

Ni 합금강의 크리프 거동

황경충 · 김종배* · 강성수**

영진전문대학 컴퓨터응용기계계열, *대구산업정보대학 산학협력단, **대구산업정보대학 안경광학과
투고일(2008년 10월 31일), 수정일(2008년 11월 20일), 게재확정일(2008년 12월 9일)

목적: 각종 기계 부품에 주로 사용되는 9% Ni 합금강의 고온 크리프 시험과 그 시편들의 파단면을 관찰하고 Larson-Miller 변수를 적용하여 상수 C값을 결정하여 합금강의 수명을 예측하는데 있다. **방법:** 본 시험의 장치는 Andrade와 F. Garofalo 등이 고안한 레버-빔 형으로 제작되었고, 크리프시험 설정조건은 시험편에 미치는 영향을 알아보기 위하여 4가지의 온도조건과 4가지 응력조건을 설정하여 16가지의 조건 하에서 시험을 실시하였다. **결과:** 크리프 시험온도가 증가함에 따라 크리프 변형에 따른 응력의 멱지수(n)는 3.97에서 3.55로 점진적으로 감소하는 경향을 보였다. 크리프 변형의 활성화에너지는 응력이 증가함에 따라 90.39에서 83.64 kcal/mol로 점진적으로 감소하였다. Larson-Miller 변수의 계산에 의한 상수 C값은 약 22로 계산되었으며, 사용온도가 제시되면 그 수명을 예측할 수 있다. 파단면의 SEM 측정결과 저온과 고온의 경우는 입내파단에 의한 취성과괴 현상이 나타났으며, 중간정도 온도영역에서는 입계파단에 의한 연성과괴현상이 나타났으며, 일부에서는 딤플현상도 나타났다. **결론:** 9% Ni 합금강에 대한 고온 크리프시험과 그 시편들의 파단면을 관찰한 결과를 제시하여 그 파괴현상을 분석함으로써 설비분야의 부품활용에 대한 기초설계 자료를 구축하여 장비의 수명예측에 유용하게 응용될 수 있다.

주제어: 크리프 시험법, 활성화에너지, 딤플현상, 연성과괴현상, 클리프 변형

서 론

크리프시험이란 상온이상에서 사용되는 재료를 일정한 하중, 응력 하에서 시간에 따라 변형이 진행되는 정도를 관찰하는 것으로 많은 연구자들이 고온 내열재료의 개발 및 그들의 특성 파악 등에 사용하는 방법이다^{1,4}.

이러한 극한 조건에서 사용될 부품들은 실용화에 앞서서 잔존 수명의 예측이 필수적이라 할 수 있으며, 이것은 크리프 파단시험을 통하여 가능하다. 현재 각종 기계 부품에 주로 사용되는 재료인 9% Ni 합금강은 저온상태의 기계적 거동에 대해서는 다수의 연구결과가 있으나 고온상태에 대한 연구는 드문 편이다.

ISO 12870에서는 안경테에서 갖추어야 할 기계적 특성 평가와 관련하여 고온에서의 치수안정성 및 역학적 안정성을 요구하고 있으나, 정량적인 시험법에 한계가 있으며, 일반적으로 기계공학에서 제시되는 기계적특성인 경도, 유효탄성계수, 접촉 응력-변형률 속도 곡선 등의 유효한 결과를 크리프시험에서 제공할 수 있으므로 금속 및 플라스틱 안경테의 특성평가에 유용하게 이용될 수 있는 시험 방법이라고 할 수 있다⁵⁻⁸.

최¹는 인코넬 718의 사이클 크리프에 대한 특성을 발표한 바 있으며, 황²은 인코넬 690 합금에 대한 크리프 특성을 발표하였고, 그 외에 임³은 STS 316의 크리프 특성을 발표하였다. 또한 Venkatesh 등⁴은 인코넬 690 합금의 크리프 변형을 조사하여 미세조직의 안정성에 대한 결과를 제시하였으며, Cuddy⁹는 크리프 중에 유발되는 내부 응력 및 구조에 대한 결과를 제시하였다. 그 외에도 Morris¹⁰는 스테인리스와 알루미늄의 피로-크리프 특성을 제시하였고, Maiya 등¹¹은 스테인리스강의 고온-저 사이클 피로거동 특성에 대한 결과를 발표한 바 있으나, 9% Ni 합금을 대상으로 고온에서 크리프 특성을 조사한 결과는 없었다.

