

# 핵 융합로 구조재료의 예민화 열처리에 따른 극저온 파괴거동 및 분극특성

권 일 현\* · 정 세 희\*

(1997년 2월 3일 접수)

## Cryogenic Fracture Behaviors and Polarization Characteristics According to Sensitizing Heat Treatment on Structural Material of the Nuclear Fusion Reactor

Il-Hyun Kwon and Se-Hi Chung

**Key Words :** Cryogenic Fracture Behaviors(극저온 파괴거동), Nuclear Fusion Reactor(핵 융합로), Small Punch Test(소형 펀치실험), Electrochemical Polarization Test(전기화학 분극실험), Material Degradation(재질열화), Anodic Polarization Curve(양극 분극곡선), Integrated Charge(전하량), Sensitizing Heat Treatment(예민화 열처리)

### Abstract

The cryogenic fracture behaviors of austenitic stainless steel HN2 developed for nuclear fusion reactor were evaluated quantitatively by using the small punch(SP) test. The electrochemical polarization test was applied to study thermal aging degradation of HN2 steel. The X-ray diffraction(XRD) analysis was conducted to detect carbides and nitrides precipitated on the grain boundary of the heat treated HN2 steel. The mechanical properties of the HN2 steel significantly decreased with increasing time and temperature of heat treatment or with decreasing testing temperature. The integrated charge(Q) obtained from electrochemical polarization test showed a good correlation with the SP energy(ESP) obtained by means of SP tests. From the results observed in the x-ray diffraction and anodic polarization curve, it was known that the material degradation in thermally aged HN2 steel was caused by precipitation of carbides or nitrides on the grain boundary. Combining SP test and electrochemical polarization test, it could be useful tools to non-destructively evaluate the cryogenic fracture behaviors and the aging degradation for cryogenic structural material.

### 1. 서 론

초전도 응용기술의 꽃이라 할 수 있는 핵 융합로

는 초전도 코일을 액체헬륨에 의해 냉각시켜 그때 발생하는 초전도현상 및 자장을 이용한다.<sup>(1)</sup> 따라서, 핵 융합로 구조재료는 극저온 및 강자장하에서도 우수한 기계적 성질을 유지해야만 한다. 이와 같은 핵 융합로 건설계획에 대응하여 최근 극저온 환경하에서도 JAERI BOX<sup>(2)</sup>를 만족하는 오스테나

\*회원, 전북대학교 기계공학부

이트계 스테인리스강 HN2가 개발되었고, 현재에는 그 용접법의 개발을 위해 활발한 연구가 진행되고 있다.

그러나, 새로 개발된 강재의 용접방법의 개발에 앞서 용접시 발생하는 열 이력에 의한 강재의 예민화 거동에 대한 정보를 파악해 둘 필요가 있다. 이는 현재까지 상용화된 오스테나이트계 스테인레스강이 직면한 가장 큰 문제중의 하나가 예민화(sensitization) 또는 취화(embrittlement)와 같은 열시효 저하(thermal aging degradation)이기 때문이다.<sup>(3, 4)</sup> 핵 용합로는 200 mm를 초과하는 구조용 강에 다층용접을 실시하여 건설되기 때문에 불안정 파괴를 유발할 수 있는 용접부가 존재하게 된다. 특히 용접부중 용접 열영향부(heat affected zone : 이하 HAZ)는 용접시 열싸이클에 의해 예민화되어 핵 용합로의 건전성에 큰 영향을 줄 수 있다.<sup>(5)</sup> 따라서, 핵 용합로 구조재료의 예민화에 따른 기계적 성질변화에 대한 지식은 용접 전·후의 열처리 및 실제 다층 용접시 핵 용합로의 건전성 확보에 있어 중요한 자료로 된다고 생각한다.

한편, 상기의 정보를 얻기 위해서는 먼저 극저온 용 구조재료의 예민화에 따른 기계적 성질의 변화와 그 원인을 조사할 수 있는 평가방법이 확립되어야만 한다. 지금까지 극저온 환경하에서의 기계적 성질, 특히 파괴인성평가는 주로 CT(compact tension) 시험편을 사용하여 행해져 왔으나, 이 방법은 비교적 대형 시험편을 사용하기 때문에 시간적·경제적으로 불합리하다 할 수 있다.<sup>(6)</sup> 따라서, 극저온 환경하에서 강재의 예민화 거동에 따른 기계적 성질을 보다 간편히 평가하고 해석할 수 있는 실험방법이 요구되고 있다. 이 요구에 부응하여 저자들은 핵 용합로 구조재료인 JN1강의 예민화에 따른 기계적 성질의 평가를 위해 소형화된 시험편

(10 mm×10 mm×0.5 mm)을 사용하는 소형 펀치(small punch : 이하 SP) 시험법<sup>(7)</sup>을 사용하였고, 이 방법은 기존의 파괴인성시험법에 비해 시간적·경제적으로 우수함을 보고한 바 있다.<sup>(8)</sup>

이상의 배경에 의해 본 연구에서는 핵 용합로 구조재료로 개발된 오스테나이트계 스테인리스강 HN2 단조재(이하: 모재)의 예민화에 따른 기계적 성질을 평가하기 위해 SP 실험을 실시하였다. 그리고 예민화에 따른 기계적 성질 저하원인을 조사하기 위해 전기화학 분석실험 및 XRD 분석을 실시하였다. 이를 위해 HN2 모재는 기존의 오스테나이트계 스테인레스강의 예민화 온도역<sup>(9)</sup>에서 열처리하여 실험에 이용하였다. 최종적으로 SP 및 전기화학 분석시험법에 의해 얻어진 결과를 비교·검토하여, HN2강재의 예민화에 따른 기계적 성질을 준비파괴적으로 파악할 수 있는 데이터베이스를 얻고자 하였다.

