

크리프-피로 손상된 페라이트기 9Cr 내열강의 미세조직 발달과 자기적 특성

Microstructural Evolution and Magnetic Property of Creep-Fatigued Ferritic 9Cr Heat-Resisting Steel

김정석*, 권숙인*, 박익근**†

Chung Seok Kim*, S. I. Kwun* and Ik-Keun Park**†

초 록 보자력 측정을 통하여 페라이트기 9Cr-1Mo-V-Nb 내열강의 크리프-피로변형 동안 미세조직의 변화를 평가하였다. 크리프-피로시험은 550 °C에서 각각 인장유지시간을 60초와 600초로 하여 수행 하였다. 보자력은 파단 전까지 감소하였고 경도는 파단 시까지 지속적으로 감소하였다. 크리프-피로 수명소비율이 증가함에 따라서 $M_{23}C_6$ 탄화물은 오스트왈드 성장기구를 따라서 조대화가 나타났지만 MX 탄질화물은 550 °C에서 안정하기 때문에 조대화가 나타나지 않았다. 마르텐사이트 래스 폭은 래스경계에서의 전위회복으로 인해 증가하였다. 보자력은 전위, 석출물 그리고 마르텐사이트 래스경계와 같은 미세조직적 특성에 영향을 받게 되며 이를 미세조직변화와 관련하여 이해하였다. 결과적으로, 본 연구는 페라이트기 9Cr-1Mo-V-Nb 내열강의 크리프-피로변형 동안 미세조직의 변화와 손상 정도를 보자력을 통하여 평가하는 것을 제안하였다.

주요용어: 크리프-피로, 페라이트기 9Cr 강, 보자력, 미세조직

Abstract The ferritic 9Cr-1Mo-V-Nb heat-resisting steel was experimentally studied in order to characterize its microstructural evolution during creep-fatigue by coercivity measurement. The creep-fatigue test was conducted at 550 °C with the tensile holding time of 60s and 600s, respectively. The coercivity decreased until the failure and the hardness monotonously decreased for the whole fatigue life. As the life fraction of creep-fatigue increased, the $M_{23}C_6$ carbide coarsened following the Ostwald ripening mechanism. However, the MX carbonitrides did not grow during creep-fatigue due to so stable at 550 °C. The width of martensite lath increased because of the dislocation recovery at the lath boundaries. The magnetic coercivity has an influence on the microstructural properties such as dislocation, precipitates and martensite lath boundaries, which interpreted in relation to microstructural changes. Consequently, this study proposes a magnetic coercivity to quantify the level of damage and microstructural change during the creep-fatigue of ferritic 9Cr-1Mo-V-Nb steel.

Keywords: Creep-Fatigue, Ferritic 9Cr Steel, Coercivity, Microstructures

1. 서론

최근 발전 설비의 에너지효율 향상을 위한 고온·고압화의 실현이 절실한 상황이며 이를 위해서

초초임계압 발전 설비의 설계가 증가추세에 있다. 따라서 발전설비의 보일러, 터빈로터, 스팀파이프 및 밸브 등의 기존소재로 널리 쓰이고 있는 저크림 페라이트계 강보다도 높은 고온강도와 열적 안정

정성이 요구되고 있다. 이렇듯 발전설비의 고효율화를 위해 고온·고압화의 실현이 필수적이며 사용 조건에 따라서 발전설비 소재는 고온강도, 고온내산화성 및 내식성 또는 내수소침식 등의 우수한 특성을 필요로 하지만 특히 고온에서의 피로 및 크리프강도의 개선이 무엇보다 중요하다고 하겠다.

이와 같은 이유로 고 크롬 (9-12%Cr) 페라이트계강이 초초임계압 발전설비에 널리 사용되고 있으며 고온 안전성 향상을 위해 많은 활발한 연구[1-3]가 국내외적으로 진행되고 있다. 이 강종들은 텀퍼드마르텐사이트 구조를 나타내며 석출물 형성원소인 Nb와 V 등을 첨가함으로써 석출강화 효과를 향상시키고 Cr, Mo 그리고 W 등을 첨가함으로써 고용강화 효과를 향상한 강종이라 할 수 있다. 하지만 고온에서 장시간 사용할 경우 다양하고 복잡한 미세조직의 변화현상으로 인해 강도 및 파괴인성 등의 기계적 성질이 저하되는 경년열화현상[4-6]이 발생하게 된다. 특히, 정적, 동적 그리고 복합적인 하중을 받는 구조물들은 장시간 사용에 따라서 피로, 크리프 그리고 크리프-피로 파괴가 발생하게 된다[7,8].

따라서 발전설비의 손상진단에 관한 기존의 많은 비파괴 평가기법 연구들[9-12]이 보고되고 있다. 특히, 강자성체에 있어서 미세조직은 자벽 고착이나 자벽 이동에 중요한 역할을 함으로서 자기적 성질에 큰 영향을 미치는 것으로 잘 알려져 있다. 이러한 자기적 특성 중 보자력 및 바크하우젠 노이즈는 미소한 미세조직의 변화에도 매우 민감하게 변화하므로 재료의 특성평가 연구에 다양하게 적용되고 있다[13-16].