9% Ni 합금강은 주로 저온 저장용기의 재료로 많이 이용되어 왔기에 저온에서의 재료의 반 영구적인 기계적 특성, 장기적 안전성 등에 역점을 두고 여러 가지 시험을 거치고 있으나, 본 연구에서는 고온의 방법으로 크리프 시험을 통하여 직·간접적으로 기계적 특성에 영향을 미칠 수 있는 인자들을 도출하여 재료의 안정성을 판단하는 기초 자료로 활용하도록 함으로써 해당 재료들의 잔여수명을 예측할 수 있는 방법을 찾고, 이에 적절한 운전조건을 설

정함으로써 기기 및 설비의 수명을 연장시키고, 예상되는 사고를 미연에 방지하고자 함에 목적이 있다.

실험 및 연구방법

본 크리프 시험에 사용된 주재료인 9% Ni 합금강의 화학적성분은 Table 1과 같이 Fe이 주재료이며, 다음으로 Ni 이 주성분을 이루고 있고, 소량의 Mn, Si 등으로 이루어진 합금이다. 시험편 제작은 ASTM 규격에 의하여 두께 1 mm의 판상으로 인장방향과 압연방향이 평행하도록 하였고 표점거리는 9.6 mm인 제 7호 시험편을 와이어 방전 가공기를 사용하여 제작하였다. 시험편의 치수는 Fig. 1과 같으며, 기계적 성질은 Table 2에 나타내었다. 한편, 시험편의 가공으로 인한 열변형 제거를 위한 소둔온도 (annealing)는 1,020°C로 1시간 정도 유지한 후 노냉 처리하였다.

본 시험의 장치는 Andrade와 F. Garofalo 등이^{12,13} 고안한 레버-빔 형으로 제작되었고, 실험장치에 부착된 가열로는 타원형의 적외선 로(爐)이며, 시험편은 가열로의 석영관 중심내에 장착할 수 있도록 하였다. 시험할 때 노내에 일정한 시험온도가 유지되도록 시험편의 온도변화가 ±1°C 이하로 자동 조절되도록 하는 제어장치를 노에 연결하였으며, 시험편의 크리프 변형량을 측정할 수 있도록 LVDT (linear variable differential transformer)를 장착하였는데, 실험장치의 개략도는 Fig. 2에 나타내었다.

시험편은 1,020°C에서 1시간 동안 유지하고 노냉으로 소둔한 뒤 적외선 노(爐) 속 크리프 시험편 거치대에 양단

Table 1. Chemical composition of 9% Ni Alloy (wt.%)

성분	Fe	Ni	Mn	Si	C	P	S
합량	90.085	9.049	0.589	0.235	0.038	0.003	0.0006

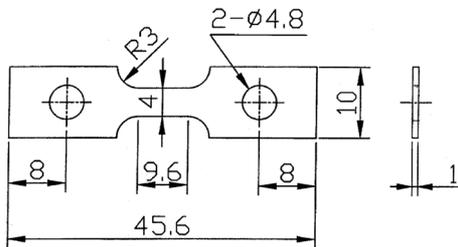


Fig. 1. Dimensions of tensile creep specimen (unit: mm).