## 2. 시험재 및 실험방법

### 2.1 시험재

본 연구에 사용된 시험재는 오스테나이트계 스테인리스강의 일종으로서 차세대 핵 용합로의 구조재료로 적용이 예상되는 HN2강이다. HN2 모재는 판 두께 280 mm의 단조재를 1050℃~1073℃에서 5.5시간 유지한 후, 수냉한 것이다. 본 시험재의 화학성분 및 4.2 K에서의 기계적 성질을 각각 Table 1과 2에 나타내었다. 또한, 본 연구에서는 예민화에 따른 기계적 성질의 변화를 조사하기 위해, HN2 모재를 650, 700, 750 및 800℃의 온도에서 1시간 또는 5시간 예민화 열처리하여 실험에 이용하였다. 예민화 열처리조건은 기존의 오스테나이트계강이 가장 큰 예민화 거동을 보인다<sup>(3, 4)</sup>고

**Table 1** Chemical compositions of HN2 forged plate (wt%).

Material	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Al	N	Mo	Nb
Forged plate	0.025	0.48	10.13	0.021	0.0017	11.79	12.01	—	0.236	4.94	—

**Table 2** Mechanical properties of HN2 forged plate tested at 4 K.

Material	$\sigma_y$ (MPa)	$\sigma_{UTS}$ (MPa)	Elongation (%)	Reduction of area (%)	$J_{IC}$ (kJ/m <sup>2</sup> )	$K_{IC}$ (MPam <sup>1/2</sup> )
Forged plate	1169	1592	39	44	397	277

Here,  $\sigma_y$  and  $\sigma_{UTS}$  are yield strength and ultimate strength, respectively.

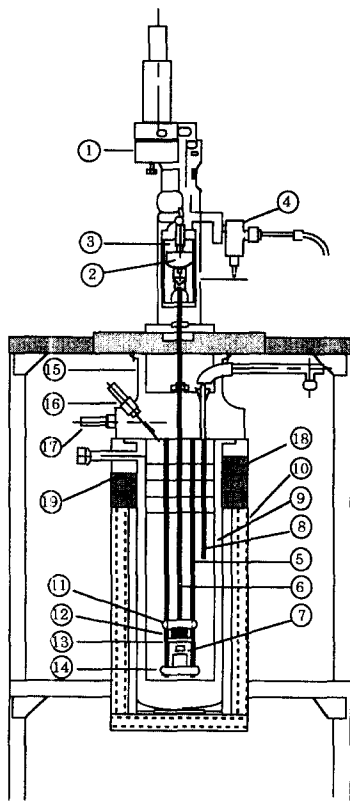
알려져 있는 400~850°C의 예민화 온도역중에서 선택한 것이다.

### 2.2 극저온 SP 실험

Fig. 1은 실온에서 액체헬륨 온도까지 SP 실험이 가능하도록 제작된 극저온용 실험장치의 개략도이다. 극저온에서의 실험은 온도의 장시간 유지여부가 실험에 큰 영향을 주기 때문에 주의할 요한다. 이를 위해 실험장치는 극저온 챔버(cryostat)를 필요로 하며, 이는 외통과 내통으로 구성된다. 또, 장치의 로드(rod), 프레임(frame) 및 SP 지그 등

의 재료로는 저온에서의 열전도율이 낮고 강도가 높은 티타늄합금을 사용하였다. SP 시험용 지그는 상·중·하부 다이스 및 4개의 체결나사로 구성된다. 모든 SP 시험편은 L(longitudinal)방향에 평행하게 채취한 후, 표면을 경면으로 연마하여 10×10×0.5 mm 크기로 만들었다.

4.2 K의 실험의 경우, 시험편을 SP 시험용 지그에 체결한 후, 내통에 액체질소를 주입한 상태로 약 10분 예냉하였다. 그 후, 내통의 액체질소를 추출한 후, 외통에 액체질소를 주입하는 동시에 내통에는 액체헬륨을 주입하여 시험편을 4.2 K까지 충분히 냉각하여 실험을 행하였다. 또 실험중 시험편이 항상 액체헬륨에 잠기도록 수송튜브(transfer tube)를 통해 액체헬륨을 연속공급하였다. 부하는 Fig. 1에 보이는 바와 같이 실험장치의 상부에 설치된 모터 구동의 부하장치를 이용하여 0.1 mm/min의 크로스헤드속도로 행하였다. 이때 시험편에 집중하중은 직경 2.4 mm의 강구에 펀치를 압축하여 가해졌다. 하중-변위곡선은 X-Y 레코더 및 컴퓨터에 동시에 자동기록되었다. 변위는 크로스헤드에 부착된 LVDT(linear variable differential transducer)에 의해 측정된 값이다. 또, 하중-변위곡선 상에서 파괴에 의해 급격한 하중저하가 발생한 점까지의 곡선아래 면적을 SP 에너지로 정의하여 각 재료의 기계적 성질의 평가에 이용하였다. 모든 실험데이터는 하나의 실험조건에서 2개 이상의 시험편을 대상으로 얻어진 값의 평균값이다. 파면관찰에는 주사전자현미경(scanning electron microscope; 이하 SEM)을 이용하였다.



