

12% Cr 鋼의 크리이프中 轉位舉動에 관한 研究⁺

吳世旭* · 蔣允石**

(1990년 12월 15일 접수)

Study on the Dislocation Behavior during Creep in 12% Chromium Steel

Sea-Wook Oh* and Yun-Souk Chang**

Key Words : Dislocation(轉位), Subgrain(亞結晶粒), The Strength of Obstacle(障礙物의 強度)
The Velocity of Dislocation(轉位速度), Diffusion Coefficient(擴散係數)

Abstract

In order to check the effect of dislocation behavior on creep rate in 12% Chromium steel, 14 samples of different compositions were examined by creep rupture test, and subgrain sizes, distribution of dislocations and precipitates were checked. And, authors reviewed the behaviors of dislocations, the formation and growth of subgrains and precipitates during creep. The results are as the following :

- 1) Creep rates calculated by $\dot{\epsilon} = \rho b v$ show 10~15% higher values than actual data measured. However, authors conclude that the density and velocity of dislocations together with subgrain size are important factors governing deformation during creep in 12% chromium steel.
- 2) The values of the strength of obstacles in the mobility of dislocations are more clearly depended on the effective stress in the range of $10 \pm 5 \text{ kgf/mm}^2$ and increase with the increase of temperature.
- 3) Creep rates decrease with the smaller sizes of subgrains formed and can result in the longer creep rupture lives(hours). The smaller subgrains can be made by forming shorter free gliding distances of dislocations with very fine precipitates formed in the matrix during creep by applying proper alloy design.
- 4) Dislocation mobility gets hindered by precipitates occurring, which are coarsened by the softening process governed by diffusion during long time creep.

+ 1990年度 韓國海洋工學會 秋季學術大會 發表(1990年 12月)

* 正會員, 東亞大學校 工科學

** 正會員, 韓國重工業(株)

Nomenclature

- b : Burgers vector
 C_j : jog concentration
 d : distance between martensite laths
 D_v : the bulk self-diffusion coefficient
 $\dot{\epsilon}$: creep rate
 $\dot{\epsilon}_s$: creep rate in steady state
 $\dot{\epsilon}_i$: initial creep rate
 E : young's modulus
 G : shear modulus
 K : Boltzmann's constant
 ρ_t : total dislocation density
 ρ_m : dislocation density in subgrain
 ρ_{sb} : dislocation density in subgrain boundary
 τ_a, σ_a : applied stress
 τ_b, σ_b : back stress
 τ_e, σ_e : effective stress
 V : dislocation velocity
 V_s : dislocation velocity of steady state
 λ : subgrain size
 α : the strength of obstacle

1. 緒 論

近來에 發電所의 터빈을 좀 더 高溫에서 作動시키기 爲하여 從來의 1% Cr-Mo-V 로터를 12% Cr鋼으로 代置하고자 研究하고 있다.^{1,2)}

Table 1 Chemical analyses of test samples (wt. %)

| Samples | C (%) | Si (%) | Mn (%) | P (%) | S (%) | Ni (%) | Cr (%) | Mo (%) | V (%) | W (%) | Nb (%) | B (%) | Pd (%) | La (%) |
|---------|-------|--------|--------|-------|-------|--------|--------|--------|-------|-------|--------|-------|--------|--------|
| B-1 | 0.12 | 0.24 | 0.51 | 0.020 | 0.010 | 0.79 | 11.20 | 0.30 | 0.20 | 1.76 | 0.060 | 0.002 | — | — |
| B-2 | 0.12 | 0.24 | 0.60 | 0.020 | 0.011 | 0.79 | 11.08 | 0.49 | 0.40 | 1.78 | 0.053 | — | — | — |
| B-6 | 0.12 | 0.25 | 0.49 | 0.019 | 0.009 | 0.79 | 12.95 | 0.49 | 0.20 | 1.78 | 0.052 | — | — | — |
| B-10 | 0.125 | 0.24 | 0.51 | 0.020 | 0.010 | 0.79 | 11.20 | 0.31 | 0.20 | 1.82 | 0.058 | — | — | 0.024 |
| B-11 | 0.17 | 0.24 | 0.68 | 0.022 | 0.013 | 0.51 | 10.54 | 0.99 | 0.20 | 0.25 | 0.060 | — | — | — |
| B-13 | 0.125 | 0.26 | 0.47 | 0.020 | 0.012 | 0.82 | 11.14 | 0.30 | 0.20 | 2.00 | 0.058 | — | 0.057 | — |

12% Cr鋼의 強度의 特性으로서 著者들은 降伏 強度, 疲勞強度와 크리이프 強度가 500°C 以上에서 1% Cr-Mo-V보다 優秀함을 實證한 바 있고³⁾ 크리이프 變形速度를 減少시키기 爲하여 背應力이 높은 合金組成이 重要함을 發表한 바 있다.⁴⁾