Table 2. Mechanical properties of 9% Ni Alloy

Yield Strength (MPa)	Ultimate Tensile Strength(MPa)	Percent Elongation
585	690	36

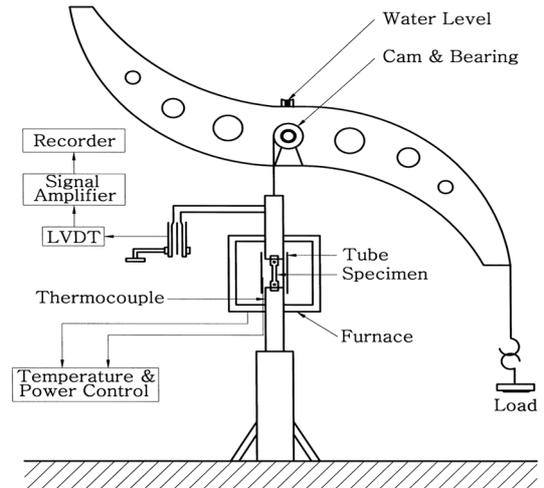


Fig. 2. Schematic diagram of static creep tester with constant load.

을 볼트로 고정시키고, 열전대를 시험편중앙에 위치시켰다. 또한 유리솜을 이용하여 노(爐) 내의 열이 밖으로 새지 않도록 하였다. 크리프시험 설정조건은 시험편에 미치는 영향을 알아보기 위하여 480°C로부터 540°C까지 4가지의 온도조건을 설정하였으며, 응력은 200 MPa, 240 MPa, 280 MPa 및 320 MPa의 4가지 조건을 설정하여 전체적으로 16가지의 조건 하에서 시험을 실시하였다. 크리프 시험조건은 Table 3에 제시되어 있으며, 크리프 시험 후 시험편의 파단면을 관찰하기 위하여 끊어진 시험편을 길이

Table 3. Experimental static creep data of 9% Ni Alloys

Temp. (°C)	Stress (MPa)	Creep rate, (hr ⁻¹)	Rupture time, (hr)
480	200	0.01395	161
	240	0.0265	114
	280	0.0333	83
	320	0.0746	64
500	200	0.0202	157
	240	0.0272	86
	280	0.0517	75
	320	0.3907	17
520	200	0.0235	134
	240	0.038	68
	280	0.0693	53
	320	0.8617	11
540	200	0.0328	110
	240	0.0525	52
	280	0.1052	33
	320	0.9145	8

방향으로 10 mm 정도 채취하여 주사전자현미경(SEM)을 이용하여 파괴양상을 확인하였다.

실험결과 및 고찰

Fig. 3은 크리프시험 조건인 온도범위 480°C~540°C의 구간과 응력범위 200 MPa, 240 MPa, 280 MPa 및 320 MPa의 구간에서 온도와 하중을 변화시키며 시험한 결과를 나타낸 것이다. Fig. 3은 시험에서 얻어진 시간-변위 값으로부터 시간변화에 대한 진 변형률(ϵ)을 계산하여 그린 것이며, Table 3의 결과를 기초로 하였다. Fig. 3의 (a)에서는 480°C에서 하중의 증가에 따라 크리프저항성과 파단 변형률이 감소하였으며, 크리프저항성과 파단 변형률 모두 실험조건 중 가장 큰 값을 보여주었다. 200 MPa~320 MPa에서 각 시험편의 파단에 소요된 시간은 161, 114, 83 및 64시간 만에 나타났다. Fig. 3의 (b)는 온도 500°C에서 크리프시험 응력 200 MPa~320 MPa에서는 파단에 소요된 시간은 157, 86, 75 및 17시간 만에 나타났다. Fig. 3의 (c)는 온도 520°C에서 크리프 시험 응력 200 MPa~320 MPa에서 각 시험편의 파단에 소요된 시간은 134, 68, 53 및 11시간 만에 나타났다. 또한 Fig. 3의 (d)는 온도 540°C에서 크리프시험 응력 200 MPa~320 MPa에서 파단에 소요된 시간은 110, 52, 33 및 8시간 만에 나타났다.

