

## 미소역학 시험기법에 의한 9Cr1MoVNb강의 열화도 평가

백승세\* · 나성훈\* · 유현철\*\* · 이송인\*\*\* · 안행근\*\*\*\* · 유효선\*\*\*

### A Study on Material Degradation Evaluation of 9Cr1MoVNb Steel by Micromechanics Test Method

Seung-Se Baek, Sung-Hoon Na, Hyun-Chul Yoo, Song-In Lee, Haeng-Gun Ahn, and Hyo-Sun Yu

**Key Words:** Micromechanics Test Method (미소역학 시험법), Small Punch(소형편치, SP), SP-Energy(SP 에너지,  $E_{SP}$ ), Ductile-Brittle Transition Temperature(연성-취성 전이온도, DBTT),  $\Delta DBTT_{SP}$ (재질열화도), Micro-Vickers Hardness(미소 비커스 경도,  $H_v$ ), Maximum Load(최대하중,  $P_{max}$ ), Maximum Displacement(최대변위,  $\delta_{max}$ )

#### Abstract

The Micromechanics test is new test method which uses comparatively smaller specimen than that required in conventional material tests. There are several methods, such as small-specimen creep test, the continuous indentation test, and small punch(SP) test. Among them, the small punch(SP) test method has been applied to many evaluation fields, such as a ductile-brittle transition temperature, stress corrosion cracking, hydrogen embrittlement, and fracture properties of advanced materials like FGM or MMC. In this study, the small punch(SP) test is performed to evaluate the mechanical properties at high/low temperature from  $-196^{\circ}\text{C}$  to  $650^{\circ}\text{C}$  and the material degradation for virgin and aged materials of 9Cr1MoVNb steel which has been recently developed. The  $\Delta P/\Delta \delta$  parameter defined a slope in plastic membrane stretching region of SP load-displacement curve decreases according to the increase of specimen temperature, and that of aged materials is higher than the virgin material in all test temperatures. And the material degradation degrees of aged materials with  $630^{\circ}\text{C}$ -500hrs and  $630^{\circ}\text{C}$ -1000hrs are  $36^{\circ}\text{C}$  and  $38^{\circ}\text{C}$  respectively. These behaviors are good consistent with the results of hardness( $H_v$ ) and maximum displacement( $\delta_{max}$ ).

#### 1. 서론

미소역학 시험 기법(micromechanics test method)은 기존의 일반 재료시험(material test)과 파괴역학 실험(fracture mechanics test)에서 요구하는 대형의 시험

편보다 작은 소형의 시험편을 이용하여 재료의 기계적인 특성을 평가하는 새로운 개념의 시험기법이다. 이미 미국 및 유럽 선진국의 경우 미소역학 시험기법을 이용한 다양한 연구가 진행되고 있으며, 국내에서도 이에 대한 연구가 몇몇 대학과 연구기관에서 활발히 진행되고 있다. 현재 국내에서 미소역학 시험기법의 주요한 연구 방향은 압자압입시험과 미소 충격시험편에 의한 소재 특성 평가기법의 개발<sup>(1)</sup> 및 미소 인장시험편을 이용한 크리프 평가기술의 개발<sup>(2)</sup> 그리고 디스크 형태의 박판형 시험편을 이용한 소형편치(small punch : SP)<sup>(3)</sup> 시험기법의 연구가 진행되고 있다. 이러한 시험방법들 중 소형편치 시험은 1988년 초 국내에 처음으로 도입되어 현재까지 다양한 방향으로 연구가 진행되어 왔으며,