하지만 아직까지 설비의 손상 정도에 대한 미세조직과 비파괴평가 파라미터와의 상관관계 규명 및 검증이 부족한 실정이다. 이러한 점에서 볼 때 설비구조물의 건전성과 안전성 향상을 위한 모니터링을 위해 무엇보다 기초적 이해로서 미세조직에 대한 이해가 선행되어야 할 필요성이 크다. 그러므로 본 연구에서는 9Cr-1Mo-V-Nb 강의 크리프-피로손

상에 대해 자기적 물성변화를 이용하여 열화과정에 따른 미세조직의 변화를 고찰하고자 하였다.

2. 실험방법

본 연구에 사용된 9Cr-1Mo-V-Nb 강은 포스코특수강에서 제조되었으며, 아르곤 분위기의 1050 °C에서 1시간 노말라이징 처리 후 공냉을 하고 760 °C에서 1시간 템퍼링 처리 후 사용하였다. 시험편의 화학적 조성은 0.09C, 0.23Si, 0.38Mn, 0.015P, 0.013S, 0.065Ni, 8.66Cr, 0.9Mo, 0.04Cu, 0.21V, 0.01Al, 0.035N, 0.07Nb 그리고 나머지는 Fe이다. 크리프-피로시험은 전기로를 이용하여 550 °C의 대기분위기 하에서 시험하였고, 최대 용량이 20t인 Shimadzu사의 만능피로시험기를 이용하여 인장하중 (187 MPa)에서 유지시간을 60초와 600초로 하여 파단시간을 기준으로 단계별 크리프-피로시험을 수행하였다. 시험편은 게이지 길이가 16 mm, 직경이 10 mm인 봉상의 시험편으로 가공하였고 크리프-피로시험편은 수명소비율 (N/N_f) 변수가 0.1, 0.2, 0.4, 0.6 그리고 0.8이 되도록 시험편을 준비하였다. 이와 같이 제작된 각 단계별 시험편에 대한 피로사이클과 총 시험시간을 Table 1에 나타내었다.

자기적 성질 측정으로 진동시료자속계 (vibrating sample magnetometer, VSM)를 이용하여 보자력을 측정하였다. 시험편은 형상에 의한 형상 자기이방성을 최소화 하기 위해 직경 2.5 mm, 길이 7.0 mm의 원기둥 모양으로 가공을 하였다. 가공으로 인한 시험편 표면경화와 잔류응력의 제거를 위해서 30% H_2O_2 + 20% 옥살산에서 15분간 유지하였다.

미세조직과 석출물 관찰을 위해서 비엘라 (vilella) 시약으로 부식 후 광학현미경 (optical microscope, OM) 및 주사전자현미경 (scanning electron microscope, SEM)을 이용하여 관찰하였다. 전위구조와 마르텐사이트 래스를 관찰하기 위해 투과전자현미경 (transmission electron microscope,

Table 1 Fatigue cycles and test duration at various fatigue life of interrupt creep-fatigue test

Fatigue life		10%	20%	40%	60%	80%	100%
		0.1 N_f	0.2 N_f	0.4 N_f	0.6 N_f	0.8 N_f	1 N_f
60s	Fatigue cycles	330	660	1320	1980	2640	3300
	Test duration (h)	6.4	12.8	25.6	38.5	51.3	64.0
600s	Fatigue cycles	95	190	380	570	760	950
	Test duration (h)	16.0	32.0	64.0	96.5	128.7	160.0

TEM) 분석을 이용하였으며 분석을 위한 박판의 시험편은 지름 3 mm 디스크로 가공 후 25%의 퍼크로릭 (perchloric) 전해액으로 전해 연마하여 준비하였다. 석출물의 조성과 구조분석을 위해서 탄소 추출 레플리카법을 수행하였다. 석출물의 조성은 투과전자현미경의 에너지 분산 분광기 (energy dispersive X-ray spectroscopy, EDS)를 이용하였고 구조 분석은 제한 시야 회절 도형 (selected area diffraction pattern, SADP) 분석을 수행하였다.

3. 실험 결과

Fig. 1은 단계별 크리프-피로 수명소비율에 따른 보자력 (실선)의 변화와 경도 (점선) 변화를 나타낸 것이다. 크리프-피로 수명소비율이 증가함에 따라서 피로손상 초기에 급격한 보자력의 감소를 나타내었다. 이후 보자력의 변화는 크게 보이지 않고 피로과정의 마지막 단계에서 갑자기 보자력이 증가를 하였다. 경도 값의 변화는 피로변형 동안 점진적으로 감소하였다.

크리프-피로손상에 의한 미세조직의 변화를 관찰하고자 하였다. Fig. 2는 노말라이징과 템퍼링 후 미세조직을 관찰한 결과이다. 전형적인 텀퍼드 마르텐사이트 조직으로 텀퍼링후의 구 오스테나이트 결정립 (prior austenite grain, PAG)계와 래스경계가 뚜렷하게 관찰되었다. 이를 보다 상세하게 관찰하기 위해서 주사전자현미경을 이용하여 PAG입계와 래스경계를 관찰하였다. 텀퍼링후 입계는 입내보다 조대한 석출물이 관찰되었고 입내와 입계주위의 미세한 석출물과 비교하여 상대적으로 큰 석출물이 입계를 따라 분포하므로 광학현미경에서 관찰

