

9% Ni강의 정적파괴특성 및 충격파괴거동 평가

권재열**, 이해무*, 박종서* 신형섭*

+ 안동대학교 공과대학 기계공학부

* 한국표준과학연구원 시설안전계측연구센터

Evaluation of Static Fracture Properties and Impact Fracture Behaviors in 9% Nickel Steel

J. Y. Kwon** , H. M. Lee* , J. S. Park* , H. S. Shin*

+ Andong National University

* Center for Structural Integrity Measurement, KRISS

1. 서론

최근 환경오염의 심각성과 관련하여 청정연료로서 인기가 높은 액화천연가스(LNG, Liquefied Natural Gas)의 수요 급증에 따라 대형 LNG 저장탱크 및 수송 설비가 필요하게 되었다. 이에 따라, 소형저장용기의 재료로 사용되어 오던 오스테나이트 강보다 가격이 저렴하고 인성이 충분히 좋은 9% Ni강이 국내에서도 개발되어 적용단계에 있다. 그러나 국내에서 생산되는 소재의 경우 지금까지는 내식용 또는 상온용 구조 재료로 주로 이용되어 왔기 때문에 국산 소재의 저온 물성에 대한 데이터가 충분치 않다. 따라서 극저온 냉매의 저장이나 수송에 필요한 용기의 설계, 제작 및 안전성 평가를 위해서는 국산 저온용 소재에 대한 물성 파악이 필요하다. 李 등[1]에 의한 9% Ni강의 극저온 파괴인성 실험결과에 따르면, 77 K에서는 불안정 파괴거동이 관찰되지만 더 낮은 온도인 4 K에서는 다시 안정된 파괴 거동을 나타내는 특이한 현상이 관찰되었다. 그러나 그들은 이러한 현상이 9% Ni강에서만 나타나는 고유한 거동인지 아니면 warm precracking과 같은 초기 균열도입조건에 따른 영향인지를 밝히지는 못하였다.

한편 LNG 저장탱크용 저온재료의 개발이나 LNG 저장탱크의 설계시에는 LNG 온도(111K)에서 얻은 재료의 역학적 특성을 활용하는 것이 바람직하다. 그러나 인장 및 파괴인성시험의 경우 온도 유지가 매우 어려워 이보다 낮은 온도인 액체질소온도(77K)에서 주로 역학적 특성(항복강도, 인장강도, 파괴인성치)을 평가하여 사용하고 있는 현실이다. Charpy 충격시험의 경우 ASTM E 23[2]에서

규정한 최저 시험온도가 77 K이지만 액체질소온도인 77 K를 제외하면 실제로 낮출 수 있는 최저온도는 118 K[3]이므로, LNG 자체를 냉매로 사용하지 않는 기존의 방법을 적용할 수가 없다. 한편 Nanstad 등[4]에 따르면 물의 비등점인 100 °C에서 충격시험편을 꺼냈을 경우 5초 경과 후 10°C의 온도 감소가 있어 충격시험 규격에서 허용하는 온도 조건을 맞출 수 없으며, 따라서 가열 매체의 비등점에서 시험할 경우에는 먼저 시험편의 온도 변화가 규격에서 제시하는 허용 오차를 만족하는지 확인하여야 한다고 명시되어 있다[2]. 한편 액체질소나 LNG와 같은 냉매의 경우에도 물의 경우와 마찬가지로 비등점에서 시험하는 것이므로 이에 대한 확인 절차가 있어야 하나 이에 대해서는 아직 보고된 바가 없다.

따라서 본 연구에서는 먼저 액체질소 온도의 저온 충격시험의 경우에 있어서 종래의 충격시험법에서 규정하고 있는 5초 이내의 타격 요건이 유효한지를 검토한 뒤, 이를 바탕으로 액체헬륨온도에서의 충격시험법으로 제시되고 있는 flow method[5]를 적용하여 -100°C 이하 온도에서 9% Ni강의 충격파괴거동을 평가하고자 하였다. 또한 제조자가 다른 2종의 9% Ni강에 대하여 극저온(4K, 77K)에서 역학적 특성 평가를 실시함으로써 9% Ni강에서 나타나는 pop-in이 Ni강 고유의 특성인지 파악하고자 하였다.

2. 실험방법

2.1 시험편

시험재료로는 저온용 재료로서 LNG 탱크에 널리 사용되는 QT 처리된 9% Ni강을 사용하였다. 이들의 화학적 조성은 표 1과 같다.