\* 전북대학교 정밀기계공학과 대학원

E-mail : baekse@hanmail.net

TEL : (063)270-2346 FAX : (063)270-2388

\*\* 전북대학교 재료공학과 대학원

\*\*\* 전북대학교 기계공학부, 자동차신기술연구소

\*\*\*\* 전북대학교 신소재공학부

적용된 시험분야로는 기존 재료시험기법으로는 평가가 어려운 분야 즉, 구조용 강 용접부에 대한 국부조직의 파괴인성(SP-DBTT, SP- $\epsilon_{sp}$ ) 평가<sup>(4,5)</sup>, 부식 환경에서의 응력부식균열(SP-SCC) 평가<sup>(6,7)</sup> 그리고 고가의 세라믹 및 경사기능 재료와 같은 첨단 신소재의 파괴특성( $E_{sp}$ ,  $P_{max}$ ,  $\delta$  등) 평가<sup>(8)</sup>를 위한 기초 연구와 응용연구 등이 있다. 또한 시험편 확보에 많은 어려움이 있는 화력/원자력 발전설비, 석유화학 설비와 같은 고온·고압 부재의 경년열화도( $\Delta$ DBTT) 평가 등에 크게 적용되어 왔으며, 그의 유용성은 이미 확립된 상태이다<sup>(9)</sup>. 현재에는 발전설비 내열부재의 고온강도 및 고온 크리프 특성 평가의 기법 개발<sup>(10)</sup>에 대한 연구가 활발히 진행되고 있다.

본 연구는 이 같은 미소역학 시험기법 분야 중 소형편치(SP) 시험법을 이용하여 국내에서 개발된 9Cr1MoVNb 주조강에 대한 현재까지의 고온 및 저온 강도특성과 재질열화도의 평가 결과를 정리한 것이다.

## 2. 실험재료와 실험방법

### 2.1 실험재료와 시험편

시험재료로는 발전설비의 주강밸브의 국산화를 위한 기술개발 일환으로 개발된 9Cr1MoVNb 재료로 선정하였다. 시험재료의 화학조성(%wt)은 0.095C, 0.411Si, 0.589Mn, 0.018P, 0.004S, 0.166Ni, 8.42Cr, 0.897Mo, 0.195V, 0.075Nb 등이다. 그리고 본 연구에 사용된 인공열화재는 실제 사용온도(566°C)보다 높고, 뜨임 온도 보다 낮은 온도인 630°C에서 등온 노화 열처리를 행하여 얻었으며 각각의 시효조건에 따라 미소시험편인 SP시험용 시험편을 제작하였다. 이때 시험편의 크기는 각각 표준 SP 시험편의 크기인 10x10x0.5mm로 제작하였다.

### 2.2 시험방법 및 평가인자

Fig. 1에 SP-jig의 개략도를 나타내었다. SP 시험법은 HRC62~67의 경도를 갖는  $\phi 2.4$ mm의 강구 혹은 세라믹 구를 시험편 상부에 놓고 이를 통하여 시험편에 0.2mm/min.의 일정한 부하속도로 하중을 가하여 재료의 기계적 특성을 평가한다.

시험온도는 -196°C~650°C의 범위에서 수행되었으며 시험도중 시험편에 부가되는 하중과 변위는 실시간적으로 DAS를 통해 저장된다.

인공 시효정도가 다른 각 시험재의 재질 열화도

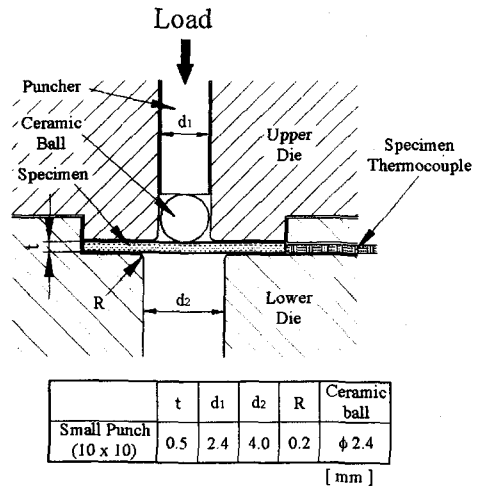


Fig. 1 The detailed diagram of SP-jig

평가는 신재와 열화재의 연성-취성전이온도(ductile brittle transition temperature : DBTT<sub>sp</sub>)의 차를 이용한  $\Delta$ DBTT<sub>sp</sub>로 구하였다. 또한 고온 SP 시험의 경우 신재와 시효재의  $P_{max}$ ,  $\delta_{max}$ ,  $E_{sp}$ , 및 하중변위곡선의 소성막신장영역에서의  $\Delta P/\Delta \delta$ 를 이용하여 고온 역학적 특성을 평가하였다.

