

## STS316L의 고온피로균열에 미치는 인장유지시간의 효과 및 결정립크기에 따른 크리프 거동에 관한 연구

김수영, 김문진, 노연호(성균관대 대학원), 임병수(성균관대 기계공학부)

### The Effect of Tensile Hold time on the Fatigue Crack Propagation Property and Grain Size on the Creep Behavior in STS 316L

S.Y.Kim, M.J.Kim, Y.H.Rho, B.S.Lim

#### Abstract

The heat resistant material, in service, may experience static loading, cyclic loading, or a combination of two. An experimental study of crack growth behavior of STS 316L austenitic stainless steel under fatigue, and creep-fatigue loading conditions were carried out on compact tension specimens at various tensile hold times. In the crack growth experiments under hold time loading conditions, tensile hold times were ranged from 5 seconds to 100 seconds and its behavior was characterized using the  $\Delta K$  parameter.

The crack growth rates generally increase with increasing hold times. However in this material, the trend of crack growth rates decreases with increasing hold times for short hold time range relatively. It is attributed to a decline in the cyclic crack growth rate as a result of blunting at the crack tip by creep deformation.

The effect of grain size on the creep behavior of STS 316L was investigated. Specimens with grain size of 30, 65 and 125 $\mu\text{m}$  were prepared through various heat treatments and they were tested under various test conditions. The fracture mode of 316L changed from transgranular to intergranular with increasing grain size.

#### 1. 서론

스테인리스 강은 고온 강도 및 내 부식성이 우수하여 일반적으로 자동차의 배기 가스계나 물

딩, 머플러에 사용된다. 특히 오스테나이트계 스테인리스 강은 가공성, 용접성 및 고온강도가 뛰어나기 때문에 자동차 외에도 고온 설비들의 배관계통에 쓰이고 있다<sup>(1,2)</sup>.

고온에서 정하중과 동하중이 동시에 또는 반복적으로 작용되는 경우 크리프 변형에 의한 재료의 손상과 피로에 의한 균열의 생성 및 전파가 재료의 조기파단을 초래하게 된다. 특히 원자력 발전소의 압력용기, 발전용 보일러 및 핵반응로 등과 같은 고온 구조물은 가동 혹은 가동 전후로 하여 고온에서 정적인 하중과 동적인 하중을 동시에 받게 되며 이로 인해 재료는 피로 손상과 더불어 크리프 손상을 받게된다.<sup>(3)</sup> 따라서 이러한 고온 구조물의 설계나 수명 평가를 위해서는 크리프-피로 상호작용에 대한 정확한 이해가 필요하다.

고온에서 사용되는 배관들은 주로 용접된 형태로 사용되며 용접부들은 용접 입열에 의해서 결정립크기가 조대해지는 경우가 흔히 발생한다. 또한 고온에서 장시간 사용 시 결정립의 크기는 조대화 된다. 따라서 결정립의 크기가 크리프 거동에 미치는 영향에 대한 연구가 고온 설비의 안전성 확보를 위해 요구된다.

본 연구에서는 STS 316L 재료의 서로 다른 인장유지시간에 따른 고온 피로균열거동을 조사하여 고온 피로에 미치는 인장유지 시간의 효과를 파괴역학 파라미터  $\Delta K$ 를 이용하여 비교, 분석하였으며, 결정립 크기가 크리프 거동에 미치는 영향을 온도 및 응력을 변수로 하여 고찰하였다. 그리고 각각의 실험 후 파단면의 SEM 관찰을 통해 이들의 영향을 미시적 관점으로 고찰하였다.

## 2. 실험 방법

### 2.1 고온 피로 균열 성장 실험

#### 2.1.1 시편의 제작

시편재료는 오스테나이트계 스테인리스인 STS 316L을 사용하였으며, 그 화학적 성분은 Table 1에 나타내었다.

시편 가공 후 열처리를 할 경우 발생할 우려가 있는 표면 산화층 생성을 막기 위해 시편 가공 전에 열처리를 하였다. 열처리는 제조 시 발생되었을 석출물을 용해시키고, Grain size를 같게 할 목적으로 용체화 처리(solution treatment)를 수행하였으며, 1130°C에서 20분간 유지한 후 수냉하였다. 피로실험 시편은 CT시편 형상으로 Fig. 1과 같다.