① Loading unit, ② Load cell, ③ Load cell adapter, ④ LVDT, ⑤ Load column, ⑥ Pull rod, ⑦ Puncher and dies for SP test, ⑧ Liquid helium transfer tube, ⑨ Liquid helium dewar, ⑩ Liquid nitrogen, ⑪ Load plate, ⑫ Pull rod, ⑬ Upper crosshead, ⑭ Lower crosshead, ⑮ Base frame, ⑯ Electrical feedthrough, ⑰ Vacuum valve, ⑱ Styrofoam (exploded polystyrene plastic), ⑲ Radiation shield plates.

Fig. 1 Cryostat for SP test apparatus.

### 2.3 전기화학 분극실험

HN2 모재의 예민화 열처리재에 대해서 미세조직 변화에 따른 전기화학 분극거동을 측정하기 위해 본 연구에서 사용된 장치는 E&G사의 PAR 273 A의 분극장치이다. 본 실험에 사용된 대극(counter electrode)은 탄소(graphite)전극을 사용하였으며, 기준전극(reference electrode)으로는 포화 칼로멜전극(SCE)을 사용하였다. 부식액은 오스테나이트계 스테인리스강의 예민화를 평가하기에 유효하다고 보고되고 있는 1N KOH용액을 사용하였다.<sup>(9)</sup> 실험시 용액온도는 결과에 큰 영향을 주기 때문에 모든 실험에서 부식용액의 온도는 항상 25°C를 유지하도록 하였다. 그 후 부식액은 순도 99%의 질소가스에서 10분간 탈산소처리한 후 시험

편을 침지하여 포화 칼로멜전극(SCE)을 기준으로 하여 자연 전극전위를 측정하였다. 또한, KOH는 CO<sub>2</sub> 흡수능력이 높아 시간이 경과함에 따라 pH변화가 예상되기 때문에 전해액은 1회의 측정후 새로운 용액으로 교환하였다. 시편은 1 cm<sup>2</sup>만이 시험 용액에 노출되도록 예복시 수지를 이용하여 마운팅하였고 표면은 SiC 연마지로 1200번까지 연마한 후 알콜로 표면을 세척하였다. 분극 시험방법으로는 오스테나이트계 스테인리스강의 예민화도 평가에 유용하다고 보고되고 있는 양극분극법(linear polarization method)을 이용하였다.<sup>(10)</sup> 분극측정은 자연 전극전위 약 -500 mV로부터 +400 mV까지 후술하는 전위 귀인속도로 (+)방향으로 분극하였고, 전해전류와 전위는 컴퓨터에 자동기록되었다. 전기화학 분극실험에서 분극속도(scan rate)의 영향은 크다고 보고되고 있다.<sup>(11)</sup> 본 연구에서는 예비실험에 의해 본 실험재료의 재결열화를 잘 반영하는

0.2 mV/sec를 채택하였다. 분극실험으로 얻어지는 재결열화의 평가인자로는 분극곡선으로부터 구해지는 전하량(integrated charge, Q)을 이용하였다. Fig. 2에 본 전기화학 분극실험의 구성도를 나타내었다.

#### 2.4 조직관찰 및 탄화물 추출

각 시험편은 1 μm의 입자크기를 갖는 다이아몬드 페스트로 최종 마무리한 후 빌레라(vilella)액으로 부식시킨 다음, SEM을 이용하여 조직관찰 및 입계탄화물의 관찰을 실시하였다. 그리고, HN2강의 예민화 열처리에 의해 생성된 탄화물을 분석하기 위해 시료로부터 탄화물 추출을 행하고 X-ray diffraction(이하: XRD) 시험을 행하였다. 탄화물의 추출은 10 vol% HCl+90 vol% ethanol 용액하에서, 시료와 대극에 각각 플리스와 마이너스 전원을 연결한 후 30 mA/cm<sup>2</sup>의 전류를 통전시켜 실시하였다. 추출된 탄화물은 진공펌프를 이용하여 용액과 분리시키고 알콜 세척 및 건조 후, 탄화물의 종류를 조사하기 위해 XRD 시험에 사용되었다.

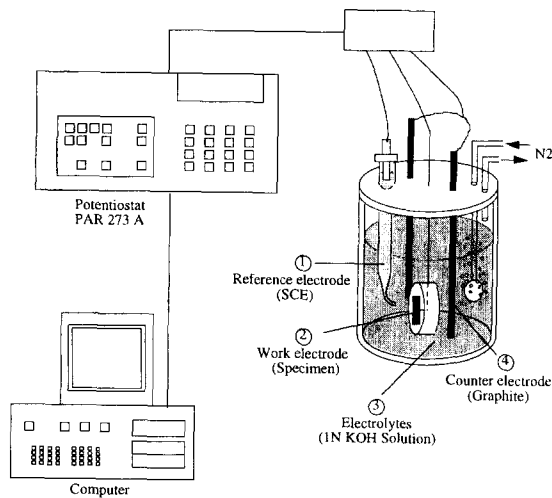


Fig. 2 Schematic illustration of electrochemical polarization test.

