

<학술논문>

DOI <https://doi.org/10.3795/KSME-A.2017.41.11.1011>

ISSN 1226-4873(Print)
2288-5226(Online)

수소취화된 스테인리스강 316L의 VHCF(Very High Cycle Fatigue) 피로특성과 UNSM 효과에 관한 연구

남승훈* · 백운봉* · 서창민*** · 편영식***

* 한국표준과학연구원, ** 경북대학교 기계공학부, 대구기계부품연구원 자문위원

*** 선문대학교 기계공학부

Study on VHCF Fatigue Behaviors and UNSM Effects of Hydrogen Attacked STS 316L

Seung-Hoon Nahm*, Un-Bong Baek*, Chang-Min Suh*** and Young-Sik Pyun***

* Korea Research Institute of Standards and Science,

** School of Mechanical Engineering, Kyungpook Nat'l Univ., DMI Senior Fellow,

*** Dept. of Mechanical Engineering, Sun Moon Univ.

(Received January 31, 2017 ; Revised September 6, 2017 ; Accepted September 6, 2017)

Key Words: Hydrogen Induced Surface Cracks(수소유기 표면균열), STS 316L(스테인리스강 316L), Ultrasonic Nanocrystal Surface Modification(UNSM 초음파 나노표면처리), Rotary Bending Fatigue Test (RFT 회전굽힘피로시험), EBSD(Electron Back Scatter Diffraction)

초록: 본 연구는 실온에서 미처리재와 UNSM처리재, 수소취화재(100 bar, 300 °C에서 120 h) 및 이 수소취화재의 UNSM처리재의 스테인리스강 316L 시험편의 재료특성과약을 위한 실험을 실시하였다. 여기서 수소취화재는 기존의 미처리재의 S-N곡선보다 피로강도가 약간 감소하는 경향을 나타내었으며, 수소취화효과는 적게 나타났다. 미처리재에 비해서 UNSM처리재의 피로한도는 약 43.8% 상승하였고, 수소취화재의 UNSM처리재는 수소취화재보다 약 57.1% 상승하는 경향을 나타내었다. EBSD에 의한 IQ, IPF 및 KAM 맵에서 UNSM처리 후, 이 처리의 영향을 받는 나노 입자 표면층의 두께는 약 152 μm이다. 그러나 세 가지 맵에서 수소취화의 깊이 영향을 정량적으로 평가할 수 없었다. 시험편상에서 발생하는 표면균열은 수소취화의 영향으로 평균입경(35 μm)보다 작은 균열의 비율이 약 90%를 차지하였다.

Abstract: This study was conducted to investigate the material properties of stainless steel 316L specimens of untreated and UNSM treated material, hydrogen attacked material(100 bar, 300 °C at 120 h) and UNSM treated hydrogen attacked material at room temperature. Results demonstrated that the hydrogen attacked materials showed a tendency toward a slightly decreased fatigue strength, while the hydrogen embrittlement effect was smaller than the S-N curve of conventional untreated material. As compared to untreated material, the fatigue limit of the UNSM treated material increased by 43.8%, while it was 57.1% higher in the UNSM treated hydrogen attacked material than in untreated hydrogen attacked material. The plastic deformation layer was ~152 μm thick, as confirmed by maps showing the level of local plastic deformation affected by the UNSM treatment in three ways: an image quality map, inverse pole figure map, and kernel average misorientation map captured via electron back scatter diffraction. Owing to hydrogen embrittlement, about 90% of surface cracks were smaller than the average grain size of 35 μm.

1. 서론

† Corresponding Author, cmsuh@knu.ac.kr

© 2017 The Korean Society of Mechanical Engineers

수소는 기름으로 인한 환경오염과 고갈에 따른 새로운 에너지원으로 대두되었다. 또 디젤차의

환경오염이 기준을 초과하여 심각한 상태로 됨에 따라 수소차에 관한 많은 정보 확보가 더욱 필요하게 되었다. 특히 수소 연료전지 자동차의 생산 필요성이 사회적으로 생기면서, 독일, 일본과 미국은 정부의 수소 연료전지 산업에 대한 전폭적인 지원을 받아 수소충전소 등 수소관련 인프라 형성이 되고 있다. 이에 따라 안전한 수소의 공급과 보관을 위해 금속 침투 및 투과와 관련된 측정기술과 이에 관련된 노하우와 자료축적이 절실히 요구되고 있다.⁽¹⁻⁷⁾

이와같이 국내외적으로 수소에너지 안전이용에 대한 관심도가 높아지고, 수소가스에 대한 신속 대응과 안전사고시 피해 확산을 최소화, 국민의 안전을 지키기 위한 과학기술의 역할이 강조되고 있는 시점이다. 수소경제의 실현을 위한 안전한 기술은 수소 가스의 안전한 저장, 수송, 분배와 신뢰성 있는 수소 재료의 확보와 적용 가능성이 뒷받침 되어야 한다. 현재 우리나라는 당면한 에너지 문제를 해결하기 위해서 수소에너지의 확대는 불가피하며, 향후 급증할 수소관련 인프라의 안전문제를 대비해 지속적인 기술개발과 경험축적이 필수적이다.