Fig. 4는 크리프변형과 응력 의존성을 Cudd 등이 제안한 정상 변형률 속도에 대한 제안식을 이용하여 계산된 결과를 나타낸 것이다. 그래프에서 크리프변형과 응력 사이의 관계는 선형적으로 나타났으며, 이 직선의 기울기가 응력지수(n) 값이 되는데, 크리프시험 온도가 480°C~540°C로 20°C씩 증가함에 따라 응력지수 값은 각각 3.97, 3.85, 3.72 및 3.55의 순서로 점점 작아지는 경향을 나타내었다. 이와 같은 경향은 온도가 높아질수록 전위밀도가 감소하고 이에 따라 응력 감소효과가 높아지기 때문으로 생각된다¹⁴.

크리프변형은 열적 활성화과정에 의해 진행되는 것으로 알려져 있으므로 크리프 변형 속도는 Fig. 5와 같이 Arrhenius 방정식으로 표시할 수 있으며, 직선의 기울기를 계산하면 크리프 활성화 에너지를 계산할 수 있다. 가해진

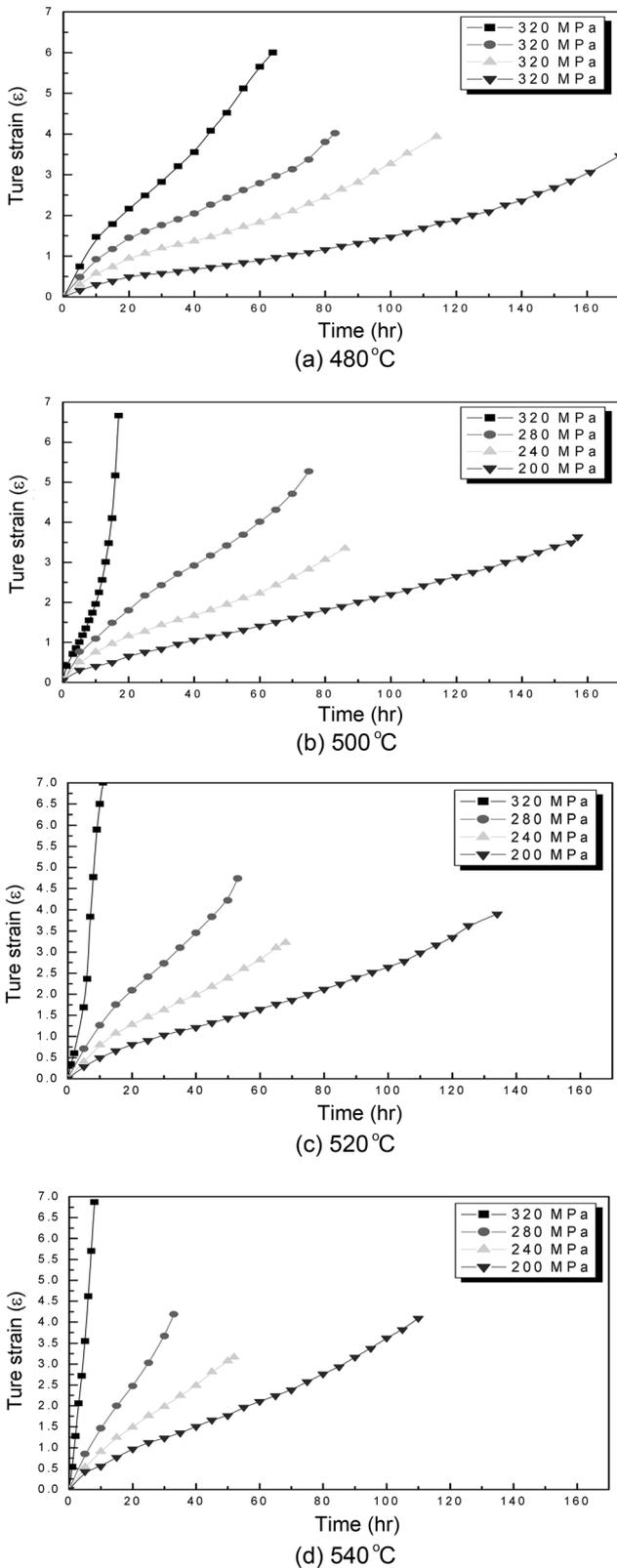


Fig. 3. Creep strain curves as time functions.