### 3. 실험결과 및 고찰

#### 3.1 야금학적 변화

##### 3.1.1 조직관찰 결과

Fig. 3은 각 시료중 대표적인 조직관찰 결과를 나타낸 것이다. 조직사진을 살펴보면, 비교적 저온에서의 열처리재인 650°C-5h에서는 탄화물로 생각되는 입계 석출물이 약간 보이고 있다. 그러나, 열처리 온도가 증가함에 따라 입계에는 구상 석출물이 점차 증가되고 있고, 800°C-5h에서는 구상 석출물이 성장하여 서로 연결된 형태를 보이고 있다. 이상의 관찰로부터 HN2 모재에 대한 열처리 온도와 시간의 증가는 입계 석출물의 양을 증가시

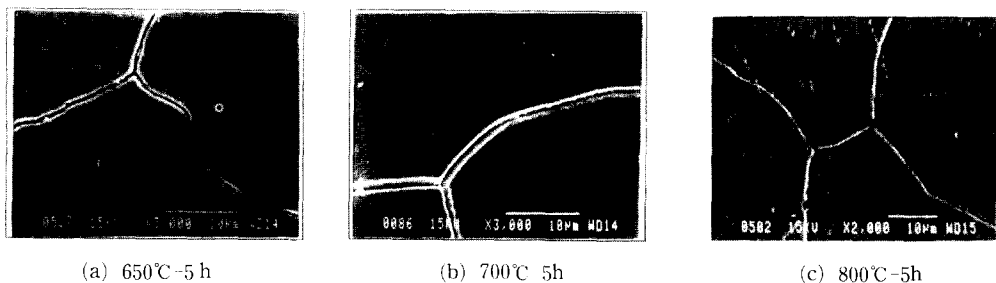


Fig. 3 SEM photograph observed from the heat treated materials of HN2 steel after etched using vilella solution.

켜 입계 결합력을 저하시키는 직접적인 원인으로 되고, 이 때문에 고온 및 장시간 열처리재에 대해 후술의 SP 시험으로부터 얻어진 파면이 연성에서 취성으로 천이되었다고 사료된다. 이하에서는 입계의 구성석출물의 성분을 규명하기 위해 XRD 실험을 행한 결과에 대해서 논하고자 한다.

3.1.2 XRD 분석결과

일반적으로 오스테나이트계 스테인레스강의 예민화는 입계에 석출된 탄화물(carbides)이나 질화물(nitrides)에 의한다고 보고되고 있다.<sup>(12)</sup> 본 연구에 사용된 시료도 일종의 오스테나이트계 스테인레스강이므로 열처리에 따른 예민화도 이상의 석출물 거동과 밀접한 관계가 있을 것으로 사료된다.

Fig.4와 5는 각각 예민화 온도역인 700°C와 800°C에서 5시간 열처리된 HN2강으로부터 얻은 XRD 분석결과이다. 700°C-5h 열처리재에서는 주로 탄화물인 Cr<sub>7</sub>C<sub>3</sub>와 질화물인 Cr<sub>2</sub>N가 거의 동일한 형태의 분포상태를 나타내고 있다. 이와 같은 입계 탄화물 또는 질화물의 분포상태는 800°C-5h 열처리재에서 보다 확실히 관찰되고 있고, 700°C-5h 열처리재의 탄화물 분포상태에 비해 복잡한 양상을 나타내었다. 따라서, 예민화 온도역에서 열처리된 HN2강은 입계에 탄화물인 Cr<sub>7</sub>C<sub>3</sub>와 Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub> 그리고 질화물인 Cr<sub>2</sub>N이 석출되어 후술의 SP 시험에 의해 얻어진 기계적 성질이 현저히 저하됨을 알 수 있다.

3.2 HN2 모재 및 예민화 열처리재의 파괴특성

Fig.6은 HN2 모재의 예민화 열처리한 재료를 대상으로 SP실험을 행하여 얻은 77 K와 4.2 K에서의 대표적인 하중-변위곡선이다. 비교를 위해 HN2 모재 시험편의 곡선도 함께 나타내었다. 먼저 650°C-5시간 및 700°C-1시간 열처리재의 곡선은

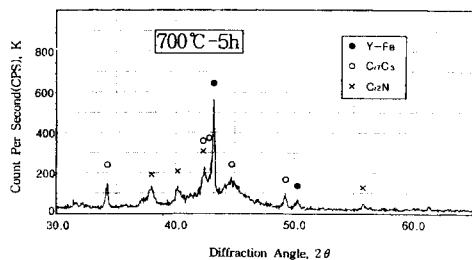


Fig. 4 X-ray diffraction(XRD) result obtained from the 700°C-5h heat treated material of the HN2 forged steel.

살펴보면, 시험온도에 무관하게 HN2 모재에 비해 파괴까지의 하중 및 변위량이 감소하고 있다. 또한, 4.2 K의 곡선상에서는 세레이션(serration)이 관찰되어 상당량의 소성변형 후 파괴에 이르고 있음을 알 수 있다. 그러나, 장시간 및 고온, 즉 700°C-5시간 및 800°C-5시간의 온도와 시간에서 열처리를 행한 시편으로부터 얻어진 곡선상에서는 세레이션현상<sup>(13, 14)</sup>이 거의 관찰되지 않았다. 이와 같은 장시간 및 고온의 열처리재에 있어 세레이션 현상의 감소 또는 소멸은 재료의 소성변형의 감소와 관련된다. 즉, 세레이션현상의 발생은 소성변형에 관계하기 때문에 시험편은 하중-변위곡선의 4단계<sup>(7)</sup>중 적어도 탄성한계영역을 지나는 연성을 유지해야만 한다. 그러나, 열처리에 따른 연성의 감소로 인해 소성변형 이전의 탄성구간에서 파괴가 발생하기 때문에 세레이션현상은 발생하지 않았다. 이와 같은 세레이션 발생 빈도의 차이는 파면관찰

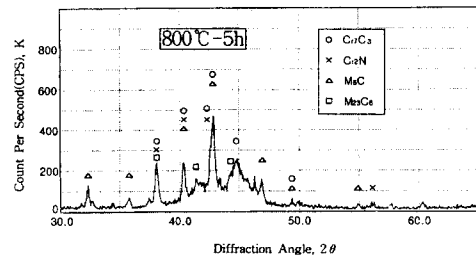


Fig. 5 X-ray diffraction(XRD) result obtained from the 800°C-5h heat treated material of the HN2 forged steel.