스테인리스강을 포함한 스테인리스강 316L의 수소침투와 압력변화하의 초장수명 피로강도, 표면균열발생거동, 피로거동 등과 같은 피로자료축적에 관한 연구는 고성능화 및 경량화시대에 따른 주요 연구대상이 되고 있고, 초장수명피로의 강도 및 수명의 자료가 새로운 설계기준의 변경과 더불어 새로운 에너지원인 수소시대에 강력히 요구되고 있다.⁽⁸⁻¹⁰⁾

따라서 본 연구에서는 수소경제의 실현을 위한 안전기술 확보용으로 고온, 고압으로 수소취화(hydrogen embrittlement) 시킨 스테인리스강 316L 모사시험편(simulated specimen)으로 새로운 설계기준이 되는 VHCF(very high cycle fatigue)의 피로특성을 구하고 파괴역학기법과 파면해석적으로 연구, 분석하였다. 또한 수소관련 인프라 시설의 내구성 향상, 리사이클링과 보수차원에서 새로운 UNSM(ultrasonic nanocrystal surface modification) 표면처리기술⁽⁹⁻¹⁵⁾ 도입의 유효성을 비교 검토하였다.

2. 실험내용

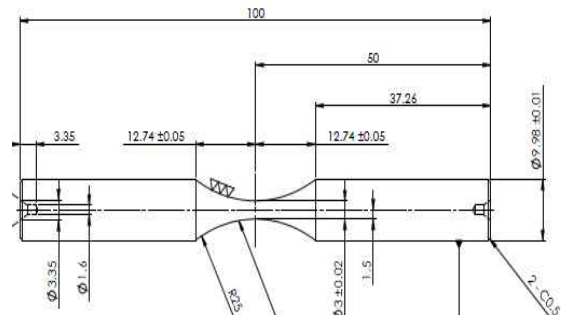
본 연구에서는 Fig. 1(a)와 같은 피로시험편의

Table 1 Chemical compositions of a STS 316L(wt, %)

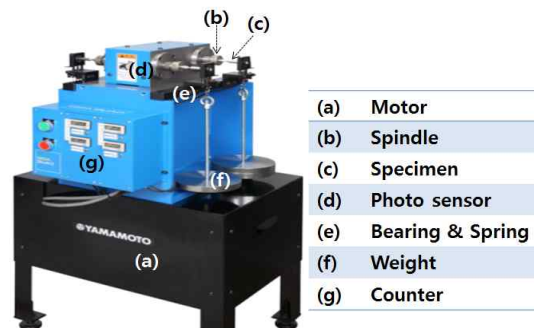
C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni
0.013	0.66	0.47	0.03	0.004	16.7	10.11
Mo						Fe
2.05						Bal

Table 2 Mechanical properties of the STS 316L

Tensile strength (MPa)	Yield strength (MPa)	Elongation (%)	Reduction of area(%)	Hardness (Hv)
568	229	63.5	12	245



(a) Configuration of test specimen(unit; mm)



(b) Fatigue testing machine

Fig. 1 Specimen and fatigue testing machine

최소 직경 3 mm의 어닐링된 스테인리스강 316L을 사용하였다. 화학 조성 및 시험편의 기계적 성질은 각각 Table 1 및 Table 2에 정리하였다. UNSM 처리에 앞서, 시험편은 100번에서 2,000번까지 연마지를 사용하였다.

실온에서 스테인리스강 316L의 피로수명과 UNSM 처리의 영향은 Fig. 1(b)와 같은 4개의 시험편을 동시에 사용하는 신행 cantilever식 회전굽힘 피로시험기(YRB200, 야마모토, 일본)를 사용하여 시험하였다. 주파수 53 Hz 및 응력비 R = -1의 조건하에서 실시하였다.