## 3. 실험결과 및 고찰

### 3.1 9Cr1MoVNb 강의 경도와 하중-변위거동

Fig. 2는 시험재의 마이크로 비커스 경도시험결과로 평균 경도값이 신재, 630°C-500hrs, 1000hrs의 경우에 각각 286, 266 그리고 268의 값을 보여 인공열화재는 신재보다 약 20 정도의 경도 값이 감소하였다. 전반적으로 열처리에 따른 미세조직의 변화를 관찰할 수 있으나 500hrs과 1000hrs의 시험재에서는 큰 차이를 보이지 않았다.

9Cr1MoVNb강의 신재와 시효열처리를 행하여 얻은 열화재를 대상으로 -196°C~650°C 범위에서 SP 저온 및 고온시험을 수행하여 얻어진 하중-변위선도의 한예는 Fig. 3, Fig. 4와 같다. 모든 시험재는 시험온도 -196°C에서 가장 낮은 하중-변위거동을 보이고 있고, 시험온도가 상승함에 따라 하중과 변위는 크게 증가하다가 상온 및 고온으로 갈수록 다시 감소하는 거동을 보이고 있다. -120°C이상에서의 하중-변위곡선은 소형편치 시험의 4단계 파괴거동, 즉 탄성굽힘영역(elastic bending region : EBR), 소성굽힘영역(plastic bending region : PBR), 소성막신장영역

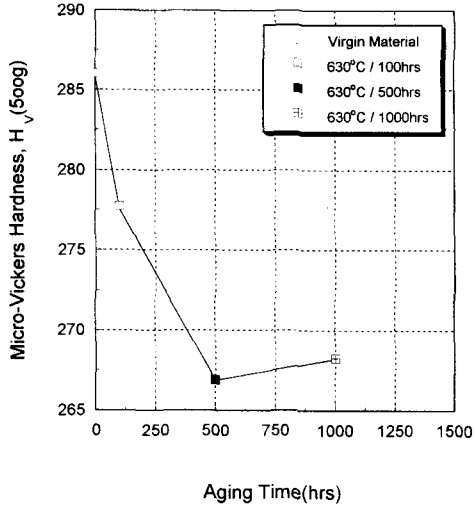


Fig. 2 The variation of Micro-Vickers Hardness(HV) according to aging times

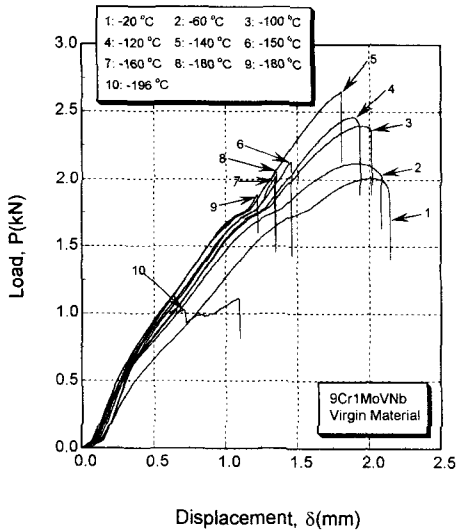


Fig. 3 The load-displacement curves at various test temperatures

역(plastic membrane stretching region : PMSR) 그리고 소성불안정영역(plastic instability region : PIR)을 모두 보이는 전형적인 연성파괴거동을 보이고 있다. 반면,  $-196^{\circ}\text{C}$ 의 저온에서는 4영역 중 탄성급형영역과 소성급형영역의 재료변형 거동을 보이고 있다.