金屬材料가 應力을 받으면 變形이 생기고 이때 原子群의 미끄럼(slip)에 의하여 轉位가 發生하며 變形의 增加에 따라 轉位線의 數가 增加하고 多角形化(polygonization)되며 그 결과 亞結晶粒의 合體(Coalescence) 現象이 일어나는 것이 크리이프 變形中의 一般的인 組織의 變化로 알려져 있다.^{5,6,7)} 이러한 轉位の 舉動은 溶質原子의 種類와 濃度에 따라 다르고 第二相이 나타나는 析出의 경우 析出相의 形態에 따라 다른 것으로 알려져 있다.^{8,9)} 그러나, 어떤 特定 材料에 關한 크리이프 中의 各段階에서의 轉位の 舉動에 關하여 整理된 資料는 極히 찾아보기 어렵다.

본 研究에서는 12% Cr鋼의 合金組成에 따라 크리이프 過程에서의 轉位와 亞結晶粒의 舉動이 壽命과의 相關關係를 考察하였다.

2. 試驗片 및 試驗方法

Table 1과 같은 化學成分을 갖는 試驗片을 使用하여 試驗하였다. 試驗片은 大氣中의 誘導爐에서 製造한 20kgf 鋼塊를 鋼板狀으로 製作하였다. 試驗片의 熱處理 方法은 880°C에서 annealing한 후 660°C에서 tempering 하였다. 試驗片의 平均粒徑은 19 μ m(ASTM No.8)이었다. 크리이프 破斷과 背應

力試驗에 사용된 試驗片의 形狀은 ASTM E 139-83에 準하였다. 背應力(back stress)은 引張試驗機(Instron Model 1336)에서 測定하였다. 試驗片을 試驗溫度에서 30分 維持한 後 試驗片에 2時間동안 荷重을 加하고 그후에 應력을 減하여 $\Delta\epsilon=0$ 의 應력을 求하였다. 破斷 壽命은 ATS型 크리이프 試驗機에서 680°C, 8kgf/mm²의 條件에서 破斷時間을 測定하였다. 測定結果의 信賴度를 높이기 위하여 各 條件에서 3個의 試驗片을 使用하였다.

各 試驗片의 轉位의 樣相은 透過電子 顯微鏡으로 觀察하였다. 透過電子 顯微鏡用 薄板은 에칠알콜 90ml와 過鹽素酸 10ml의 混合液 中에서 電流密度 1 A/cm², 液溫 20°C의 條件에서 電解研磨하여 製作하였다.

3. 實驗結果 및 考察

3.1 亞結晶粒의 크기, 轉位密度, 轉位速度와 變形率 關係

680°C에서 8kgf/mm²의 荷重을 걸었을 때 代表的인 試驗片의 크리이프 破斷壽命을 Table 2에 表示한다. 이 中에서 比較의 壽命이 긴 B-1, B-10 試驗片과 壽命이 짧은 B-2, B-6 試驗片의 亞結晶粒의 크기를 影像分析機에서 分析하여 算出한 結果를 Fig.1에 나타내었다.

Table 2와 Fig.1을 보면 크리이프 破斷壽命이 긴 B-1-b, B-10-b 試驗片들의 破斷後의 亞結晶粒의 크기는 比較的 작고 破斷壽命이 짧은 B-2-c, B-6-a 試驗片들의 亞結晶粒의 크기는 比較的 크다. 即, 破斷後의 亞結晶粒이 작을수록 크리이프 破斷壽命이 比較的 긴 傾向을 나타낸다. 따라서, 亞結晶粒의 크기가 破斷壽命과 關係가 있음을 알 수 있고 亞結晶粒을 形成하는 轉位의 狀態를 究明해 보는 것이 必要하다. 이와 關聯되는 研究의 結果式들을 整理하면 다음과 같다.

Sherby¹⁰⁾, Sikka¹¹⁾ 等에 依하면 크리이프에서 亞結晶粒의 크기를 計量化한 關係式은 다음과 같다.

$$\tau_0 = \tau_b + \alpha G b \lambda^{-1} \dots\dots\dots (1)$$

Table 2 Comparison of rupture life(hours) with "B" samples under the nominal stress of 8 kgf/mm² at 680°C

| Samples | Rupture Life (hours) |
|---------|----------------------|
| B-1-a | 1546 |
| -b | 1714 |
| -c | 1518 |
| B-2-a | 162 |
| -b | 101 |
| -c | 221 |
| B-6-a | 617 |
| -b | 612 |
| -c | 1476 |
| B-10-a | 2204 |
| -b | 2490 |
| -c | 2477 |
| B-11-a | 975 |
| -b | inaccurate |
| -c | 501 |
| B-13-a | 1578 |
| -b | 1670 |
| -c | 1678 |