한 바와 같이 입내와 입계가 명확히 구분되는 것으로 판단된다. 이상의 결과와 같이 텀퍼링 후 미세조직은 완전 텀퍼드 마르텐사이트 조직을 나타내었고 PAG의 결정립 평균크기는 약 20 μm 이었다. 석출물은 미세한 입내석출물과 입계석출물이 존재하였다. 탄소추출레플리카법을 이용하여 시험편을 준비하고 관찰한 TEM 이미지는 SEM에서 관찰한 결과와 유사하게 PAG에 조대한 석출물과 래스경계와 내부에 미세한 석출물이 관찰되었다 (참고, Fig. 2(d)). 전위구조를 관찰한 Fig. 2(e)의 TEM 이미지와 같이 잘 발달된 래스구조로 전위들이 영킴 구조를 갖는 것으로 관찰되었다. 텀퍼링후 석출물은 판상과 로드 (rod)상의 조대한 M_{23}C_6 와 구형의 미세한 MX상 만이 존재하고 있음을 알 수 있었다(참고, Fig. 2(g)).

크리프-피로 변형의 증가에 따라서 마르텐사이트 래스 경계의 미세한 석출물들이 조대화되고 마르텐사이트 래스내의 전위밀도 감소와 마르텐사이트 래스 폭이 성장하였다. 이를 Fig. 3와 Fig. 4에서 보여주고 있다. 크리프-피로 변형에 의해 석출물들이 조대화되고 있음을 관찰할 수 있다. 이러한 석출물의 조대화는 확산기구에 따라서 석출물과 기지와의 계면에너지를 줄이면서 성장하게 되는 오스트왈드 성장 (Ostwald growth)에 의해 일어난 것이며 석출 강화와 고용강화 효과를 감소시키고, 충격에너지를 크게 감소시키며 크리프 저항을 현저하게 감소시키는 원인[17]으로 보고되고 있다. 또한, 본 재료에 대한 기존의 연구[18]에서와 같이 M_{23}C_6 석출물의 조대화 속도는 인장유지시간에 따라서 각각 $7.4 \times 10^{-28} \text{ m}^3 \text{ s}^{-1}$ 와 $4.4 \times 10^{-26} \text{ m}^3 \text{ s}^{-1}$ 로 나타났다. 이는 인장하중 하에서 유지시간이 더 길기 때문에 보다 빠른 확산에 의해 석출물의 성장이 이루어진 것으로 판단된다. 하지만, MX 석출물의 크기 변화는 관찰되지 않았다. 이는 MX상이 매우 안정한 상이며 또한, 시험시간이 짧은 것이 그 원인이라 판단된다.

래스 폭의 증가에 대해서 Abe[19]는 9CrW 강에서 크리프 손상에 의한 마르텐사이트 래스 폭의 증가가 전위의 회복과 마르텐사이트 래스경계들의 재결합에 의해 마르텐사이트 래스 경계들이 소멸된다고 보고하였다. 래스내부의 전위밀도감소와 래스 폭의 증가현상은 인장유지시간에 큰 차이를 보이지 않았지만 60초 보다는 600초에서 약간 크게 나타났다. 따라서 전위밀도와 래스 폭에는 밀접한 상관성이 있음을 알 수 있고 Sawada 등[20]은 전위밀도가

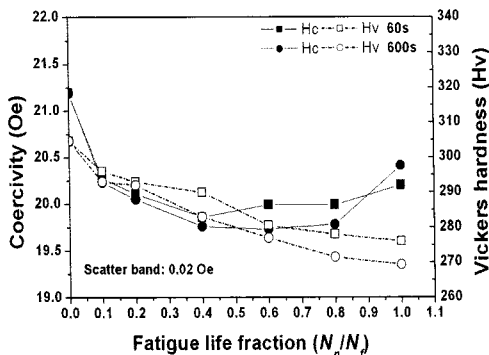


Fig. 1 Variation in magnetic coercivity and Vickers hardness of 9Cr-1Mo-V-Nb steel with fatigue life fraction