Fig. 2 Hydrogen embrittlement equipment

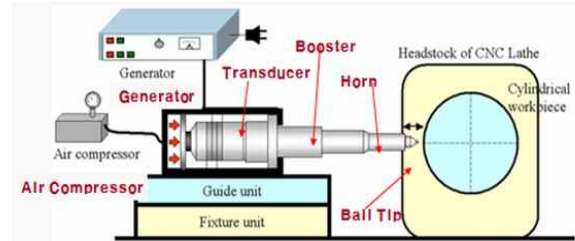
Fig. 2는 시험편의 초고압 수소취화조(hydrogen exposure vessel, HPH2-132V, Pretech Co. Japan)를 나타내었다. 이 장비를 사용하여 100 bar, 300 °C 에서 120 h 동안 수소취화 처리된 모사시험편은 액체 질소중에 보관한 후 대기중에서 인장시험 및 회전굽힘피로시험을 실시하였다.

UNSM처리재는 미처리재와 수소취화재를 각각 최적조건(하중 15 N, 주파수 20 kHz, 회전수 30 rpm)으로 처리하여 사용하였다. Fig. 3(a)는 본 연구에 사용된 UNSM장치(DesignMecha. Co. 한국)를 나타내었고, Fig. 3(b)는 UNSM처리후 표면상에 나타난 미소단조(micro-forging)의 흔적을 3000 배로 관찰한 것이며, 포징의 회수는 60,661 strikes/mm²이다. UNSM처리중에 발생하는 열의 영향을 피하기 위하여 불과 처리 시험편에 기계유를 분무하였다. Fig. 3(c)는 UNSM처리후 표면상에 나타난 미소단조의 흔적을 원자간력현미경(scanning probe microscope, NX20)으로 표면상을 3D로 관찰하였다.

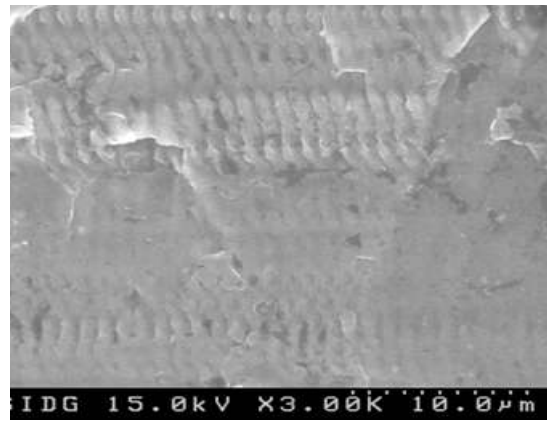
3. 연구결과 및 검토

UNSM처리하면 Fig. 3(b)와 Fig. 3(c)와 같이 시험편 표면상에 미소단조의 흔적이 규칙적으로 남게되며, 표면조도는 매우 양호하며, 그 값이 5 nm 이하임을 Fig. 3(c)에서 확인 가능하다.

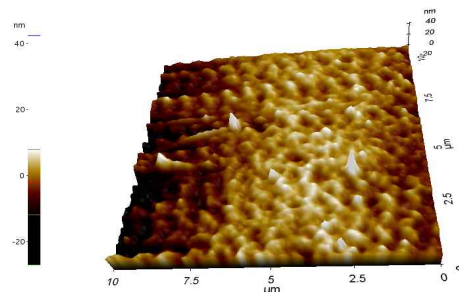
Fig. 4는 스테인리스강 316L 인장시험편(길이 25.4 mm, 직경 6 mm)으로 Fig. 2의 수소 취화조(100 bar, 300 °C, 120 h)에서 취화시킨 후 상온대기중에서 인장시험한 결과를 미처리재와 비교하여 나타내었다. 수소취화재는 항복점과 인장강도는



(a) UNSM equipment



(b) Illustration of UNSM process(x3,000)



(c) 3D of Atomic Force Microscope (AFM) after UNSM treatment

Fig. 3 UNSM equipment and micro forging traces

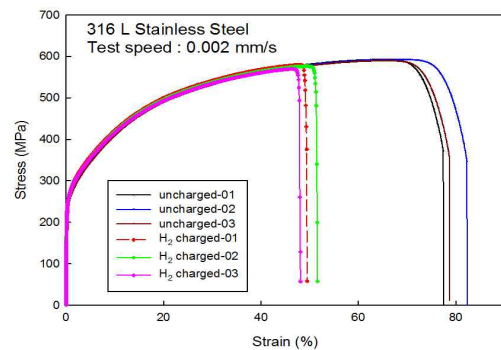


Fig. 4 Tensile test results before and after the hydrogen attack

는 미처리재와 비슷한 결과를 얻었지만, 연율과 단면수축률은 각각 39%와 46%씩 감소하였다.