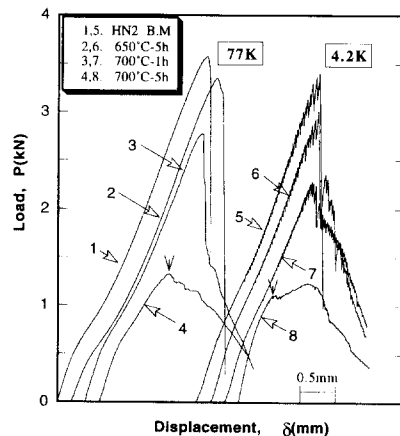


Fig. 6 Load-displacement curves obtained from the heat treated specimens of HN2 steel tested at 77 K and 4.2 K.

로부터 잘 알 수 있다.

Fig. 7은 HN2 모재와 각 열처리를 대상으로 4.2

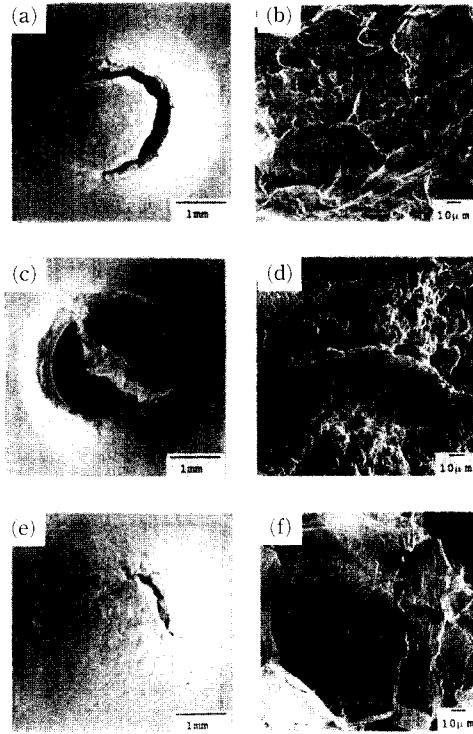


Fig. 7 SEM macro- and microfractographs obtained from base metal and heat treated materials of HN2 steel tested at 4.2 K. (Here, (a), (b) HN2 base metal; (c), (d) 650°C-5h; (e), (f) 700°C-5h)

K환경하에서 SP 실험에 의해 얻은 거시적 및 미시적 파면사진이다. HN2 모재의 파괴양상을 보면, 비교적 큰 소성변형을 한 후 반구 정점부위로부터 멀리 떨어진 부위에서 원둘레 방향으로 균열이 전파하여 파괴에 이르는 원주형 파괴가 관찰되었다. 이때 얻어진 미시적 파면은 연성 덩플파면외에 입계파괴의 흔적을 보이고 있으나, 입계파괴의 양은 매우 작음을 알 수 있어 HN2 모재는 상당량의 소성거동을 한 후 파괴되었음을 알 수 있다. 그리고, 4.2 K의 곡선상에서는 전형적인 세레이션이 발생하고 있다. 그리고, 650°C-5h 열처리재의 파괴양상과 파면을 살펴보면, HN2 모재와 동일하게 균열은 반구 정점부위로부터 멀리 떨어진 위치에서 발생하여 원둘레 방향으로 전파하는 원주형파괴였지만, 파면에는 연성적인 덩플파면외에 취성파면이 혼재하고 있음을 알 수 있다. 반면에, 700°C-5시간 열처리재의 4.2 K의 SP 시험으로부터 얻어진 파괴양상은 HN2 모재에 비해 균열발생 개시점이 비교적 시험편의 반구 정점부근으로 이동하고 있고, 전파양상도 원주형과 방사상의 전파가 혼합된 형태를 보이고 있다. 파면은 주로 입계 취성파면이었고, 파면상에는 소성변형의 흔적인 약간의 연성 덩플파면이 관찰되었다. 이때 4.2 K의 하중-변위곡선상에서 세레이션은 현격히 감소하였다. 특히, Fig. 7에는 세시하지 않았으나 800°C-5시간 열처리재의 파괴양상과 파면은 각각 인성적 성질을 완전히 상실한 것을 지적해주는 방사상파괴와 완전 입계파괴가 관찰되었다. 이상의 고찰로부터 4.2 K에서의

Table 3 Fractography and fracture appearance of solution treated HN2 and heat treated materials fractured 77 K and 4.2 K.

Test temperature		77 K			4.2 K		
		Fractography	Fracture appearance	E <sub>SP</sub>	Fractography	Fracture appearance	E <sub>SP</sub>
Material & conditions	B. M	D	C	3.96	D	C	2.89
	650°C-5h	D+B	C	3.59	D+B	C	2.35
	700°C-1h	D+B	C+R	3.72	D+B	C+R	2.53
	700°C-5h	B	C+R	2.45	B	R	1.62
	750°C-5h	B	C+R	1.30	B	R	0.43
	800°C-5h	B	C+R	0.77	B	R	0.35

Here, D : Ductile dimple, B : Brittle intergranular, C : Circumferential, R : Radial

세레이션은 파괴에 이르기까지 재료의 소성변형과 관계됨을 알 수 있어 다른 연구자의 보고<sup>(11, 12)</sup>와 좋은 일치를 보이고 있다. 결국 HN2 모재는 열처리 온도와 시간이 고온 및 장시간으로됨에 따라 세레이션의 감소와 더불어 파면도 연성 덩플파면에서 취성 입계파면으로 천이하고 있고, 이는 전술한 바와 같이 열처리에 의해 입계에 석출된 탄화물 및 질화물이 입계 결합력을 현저히 저하시킨 결과로 생각된다.