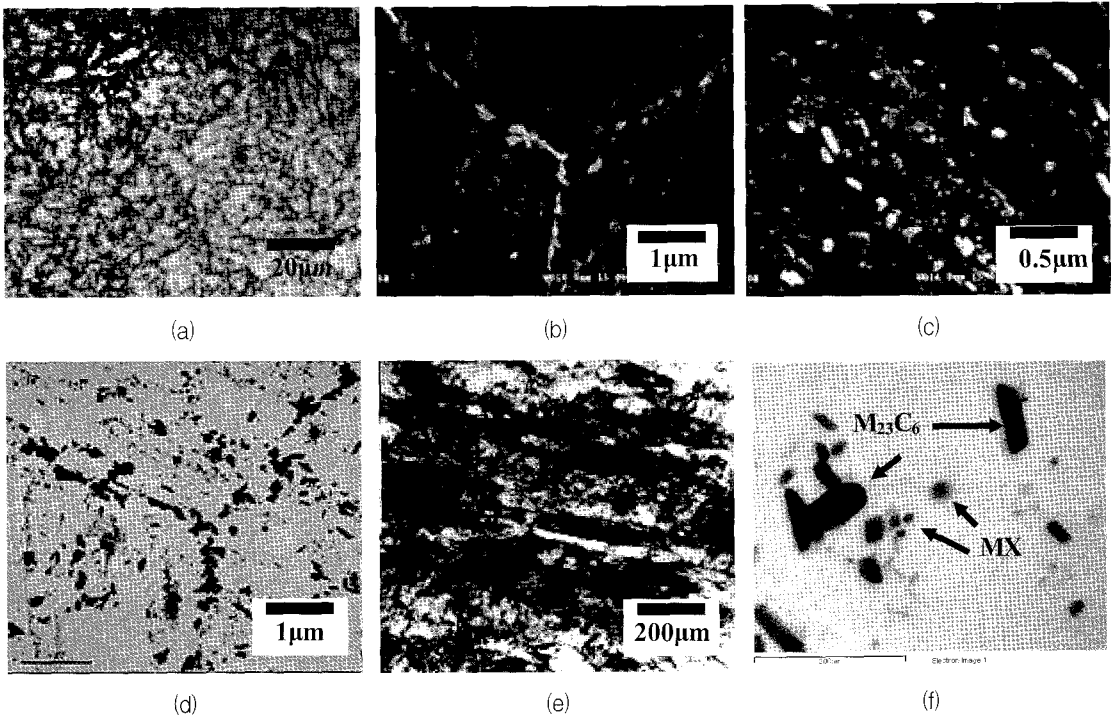


Fig. 2 OM, SEM and TEM micrographs of as-tempered specimen; (a) OM micrograph, (b) SEM micrograph of PAGB (c) SEM micrograph of lath boundary, (d) TEM micrograph of PAGB, (e) TEM micrograph of lath boundary, (f) TEM micrograph of $M_{23}C_6$ and MX precipitates

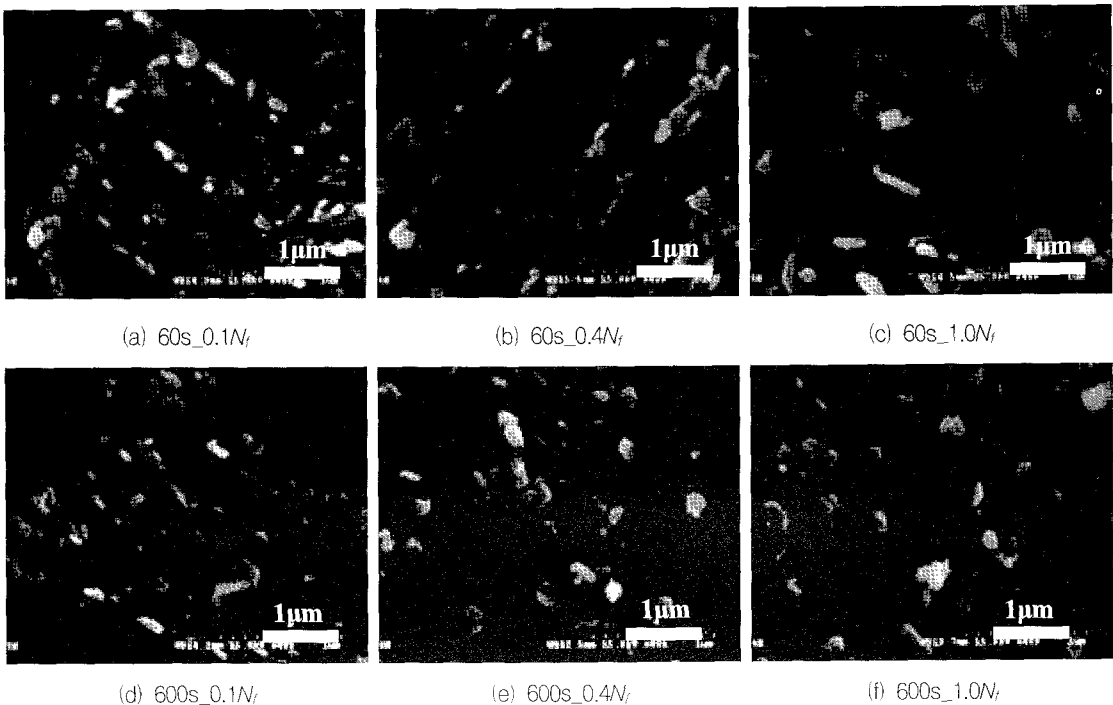


Fig. 3 SEM micrographs showing the precipitate morphology: (a) 60s_0.1N_r, (b) 60s_0.4N_r, (c) 60s_1.0N_r, (d) 600s_0.1N_r, (e) 600s_0.4N_r, (f) 600s_1.0N_r