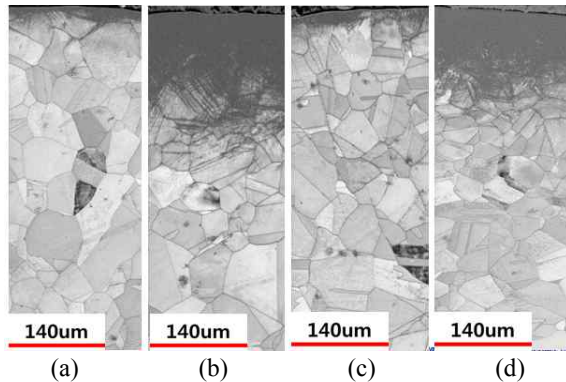


Fig. 5 Cross-sectional EBSD analysis of IQ(Image quality) map. (a) untreated specimen and (b) UNSM treated of (a), (c) hydrogen attack simulated specimen and (d) UNSM treated of (c)

3.1 UNSM처리 후의 EBSD조직분석

Fig. 5~7은 UNSM처리 전과 후의 STS 316L의 단면의 EBSD(electron back scatter diffraction)을 도 시한 것이다. Fig. 5~7의 시험편(a)는 STS 316L인 원소재 (미처리재)의 자료이며, 미세조직의 평균 입자 크기는 약 $35\mu\text{m}$ 이다. 시험편(b)는 시험편 (a)를 UNSM 표면처리한 시험편이며, 시험편(c)는 (a)재를 100 bar, 300°C , 120 h 동안 수소가속취화 시킨 시험편이다. 또 시험편(d)는 시험편(c)를 UNSM 표면처리한 시험편의 경우이다. 본 연구에 사용된 EBSD측정장치는 DigiView EBSD Camera, EDAX (USA)이며, 측정조건은 가속전압, 18 kV, 확대배율, 1.0 kx, 측정단위, $1\mu\text{m}$ 로 실시하였다.

Fig. 5는 IQ(Image quality) map으로 전자빔 회절패턴의 선명도를 나타낸 것이다. 검게 나타나는 부분은 IQ가 낮게 나타나는 부분으로 그 원인은 탄/소성변형으로 인해 결정격자 뒤틀림이 커짐에 기인한 것이며, 외부로 부터 오염으로 인한 결정격자 손상에 의해서도 나타날 수 있다.

Fig. 5(a)는 본 연구에 사용된 316L재의 미세조직을 나타내었으며, 방향성없이 균등한 입경으로 구성되어있다. Fig. 5(b)는 UNSM처리 후 시험편 표면근방에서 결정입계의 크기가 미세화 혹은 나노결정(nano crystal)이 되었음을 나타내고 있으며 그 깊이는 약 $152\mu\text{m}$ 정도이다.

Fig. 5(c)는 수소취화재의 자료로 표면에서 약 $32.8\mu\text{m}$ 정도까지 결정격자의 손상을 예상할 수 있으며, Fig. 5(d)는 수소취화후 UNSM 처리재의 경우로 약 $152\mu\text{m}$ 까지 미세조직이 나노화되었음을 나타낸다.

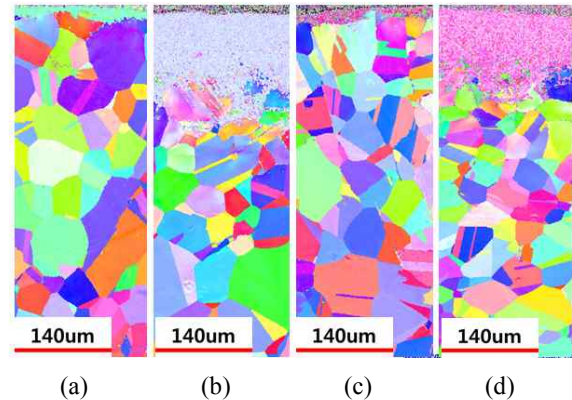


Fig. 6 Cross-sectional EBSD analysis of IPF(Inverse pole figure) map. (a) untreated specimen and (b) UNSM treated of (a), (c) hydrogen attack simulated specimen and (d) UNSM treated of (c)