인장시험용 시험편($\phi 6.35$)의 경우 L방향 즉 시험편의 부하 방향이 압연방향과 일치하도록 가공하였다. 파괴인성 시험용 CT 시험편의 경우에는 LT방향 즉 하중축이 압연방향인 L방향과 일치하도록 하였고, 따라서 균열의 진전방향이 압연방향 및 두께방향에 대하여 수직하게 하였다. 이때 균열진전의 만곡화 현상을 방지하고 보다 신뢰성 있는 파괴인성치를 구하기 위해 상온 및 77K에서 피로예

Table 1. Chemical composition of 9% nickel steels

Manufacturer	C	Si	Mn	P	S	Ni	Al
P	0.059	0.264	0.64	0.004	0.001	9.35	0.026
K	0.06	0.23	0.59	0.004	0.001	9.04	-

비균열(fatigue precrack)을 도입한 후 양쪽에 각각 두께의 10%에 해당하는 측면 홈(side groove)을 도입하였다.

샐피 충격시험편의 경우에도 압연방향을 고려하여 압연방향에 평행하게

10mm×10mm×55mm의 크기로 가공한 뒤 중앙부에 깊이 2mm, 45°의 V-notch를 LT 형태로 도입한 시험편을 사용하였다.

2.2 시험방법

2.2.1 인장 및 파괴인성시험

극저온 인장시험은 극저온 환경을 발생·유지시키기 위한 장치인 cryostat의 설치, 냉매의 소모 저감 및 시험기 용량을 고려한 시험편 크기 고려 외에는 상온 인장시험과 대부분 유사하다. 특히 4 K에서의 불연속변형(discontinuous deformation), 단열변형(adiabatic deformation) 및 변형율속도(strain rate)의 영향과 관련된 문제들이 현재는 거의 해결되어 규격화 된 ASTM E 1450 (Standard Test Method for Tensile Testing of Structural Alloys in Liquid Helium)[6]에 따라 시험하였다.

J_{IC} 시험의 경우에는 극저온에서의 시험법이 아직 규격화되어 있지 않으므로 일반적으로 구조용 재료의 탄소성 파괴인성, J_{IC} 시험에 사용되는 ASTM E 1820 (Standard Test Method for Measurement of Fracture Toughness)[7]에 근거하여 시험을 수행하였다.

2.2.2 Charpy 충격시험

77 K 이하의 온도에서의 충격시험에 대한 기준은 아직까지 설정되어 있지 않다. 따라서 충격시험을 위한 시험편의 냉각에는 냉각조에서 일정 시간 동안 시험편을 유지한 후 앤빌로 옮겨서 충격을 가하는 기존의 방법[2]과는 달리, 냉매를 시험편에 직접 붙여주는 flow method[5]를 사용하였다. Charpy 충격시험기는 500J급 C-type을 사용하였으며, 냉매로는 액체질소(LN₂)와 액체헬륨(LHe)을 사용하였다. 이때 두께 0.034 mm의 아세틸셀룰로오스 필름(acetylcellulose film)을 50mm×120mm로 절단하여 시험편을 감싸 저온조의 역할을 하도록 하였다. 그리고 사전에 시험편 중앙 부근에 2개의 열전대를 심은 후 충진제(Stycast)를 채워 고정시켰다. 노치부에서의 온도가 설정 온도에 도달하면 열전대 리드선을 절단한 후 충격시험을 실시하였다. 시험장치 및 시험편의 형상을 각각 그림. 1과 2에 나타내었다.

3. 실험결과 및 고찰

3.1 파괴인성의 평가

탄소성 파괴인성치인 J_{IC}를 결정하고, 피로예비균열 도입을 위한 하중을 결정하기 위해서는 재료의 유동응력(flow stress : σ_{fs})을 파악하여야 한다. 따라서 P