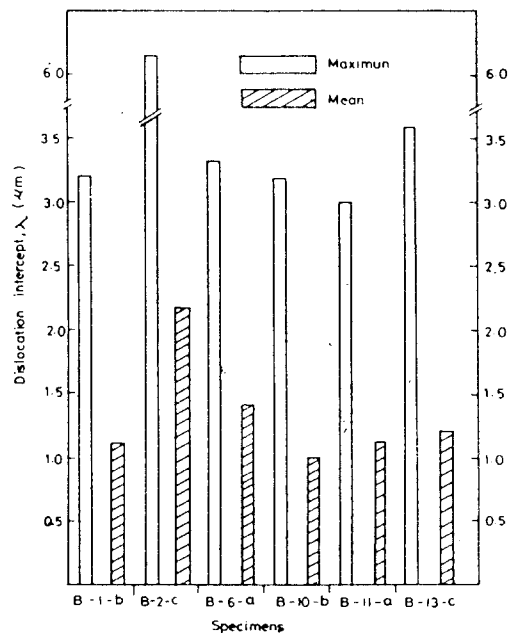


Fig. 1 Block diagram of dislocation intercept sizes in B specimens

(1)式을 다시쓰면, $\tau_e = \tau_0 - \tau_b = \alpha Gb\lambda^{-1}$
 여기서 τ_e 는 有效 剪斷應力이다.
 따라서, $\lambda = \alpha Gb / \tau_e$ (2)

鐵材料의 轉位 密度는 다음 式으로 表示된다.^{(11), (12)}

$$\rho_t = 2 \times 10^{16} \left(\frac{\sigma_a}{E} \right)^{-2} \text{ (cm}^{-2}\text{)} \text{ (3)}$$

亞結晶粒의 크기와 總轉位密度와의 關係는 다음과 같다.⁽¹¹⁾

$$Kt = \lambda \sqrt{\rho_t} \text{ (4)}$$

Kt는 계수

따라서,

$$\rho_t = \left(\frac{Kt}{\lambda} \right)^2 \text{ (5)}$$

亞結晶粒內에서 運動하는 轉位의 數, ρ_m 은⁽⁷⁾

$$\rho_t = 5.2 \rho_m \text{ (6)}$$

亞結晶粒界에 轉位密度, ρ_{sb} 는

$$\rho_{sb} = 4.2 \rho_m = 0.8077 \rho_t \text{ (7)}$$

크라이프 變形率과 轉位密度와의 關係式⁽¹¹⁾은

$$\dot{\epsilon} = \rho b v \text{ (8)}$$

(v는 轉位速度)

여기서,

$G = 0.4E$, $\tau = 0.577\sigma$ 임으로 式(2)를 單軸應力으로 整理하고 $b = 2.48 \times 10^{-8} \text{cm}$ 를 (2)式에 代入하면

$$\lambda = 1.718 \times 10^{-8} \alpha \left(\frac{\sigma_e}{E} \right)^{-1} \text{ (cm)} \text{ (9)}$$

$$\alpha = 5.82 \times 10^3 \left(\frac{\sigma_e}{E} \right) \lambda \text{ (}\lambda : \mu\text{m)} \text{ (10)}$$

Fe-25%Cr alloy의 負荷應力과 亞結晶粒 크기의 데이터를 利用하여 α 를 算定하면 Table 3과 같다.

Table 3의 數値를 가지고 $\alpha - \sigma_a, \sigma_e$ 關係를 Fig.2에 나타내었다. 그림에서 α 는 應力依存性 보다는 溫度依存性이 크며 特別히 有效應力(σ_e)에 對한 α 値는 500-800°C의 溫度범위에서 $\sigma_e \approx 10 \pm 5 \text{ kgf/mm}^2$ 로 單純化되는 傾向으로써 以下에서는 有效應力에 對한 α 値를 考慮한다. 680°C의 α 値는 補間法으로

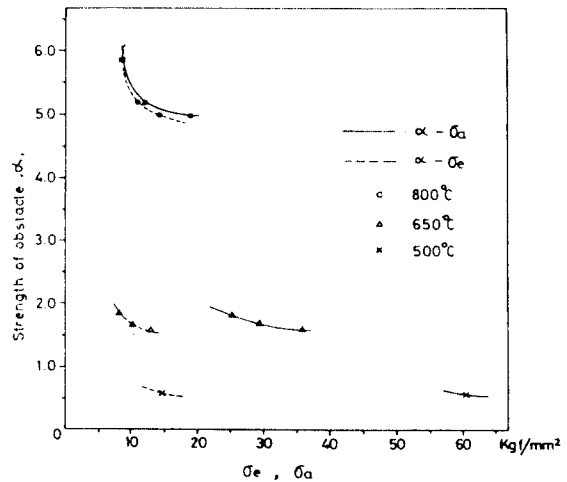


Fig. 2 Relation between the strength of the obstacle, α , and applied stress, σ_a , and effective stress, σ_e .