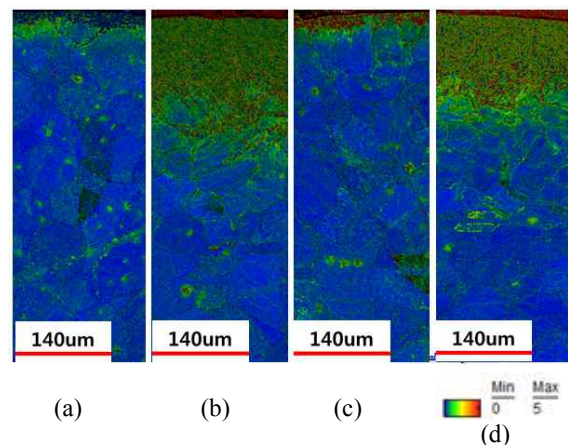


Fig. 7 Cross-sectional EBSD analysis of KAM (Kernel average misorientation) map. (a) untreated specimen and (b) UNSM treated of (a), (c) hydrogen attack simulated specimen and (d) UNSM treated of (c)

Fig. 6은 IPF(Inverse pole figure) map으로 결정립의 방위를 나타내는 맵인데, Fig. 6(a)에서 결정립이 등방향성을 나타내고 있다. Fig. 6(b)와 같이 UNSM 처리 시편의 경우 표면층에 심한 소성변형으로 인해 원래 결정립이 심하게 손상된 것을 알 수 있으며 그 깊이는 약 $152\mu\text{m}$ 이다. 또한 수소취화 후 UNSM 처리한 Fig. 6(d)의 경우는 그 깊이가 약 $152\mu\text{m}$ 이다.

Fig. 7은 KAM(Kernel average misorientation) map은 1마이크론 픽셀 주변의 결정방위 차이를 나타내는 맵이다. 변형이 심하지 않은 결정립에서는 그 값이 0에 근접하며, 변형이 심할수록 그 값이 올라감을 나타내고 있다. 즉, KAM map은

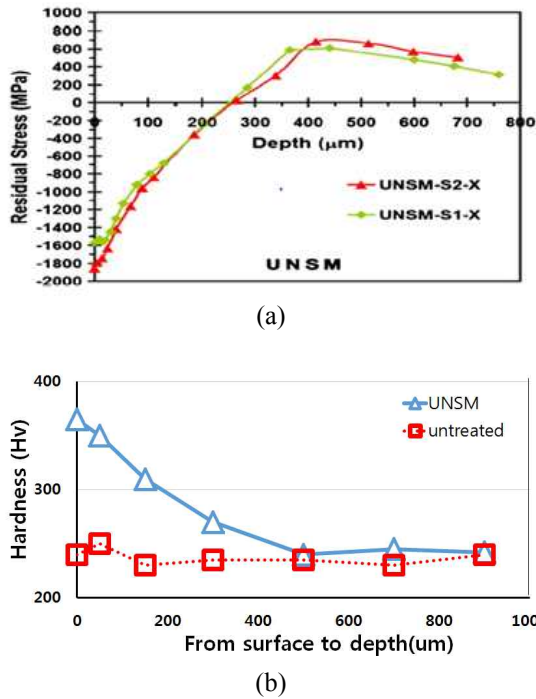


Fig. 8 (a) Compressive residual stress of ultrasonic nanocrystal surface modification treated Inconel 718 alloy,⁽²⁾ (b) Variation of micro-Vickers hardness from surface to depth

국부적인 소성변형의 정도를 나타내는 맵으로 Fig. 7(b)의 UNSM처리 후 약 152 μm까지 소성변형의 영향이 나타나고 있다. Fig. 7(d)의 수소취화 후 UNSM처리의 경우는 약 152 μm까지 그 영향이 나타나고 있다.

이러한 UNSM처리 후, 이 처리의 영향을 받는 나노 입자 표면층의 두께는 3가지 map의 평균치로 약 152 μm이다. 이와 같은 결정입의 크기가 감소하면서 UNSM의 영향을 받는 표면층의 두께가 증가하는 것은 참고자료로 인코넬 718재⁽²⁾의 Fig. 8(a)의 압축잔류응력의 크기변화에도 잘 나타나고 있으며, 그 깊이도 유사함을 나타내고 있고, Ti-6Al-4V의 합금강에서도 동일한 현상이 관찰되었다고 보고되어 있다.⁽¹⁶⁾ 일반적으로, 상부 표면에서는 매우 높은 압축잔류응력이 형성되고 있지만, 표면으로부터 깊이가 증가함에 따라 압축잔류응력값은 점진적으로 감소하는 경향을 나타내었다. 그러나 Fig. 5~7으로 세 가지 맵에서 수소취화의 깊이 영향을 정량적으로 측정할 수는 없었다.