Table 1 Chemical composition of STS 316L (wt.%)

C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	Fe
0.02	0.62	0.69	0.021	0.002	17.37	12.23	2.16	Bal.

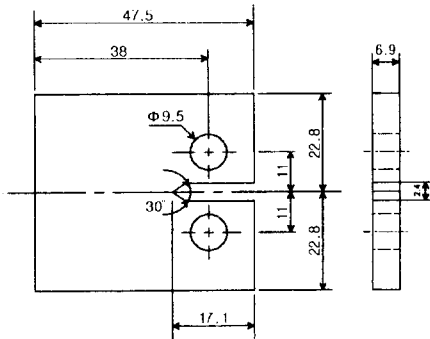


Fig. 1. Geometry of CT specimen.

Table 2 Conditions of the fatigue tests. Loading (unloading) time 0.05sec., Load ratio 0.1

Hold time	Loading waveform	Initial $\Delta K$ (MPa $\sqrt{m}$ )	Final $\Delta K$ (MPa $\sqrt{m}$ )
0sec.	triangular	15.4	23.6
5sec.	trapezoidal	15.1	25.3
10sec.	trapezoidal	14.6	25.3
50sec.	trapezoidal	20.6	26.6
100sec.	trapezoidal	20.4	26.4

#### 2.1.2 피로 균열 성장 실험

STS 316L의 고온 피로균열에 미치는 인장

유지시간의 효과를 평가하기 위하여 용체화 처리한 시편을 사용하여 삼각 파형의 최대 하중점에서 인장유지 시간을 준 피로실험을 수행하였다.

피로실험은, 10ton 용량의 전기 유압식 시험기로 600°C에서 ASTM E 647에 준하여 수행하였으며, 실험조건은 Table 2와 같다. 또한 균열 길이는 전위차법(Electric Potential Drop Method)을 이용하여 측정하였다.

### 2.2 크리프 파단 실험

#### 2.2.1 열처리 및 시편의 제작

결정립 크기를 변화시키기 위해 시편의 열처리는 1050°C에서 1시간, 10시간 동안 유지하고, 1150°C에서 10시간 유지한 후 수냉하였다. 열처리 결과는 Table 3에 나타내었다. 열처리가 끝난 재료는 Fig. 2의 형상으로 크리프 실험용 시편을 가공하였다.

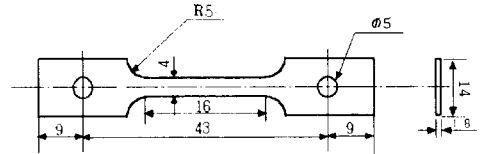


Fig. 2. Geometry of creep specimen

Table 3 Heat treatment for grain size control.

Heat Treatment		Average Grain Diameter	
Temperature	Time	ASTM(#)	$\mu m$
1050°C	1hr	7.2	30
1050°C	10hr	5.2	65
1150°C	10hr	3	125

#### 2.2.2 미세조직 관찰

열처리가 끝난 시편의 결정립 크기를 ASTM E 112에 준하여 측정할 결과 각각 30 $\mu m$ , 65 $\mu m$ , 125 $\mu m$ 의 값을 얻었다. Fig. 3은 각각의 미세 조직 사진이다.

#### 2.2.3 인장 실험 및 크리프 실험

고온 강도에 미치는 결정립 크기의 영향을 평가하기 위해서 각기 다른 결정립 크기를 가진 시편을 고온(620°C)에서 인장 실험, 크리프 파단 실험을 수행하여 인장 강도, 연신율 등을 구하였다.

인장 실험용 시편은 KS B 0801에 준하여 14A호 시편으로 제작하였고, ASTM E 8에 준하여 상온 인장 실험을 수행하고, ASTM E 21에 준하여 고온 인장 실험을 수행하였다.

크리프 파단 실험은 ASTM E 139에 준하여 온도 570℃, 620℃, 670℃(0.5-0.6Tm)에서 응력 조건 248MPa, 268MPa, 288MPa로 수행하였다. 시험 장비는 사하중(dead weight) 방식 크리프 시험기를 사용하였다.