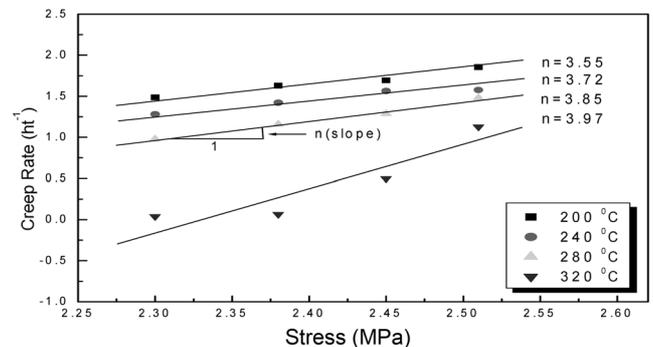


Fig. 4. Dependence of creep rate on applied stresses.

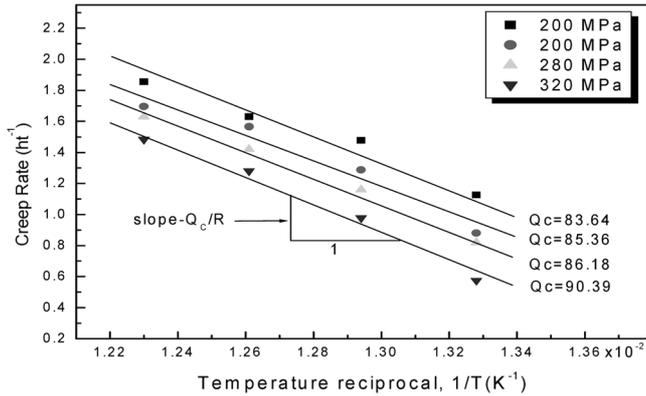


Fig. 5. Dependence of creep rate on temperature.

응력 200 MPa~320 MPa에 대해 90.39, 86.18, 85.36 및 83.64 kcal/mol의 활성화에너지 값을 나타내었다. 활성화 에너지는 응력이 증가함에 따라 감소하는 경향을 볼 수 있는데, 이와 같은 현상은 Bradley 등¹³이 주장한 크리프 활성화에너지와 유효응력 관계에서도 확인할 수 있다.

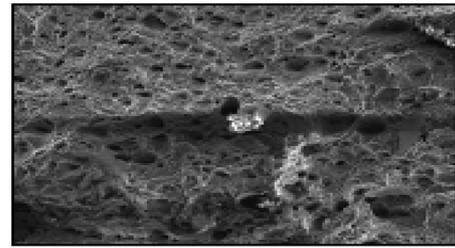
Table 3에서 제시하였듯이 재료의 파괴시간을 비교해보면 외부응력 증가에 따라 파괴수명은 급격히 감소하고 있음을 알 수 있으며, 같은 응력에서 온도증가에 따라 파단 수명도 급격히 감소하였다.

온도영역에서 파단수명을 알고 있으면 다른 온도영역에서의 파단수명을 예측할 수 있는데, 파단수명의 예측은 Manson-Haferd¹⁵ 및 Larson-Miller변수가 주로 사용되는데, 본 연구에서는 계산이 간단하여 자주 이용되는 후자를 이용하여 수명을 예측하여 보았다¹⁶.

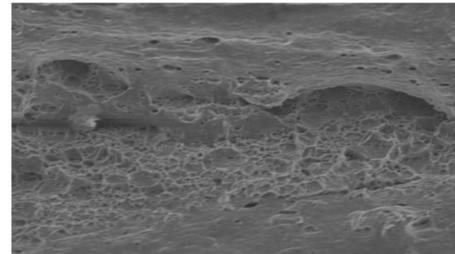
$$P = T (\log t_r + 13) \tag{1}$$

식 (1)에 따르면 온도와 응력 조건들이 주어지면 9% Ni 합금강의 수명(t_r)이 계산될 수 있는데, 각 응력별 기울기는 P 의 값이 되고, 상수는 22 정도로 확인되었다.