Fig. 8(b)는 미처리재와 UNSM처리재의 깊이 방향에 따른 경도치(Hv)의 변화를 나타내고 있다. UNSM 처리재의 표면경도는 미처리재보다 최대

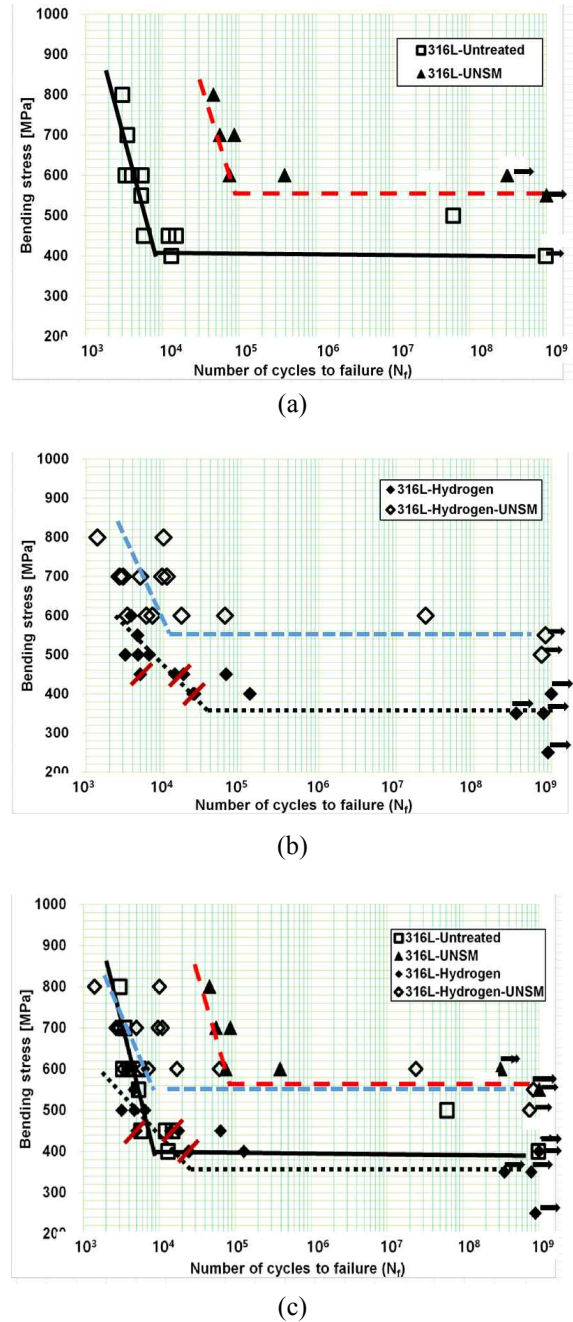


Fig. 9 (a) S-N curves of the STS 316L before and after UNSM treatment, (b) S-N curves of the STS 316L and the hydrogen attack simulated specimens (under 120 h at 100 bar and 300 °C) before and after UNSM treatment, (c) Comparison of Fig. 9(a) and Fig. 9(b)

46% 증가하였다. 이러한 정도치의 변화에서 UNSM 기술은 시험편 표면상의 경도를 크게 상승시킬 수 있다. 그리고 이 높은 정도치는 표면에서 내부방향으로 점진적으로 감소하는 경향을 나타내고 있다. 이 표면상의 정도치의 증가는 내구성 향상에 유익하다고 알려져 있다.⁽⁹⁻¹⁶⁾

3.2 S-N 곡선과 피로특성

Fig. 9(a)~9(c)는 스테인리스강 316L의 여러조건에서 실시된 피로시험의 S-N곡선을 특징별로 비교하여 나타내었다. Fig. 9(a)는 실온에서 미처리재의 회전굽힘피로시험에 의해 얻어진 S-N 데이터를 나타내었고, 약 400 MPa에서 피로한도가 나타났다. 또 이 그림에는 UNSM처리된 스테인리스강 316L 시험편의 회전굽힘피로시험에 의해 얻어진 S-N 데이터를 비교하여 나타내었고 약 575 MPa에서 피로한도가 나타났다. 이 그림에서 미처리재에 비해서 UNSM처리재의 피로한도는 약 43.8% 상승하는 경향을 나타내었다. 또 UNSM처리재의 피로수명은 전영역에서 크게 증가하였다. 특히 장수명 영역에서 피로수명의 증가는 명백하게 나타났다. 즉 600 MPa에서 15배 이상 피로수명이 증가하였다.