Table 3에 이상의 각 열처리 시험편에 대해 SP 실험을 행하여 얻어진 파면 및 파면양상 그리고  $E_{sp}$ 를 정리하여 나타내었다. Table 3에서 알 수 있듯이 HN2 모재는 4.2 K에서도 원주형 파괴 및 연성 덩플파면인 반면, 열처리 온도와 시간의 증가 또는 실험온도의 저하와 더불어 방사상 파괴 및 입계 취성파면으로 천이하고 있고, 이와 함께  $E_{sp}$ 도 현저히 감소하고 있다. 이상의 결과로부터 하중-변위곡선상에서 관찰된 파괴거동은 열처리에 따른 미세조직 변화, 즉 입계 석출물의 거동에 대응하여 다른 특성을 보이고 있음을 알 수 있다.

Fig. 8에 각 열처리재료로부터 얻어진 SP 에너지 (이하 :  $E_{sp}$ )의 온도 의존성을 나타내었다. 열처리에 따른 재질열화는 명백하다. 즉, 모든 열처리재의  $E_{sp}$ 에 비해서 모재의 것은 실험온도에 무관하게 높은 값을 보이고 있다. 그러나, 열처리 온도와 시간의 증가와 더불어  $E_{sp}$ 는 현저히 감소하고 있다.

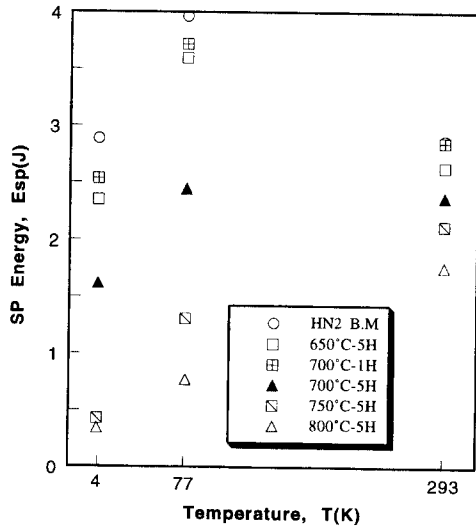


Fig. 8 Temperature dependence of the SP energy obtained from the base metal and heat treated materials of HN2 steel.

특히, 시험온도가 저온으로 됨에 따라  $E_{sp}$ 의 저하 폭은 보다 증가하고 있다. 이와 같이 열처리 온도 및 시간의 증가 또는 시험온도의 저하에 따른  $E_{sp}$ 의 저하는 Fig. 3의 조직관찰 결과와 밀접한 관계가 있다고 생각된다. 즉, 조직사진에서 알 수 있듯이 열처리 온도의 증가와 더불어 입계에 석출된 탄화물 또는 질화물 등이 증가하게 되어 입계를 취화되게 하여 입계결합 강도를 저하시켰기 때문으로 생각된다. 또한, 입계 석출물에 의해 취화된 입계는 시험온도의 감소와 더불어 더욱 취약하게 되어 SP 에너지의 현격한 감소를 유발하였다고 생각된다.

이상의 SP 시험에 의해 얻어진 HN2 모재의 열처리에 따른 기계적 성질의 기본적인 데이터 축적은 용접시 예열이나 후열처리시 열이력에 따른 HN2 모재의 재질열화 및 예민화를 예측할 수 있는 중요한 정보를 제공하였다고 생각한다.

### 3.3 HN2 모재 및 예민화 열처리재의 분극특성

전 절에서 알 수 있듯이 HN2강은 열처리에 따른 예민화 거동에 의해 기계적 성질이 현저히 저하되었음을 알았다. 이에 주목하여 본 절에서는 SP 시험에서 얻어진 결과의 신뢰성 및 기계적 성질의 저하원인을 살펴보기 위해, 각 열처리 시험편을 대상으로 전기화학 분극실험을 행하였다.

Fig. 9는 HN2 모재와 650°C, 700°C, 750°C, 800°C에서 각각 1~5시간동안 열처리된 시험편을 대상으로 1N KOH 전해액중에서 분극실험을 하여 얻은 대표적인 양극 분극곡선이다. HN2 모재 및 열처리재는 양극 분극곡선상의 약 20 mV의 전위에서 양극 전류벌도치(anodic current peak : 이하  $I_p$ )를 보이고 있으며, 이는 오스테나이트계 기지(austenitic matrix)의 부동태 피막(passive film)의 형성과 관련된다. 이러한  $I_p$ 는 열처리 온도 및 시간의 증가와 함께 더욱 높은 값을 보이고 있다. 이는 Fig. 3의 조직관찰에서 알 수 있듯이 오스테나이트 기지내의 크롬이 입계에 석출하여 입계 주변의 크롬결핍(chromium depletion)이 열처리 온도와 시간의 증가와 함께 더욱 심화되었기 때문이라고 생각된다. Fig. 9의 고온·장시간 열처리재인 800°C-5h 시험편의 분극곡선을 살펴보면, 200 mV와 300 mV에서 각각 2차, 3차  $I_p$ 를 보이고 있다. 이를 조사하기 위해  $M_2N$  표준 시험편을 이용하여 양극 분극거동을 조사한 결과 약 250 mV에서  $I_p$ 가

나타남이 관찰되었다. 그리고, Matsushita 등<sup>(15)</sup>은 약 100 mV의 전위에서 나타나는  $I_p$ 는  $M_{23}C_6$ 의 용해와 관련된다고 보고하고 있다. 따라서, Fig. 9의 분극곡선상에서의 약 200 mV와 300 mV에서 나타난  $I_p$ 는 각각  $M_{23}C_6$ 와  $M_2N$ 의 용해와 관련한다고 생각된다. 이상의 전기화학 분극실험에서 얻어진 결과는 앞서 XRD 분석결과와 양호한 일치율을 보이고 있다.