Fig. 5~Fig. 7은  $\text{RT}\sim 650^{\circ}\text{C}$ 의 온도 범위에서 SP 실험 후에 얻어진 최대 하중( $P_{\text{max}}$ ), 최대 변위( $\delta_{\text{max}}$ ), SP-에너지( $E_{\text{SP}}$ )를 시험온도에 따라 나타낸 그림이다. 여기서 SP-에너지는 하중-변위 곡선으로부터 최대

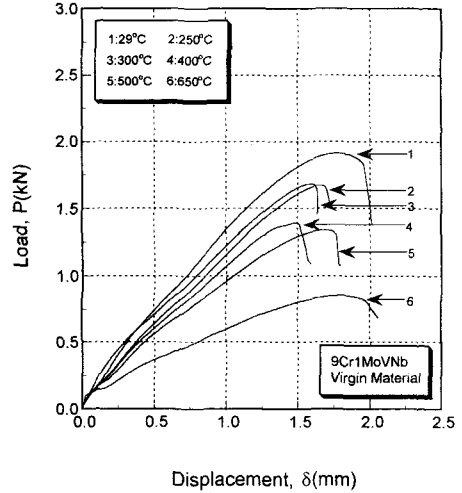


Fig. 4 The load-displacement curves at various test temperatures

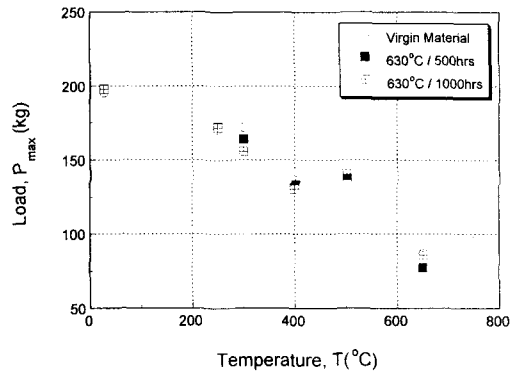


Fig. 5 The variation of maximum load according to test temperatures for virgin and aged materials

하중점까지의 아래면적으로 정의한다. 먼저 최대하중( $P_{\text{max}}$ ) 결과인 Fig. 5를 보면 신재 및 인공열화재 모두 시험온도가 증가함에 따라 전체적으로 감소하는 경향을 보이는데, 이러한 이유는 온도의 증가로 전위의 이동이 용이하여 가공경화 효과의 감소에 따른 결과라 판단된다. 여기서  $400^{\circ}\text{C}$ 가  $500^{\circ}\text{C}$ 의 경우보다 약간 낮은 최대 하중 값을 보이고 있는데, 이는 일반 구조용 강의  $300^{\circ}\text{C}\sim 400^{\circ}\text{C}$ 영역에서 나타나는 청열취성(blue shortness)의 영향으로 사료된다. 소형편치 시험편이 매우 미소한 시험편임을 고려할 때 종래 인장시험의 경우보다  $400^{\circ}\text{C}$ 에서 청열취성에 의한 영향이 클 것으로 생각된다. 이 같은  $400^{\circ}\text{C}$  취성에 대한 거동은 Fig. 6의 최대변위( $\delta_{\text{max}}$ ) 결과

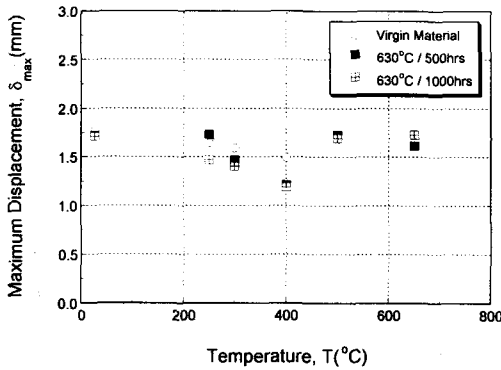


Fig. 6 The variation of maximum displacement according to test temperatures for virgin and aged materials