이와 같은 UNSM표면처리 효과가 피로수명과 내구성을 향상시킨다는 경향은 조직의 미세화, 표면경도 상승 및 압축잔류응력에 의한 것으로 다른 재료에서도 비슷한 특성이 나타났다.^(2,9,10,16)

Fig. 9(b)는 수소취화재(100 bar, 300 °C, 120 h)와 피로강도의 향상을 위하여 수소취화재의 UNSM처리된 2가지 STS 316L 시험편의 회전굽힘피로시험에 의해 얻어진 S-N 데이터를 비교하여 나타내었다. 이 그림에서 수소취화재의 S-N 곡선의 피로한도는 약 350 MPa에서 나타났고, 이 수소취화재의 UNSM처리재의 피로한도는 약 550 MPa에서 나타났다. 따라서 수소취화재의 UNSM처리재의 처리효과는 매우 크며 약 57.1% 피로한도가 상승하는 경향을 나타내었다. 수소취화재의 350~550 MPa의 피로시험의 결과는 다소 자료가 분산되는 결과를 얻었다. 이러한 자료의 분산효과는 수소취화재의 UNSM 처리재에서도 550~800 MPa 응력레벨에서 나타났다. 그림에서 UNSM표면처리기술이 수소저장용기의 보수, 수리에서 내구성 향상에 얼마나 유의한가를 알 수 있다. 즉 600 MPa에서 10배 이상 피로수명이 증가하는 경향을 나타내었다.

본 연구에서는 수소취화재의 시험편 표면을 연마지 600~2000번까지 연마한 후에 피로시험한 결과도 Fig. 9(b)에 동시에 표시로 나타내었다. 이 그림에서 수소취화재의 시험편 표면을 미량 제거하면 미처리재와 같은 피로강도를 나타낼 수 있다. 즉 STS 316L재에서는 수소침투깊이

가 얇고, 수소가스 민감성이 낮음을 알 수 있다.

Fig. 9(c)는 본 연구에서 수행된 4가지 조건의 회전굽힘피로시험의 결과를 동시에 데이터를 프 로트하여 비교하였다. 이 그림에서 수소취화재는 기존의 미처리재의 S-N 곡선보다 피로강도가 약 12.5% 감소하는 경향을 나타내었고, 수소취화재의 UNSM처리재는 미처리재의 UNSM처리재보다 약 4.3% 피로한도가 감소하였다. 특히 이 그림에서 수소취화재의 피로강도는 미처리재의 절점(knee point)이 생기는 400 MPa 근방에서는 미처리재와 수소취화재 사이에는 큰 차이가 없이 많은 데이터가 정리되어 수소취화 효과가 적게 나타났고, 미처리재와 수소취화재 사이의 비슷한 재료특성을 나타내었다. 즉 400~600 MPa 근방의 수소취화 영향은 316L재에서는 잘 나타나지 않았다.

그러나 인코넬 718재에서는 표면층이 수소침투에 의하여 인성이 줄어 취화되었고 수소유기(hydrogen induced)에 의한 작은 표면균열이 티어링(tearing)하면서 발생, 성장 및 합체하기 때문에 피로강도가 점진적으로 감소한 경우와 다른 현상이다.⁽²⁾

결론적으로 316L재의 수소취화효과는 미미하며 인코넬 718재⁽²⁾보다 수소가스에 민감하지 않은 경향을 나타내었다. 문헌^(6,7)에서는 스테인리스강 316L로 수소환경하에서 push-pull mode의 피로시험을 실시하였고, 본 연구는 수소취화 후 대기 중에서 회전굽힘피로시험을 하였지만 미처리재보다 피로수명이 감소하는 경향은 서로 같았다. 이러한 피로한도의 감소의 원인은 다음 절의 피로 표면관찰에서 다시 검토하기로 한다.

3.3 피로파단면 및 표면의 작은 균열의 거동

3.3.1 피로파단면과 피로표면에서의 미시적 관찰

1) 수소취화재(400 MPa)의 피로파단면 관찰

Fig. 10(a)와 Fig. 10(b)는 100 bar, 300 °C, 120 h 동안 수소가속취화처리된 STS 316L의 파단면상에서 발생, 성장된 작은 표면균열(최대굽힘응력 : 400 MPa, $N_f = 2.5 \times 10^4$)의 특징을 주사형 전자현미경(SEM, scanning electron microscope, S-4200, Hitachi)로 30배와 50배로 각각 관찰하여 정리하였다. Fig. 10(b)는 Fig. 10(a)와 동일재의 표면피로균열 A의 피로된 표면을 SEM으로 50배의 배율로 관찰한 경우이다.