Table 3 Values and related data for ferritic stainless steel

| °C | σ_a (ksi) | σ_a (kgf/mm ²) | σ_b^* (kgf/mm ²) | σ_e (kgf/mm ²) | λ (μm) | E^{**} (kgf/mm ²) | α |
|-----|---------------------|--------------------------------------|--|--------------------------------------|--------------------------------|------------------------------------|----------|
| 800 | 12.4 | 8.717 | — | 8.717 | 1.5 | 12983 | 5.86 |
| | 17.0 | 11.951 | 0.596 | 11.355 | 1.02 | 12983 | 5.19 |
| | 27.0 | 18.981 | 4.478 | 14.503 | 0.77 | 12983 | 5.00 |
| 650 | 36.0 | 25.308 | 17.077 | 8.231 | 0.6 | 15750 | 1.83 |
| | 42.0 | 29.526 | 19.406 | 10.120 | 0.45 | 15750 | 1.68 |
| | 51.0 | 35.853 | 22.900 | 12.953 | 0.33 | 15750 | 1.58 |
| 500 | 86.0 | 60.458 | 45.591 | 14.867 | 0.13 | 19600 | 0.57 |

$$\sigma_b^* = 0.5522 \times \sigma_a - 0.0607 \times (°C) + 42.557$$

E^{**} is used the same values of 12% Cr steel.

Table 4 Calculated subgrain size, density and velocity of dislocation, and creep rates

| Specimen | λ (μm) | ρ_t (cm^{-2}) | ρ_m (cm^{-2}) | ρ_{sb} (cm^{-2}) | $\lambda(\mu)$ after creep | $\dot{\epsilon}_1$ (sec^{-1}) | $\dot{\epsilon}_s$ (sec^{-1}) | ρ_1 (cm^{-2}) | V_1 (cm/sec) | ρ_s (cm^{-2}) | V_s (cm/sec) | $\frac{V_s}{V_1}$ | $\frac{\rho_s}{\rho_1}$ |
|----------|--------------------------|---------------------------|---------------------------|------------------------------|-------------------------------|--------------------------------------|--------------------------------------|---------------------------|-----------------------|---------------------------|-----------------------|-------------------|-------------------------|
| B-2 | 1.77 | 3.142 | 6.042 | 2.538 | Max. 6.14 | 1.323 | 2.09 | 3.142 | 1.964 | 2.997 | 3.2455 | 0.165 | 0.955 |
| | | $\times 10^9$ | $\times 10^8$ | $\times 10^9$ | Mean 2.17 | $\times 10^{-6}$ | $\times 10^{-7}$ | $\times 10^9$ | $\times 10^{-8}$ | $\times 10^9$ | $\times 10^{-9}$ | | |
| B-10 | 1.90 | 3.139 | 6.036 | 2.535 | Max. 3.16 | 2.078 | 2.2499 | 3.139 | 2.679 | 2.957 | 2.834 | 0.106 | 0.945 |
| | | $\times 10^9$ | $\times 10^8$ | $\times 10^9$ | Mean 1.02 | $\times 10^{-7}$ | $\times 10^{-8}$ | $\times 10^9$ | $\times 10^{-8}$ | $\times 10^9$ | $\times 10^{-9}$ | | |

計算하여 $\alpha=2.14$ 를 사용한다. $680^\circ C$ 에서 $G=6,440 kgf/mm^2$, 負荷應力 $8kgf/mm^2$ 條件에서背應力(σ_b)은 B-2 試驗片에 $4.92kgf/mm^2$, B-10 試驗片에 $5,536 kgf/mm^2$ 生成되고⁴⁾, $\tau=0.577\sigma$ 關係를 사용하여 (2)式으로 亞結晶粒의 크기(λ)를 計算하고, $E=14,280kgf/mm^2$ 를 사용하여 (3)式으로 概括的 總轉位密度(ρ)를 計算하고 λ 와 ρ 를 (4)式에 代入하여 Kt 를 求하고 (5)式으로 B-10 試驗片의 總轉位密度를 求하여 (6)(7)式에 依據 亞結晶粒內와 粒界에 轉位密度를 算定한 結果를 Table 4에 表示하였다.

이러한 轉位密度와 亞結晶粒은 應力負荷 直後에 形成된다. 왜냐하면, 關係式들이 應力の 函數로 나타나 있을 뿐 아니라 時間에 無關하므로 應力負荷 初期에 形成된다고 보아야 妥當할 것이다. Table 4에서 또 하나 重要的 事實은 初期에 形成된 亞結晶粒의 크기는 B-10 試驗片이 B-2 試驗片의 것 보다 크다. 그 理由는 式(1)에 表示된 背應力(τ_b)의 影響 때문이며, 앞에서 言及되었듯이 B-10 試驗片의 背應力이 約 12.5% 크기 때문에 有效應力(τ_e)은 그 만큼 작게 되어 式(2)로부터 亞結晶粒은 크게 算定된다. 그러나, Fig.1에서 크리프 破斷面의 亞結晶粒의 크기는 B-2가 B-10에 比하여 倍以上 크나 破斷 壽命은 9% 程度로 짧다. 亞結晶粒과 크리프 壽命과의 關係는 式(2)에서 亞結晶粒의 크기와 應力은 反比例 關係로서 亞結晶粒이 클수록 壽命이 짧은 것은 當然하다. 따라서, 初期의 亞結晶粒의 크기보다는 오히려 크리프 過程에서 亞結晶粒의 成長을 억제시키는 것이 破斷壽命을 延長시키는데 더 重要하다는 것을 알 수 있다.