한편, 전기화학 분극실험에 의한 오스테나이트계 스테인리스강의 에민화거동은 주로 분극곡선상에서의 부식전류밀도( $I_p$ )를 이용하고 있다.<sup>(9, 10)</sup> 그러나, 본 HN2강의 에민화 열처리재로부터 얻은 분극곡선상에서는 각기 다른 전위에서 2차, 3차  $I_p$ 가 나타나고 있다. 따라서, 본 연구에서는 HN2강 열처리재로부터 얻어지는 전기화학 분극특성을 보다 정량적으로 비교하기 위해 전하량(Q)를 사용하였다. 이때 전하량(Q)는 1차  $I_p$ 가 나타난 약 20 mV에서 3차  $I_p$ 가 나타난 300 mV까지의 곡선의 아래면적으로 정의하였다.

3.4 SP 에너지(ESP)와 전하량(Q)의 상관관계

Fig. 10에 각 열처리 시험편을 대상으로 분극실험과 SP 실험을 행하여 얻은 전하량 Q와  $E_{sp}$ 의 상관관계를 나타내었다. 그림에서 알 수 있듯이 탄화물 또는 질화물의 생성량을 대변해 주는 전하량 Q가 증가함에 따라  $E_{sp}$ 값이 저하되고 있다. 이는 재

료가 에민화됨에 따라 입계 또는 입내에 편석된 탄화물이나 불순물 등이 부식전류밀도를 증가시키는 반면에  $E_{sp}$ 는 감소시키기 때문이라고 생각된다. 입계에 석출된 탄화물이나 질화물의 증가는 재료의 기계적 성질을 저하시킬을 알 수 있어 금후 전하량 Q의 측정에 의해서 기계적 성질의 변화를 비파괴적으로 충분히 예측할 수 있음을 시사하고 있다. 즉, Fig. 10의 결과에 많은 실험을 통한 데이터베이스의 구축에 의해 보다 정량적인 관계식을 수립한 후, 현장에서 측정된 전하량 Q값에 해당되는  $E_{sp}$  값을 관계식에 대입함으로써 재료의 기계적 성질을 비파괴적으로 예측할 수 있다. 이상의 결과로부터 HN2 모재와 열처리재에 대해 SP 실험에 의해 얻어진 파괴거동 및  $E_{sp}$ 는 미세조직의 변화를 반영하고 있음을 전기화학 분극시험으로부터 잘 알 수 있다. 그러나, 이러한  $E_{sp}$ -Q의 관계는 전기화학 분극실험 조건, 즉 분극속도 및 시험편의 표면처칠기 등에 의해 영향받기 쉽기 때문에,<sup>(11)</sup> 이 관계를 정량화하기 위해서는 수 많은 실험적 연구가 이루어져야 할 것이다. 또한, 본 연구에서 얻어진 결과들을 금후 탄소성 파괴인성시험 결과들과 상관관계를 규명하면, 소형화된 시험편 및 간편한 시험방법으로 인해 극저온 파괴인성을 보다 손쉽게 평가할 수 있을 것으로 기대된다.

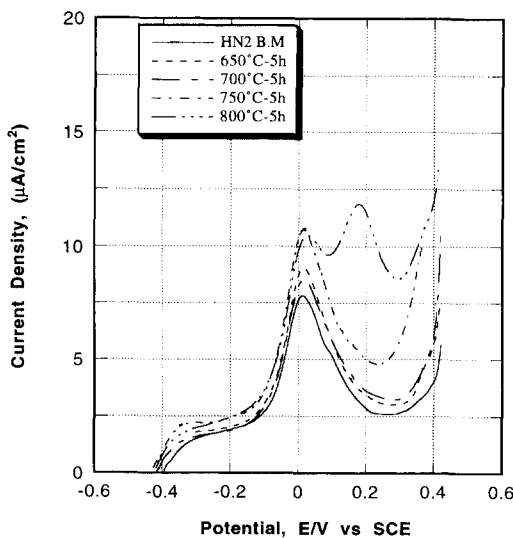


Fig. 9 Anodic polarization curves obtained from HN2 base metal and heat treated materials.

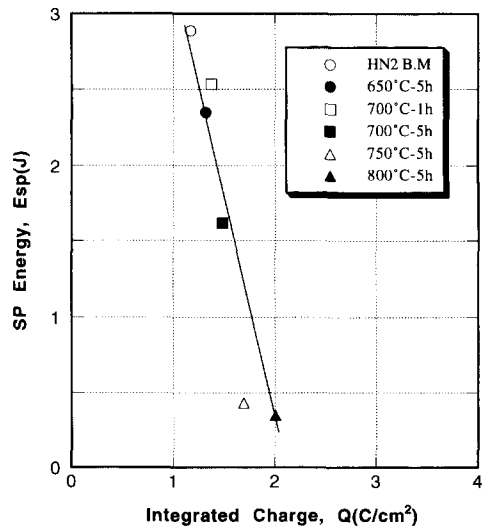


Fig. 10 Relationship between SP energy and integrated charge(C/cm²) obtained from HN2 base metal and heat treated materials.