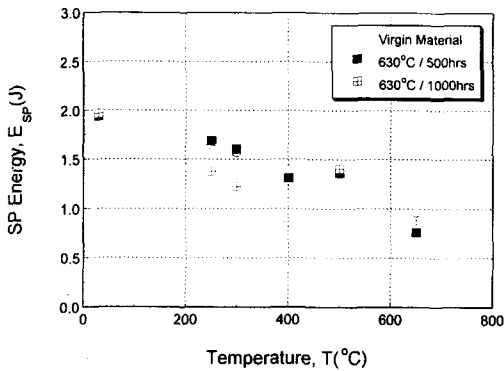


Fig. 7 The variation of SP-energy( $E_{sp}$ ) according to test temperatures for virgin and aged materials

에서도 관찰할 수 있다. 그러나 400°C를 기점으로 시험온도의 증가에 따라 변위 값은 증가하여 500°C 이상의 고온에서 연성이 회복되고 있음을 알 수 있다. 이 같은 시험재의 연성회복은 동일 시험재의 인장시험결과와도 잘 일치하여 고온-소형편치 시험에 의한 내열재료의 고온강도 특성 평가의 가능성을 확인할 수 있다<sup>(11)</sup>. 한편, 청열취성이 일어난 400°C에서 신재와 인공열화재의 최대변위가 더욱 뚜렷하게 차이나는 것은 조대화된 tempered martensite 조직으로 구성된 9Cr1MoVNb강의 미세 탄화물에 의한 결과로 사료된다. 다시말해, lath 및 구 오스테나이트 결정 입계에 존재하는 미세 탄화물이 청열취성 온도에서 미세조직을 보다 취화시키기 때문에 나타나는 현상으로 생각된다. 이 같은 거동은 다음절에 설명할 저온취화의 성질을 이용한 연성-취성전이거동의 시험결과에서도 확인할 수 있다. Fig. 7의 SP-

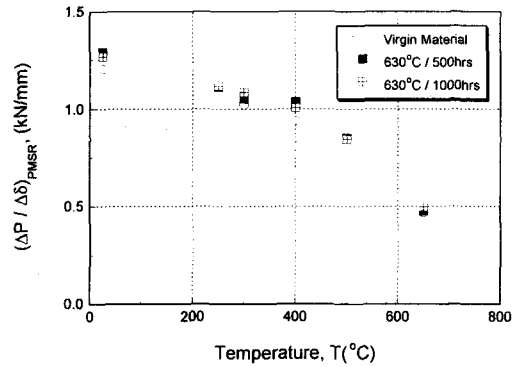


Fig. 8 The variation of  $\Delta P / \Delta \delta$  in PMSR according to test temperatures for virgin and aged materials

에너지( $E_{sp}$ ) 거동을 보면 최대하중의 경향과 같이 시험온도의 증가에 따라 전체적으로 감소하는 경향을 보이고 있어, 온도 상승에 따른 파괴에너지의 감소를 관찰할 수 있다. 특히 청열취성이 나타나는 400°C 온도부근에서 1000hrs 인공열화재가 가장 낮은 파괴에너지거동을 보였다.