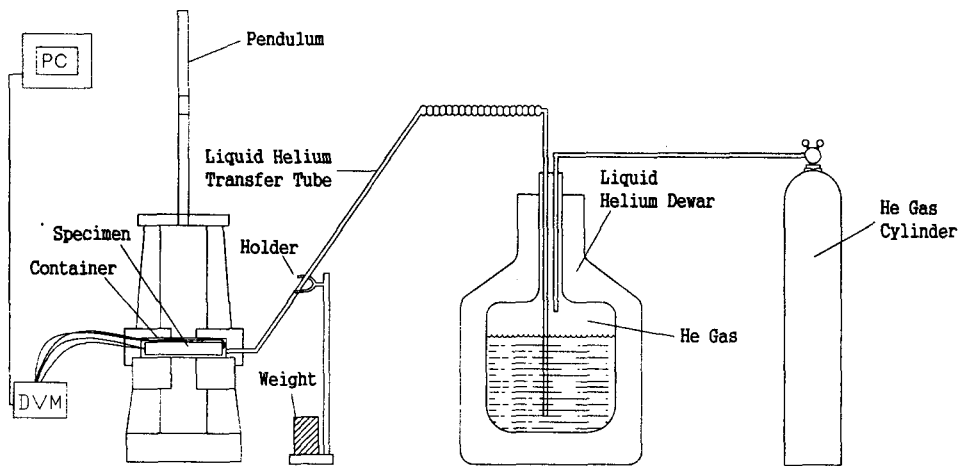


Fig. 1. Schematic diagram of a He flow method test apparatus.

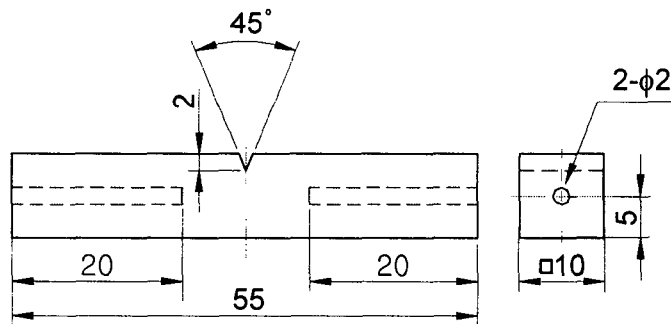


Fig. 2 Dimensions of specimen for Charpy impact test and locations of thermocouples.

사 및 K사가 제조한 9% Ni강의 293 K, 77 K, 4 K에서 인장시험으로 내력 및 극한인장강도(UTS)를 구하였으며 그 결과를 Table 2에 나타내었다. 온도가 감소함에 따라 9% Ni강의 인장강도와 항복강도 모두 증가하였으며, 4 K에서는 항복강도와 인장강도가 동일하게 나타났다. 연신율은 77 K의 경우가 상온의 경우보다 큰 값을 나타내었는데, 4 K가 되면 연신율의 현저한 저하를 나타냈다.

77 K에서 불안정 균열성장 거동을 조사하기 위해서 77 K와 4 K에서 파괴인성 시험을 실시하였다. 그림. 3은 K사 및 P사에서 제조한 9% Ni강에 대하여 77 K에서 얻어진 하중-COD 곡선을 나타내고 있다. (a)의 경우에는 상온에서 예비균열을 도입하였고, (b)의 경우에는 보다 보수적으로 77 K에서 예비균열을 도입하였다. 두 경우 모두 하중-COD 곡선에서 갑작스런 변화가 나타나 하중의 강하와 함께 COD가 증가함을 볼 수 있다. 이것은 불안정한 균열성장인 “Pop-in” 거

Table 2 Tensile properties of 9% Ni steel at 293 K, 77 K and 4K

	Temp.	YS(MPa)	UTS(MPa)	$\epsilon_f(\%)$	R.A(%)
K	293K	612	696	24.2	79.3
	77K	965	1,095	30.9	71.4
	4K	1,240	1,240	18.0	63.7
P	293K	640	723	25.9	78.5
	77K	920	1,215	26.2	71.3
	4K	1,119	1,119	18.7	49.1

동으로서, 예비균열도입 온도 및 제조사에 무관하게 나타났다. 따라서 9% Ni강의 pop-in에 의한 불안정 균열성장은 77 K에서 나타나는 특유의 현상이라 판단된다. 통상적으로 K사의 재질은 2~3 차례의 pop-in이 나타났으나, P사의 재질은 1회의 불안정 균열성장을 보인 후 완전 파단에 이르는 현상을 보였다. 반면 4 K에서는 특유의 많은 불연속변형이 발생되었으며, 77 K에서와는 달리 안정한 균열성장을 보였다.