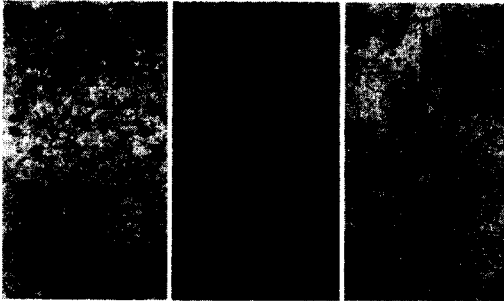


Fig. 3. Microstructure of STS 316L steel observed by optical microscope. (a) specimen 1, GS:30µm, (b) specimen 2, GS: 65µm, (c) specimen 3, GS:125µm \*GS: grain size

### 3. 실험결과 및 고찰

#### 3.1 인장유지시간에 따른 피로 균열 성장 실험

Fig. 4는 0초와 5초, 10초, 50초, 100초의 인장유지시간을 준 피로 실험결과를  $da/dN$ 과  $\Delta K$  선도로 나타내었다. 0초와 5초의 인장유지시간을 준 피로 실험 결과는 그림에서 알 수 있듯이 거의 비슷한 결과를 나타내었으나, 전반적인 추세는 5초의 인장유지시간을 준 균열 성장 속도보다 순수 피로(0초의 인장유지시간) 균열 성장 속도보다 감소하는 경향을 나타내었다. 또한 10초의 인장유지시간을 준 피로 실험은 균열 성장 속도가 0초와 5초의 인장유지시간을 준 피로실험 결과에 비하여 감소하였음을 알 수 있다.

$\Delta K$ 가  $20.4 MPa\sqrt{m}$ 에서  $26.6 MPa\sqrt{m}$ 인 범위에서 균열 성장 속도를 비교하여 보면, 50초의 인장유지시간을 준 피로 실험결과는 10초와 비슷한 결과를 나타내었고 100초의 인장유지시간을 준 피로실험 결과와 비교하면 다시 균열 성장속

도가 10초와 50초의 인장유지시간을 준 피로 균열 성장 속도보다 증가함을 알 수 있으나, 순수 피로 균열 성장 속도보다는 감소했음을 알 수 있다.

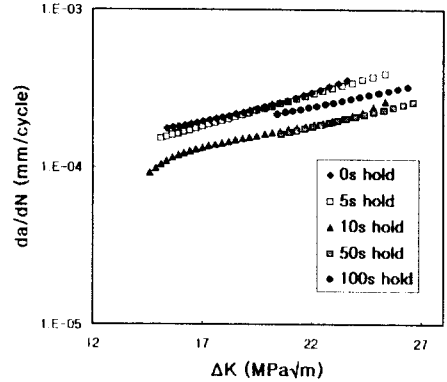


Fig. 4.  $da/dN$  vs.  $\Delta K$  curve at various tensile hold times(0, 5, 10, 50, 100 sec.)

순수 피로균열 성장속도에 대한 인장유지시간을 준 피로균열 성장속도의 증감 비율을  $\Delta K$ 가  $23 MPa\sqrt{m}$ 인 지점에서 비교하면, 5초가 10.5%, 10초가 40.5%, 50초가 42.0%, 100초가 22.8%의 감소경향을 나타내었다.

이상의 결과를 통하여 보면 STS 316L은 본 연구에서 수행한  $\Delta K$ 영역에서 상대적으로 짧은 인장유지시간에서 오히려 사이클당 균열 성장 속도가 인장유지시간이 없는 순수 피로에서의 균열 성장 속도보다 감소하는 경향을 보였다

이러한 균열성장속도의 감소 원인으로서는 산화에 의한 균열단합 현상 및 크리프 변형에 의한 균열선단의 둔화(blunting)등이 고려될 수 있으며, 본 연구에서는 균열성장속도의 감소 원인을 균열선단의 둔화로 가정하고, 이를 파면관찰을 통하여 고찰하기 위해 또 다른 실험을 Fig. 5와 같이 수행하였다.

본 연구에서 각각의 인장유지시간을 준 피로 실험을 수행한 전 범위의  $\Delta K$ 영역에서 순수 피로 실험 중간에 최대하중으로 80분의 인장유지시간을 3회 준 결과, Fig. 5와 같이 인장유지시간을 준 부분에서 눈에 띄게 균열성장속도가 감소함을 알 수 있다.