Fig. 8은 신재 및 인공열화재의 소성막신장영역에서의 단위변위당 하중의 증가를 시험온도에 대하여 나타낸 그림이다. 이러한 소성막신장영역은 변위의 증가에 따른 하중증가의 구배가 타영역에 비하여 증가하는 영역으로 SP시험 특유의 소성유동 특성이다. 시험결과 RT보다 높은 모든 시험온도에서 인공열화재가 신재보다  $\Delta P / \Delta \delta$  값이 크게 나타나고 있는데, 이는 열처리 시효과정 동안 탄화물 등이 입내 및 입계로 석출되어 이들이 전위의 이동을 억제함으로써 동일한 변위를 발생시키는데 더 많은 하중을 필요로 하기 때문이다. 그러나 600°C 고온의 경우는 신재와 인공열화재 모두 거의 같은 정도의  $\Delta P / \Delta \delta$  값을 보이고 있는데, 이는 미세 탄화물의 영향이 높은 온도와 짧은 부하시간에 따라 감소하기 때문이라 사료된다. 그러나 시험조건에 따라 차이는 있겠지만, 장시간 소요되는 고온 크리프시험에서 이들에 대한 영향은 시험결과에 영향을 줄 것으로 생각된다. 또한  $\Delta P / \Delta \delta$ 의 시험결과에서도 400°C 청열취성의 온도구역에서 신재와 인공열화재의 차이를 보이고 있음을 Fig. 9의 열처리 시간에 따른 시험결과에서 관찰할 수가 있다. 이러한 시험결과로부터 고온 소형편치시험에서 소성막신장영역의  $\Delta P / \Delta \delta$  인자는 재질열화도(material degradation degree) 평가시 사용가능한 인자라고 생각되나, 향후 2000hrs 이상의 열화재에 대한 시험결과가 주목된다.

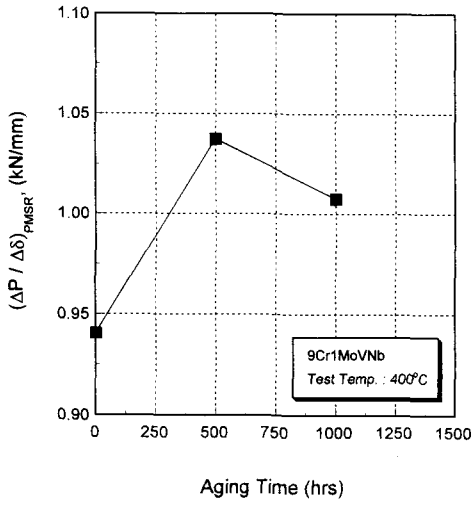


Fig. 9 The variation of  $\Delta P / \Delta \delta$  in PMSR according to aging times at 400°C

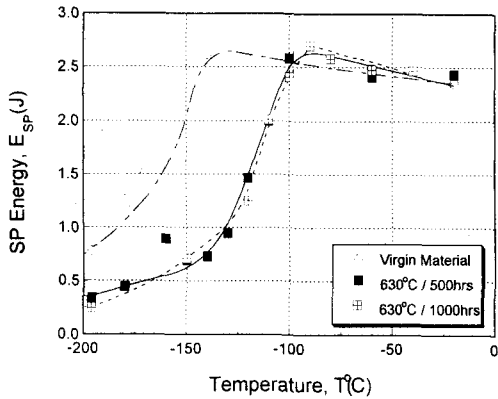


Fig. 10 The variation of SP energy at various test temperatures for virgin and aged materials

### 3.2 인공열화재의 재질열화도 평가

앞서 살펴본 SP-에너지( $E_{SP}$ )를 시험온도에 따라 나타낸 연성-취성전이곡선은 Fig. 10과 같다.

그림에서 보는 바와 같이 SP-에너지는 시험온도에 뚜렷하게 의존함을 확인할 수가 있으며, 인공열화재는 모두 신재와 비교해서 전이곡선이 고온측으로 이동하였음을 관찰할 수 있다. 한편, 열처리 시간에 따른 전이곡선의 거동은 630°C-1000hrs 열화재가 630°C-500hrs 경우보다 약간 고온측에 이동하였지만 거의 같은 정도의 전이곡선거동을 보였다.