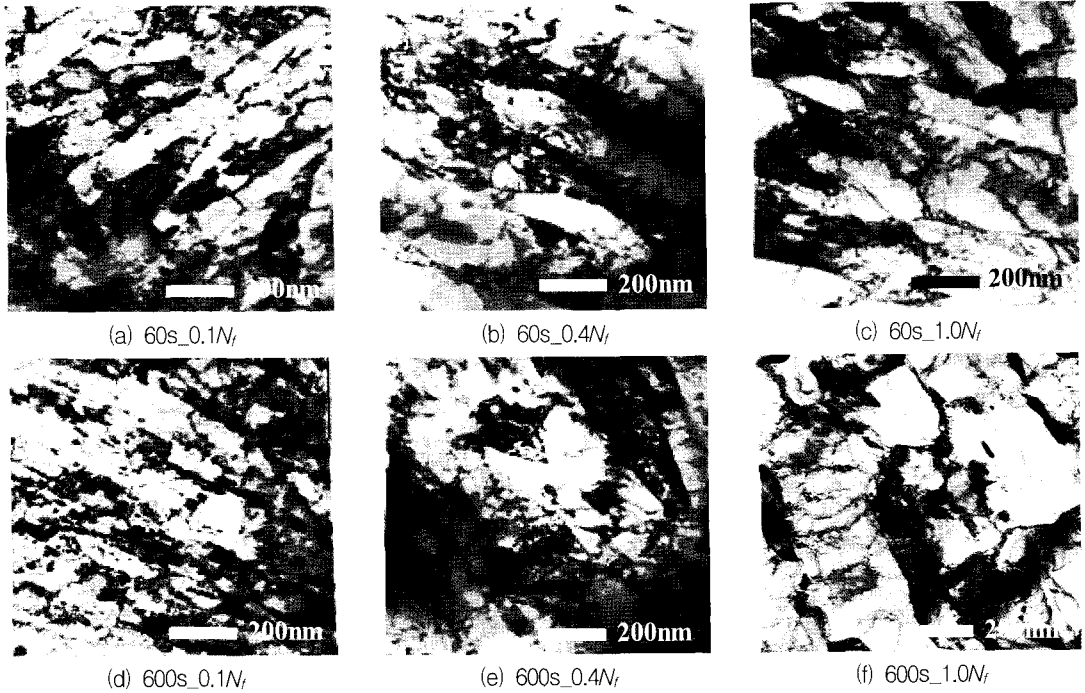


Fig. 4 TEM micrographs showing the dislocation substructure; (a) 60s_0.1N_r, (b) 60s_0.4N_r, (c) 60s_1.0N_r, (d) 600s_0.1N_r, (e) 600s_0.4N_r, (f) 600s_1.0N_r

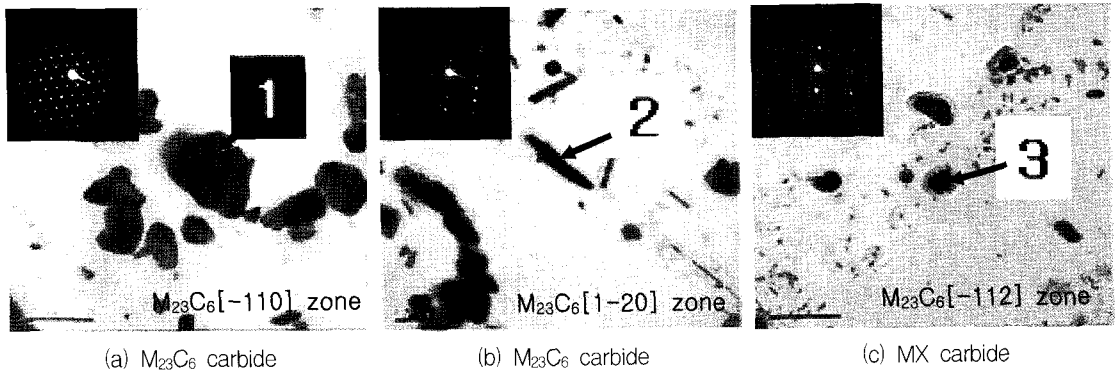


Fig. 5 Typical TEM micrographs of extracted carbon replica and diffraction patterns showing the various precipitates observed in as-tempered 9Cr-1Mo-V-Nb steel; 1 and 2 are M₂₃C₆ and 3 is MX precipitate

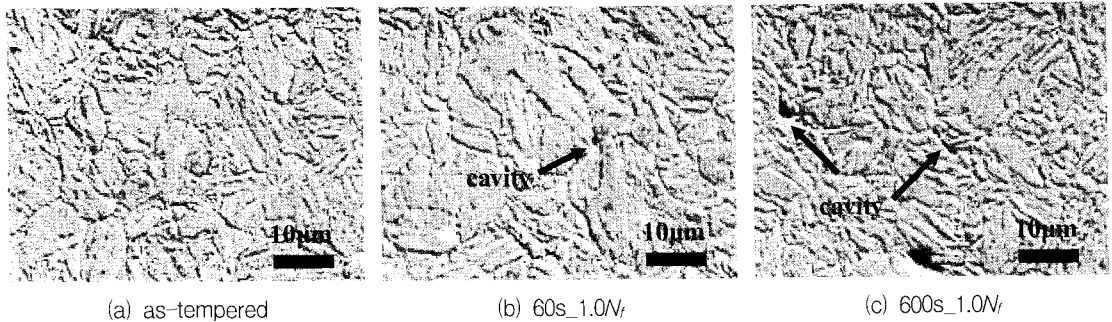


Fig. 6 BSE images of surface morphology showing the cavities: (a) as-tempered, (b) N/N_r=1, hold time of 60s, (c) N/N_r =1, hold time of 600s

래스 폭의 제곱에 반비례함을 보고하였으며 크리프 손상된 9Cr-1Mo 강에서 래스 폭의 변화로 전위밀도를 정량화하였다. 본 재료에 대한 기존연구[18]에서도 크리프-피로변형에 따른 정량적인 전위밀도의 변화를 XRD법으로 측정하였고 그 결과 전위밀도의 변화는 인장유지시간에 따른 차이는 없이 크리프-피로 초기단계 (<0.2N)에서 급격하게 감소한 후 파단 시까지 변화를 나타내지 않았음을 보고하였다.