크리프 過程중의 轉位舉動을 알아보면 Table 5에 $640^\circ C$, $14kgf/mm^2$ 에서 B-2, B-10 試驗片의 正常 變形率에 到達할 때 까지의 變形率의 變化를 表示한다. Fig.3에 이를 나타낸다. 類似 試驗片의 溫度와 應力에 따른 크리프 變形率⁽⁴⁾의 關係를 보면 $640^\circ C$ 에서 $680^\circ C$ 로 上昇함에 따라 $8kgf/mm^2$ 의 應力の 境遇 크리프 變形率은 內插法으로 計算하여 約 1.7배 增加한다. 따라서, B-2 試驗片의 $680^\circ C$ 에서의 初期變形率은 Table 5로 부터

$$\dot{\epsilon}_1 = \frac{0.28 \times 1.7}{100 \times 3600} = 1.323 \times 10^{-6}/sec \dots\dots (11)$$

初期轉位密度(ρ_1)은 (5)式으로 求해지고 初期轉位速度(V_1)는 (8)式으로 算定된다.

正常變形率 $\dot{\epsilon}_s$ 은 Table 5로 부터 計算하면

$$\dot{\epsilon}_s = 2.09 \times 10^{-7}/sec \dots\dots\dots (12)$$

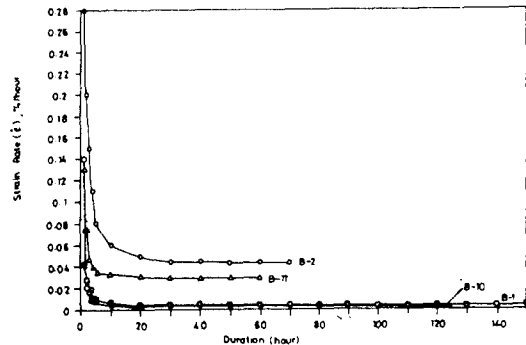


Fig. 3 Relation between creep rate(%/hour) and creep duration (Hours), tested at $640^\circ C$, $14 kgf/mm^2$

Table 5 Creep rate dependent on creep duration(%/hour), tested at 640°C, 14kgf/mm²

| Time(hr) Specimen Id No. | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 10 | 20 | 30 |
|--------------------------------|-------|-------|-------|-------|--------|-------|--------|---------|
| B-1 | 0.14 | 0.02 | 0.008 | 0.006 | 0.0048 | 0.004 | 0.0037 | 0.0033 |
| B-2 | 0.28 | 0.20 | 0.15 | 0.11 | 0.08 | 0.06 | 0.05 | 0.0443* |
| B-10 | 0.044 | 0.028 | 0.02 | 0.012 | 0.01 | 0.007 | 0.0055 | 0.0052 |
| B-11 | 0.132 | 0.076 | 0.048 | 0.04 | 0.036 | 0.033 | 0.031 | 0.0294* |

| Time(hr) Specimen Id No. | 40 | 50 | 60 | 70 | 80 | 90 | 100 | 120 |
|--------------------------------|---------|--------|---------|--------|--------|--------|--------|--------|
| B-1 | 0.0033* | 0.0033 | 0.0033 | 0.0033 | 0.0033 | 0.0033 | 0.0033 | 0.0033 |
| B-2 | 0.0443 | 0.0443 | 0.0443 | 0.0443 | | | | |
| B-10 | 0.0052 | 0.0045 | 0.0043* | 0.0043 | 0.0043 | 0.0043 | 0.0043 | 0.0043 |
| B-11 | 0.0294 | 0.0294 | 0.0294 | | | | | |

* Start time of steady state creep

따라서, 初期變形率 ϵ_1 과 正常變形率 ϵ_s 比率은

$$\epsilon_1/\epsilon_s = 6.33 \dots\dots\dots (13)$$

316 스텐레스강의 경우 크리이프 初期와 正常 크리이프에 轉位密度가 1 減少할 때 轉位速度는 40 減少하는 것으로 報告했다.⁽¹⁴⁾

이러한 減少率을 適用하면

$$\rho_s = 3.136 \times 10^9 \times 6.33^{-\left(\frac{1}{41}\right)} = 2.9969 \times 10^9 \dots\dots (14)$$

$$V_s = 1.964 \times 10^{-8} \times 6.33^{-\left(\frac{40}{41}\right)} = 3.2455 \times 10^{-9} \dots\dots (15)$$

$$\epsilon_s = \rho_s \cdot b V_s = 2.412 \times 10^{-7} / sec \dots\dots\dots (16)$$

따라서, 式(16)은 式(12)에 比하여 約 15% 높게 算定된다.