Fig. 11에 9Cr1MoVNb강 신재와 인공열화재의 연성-취성전이온도(ductile-brittle transition temperature

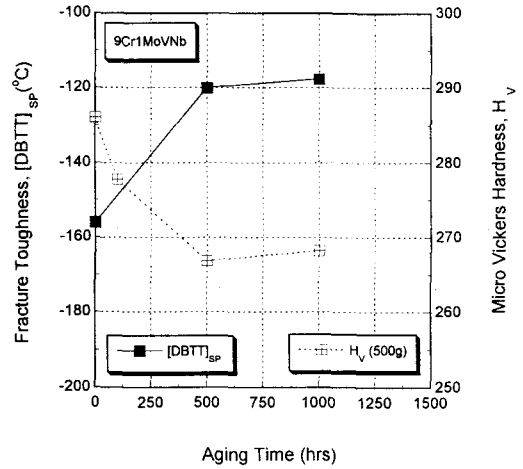


Fig. 11 The variation of DBTT<sub>SP</sub> and Micro-Vickers hardness( $H_V$ ) according to aging times

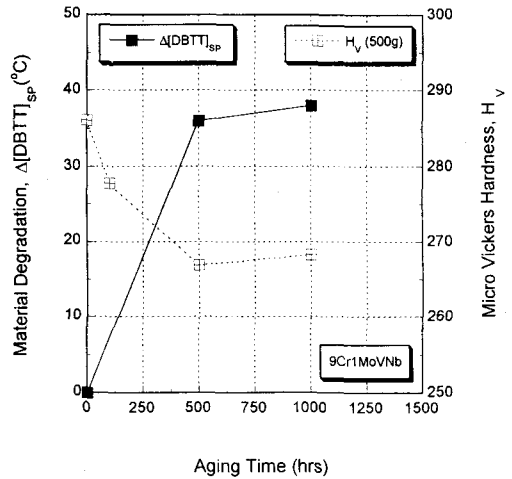


Fig. 12 The variation of material degradation ( $\Delta[DBTT]_{SP}$ ) and Micro-Vickers hardness according to aging times

: DBTT<sub>SP</sub>) 거동을 온도결과와 함께 열처리 시간에 따라 나타내었다. 여기서 각 시험재의 천이온도는 에너지-온도의존곡선에서 상봉점의 에너지(upper shelf energy)와 하봉점의 에너지(lower shelf energy)의 평균값에 해당하는 온도로 정의되어진다. 이때 신재와 630°C-500hrs, 1000hrs 열화재의 경우 각각의 천이온도는 -156°C, -120°C, -118°C로 인공 열화재는 신재보다 모두 높은 천이온도를 보이고 있다. 그러나 인공열화재를 비교하면 열처리 시간에 따른 천이온도의 차는 크지 않았다. 이 같은 시험결과는 앞서 고찰한 온도 시험결과와 400°C 온도구역에서 최

대변위( $\delta_{max}$ ) 등의 결과와 잘 일치하였다.

Fig. 12는 각 시험재의 연성-취성전이온도의 차로 정의되는 인공열화재의 재질열화도(material degradation degree :  $\Delta DBTT_{sp}$ )를 구하여 시효시간에 대해 정리한 결과이다. 시험결과 630°C-500hrs 열화재의 재질열화도는 36°C로, 1000hrs 열화재의 경우는 38°C로 나타나 시효열처리 시간에 따른 재질열화 거동은 크게 나타나지 않았다. 그러나 향후 2000hrs 이상의 인공열화재에 대한 시험결과가 주목된다.

#### 4. 결론

미소역학 시험기법인 소형펀치(SP) 시험방법을 이용하여 얻은 9Cr1MoVNB강에 대한 고온/저온 강도 및 재질열화도의 평가 결과는 다음과 같다.

(1) 고온 SP 시험에서 최대 하중( $P_{max}$ )은 신재와 인공열화재 모두 시험온도가 증가함에 따라 전체적으로 감소하는 경향을 보였으며, 400°C에서 청열취성의 특성을 관찰할 수 있었다.

