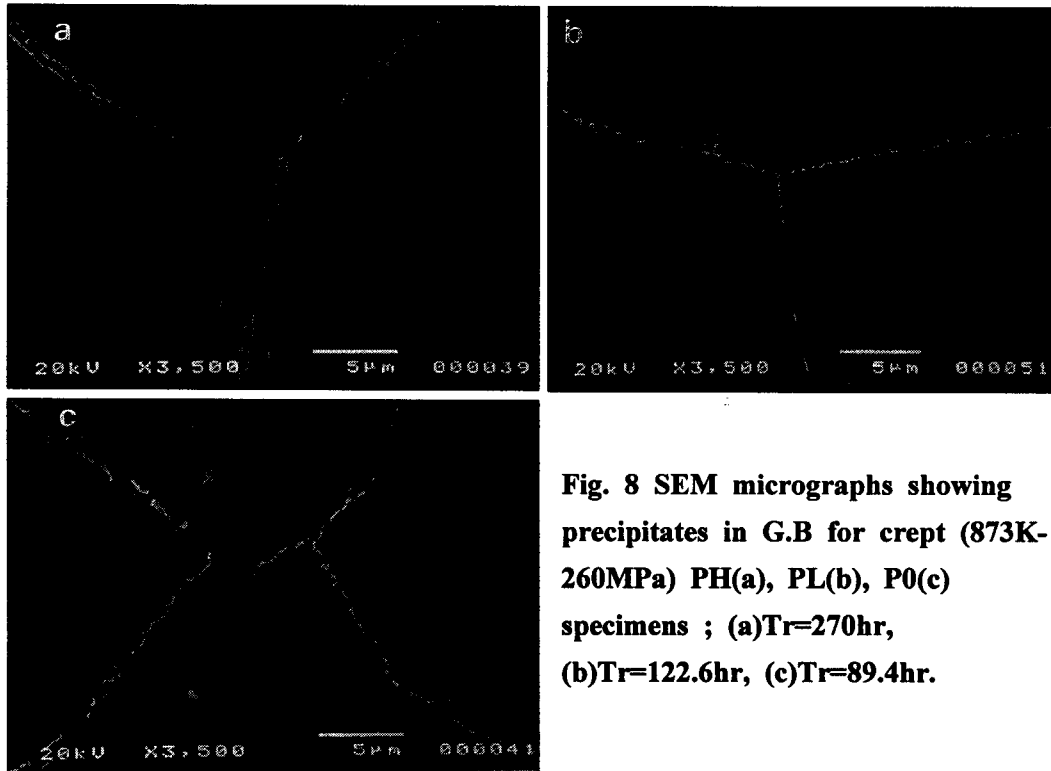


Fig.6 Time to rupture, *tr* on the minimum creep rate for 316L(N) steel.



**Fig.7 Optical micrographs showing creep cavities in crept (873K-260MPa-rupture) PH, PL, P0 specimens ; (a) Tr=270hr, (b)Tr=122.6hr,(c) Tr=89.4hr.(50x)**



**Fig. 8 SEM micrographs showing precipitates in G.B for crept (873K-260MPa) PH(a), PL(b), P0(c) specimens ; (a)Tr=270hr, (b)Tr=122.6hr, (c)Tr=89.4hr.**