B-10 試驗片도 위의 方法과 같이 計算되며 正常變形率은 式(12)와 같이 實測한 값에 比하여 約 10.8% 높다. 以上の 算定結果들을 Table 4에 함께 나타내었다. Fig.3과 Table 5에서 變形率을 보면 初期에는 매우 빠르고 점차 減少하여 正常 크리이프에 到達되면 거의 一定한 變形率을 유지하고 있

음을 알 수 있다. 試驗片에 따라 다르나 破斷壽命이 짧은 試驗片일수록 初期의 變形率도 높고 正常變形率에 到達하는 時間도 짧고 正常變形率도 높음을 알 수 있다. 表에 積인 變形率은 荷重을 準後 1時間 後에 測定된 값이나 負荷直後에는 $d\epsilon/dt$ 에서 $dt \rightarrow 0$ 에 따라 初期變形率 ϵ_1 은 거의 無限으로 크다고 할 수 있고 轉位密度와 轉位速度 역시 매우 클 것은 當然하다. 1時間 以後의 變形率로 算定한 轉位速度 (V_1)는 正常 크리이프에 B-2 경우 83.5%, B-10에는 89.4% 減少되었고 轉位密度보다 轉位速度가 16.3배 減少하였다. 앞에서 言及된 316鋼의 경우 轉位密度에 比하여 轉位速度가 40배 減少한 경우⁽¹¹⁾와 比較가 된다. 이러한 轉位速度의 減少率이 相異한 値를 式(14)와 (15)의 方法으로 다시 計算한 結果는 B-2에 $\rho_s = 2.7382 \times 10^9$ 으로 多少 減少하고, $V_s = 3.0603 \times 10^9$ 으로 增加하나 式(16)으로 算定되는 正常 變形率은 同一하다.

轉位の 密度와 速度를 가지고 變形率을 算定한 값이 實際 變形率보다 10~15% 높게 算定되는 式(8)은 全轉位가 個個의 速度를 가지고 變形에 參與한다고 보았으나 粒內轉位보다는 特히 粒界轉位

는 沈滯(sink)된 狀態이고 方向性도 變形方向과 同一하다고 볼 수 없다. 따라서, (8)式으로 算定된 變形率은 實際보다 높은 것으로 生覺된다.

3.2 析出物과 轉位の 舉動

Photo 1에 $8kgf/mm^2$, $680^\circ C$ 에서 1714 時間後에 破斷된 B1-b 試驗片의 析出物과 轉位の 分布를 나타낸다. 析出物은 크리이프 後에 마르텐사이트 炭化物이 遊離되어 粗大화된 粒子로 分布하여 있고 轉位는 析出物의 周圍에 그 수가 많음을 알 수 있다. 이러한 狀況은 크리이프 중에 轉位の 舉動이 析出物에 의하여 障礙를 받고 있음을 알 수 있다.

Table 6에 크리이프 破斷 以後의 析出物의 分布 狀態를 나타낸다. 可視的인 析出物의 數가 적을수록 破斷時間이 延長되고, 粗大한 析出物이 많을수록 破斷時間이 短縮되는 傾向을 나타낸다.

Fig.1과 Table 6을 聯關하여 보면 壽命이 짧은 B-2, B-6 試驗片은 粗大한 析出物이 많고 亞結晶粒의 크기도 比較的크며, 反對로 壽命이 비교적 긴 B-10, B-1 試驗片은 可視的인 析出物의 數가 比較的 적고 亞結晶粒의 크기도 작다. 이러한 結果는 Syinyaev⁽¹⁴⁾, S. Robinson 等^(15, 16)의 研究 結果와 一致한다.

Shinyaev는 微細한 析出物을 調密하게 分散시키므로써 轉位の 自由滑走 距離를 減少시켜 亞結晶粒의 形成과 成長을 억제하는 效果가 있다고 報告했으며, S. Robinson 등은 微細한 析出物이나 分散粒子로써 亞結晶粒의 粒界를 固定시키므로써 高溫에



Photo. 1 Distribution of dislocations and precipitates after 1714 hours on $8kgf/mm^2$ at $680^\circ C$ of B1-b specimen

서 高 크리이프 抵抗을 얻는 效果가 있다고 報告하였다. 本 實驗의 境遇를 보면 粗大하다는 基準은 1μm 單位의 것으로 評價된다.