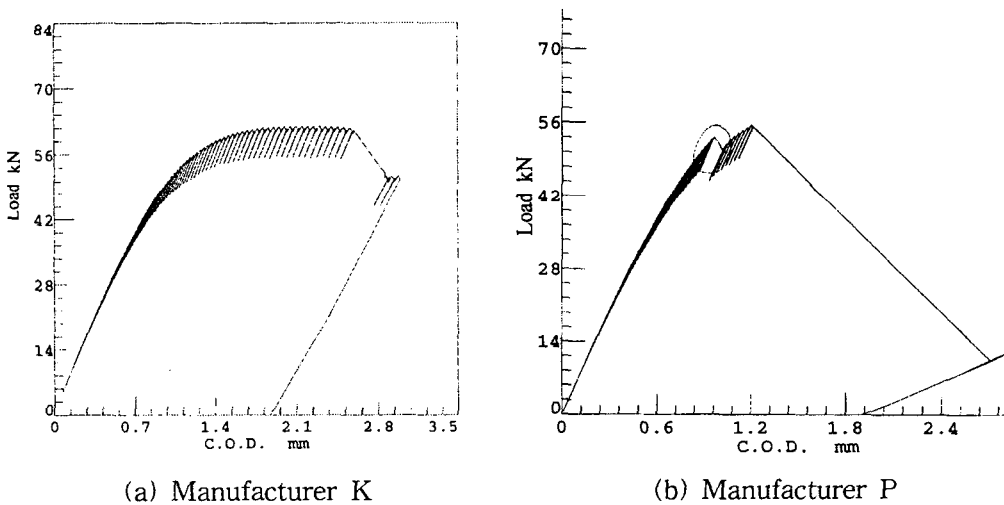
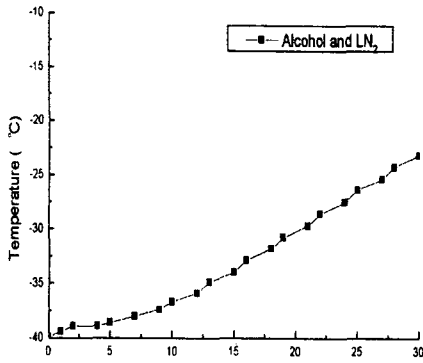


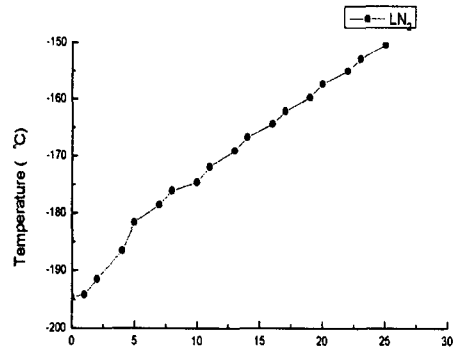
Fig. 3. Pop-in behavior of 9% Ni steels at 77K.

3.2 Charpy 충격시험 결과

먼저 액체질소 온도(77 K)의 경우도 종래의 Charpy 충격시험의 경우와 같이 저온조에서 시험편을 꺼낸 뒤 5초 이내에 시험을 하는 것이 유효한지 검토하기 위하여 열전대를 이용하여 시간에 따른 온도 변화를 측정하였다. 그 결과를 Fig. 4에 나타내었다. (a)의 경우 냉매(알콜과 LN₂)에 담가 -40 °C에서 유지한 뒤 꺼낸 시험편으로 5초 경과 후 약 2 °C의 온도 증가를 나타낸 것에 반하여, (b) 77K에서는 약 13 °C의 온도 상승을 나타내 종래의 규격을 그대로 LN₂ 온도에서와 같은 저온 충격시험에 사용하는 데에는 문제가 있음을 알 수 있다.



(a) -40 °C



(b) -196 °C

Fig. 4. Temperature rise in specimen with elapsed time after removal from coolant.

극저온에서 역학적 시험은 냉매의 비등점 온도, 예를 들면 4 K(액체헬륨), 77 K(액체질소) 등과 같은 몇몇 온도에서만 행하여지고 있다. 그런데 충격시험의 경우 77 K에서조차 기존의 방법을 적용하기가 힘들다. 더욱이 온도에 따른 특성 변화를 측정하려면 특정 온도에서도 실험이 가능하여야 하는데 LNG 온도인 111 K나, 77 K~4 K 범위의 온도에서 시험하기 위해서는 적당한 냉매가 없으므로 기존 방법과는 다른 방법을 강구해야만 한다. 따라서 본 연구에서는, 4 K 시험에서 종종 사용되고 있는 flow method를 적용하여 LNG 온도 및 그 이하의 온도에서 시험을 시도하였다. 그림. 2와 같이 시험편 중앙부에 가까이 위치한 두 지점에서 열전대로 측정된 온도의 평균값을 노치 아래 부분에서 열전대로 측정된 값과 $\pm 2\%$ (2~3 K)의 차이가 있어 실제 충격시험의 경우에는 두 지점에서 측정된 값의 평균값을 실험 온도로 하였다. 액체질소를 흘린 77 K 이상의 온도에서는 시험편의 온도구배(± 5 K)가 비교적 작고, 충격시험 결과 얻어진 흡수에너지에도 흐트러짐이 작았다. 그러나 액체헬륨을 흘려서 실험한 77 K 이하의 온도에서는 시험편 내 온도구배(± 10 K)가 상대적으로 컸고, 충격흡수에너지의 분산도 커지는 거동을 나타냈다. 따라서 앞으로 실험 방법 개선과 관련한 연구가 필요하다.