석출물의 조성 및 구조에 대한 상세한 규명을 위해서 투과전자현미경 분석을 하였으며 Fig. 5는 템퍼링후 대표적인 TEM 사진과 석출물의 SADP 그리고 EDS 결과를 나타내었다. 템퍼링상태에서는 두 종류의 석출물이 관찰되었다. 불규칙한 판상과 길게 신장된 형태의 석출물은 Cr, W, Fe를 포함하는 $M_{23}C_6$ 로 관찰되었고 미세한 구형의 석출물은 Nb, V를 함유한 MX로 분석되었다. 이들 석출물들은 크리프-피로가 진행되고 파단 된 후에도 석출상의 변화를 나타내지 않았으며 그 크기만 증가하는 것으로 나타났다. 이는 9-12%Cr 템퍼드 마르텐사이트강의 주된 석출물은 입계석출물인 Cr이 풍부한 $M_{23}C_6$ 와 마르텐사이트 래스 및 입내에 형성되는 미세한 MX (Nb,V(C,N))이라는 기존연구[1,2,19]와 동일한 결과임을 알 수 있다.

캐비티를 관찰한 대표적인 주사전자 현미경사진을 Fig. 6에 나타내었다. 이는 전형적인 후방산란전자 (backscattered electron, BSE) 이미지로 크리프-피로파단 후 시험편을 진동연마 후 관찰한 사진이다. 표면에서 관찰되는 것과 같이 템퍼링 후 어떠한 캐비티도 관찰할 수 없고 크리프-파단 후 인장유지시간 60초와 600초 모두 캐비티를 관찰하였다. 또한 인장유지시간 600초에서 보다 크고 많은 표면 캐비티를 관찰할 수 있었다. 이들 캐비티들이 최종 단계 (1N)에서 관찰된 것으로 보아 크리프-피로 변형 중 캐비티의 형성에 의한 9Cr-1Mo-V-Nb강의 손상은 미비한 것으로 사료된다. 이와 같은 이유는 기존의 많은 연구결과[21,22]에서와 같이 초초임계압 페라이트 내열강의 파단이 크리프효과에 의한 캐비티기구가 아니라 석출물의 조대화 및 전위밀도의 감소 그리고 래스 폭의 증가로 인한 연화기구로 보고하는 것과 일치하는 것으로 생각된다.

4. 고찰

크리프-피로 변형에 따른 보자력의 변화는 Fig. 1

에 나타낸 결과와 같이 피로수명소비율의 증가에 따라서 감소를 하고 피로파단 직전단계에서 증가를 하였다. 보자력 (Hc)은 물리적으로 강자성재료에 있어 자벽 (domain wall) 이동에 대한 최대 저항력이다. 강자성재료에 있어 주요한 자벽의 이동에 대한 장애물로 전위, 비자성개재물 그리고 결정립계를 들 수 있다[23].

전위는 재료 내 국부적인 미소응력을 야기시키게 되고 응력장을 형성하므로 이 응력장에 의해 자벽 이동이 방해를 받게 된다. 일반적으로 자벽과 전위와의 상관관계에 있어 많은 연구들이 보자력은 전위밀도의 제곱근에 비례하는 것으로 보고되고 있다[24-26]. 본 연구의 결과에서 전위밀도는 크리프-피로 초기단계인 0.2N_f까지 급격하게 감소하고 이후 변화를 나타내지 않은 것으로 보아 초기 단계의 보자력의 감소는 전위밀도의 급격한 감소에 많은 영향을 받은 것으로 생각된다. TEM에서 관찰한 바와 같이 템퍼링후 래스경계 주위에 매우 엉켜있는 전위가 크리프-피로 수명소비율이 증가함에 따라서 정성적으로도 현저하게 회복되었음을 이미 관찰한 바 있다(참고, Fig. 4). 재료적인 관점에서 강도는 전위의 이동에 대한 방해 정도의 크기라 할 수 있다. 일반적으로 재료의 강도는 전위밀도의 평균제곱근에 비례를 하게 된다. 따라서 크리프-피로 초기 정도의 감소는 전위밀도의 급격한 감소와 크게 관련 있는 것으로 사료된다.

비자성 개재물 역시 자벽 내에 존재함으로 자벽의 에너지를 줄이거나 스파이크 (spike) 자구를 형성함으로써 자벽이동의 효과적인 방해물이 된다 [23]. 이러한 이유로 비자성 개재물 (즉, 이차상 혹은 석출물)은 일반적으로 보자력의 관계에서 개재물의 체적분율에 비례하는 것으로 보고하고 있다. 개재물은 그 자벽의 두께와 상대적인 크기에 따라서 보자력에 미치는 영향이 상이하므로 크기에 따른 의존성을 고려할 필요가 있다. 하지만, 템퍼링 직후와 크리프-피로 과정 중 존재하는 대부분의 석출물은 자벽의 두께 (철의 경우 약 30 nm)[23]보다 크므로 스파이크 자구를 형성하여 자벽의 이동을 방해할 것으로 생각된다. 따라서 본 연구에서는 크기의존성을 고려하지 않고 단위면적당 개수만을 고려하여 보다 단순화하였다. 그리고 그 결과도 매우 양호한 상관성을 갖고 있음을 확인하였다[18]. 이는 기존의 석출물과 보자력의 관계에서 체적분율에 비례한다는 보고와 매우 유사한 결과를 나타낸 것으