Photo 2를 보면 B-10 試驗片으로 $680^\circ C$, $8kgf/mm^2$ 의 크리이프에서 64時間 後에 마르텐사이트

Table 6 Size distribution of precipitates after creep rupture test at $680^\circ C$, $8kgf/mm^2$ (unit : numbers)

| Sample | Size rang (μm) | | | | | total | Rupture hours |
|--------|-----------------------|-----|------|-------|-------|-------|---------------|
| | -2 | 4-8 | 8-12 | 12-16 | 16-20 | | |
| B1-b | 417 | 8 | 2 | 4 | 2 | 433 | 1714 |
| B2-c | 2411 | 3 | 5 | 0 | 0 | 2419 | 221 |
| B6-a | 3117 | 12 | 2 | 1 | 2 | 3134 | 617 |
| B10* | 123 | 1 | 2 | 0 | 0 | 126 | 64* |
| B10-c | 331 | 6 | 0 | 1 | 0 | 338 | 2477 |
| B11-c | 2483 | 2 | 1 | 1 | 0 | 2487 | 975 |

* Took out sample in 64 hours after the start of creep test

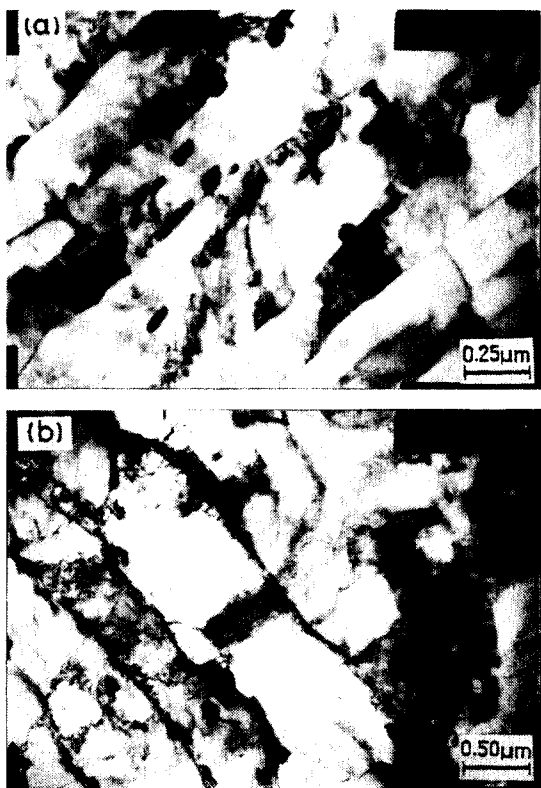


Photo. 2 (a) : 64 hours after at 680°C, 8kgf/mm² with B-10.
 (b) : 2477 hours after at 680°C, 8kgf/mm² with B-10.

래스 間隔이 平均 0.35μm 이던 것이 2477 時間 後에는 0.60μm 로 粗大化 되었다. 著者들은 本 試驗片의 크리이프 過程은 組織의 軟化가 支配하는 過程임을 發表한 바 있다.¹⁷⁾ 軟化中의 轉位網의 粗大化에 關한 Friedel의 理論¹⁸⁾을 考慮하면

$$\int_{d_2}^{d_1} \frac{d \alpha d}{d} = \frac{D_v G b^3 C_j}{K T} \int_{t_1}^{t_2} \alpha t \dots\dots\dots (17)$$

$$C_j = \exp\left(-\frac{1}{8\pi} G b^3 / K T\right) \dots\dots\dots (18)$$

G=6440 kgf/mm², K=1.408×10⁻²¹ kgf/deg, b=2.48×10⁻⁷mm, T=953(680°C)
 d₁=0.35×10⁻³mm, d₂=0.60×10⁻³mm, t₁=230400sec

(64 hour), t₂=8917200sec (2477 hour)를 代入하면,

$$C_j=0.0543 \dots\dots\dots (19)$$

$$D_v=3.5200 \times 10^{-15} \text{ mm}^2/\text{sec} \\ = 3.5200 \times 10^{-21} \text{ m}^2/\text{sec} \dots\dots\dots (20)$$

이 擴散係數値는 M. F. Ashby 等¹⁹⁾이 提示한 格子擴散 係數式으로 算出한 金屬炭化物의 값이 7.422×10⁻²²m²/sec, B.C.C 金屬의 경우 1.1258×10⁻¹⁹m²/sec, F.C.C 金屬의 경우 1.1722×10⁻²⁰m²/sec임을 考慮할 때 本 試驗片의 基地 組織은 B.C.C 이고 炭化物의 構造는 크리이프 中에 時間의 경과에 따라 Fe₃C (B.C.C)→M₂C, M₇C₃ (H.C.P)→M₂₃C₆(F.C.C)로 變態함으로²⁰⁾ 基地와 炭化物의 有效擴散數의 結果로 生覺되며 따라서 本 크리이프 中의 析出物의 擴散과 亞結晶粒의 粗大化는 格子擴散에 近似한 舉動을 하는 것으로 看做된다.

以上の 檢討를 要約하면 轉位 舉動은 析出物에 依하여 障礙를 받고 析出物은 크리이프 中에 擴散이 支配하는 軟化의 過程으로 粗大化 된다.

4. 結 論

12% Cr 鋼의 크리이프 過程 中에 轉位 舉動에 關하여 考慮한 結果는 다음과 같다.