그림. 5는 충격시험 결과 얻어진 흡수충격에너지 및 횡팽창량의 온도와의 관계를 나타내고 있다. 일반적으로 페라이트 강은 온도가 저하함에 따라 연성-취성전이 영역이 현저히 나타나지만, 본 연구에 사용한 재료인 9% Ni 강에서는 충격흡수에너지가 지속적으로 감소하는 거동을 나타내었지만, LNG 온도인 111 K에서 약 260J의 높은 충격흡수에너지 값을 보였고, 4 K에서도 200J 이상의 높은 흡수에너지 값을 보였다. 또한, 횡팽창율의 경우, 77 K까지는 상온의 값을 유지하나 그 이하의 온도영역에서는 전이가 보다 현저하게 일어남을 볼 수 있었다.

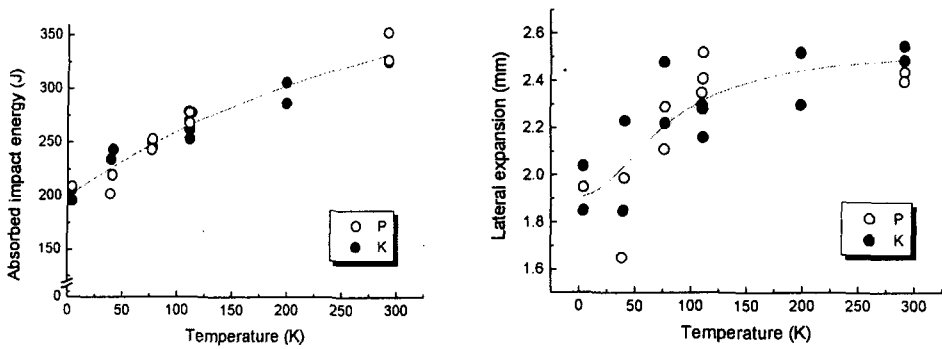


Fig. 5. Relationship between absorbed impact energy and lateral expansion with temperature in 9% Ni steel.

4. 결론

- 1) 9% Ni 강은 온도가 낮아짐에 따라 인장강도와 항복강도 모두 현저히 증가하는 경향을 나타냈다. 특히 LNG 온도보다 낮은 77 K에서도 상온의 연신율보다 높은 연성파단을 나타냈다.
- 2) 9% Ni 강은 293 K 및 4 K에서 균열이 안정적으로 진전하였으나 77 K에서 불안정 파괴거동인 pop-in이 발생했다. Warm precracking의 영향을 조사하기 위해 상온 및 77 K에서 예비균열을 도입하여 파괴인성시험을 실시하였으나 역시 불안정파괴거동을 보였다. 이는 재료가 77 K에서 갖는 고유의 파괴현상임을 확인할 수 있었다.
- 3) 77 K에서 종래의 규격에 제시된 방법으로 충격시험을 할 경우, 시험편의 온도는 5초 경과 후 10 °C 이상 온도가 상승하였다. 이러한 영향을 배제를 위해 flow method를 적용하였다. 그 결과, 77 K 이상의 온도에서는 시험편의 온도 구배가 충분히 작았고 충격시험 결과의 흐트러짐도 작아 flow method가 유효하다는 것을 알 수 있었다. 그러나 77 K 이하의 온도에서는 시험편 내부 온도구배가 비교적 컸다.

참고문헌

1. 이해무, 신주영, 신형섭, 한국가스학회 '98 추계학술발표회 논문집, 서울, p. 340 (1998).
2. ASTM E 23, Annual Book of ASTM Standards, Vol. 03.01, ASTM, Philadelphia, pp. 138 (1998).
3. Norbert H, Fahey, AMMRC Report, AMXMR-P-702-104, p.45 (1969).

4. R. K. Nanstad, et al., ASTM STP 1072, p.195 (1990).
5. R. L. Tobler, et al., Adv. Cryo. Eng., pp. 217 Vol. 38 (1992).
6. ASTM E 1450, Annual Book of ASTM Standard, Vol. 03.01, ASTM, Philadelphia, p. 883 (1998).
7. ASTM E 1820, Annual Book of ASTM Standard, Vol. 03.01, ASTM, Philadelphia, p. 981 (1998).