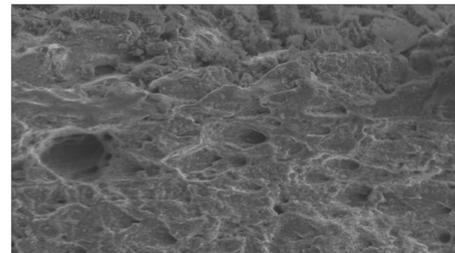
시험편을 1,020°C에서 1시간 동안 로에서 유지시킨 후 노냉으로 소둔한 9% Ni 합금강의 고온 크리프 파단 시험편을 길이방향으로 10 mm 정도 절단하여 주사전자현미경으로 관찰한 파단면의 미세조직은 Fig. 6과 같다. 16가지의 실험조건들 중에서 대표적인 4가지 조건들에서 얻은 파단모양의 조직사진을 나타내었다. 그림 (a)는 크리프 시험 후 480°C의 조직사진이며, 입내파단에 의한 취성파괴 현상이 관찰되었다. 둥근 형의 크고 작은 기공들이 주로 발달하였으며, 일부에서는 덩풀현상도 나타났다. 이러한 현상은 다소 높은 온도와 응력의 영향으로 볼 수도 있으나 Skelton¹⁷이 주장한 공격자점(vacancy) 주위의 응력집중 현상의 이론에서도 설명된 바 있다. (b)는 500°C, (c)는 520°C에서 입계파단에 의한 연성파단의 현상을 보이고 있으나 (d)의 540°C 경우에는 입내파단의 현상이 관측되고



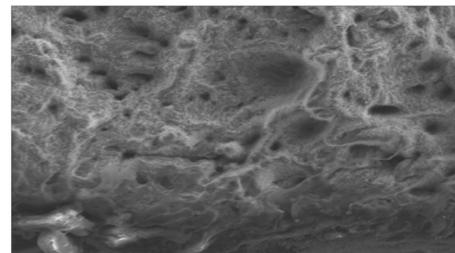
(a) 480°C



(b) 500°C



(c) 520°C



(d) 540°C

Fig. 6. SEM fractographs of static creep rupture after creep test under the various stresses.

있다.

결론

본 연구에서는 9% Ni 합금강에 대한 고온 크리프시험과 그 시험편들의 파단면을 관찰하였다.

비교적 낮은 온도인 480°C에서 460°C의 크리프 곡선에서는 초기 영역이 짧게 나타났으며, 정상 크리프 영역이 계속 진행되어 크리프 저항성이 우수하게 나타났다.

크리프 시험온도가 증가함에 따라 크리프 변형에 따른 응력의 멱지수(n)는 점진적으로 감소하는 경향을 보였다.

크리프 변형의 활성화에너지는 가해진 응력의 증가에 활성화에너지(Q_c) 값은 점진적으로 감소하였다.

9% Ni 합금강을 Larson-Miller 변수를 적용하여 상수 C 값이 약 22로 결정할 수 있었다. 따라서, 응력에 따라 P의 값은 일정하므로 사용온도가 주어지면 그 수명을 계산할 수 있다.

SEM 측정결과에서는 저온과 고온의 경우 입내파단에 의한 취성파괴 현상이 나타났으며, 중간정도 온도영역에서는 입계파단에 의한 연성파괴현상이 나타났으며, 일부에서는 딤플현상도 나타났다.