- 1) $\dot{\epsilon} = \rho b v$ 式으로 算定되는 크리이프 變形率은 實際値보다 10~15% 높게 算定된다. 그러나, 이 鋼材의 크리이프 變形에는 轉位密度와 轉位速度 그리고 亞結晶粒의 크기가 重要한 作用을 하고 있다.
- 2) 轉位舉動에 障礙物의 強度, α 는 500~800°C 범위에서는 約 10±5kgf/mm²의 有效應力에 關係되고 溫度가 上昇할수록 急히 增大된다.
- 3) 크리이프 變形率은 亞結晶粒이 작을수록 낮고 크리이프 過程 中에 亞結晶粒의 成長이 적을수록 크리이프 破斷時間은 延長된다. 크리이프 中에 작은 亞結晶粒을 形成하기 위해서는 微細한 析出物이 分布되도록 하여 轉位滑走의 自由거리를 減少시키는 것이 必要하고 이를 위한 合金組成이 重要하다.
- 4) 轉位の 舉動은 크리이프 中에 析出되는 析出

물에 의하여 障碍을 받고 析出物은 長時間 크리이프 中에 擴散이 支配하는 軟化의 過程으로 粗大化된다.

參 考 文 獻

- 1) Boyle, C.J. and D.L. Newhous, "Matal Progress" 87, p.61, 1965
- 2) Fujita, Toshio "Advanced High Chromium Ferritic Steels for High Temperatures" Metal Progress pp 33~40, August, 1986
- 3) 蔣允石, 吳世旭, "12% Cr로우터 鋼의 強度 改善에 關한 研究" 韓國海洋工學會誌 第 3卷 第 2號, pp.625~637, 1989
- 4) Chang, Y. S. and S. W. Oh, "Effect of Alloying Elements on Back Stress in the Creep Behavior of 12% Chromium Steel" The First Pacific/Asia Offashore Mechanics Symposium. Vol. 3. pp.123~129, 1990
- 5) Takeuchi, S. and A. S. Argon, "Steady State Creep of Single-Phase Crystalline Matter at High Temperature", Journal of Materials Science 11, pp.1542~1566, 1976
- 6) Weertman, J., "High Temperature Creep Produced by Dislocation Motion", American Society of Metals, Metals Park, Ohio, pp.315~336, 1975
- 7) Weertman, J., "Dislocation Climb Theory of Steady State Creep" Transactions of the ASM, Vol 61, pp.681~694, 1968
- 8) Burton, B. and W. B. Beere, "Influence of Second-Phase Particles on Diffusional Creep" Metal Science, pp.71~76, 1978
- 9) 李相益, 尹漢相, 李東寧, "金屬強度學" 塔出版社, pp.124~149, 1981
- 10) Young, C. M., Robinson, S. S. and O. D., Sherby, "Effect of Subgrain Size on the High Temperature Strength of Polycrystalline Aluminum as Determined by Constant Strain Rate Tests" Acta Metallurgica, Vol. 23. pp.633~639, 1975
- 11) Sikka, V.K. and J. Moteff, "Some Aspects of Sub-boundary and Mobile Dislocations during High Temperature Creep of AISI 316 and 304 Stainless Steels" Materials Science and Engineering, 20, pp.55~62, 1975
- 12) Young, C. M., and O. D. Sherby, "Subgrain Formation and Subgrain-Boundary Strengthening in Iron Based Mateials" Journal of the Iron and Steel Institute, September. pp. 640~647, 1973
- 13) Robinson, S. L., and O. D. Sherby, "Mechanical Behavior of Polycryatalline Tungsten at Elevated Temperature" Acta Metallurgia, Vol. 17, pp.109~125, 1969
- 14) Shinyaev, A. Ya, "Diffusion of Nickel in the Solution and Two Phase Alloys of the System Nickel-Titanium" Fiz, metal, Metalloved., 21, 5, 721~726, 1966
- 15) Robinson, S. L., C. M. Yong, and O. D. Sherby, "Constand Structure Tests and the Influence of Subgrain Size on Creep" Journal of Mateials Science 9. pp.341~343, 1974
- 16) Jonas, J.J., C.M. Sellars, and W.J. McG Tegart, "Strength and Structure under Hot-Working Conditions" Metals and Materials. January. pp.1~24. 1969
- 17) 蔣允石, 柳碩鉉, 吳世旭, "12% Cr 鋼의 高溫軟化 및 硬化 特性에 關한 研究" 韓國金屬學會 春季發表概要集 pp.121, 1990
- 18) Gittus, J. H., "Development of a Theoretical Equation for Steady State Dislocation Creep and Comparison with Data" Acta Metallurgia Vol. 22, pp.789~791 June 1974
- 19) Brown, A. M. and M. F. Ashby, "Corelations for Diffusion Constants" Acta Metallurgia Vol. 28, 1085~1101, 1980