로 판단된다. 석출물은 전위이동을 방해함으로써 강도에 크게 기여하는 것으로 잘 알려져 있다. 하지만 이는 석출물이 기지와 정합 (coherency) 관계를 갖고 정합스트레인 (coherent strain)을 형성하는 경우에 해당하고, 만일 부정합 (incoherency)을 이룰 경우 이와 같은 석출경화 효과를 기대할 수가 없다. 더욱이, 석출물의 조대화가 일어나면 더 이상 전위가 이동할 때 석출물을 자르고 이동하는 기구가 작용하지 않고 Orowan과 Ashby[27]의 모델대로 particle looping 기구가 작용하여 석출물의 크기가 증가할수록 강도는 감소하게 된다. 따라서 석출물의 조대화는 기지와 정합성을 잃게 되고 결국 경도 값이 감소한 것으로 생각된다.

최종단계에서 보자력은 증가를 하였다. 이는 Fig. 6에서 미세조직적으로 관찰한 바와 같이 크리프효과에 의한 재료 내 생성된 미소한 캐비티에 의한 보자력의 증가로 생각된다. 이외에 보자력에 영향을 미칠 수 있는 미세조직적 인자로 복잡하고 많은 경계 (PAG, packet, block, lath)로 이루어진 래스 마르텐사이트 구조상 크리프-피로가 진행되어도 많은 경계들의 변화를 보이지는 않았지만 래스 경계는 크게 성장하였다. 이들 래스는 재료적으로 하부결정립 (subgrain)이라 생각하여 강도에 기여하는 역할이 결정립과 유사한 것으로 해석하고 있고 물리적으로도 유사한 역할을 하고 있다고 하겠다. 기존의 연구에서 결정립을 따라서 자기모우멘트의 편향이 생기므로 자벽의 이동에 영향을 미치게 되고 일반적으로 결정립 크기의 역수에 보자력은 비례하는 것으로 알려져 있다[27,28].

Degauque 등[28]은 순철의 경우 보자력은 결정립크기의 역수에 비례한다고 실험적으로 보였으며, Takahashi 등[29]은 인접 결정립계에 미치는 결정립의 자기모우멘트 세기로 이론적으로 결정립의 크기가 보자력에 미치는 영향을 증명하였다. 하지만 마르텐사이트 래스가 자벽 이동에 대한 역할이 결정립과 유사할 지에 관한 연구는 아직 미진한 실정이다. 따라서 이에 대한 보다 많은 연구가 체계적으로 진행되어야 할 것으로 판단된다.

5. 결론

보자력은 9Cr-1Mo-V-Nb 크리프-피로변형 동안 미세조직의 변화에 크게 영향을 받는 것으로 관찰되었다. 보자력은 크리프-피로 수명소비율이 증가

함에 따라서 감소하였고 파단 시 갑자기 증가하였다. 이는 전위밀도의 급격한 감소로 인해서 크리프-피로 초기에 큰 영향이 있는 것으로 판단되었고, 석출물이 조대화되고 단위면적당 개수가 감소함으로써 자벽 이동의 고착 역할을 하는 석출물이 감소하여 이후에도 보자력이 지속적으로 감소되었다고 생각된다. 최종적으로 파단 시 갑작스런 보자력의 증가는 재료 내 도입된 미소한 캐비티에 의한 영향이라고 판단된다. 이상의 실험 결과로부터, 페라이트기 9Cr-1Mo-V-Nb강의 다양한 미세조직의 변화에 의해서 보자력의 변화가 나타났으며 이를 기반으로 크리프-피로손상 정도를 평가하는 것이 가능할 것으로 판단된다.

참고문헌

- [1] F. Abe, "Bainitic and martensitic creep-resistant steels," *Curr. Opin. Solid State Mater. Sci.*, Vol. 8, No. 3-4, pp. 305-311, (2004)
- [2] P. J. Szabó, "Microstructure development of creep resistant ferritic steel during creep," *Mater. Sci. Eng.*, Vol. 387-389, pp. 710-715, (2004)
- [3] M. Kimura, K. Yamaguchi, M. Hayakawa, K. Kobayashi and K. Kanazawa, "Microstructures of creep-fatigued 9-12% Cr ferritic heat-resisting steels," *Int. J. Fatigue*, Vol. 28, No. 3, pp. 300-308, (2006)
- [4] P. J. Ennis, A. Zielinska-Lipiec, O. Wachter and A. Czyska-Filemonowicz, "Microstructural stability and creep rupture strength of the martensitic steel P92 for advanced power plant," *Acta Mater.*, Vol. 45, No. 12, pp. 4901-4907, (1997)
- [5] F. Abe, T. Horiuchi, M. Taneike and K. Sawada, "Stabilization of martensitic microstructure in advanced 9Cr steel during creep at high temperature," *Mater. Sci. Eng.*, Vol. 378, No. 1-2, pp. 299-303, (2004)
- [6] G. Eggeler, J. C. Earthman, N. Nilsbang and B. Ilschner, "Microstructural study of creep rupture in a 12% chromium ferritic steel," *Acta Metal.*, Vol. 37, No. 1, pp. 49-60, (1989)
- [7] F. Abe, M. Taneike and K. Sawada, "Alloy