(2) 고온에서 9Cr1MoVNB 강 의 최대 변위( $\delta_{max}$ )는 400°C까지 감소하다가 그 이상의 온도에서는 증가하여 연성이 회복되었다. 이 같은 시험결과는 동종 시험재의 고온 인장시험 결과와 동일하였다.

(3) SP 시험의 소성막신장영역에서 단위 변위당 하중의 증가로 산출된  $\Delta P/\Delta \delta$  값은 시험온도의 상승에 따라 감소하였으며, 모든 온도에서 인공열화재가 신재보다 큰 값을 보였다. 이 같은 거동은 400°C 청열취성 구간에서 보다 뚜렷하였다.

(4) 630°C-500hrs과 1000hrs 열화재의 재질열화도  $\Delta DBTT_{sp}$ 는 각각 36°C와 38°C로 나타나, 열화 시간에 따른 큰 차이는 보이지 않았다. 이 같은 시험결과는 시험재의 경도(hardness) 결과와 400°C 온도구역에서 최대변위( $\delta_{max}$ ) 그리고  $\Delta P/\Delta \delta$  결과와 잘 일치하였다.

#### 참고문헌

(1) 이 정환, 권 동일, 1997 “연속압입시험법을 이용한 재료의 진응력-진변형률 곡선 평가”, 대

한금속학회지, 35권 12호, pp.1616~1625.

- (2) 박종진, 정용근, 김효진, 2000, “발전소 고온부의 수명 평가를 위한 시편 채취기 및 소형 시편용 크리프 시험기의 적용”, 2000년도 대한기계학회 재료 및 파괴부문 학술대회, Vol. 1.
- (3) Yu Hyo-Sun, Chung Se-Hi, Lyu Dae-Yeong, 1991, “Fracture Toughness Evaluation of Welded Steel Joint by Small Punch Test”, Proceeding of the IV Conference of APCS V. III, Beijing, China.
- (4) 유효선, 류대영, 정세희, 1989, “소형펀치시험에 의한 강 용접부의 파괴강도 평가에 관한 연구”, 대한용접학회지, Vol. 7, No 4, pp. 56~67.
- (5) H.S.Yu, D.Y.Lyu, and S.H.Chung, 1992, “Fracture Strength Evaluation of Welded Steel Joint by Means of Small Punch Test”, KSME Journal, Vol. 6, No. 2, pp. 73~80.
- (6) H.S Yu, E.G. Na and S.H. Chung, 1995, “A study on the Stress Corrosion Cracking Behaviors for Weld Joint of Steel with Various pH Values in Synthetic Sea Water”, Journal of KWS, Vol. 13, No. 1, pp. 510~520.
- (7) Hyo-Sun Yu, Eui-Gyun Na, and Se-Hi Chung, 1999, “Assessment of Stress Corrosion Cracking Susceptibility by Small Punch Test”, Journal of Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, European Structural Integrity Society, Vol. 22, No 10, pp. 889~896.
- (8) Jun-Hee Song, Jae-Kyoo Lim, and Se-Hi Chung, 1997, “Thermal Stress Analysis of Functionally Graded Ceramic/Metal Composites-Plasma Spraying Material-”, KSME Journal, Vol. 21, No. 3, pp. 439~446.
- (9) 정세희, 유효선, 1997, “SP시험에 의한 고온설비 부재의 경년손상 평가”, 한국표준과학연구원 (KRISS) 보고서.
- (10) 유효선 외 4인, 2000, “미소시험편을 이용한 고온 크리프 특성 평가법 개발”, 대한기계학회 2000년도 춘계학술대회논문집(A), pp. 43~48.
- (11) 홍경태 외 5인, 1999, “고온 고압용 9Cr1MoVNB 주강 밸브의 실용화 개발”, 한국과학기술연구원 (KIST) 보고서.