#### 4. 결 론

핵 용합로 구조재료인 HN2 모재의 예민화에 따른 기계적 성질의 변화를 평가하기 위해 소형 시험편을 이용하는 SP 실험을 실시하였다. 또한, 전기화학 분극실험을 통하여 예민화에 의한 분극특성 변화를 조사하여 SP 실험결과와 비교하였다. 이상에 의해 얻어진 결론은 다음과 같다.

(1) HN2 예민화 열처리재의 파괴특성은 예민화 열처리 온도와 시간의 증가 또는 SP 실험 온도의 감소와 더불어 현격한 기계적 성질의 저하를 나타내어 SP 시험에 의한 극저온 구조재료의 기계적 성질의 변화에 관한 평가가 가능함을 알았다.

(2) HN2 모재의 하중-변위곡선을 기준으로 한 예민화 열처리재의 파괴거동을 비교한 결과, 4.2 K 환경하의 하중-변위곡선상에서 관찰된 세레이션 현상은 재료의 소성변형 능력과 밀접한 관계가 있음을 알았다.

(3) 전기화학적 측정값인 전하량 Q가 증가함에 따라 SP 에너지 값인  $E_{sp}$ 가 저하되었고, 이로부터 전하량 Q만의 측정으로 열처리 이력, 즉 열화정도를 예측할 수 있음을 알았다.

(4) XRD의 분석결과 및 전기화학 분극실험결과에 의해 HN2 예민화 열처리재의 기계적 성질의 저하원인은 입계에 석출된 탄화물 또는 질화물에 기인하였음을 알았다.

#### 후 기

본 연구를 수행하는데 있어 많은 지도와 애정을 베풀어 주신 일본 동북대학 故 高橋秀明 교수님께 진심으로 애도의 마음을 바칩니다.

#### 참고문헌

(1) JET Team., 1992, "Fusion Energy Production from a Deuterium-Tritium Plasma in the JET Tokamak," *Nuclear Fusion*, Vol. 32, No. 2, pp. 187~202.  
 (2) 中嶋秀夫, 1994, "核融合爐用超傳導コイルにおける材料技術の進展と展望," *プラズマ・核融合學會誌*, Vol. 70, No. 7, pp. 733~739.  
 (3) 李鶴烈, 1990, "金屬腐蝕工學," p. 246.

(4) 三浦 實, 小用和博, 1988, "ステンレス鋼の進歩と銲接," *銲接學會誌*, 第57卷, 第6號, pp. 421~426.  
 (5) Dolby, R. E. and Knott, J. F., 1972, "Toughness of Martensitic and Martensitic-Bainitic Microstructures with Particular Reference to Heat-Affected Zones in Welded Low-Alloys Steels," *Journal of The Iron and Steel Institute*, pp. 857~865.  
 (6) Ogata, T., Nagai, K., Ishibata, K. and Fukushima. E., 1990, "Vamas Interlaboratory Fracture Toughness Test at Liquid Helium Temperature," *Advances in Cryogenic Engineering (Materials)*, Vol. 36, pp. 1053~1060.  
 (7) JAERI-M(88-172), 1988, "Recommended Practice for Small Punch (SP) Testing of Metallic Materials (Draft)," Japan Atomic Energy Research Institute, pp. 1~20.  
 (8) 權一賢, 劉世程, Maribel L. Saucedo, 高田俊之, 高橋秀明, 1997, "小形バンチ試験法を用いたオーステナイト系ステンレス鋼JN1の溶接部および熱處理材の極低溫破壊評價," *日本機械學會論文集 (A編)*, 63卷, 605, pp. 1~7.  
 (9) 齊藤喜久, 庄子哲雄, 渡邊 豊, 1991, "電氣化學手法によるステンレス鋼の材質劣化現位置評價技術の開発," *日本機械學會論文集 (A編)*, 57卷, 538號, pp. 1442~1448.  
 (10) 松下 敬, 庄子哲雄, 齊藤喜久, 1990, "電氣化學的手法による高溫使用オーステナイト系ステンレス鋼の劣化評價技術," *材料*, 第39卷, 第446號, pp. 1596~1601.  
 (11) 정희돈, 권영각, 장래웅, 1993, "전기화학적 방법에 의한 내열강의 열화도 측정," *大韓機械學會論文集*, 第17卷, 第2號, pp. 300~312.  
 (12) Simmons, J. W., Atteridge, D. G. and Rawers, J. C. 1994, "Sensitization of High-Nitrogen Austenitic Stainless Steels by Dichromium Nitride Precipitation," *Corrosion*, Vol. 50, No. 7, pp. 491~501.  
 (13) Basinski, Z. S., 1957, "The Instability of Plastic Flow of Metals at Very Low Temperature," *Proceedings of The Royal Society*, Vol. 240, No. 1220, pp. 229~242.  
 (14) 福島英二, 後藤 昭, 1975, "極低溫における各

- 種金屬, 合金のセレーション變形,"日本 金屬學會誌, 第39卷, 第2號, pp. 182~187.
- (15) Matsushita, T., Shoji, T. and Saito Y., 1990, "Non-Destructive Evaluation of Material Degradation for Austenitic Stainless Steel by means of Electro-Chemical Method," *Journal of the Society of Materials Science of Japan*, Vol. 39, No. 446, pp. 1596~1601.