- design of creep resistant 9Cr steel using a dispersion of nano-sized carbonitrides," *Inter. J. Pressure Vessels Pip.*, Vol. 84, No. 1-2, pp. 3-12, (2007)
- [8] M. Kimur, K. Yamaguchi, M. Hayakawa, K. Kobayashi and K. Kanazawa, "Microstructures of creep-fatigued 9-12% Cr ferritic heat-resisting steels," *Inter. J. Fatigue*, Vol. 28, pp. 300-308, (2006)
- [9] S. Luxenburger and W. Arnold, "Laser ultrasonic absorption measurement in fatigue-damaged materials," *Ultrasonics*, Vol. 40, No. 1-8, pp. 797-801, (2002)
- [10] G. Dobmann, M. Kroning, W. Theiner, H. Willems and U. Fiedler, "Nondestructive characterization of materials (ultrasonic and micromagnetic techniques) for strength and toughness prediction and the detection of early creep damage," *Nucl. Eng. Design*, Vol. 157, No. 1-2, pp. 137-158, (1995)
- [11] S. Gupta, A. Ray and E. Keller, "Online fatigue damage monitoring by ultrasonic measurements: A symbolic dynamics approach," *Inter. J. Fatigue*, Vol. 29, No. 6, pp. 1100-1114, (2007)
- [12] J. W. Byeon, C. S. Kim and S. I. Kwun, "Evaluation of thermal degradation of 2.25Cr-1Mo steel by magnetic Barkhausen noise," *Phys. Stat. Sol(b)*, Vol. 241, pp. 1756-1760, (2004).
- [13] M. J. Sablik, "Modeling the effect of grain size and dislocation density on hysteretic magnetic properties in steels," *J. Appl. Phys.*, Vol. 89, No. 10, pp. 5610-5613, (2001)
- [14] J. Degauque, B. Astie, J. L. Porteseil and R. Vergne, "Influence of the grain size on the magnetic and magnetomechanical properties of high-purity iron," *J. Magn. Magn. Mater.*, Vol. 26, pp. 261-263, (1982)
- [15] N. Nakai, Y. Furuya and M. Obata, "Effect of carbide particle morphology and prior austenite grain size on Barkhausen noise in 0.4C-5Cr-Mo-V hot-work tool steel," *Mater. Trans., JIM*, Vol. 30, No. 3, pp. 197-199, (1989)
- [16] 유상권, 김용일, 남승훈, 유광민, 조육, 손대락, "가역 투자율 측정에 의한 1Cr-1Mo-0.25V 강의 열화도 평가", *비파괴검사학회지*, 20권 5호, pp. 445-450, (2000)
- [17] G. Eggeler, "The effect of long-term creep on particle coarsening in tempered martensitic ferritic steels," *Acta Metall.*, Vol. 37, No. 12, pp. 3225-3234, (1989)
- [18] C. S. Kim, "Nondestructive Assessment of Microstructural Change by Fatigue and Creep," Ph. D. thesis, Korea University, Korea, (2007)
- [19] F. Abe, "Coarsening behavior of lath and its effect on creep rates in tempered martensitic 9Cr - W steels," *Mater. Sci. Eng.*, Vol. 387-389, pp. 565-569, (2004)
- [20] K. Sawada, M. Takeda, K. Maruyama, R. Ishii, M. Yamada, Y. Nagae and R. Komine, "Effect of W on recovery of lath structure during creep of high chromium martensitic steels," *Mater. Sci. Eng.*, Vol. 267, No. 1, pp. 19-25, (1999)
- [21] M. Taneike, F. Abe and K. Sawada, "Creep-strengthening of steel at high temperatures using nano-sized carbonitrides dispersions," *Nature*, Vol. 424, pp. 294-296, (2003)
- [22] M. Hattestrand, M. Schwind and H. O. Andren, "Microanalysis of two creep resistant 9-12% chromium steels," *Mater. Sci. Eng.*, Vol. 250, No. 1, pp. 27-36, (1998)
- [23] B. D. Cullity, *Introduction to Magnetic Materials*, 2nd Ed., (Addison-Wesley, New York, USA, 1972) pp. 317-333.
- [24] M. J. Sablik, "Modeling the effect of grain size and dislocation density on hysteretic magnetic properties in steel," *J. Appl. Phys.*, Vol. 89, No. 10, pp. 5610-5613, (2001)
- [25] A. H. Qureshi and L. N. Chaudhary, "Influence of plastic deformation on coercivity field and initial susceptibility of Fe-3.25% Si alloy," *J. Appl. Phys.*, Vol. 41, No. 3, pp. 1042-1043, (1970)

- [26] B. Astie, J. Degauque, J. L. Porteseil and R. Vergne, "Influence of the dislocation structures on the magnetic and magneto-mechanical properties of high-purity iron," IEEE Trans. Magn., Vol. 17, No. 6, pp. 2929-2931, (1981)
- [27] J. D. Verhoeven, Fundamentals of Physical Metallurgy, John Wiley & Sons, pp. 406, (1975)
- [28] J. Degauque, B. Astie, J. L. Porteseil and R. Vergne, "Influence of the grain size on the magnetic and magnetomechanical properties of high-purity iron," J. Magn. Mater., Vol. 26, No. 1-3, pp. 261-263, (1982)
- [29] S. Takahashi, J. Echigoya and Z. Motoki, "Magnetization curves of plastically deformed Fe metals and alloys," J. Appl. Phys., Vol. 87, No. 2, pp. 805-813, (2000)