Fig. 6는 Fig. 5에서 수행한 피로 실험 시편

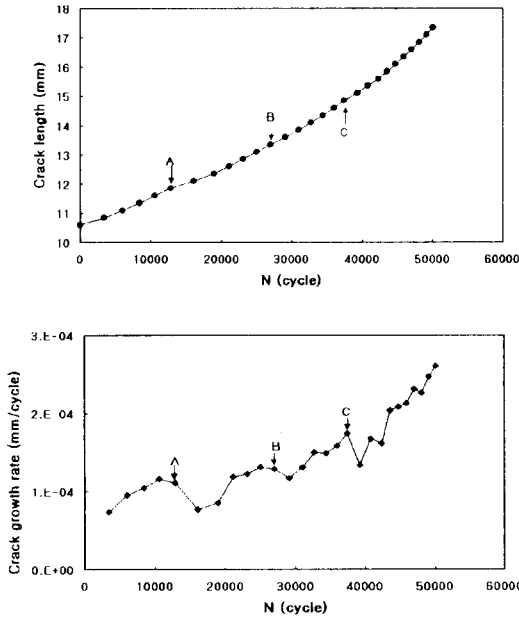


Fig. 5. Fatigue crack growth test with 80min. hold time applied at the maximum load at different crack lengths A, B and C (at 600°C)

에서 지점 (A)의 인장유지시간을 준 파단면 일부를 전자 주사 현미경 (S.E.M.)을 이용하여 촬영한 사진이다

80분의 인장유지부에서는 균열이 거의 진전하지 않았으며, 사진에서 알 수 있듯이 그 파면에서는 dimple 들이 관찰되었다. 파면에서의 dimple들로 미루어 보아 결국 인장유지시간 동안 균열 선단에서는 크리프 하중에 의한 변형이 생겼음을 알 수 있으며, 이러한 크리프 변형은 균열 선단을 무더지게 하는 역할을 한 것으로 고찰할 수 있다.

결론적으로 인장유지시간은 균열 선단에서의 크리프 변형에 의해 둔화(blunting)를 야기하며, 다시 균열이 전파하기 위한 resharpening 시간이 요구되므로 전반적인 균열 성장 속도는 감소하게 된다. 이러한 경향은 Basant 등<sup>(4)</sup>과 Adefris 등<sup>(5)</sup>의 연구 결과와도 일치함을 알 수 있다.

Fig. 7은  $\Delta K$  값이  $23 \text{ MPa}\sqrt{m}$ 인 곳에서의 인장유지 시간에 따른 균열성장률을 나타낸 것이다. 사다리꼴 파형에서 하중 증가와 감소 영역 즉, 피로에 해당되는 부분의 균열성장 속도는 인

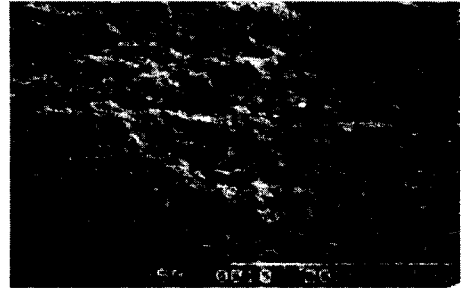


Fig. 6 Fractured surface of fatigue crack growth test with hold time applied at the maximum load

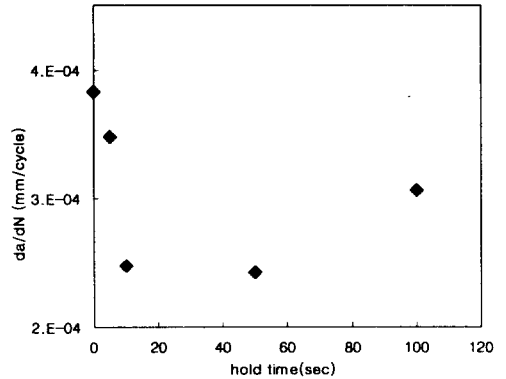


Fig. 7. Crack growth rate as a function of hold time at  $\Delta K=23\text{MPa}\sqrt{m}$ .