참고문헌

1. 최인식, "0.6 온도영역에서의 인코넬 718에 대한 싸이클 크리프 특성에 관한 연구", 한국과학기술원 석사논문, 1979.
2. 황경충, 윤종호, 최재하, 김성청, "인코넬 690합금 크리프 거동", 한국공작기계학회지, 11(4):54-61(2002).
3. 임지우, 임병수, "STS 316의 시효 처리와 크리프 거동 측정", 한국공작기계학회지, 8(4):123-129(1999).
4. Venkatesh V. and Rack H. J., "Influence of Microstructural Instabilities on Elevated Temperature Creep Deformation of Inconel 690", Materials Science and Technology, 15: 408-412(1999).
5. 기술표준원, "안경광학-안경테-일반적인 요구사항과 시험 방법", GISO 12870, 6(2001).
6. Strojny A., Xia X., Tsou A., and Gerberich W. W., "Techniques and Considerations for Nanoindentation Measurements of Polymer Thin Film Constitutive Properties", J. Adhesion Sci. Technol., 12:1299(1998).
7. Hochstetter G., Jiminez A., and Loubet J. L., "Strain-Rate Effects on Hardness of Glassy Polymers in the Nanoscale Range", J. Macromol. Sci. Phys., B38:681(1999).
8. Nowicki M., Richter A., Wolf B., and Kaczmar H., "Nanoscale Mechanical Properties of polymers Irradiated by UV", Polymer, 44:6599(2003).
9. Cuddy L. J., "Internal Stresses and Structures Developed During Creep", Met. Trans., 1:395-401(1970).
10. Morris D. G., "Creep in Type 316 Stainless Steel", Acta. Met., 26:1143-1151(1978).
11. Maiya P. S. and Majumder S., "Elevated-Temperature Low-Cycle Fatigue Behaviour of Different Heats of Type 304 Stainless Steel", Met. Trans., 8A:1651-1660(1977).
12. "Standard Test Method for Conducting Creep, Creep-Rupture, and Stress-Rupture Tests of Metallic Materials", ASTM E139-96(1996).
13. "Standard Test Methods for Measurement of Creep Crack Growth Rates in Metals", ASTM E1457-92(1992).
14. 윤기봉, 김광웅, 백운봉, "저합금강 용접부의 크리프 균열 성장거동 모델링", 대한기계학회논문집, 22(12):2153 (1998).
15. Bradley W. L., Nam S. W., and Matlock D. K., "Fatigue Perturbed Creep of Pure Aluminum at Ambient Temperatures", Met. Trans., 7A:425-430(1976).
16. Manson S. S. and Haferd A. M., "A Linear Time-Temperature Relation for Extrapolation of Creep and Stress Rupture Data", NASA-TN-2890, National Aeronautics and Space Administration, March, 1953.
17. Skelton R. P., "The Growth of Grain Boundary Cavities during High Temperature Fatigue", Phil. Mag., 14:563-572 (1966).

Creep Behaviours of 9% Ni Alloy

Kyung-Choong Hwang, Jong-Bae Kim* and Sung Soo Kang**

School of Computer Aided Mechanical Engineering, Yeungjin College

*Industry-Academy Cooperation Foundation, Daegu Polytechnic College University

**Department of Ophthalmic Optics, Daegu Polytechnic College University

(Received October 31, 2008: Revised November 20, 2008: Accepted December 9, 2008)

Purpose: To observe the high temperature creep test and the fracture surface of the samples of 9% Ni alloy steel generally used for all kinds of machine parts and predict the durability of that by determining a constant of C with a Larson-Miller variable. **Methods:** The equipment of this test was made into lever-beam style designed by Andrade and F. Garofalo et al.. The condition of creep test was set under 16 kinds of conditions after fixing 4 kinds of temperature condition and 4 kinds of stress condition to check how it effects the samples. **Results:** The temperature of creep test was increased, the stress index (n) of creep deformation was gradually decreased from 3.97 to 3.55. The activation energy of creep deformation was decreased from 90.39 to 83.64 kcal/mol when the stress was increased. A constant of C value by calculation of Larson-Miller variable was about 22 and if temperature for use is suggested, the durability could be calculated. **Conclusions:** By analyzing the fracture phenomenon and suggesting the observation result of the fracture surface of the samples and creep test of 9% Ni alloy steel, the basic design data for the practical use of accessories in the field of equipment could be constructed and used to predict the durability of the equipment.

Key words: creep test, activation energy, dimple phenomenon, creep deformation