장유지 부분의 크리프 변형에 의해 점점 감소하게 되고, 반면 인장유지시간을 준 영역에서는 유지시간이 길어짐에 따라 점차로 크리프에 의한 균열 성장속도는 증가하게 된다. 결국, 상대적으로 짧은 인장유지시간에서는 균열 선단의 둔화로 인하여 전체 균열 성장 속도는 감소하게 되고, 주로 사이클 의존적 균열 성장 거동이 지배적이며, 차츰 인장유지시간이 길어짐에 따라 크리프에 의한 균열 성장속도가 증가하여 전체 균열 성장 속도는 증가하게 되고, 주로 시간 의존적 균열 성장 거동이 지배적이게 된다.

고온에서 비교적 연성이 높은 재료는 균열선단의 둔화(blunting)가 용이하게 발생할 수 있으므로, 대부분 위와 같은 경향이 나타날 것으로 사려되며, 본 연구에서 사용한 STS 316L 역시 연성이 높은 재료이므로 이상과 같은 결과를 얻

은 것으로 고찰할 수 있다.

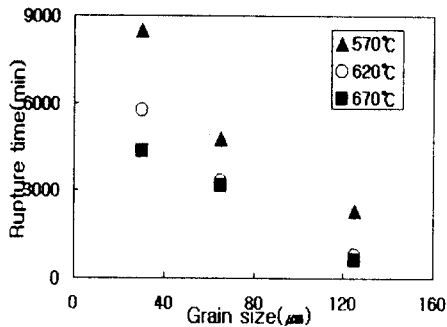
### 3.2 인장 실험 및 크리프 파단 실험

Table 4는 결정립 크기가 각기 다른 시편의 상온 및 620°C에서의 인장 실험의 결과이다.

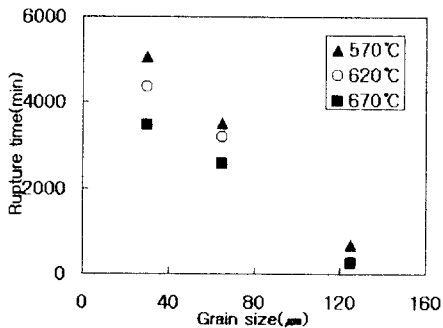
Table 4 Tensile properties of various grain size specimens at 620°C

Grain Size ( $\mu\text{m}$ )	U.T.S(MPa)	Y.S(MPa)	Elong.(%)
30	546.8	291.8	32.5
65	530.9	286.0	34.1
125	529.7	270.8	36.2

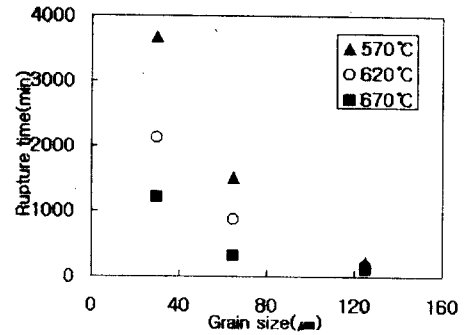
고온 인장 실험 결과를 보면 결정립의 크기가 증가함에 따라 인장 강도, 항복 강도는 감소하고, 연신율은 약간 증가함을 알 수 있었다.



(a) Creep rupture time vs. grain size (248MPa)



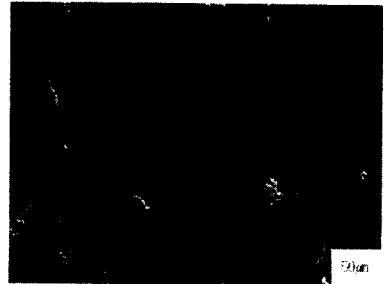
(b) Creep rupture time vs. grain size (268MPa)



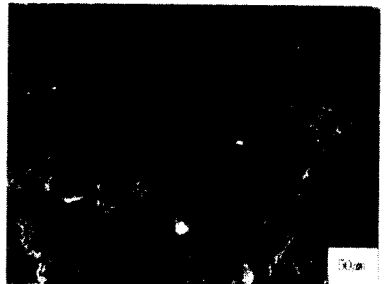
(c) Creep rupture time vs. grain size (288MPa)

Fig. 8. Variation of rupture time with grain size at various stress.

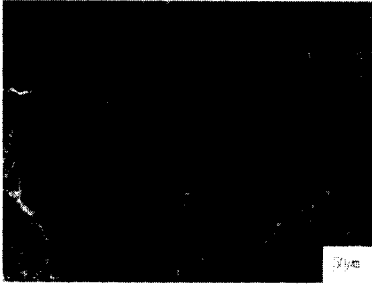
Fig. 8은 결정립 크기와 크리프 파단 수명과 의 관계를 나타낸 것이다. 크리프 파단 수명은 온도와 응력이 증가할수록 결정립 크기가 증가함에 따라 감소함을 알 수 있다.



(a) fractography of SEM (GS: 35 $\mu\text{m}$ )



(b) fractography of SEM (GS: 65 $\mu\text{m}$ )



(c) fractography of SEM (GS: 125 $\mu$ m)

Fig. 9. Typical cavities of the creep specimen. (GS: Grain Size)

Fig. 9는 각각의 시편의 파단면을 보여주고 있다. 결정립 크기가 증가할수록 cavity는 성장하여 수명이 감소함을 알 수 있다. 또 파단 양상은 결정립이 큰 경우일수록 입계파단을 나타내었다.

#### 4. 결론

STS 316L을 이용하여 인장유지시간을 0, 10, 50, 100 초로 달리한 사다리꼴 파형의 고온 피로 균열 전파 실험과 결정립 크기에 따른 크리프 파단 실험을 거동을 수행하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

- (1) STS 316L은 상대적으로 짧은 인장유지시간에서 오히려 사이클당 균열 성장 속도가 인장유지시간이 없는 순수 피로에서의 균열 성장 속도보다 감소하는 경향을 보였다.
- (2) 상대적으로 짧은 인장유지시간에서 이러한 균열 성장속도의 감소 경향은 인장유지시간에 의한 크리프 변형이 균열 선단의 둔화(blunting)를 야기하고, 이러한 균열 선단의 둔화로 인하여 다시 균열이 전파하기 위한 resharping 시간이 요구되며 결국 전체 균열 성장 속도는 감소하게 된다.
- (3) 결정립 크기가 증가할수록 크리프 파단시간은 감소하였다
- (4) 파단된 시편의 파단면을 관찰하여 보면 입내 파단에서 입계 파단으로의 천이과정이 관찰되었으며, 결정립의 크기가 증가할수록 입계파단이 뚜렷하게 나타났다.

#### 후기

본 논문은 한국과학재단 산하 성균관대학교 산업설비 안전성평가 연구센터의 연구비 지원으로 이루어진 것으로서, 이에 관계자 여러분들께 감사 드립니다.

#### 참고문헌

- (1) 김용서 외 공역, "자동차 기술 핸드북", 한국자동차 공학회, Vol. 4, pp. 8-12, 1996
- (2) 임지우, 임병수, "STS 316의 시효열화 처리와 크리프 거동 특성" 한국공작기계학회지, Vol.8, No.4, pp.123-129, 1998
- (3) 이진호, "하중증가 조건을 고려한 크리프 파괴 매개 변수에 관한 연구", 성균관 대학교 박사학위 논문, 1997
- (4) Basant K. Parida and Theodore Nicholas, "Frequency and hold time effects on crack growth of Ti-24Al-11Nb at high temperature", Materials Science and Engineering, A153, pp.493-498, 1992
- (5) N. Adefris, A. Saxena and D. L. McDowell, "Creep-fatigue crack growth behavior in 1Cr-1Mo-0.25V steel.", Fatigue Fract. Engng. Mater. Struct. Vol. 19, No. 4, pp.401~411, 1996
- (6) K. V. Jata, D. Maxwell and T. Nicholas, "Influence of Environment and Creep on Fatigue Crack Growth in a High Temperature Aluminum Alloy 8009", Journal of Engineering Materials and Technology, Vol. 116, pp.45-53, 1994
- (7) Y. Asada, M. Ueta, T. Kanaoka, M. Sukekawa, and T. Nishida, "Pressure Vessel and Piping", pp.230, 1992
- (8) Takahashi Ogata, Akito Nitta, " Proposal of Creep- Fatigue Life Evaluation Method for Ferrite Alloy Steels", 日本機械學會論文集 A편, pp.152-158, 1994