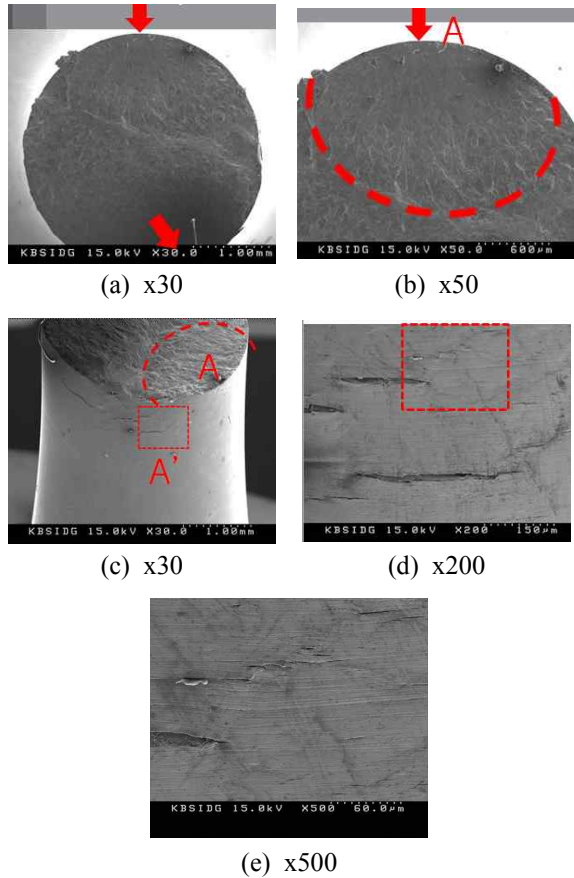


Fig. 10 The fractography of small surface crack of the hydrogen attack simulated specimen (RFT, Max. bending stress; 400 MPa, $N_f = 2.5 \times 10^4$)

Fig. 10(b)상의 관찰한 파단면상에는 화살표와 점선으로 나타낸 표면균열은 피로파단을 유도한 주균열(main crack)이며, Fig. 10(a)에서 주균열 2개가 성장, 합체하여 파단되었다. 이 주균열의 초기에는 평균결정입자크기보다 작은 복수의 표면균열이 발생, 성장, 합체하면서 피로균열로 성장하였고, 다른 연구결과와도 유사하였다.^(17~19,23)

또 Fig. 10(b)의 주균열의 관찰면에서 직각인 시험편 표면상 A'를 30배로 관찰한 경우가 Fig. 10(c)이다. Fig. 10(d)는 Fig. 10(c)의 표면상에 사각형으로 표시한 A'를 200배로 확대하면서 미소균열의 발생을 관찰한 SEM사진이다. 이 A'영역에는 복수의 표면균열이 발생, 성장, 합체하므로 이 영역을 쉽게 알기위하여 500배로 확대한 것이 Fig. 10(e)이며, 이 SEM사진상의 미소균열의 형상을 스케치한 것이 Fig. 12이다. 이 작은 표면균열의 정량적인 분석과 균열밀도는 Fig. 12에서 다시 설명하기로 한다.

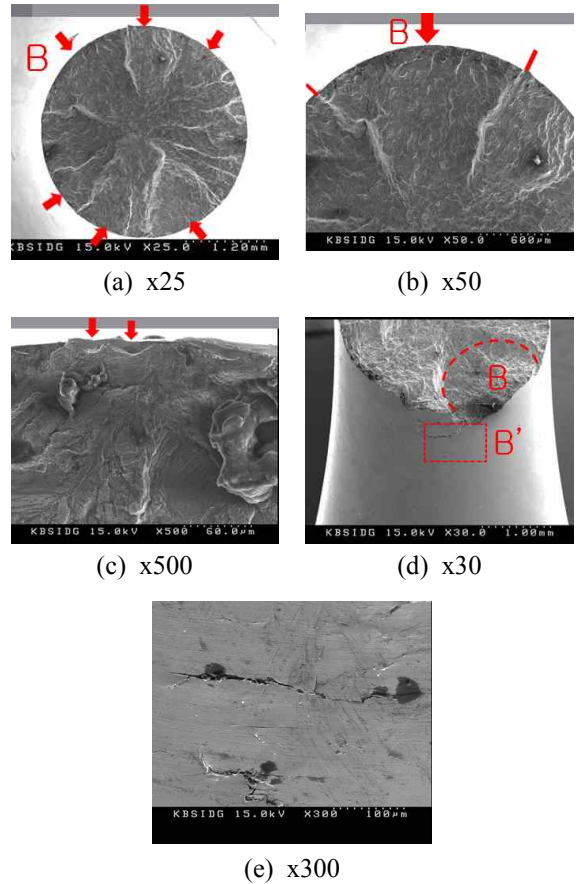


Fig. 11 The fractography of small surface crack of the hydrogen attack simulated specimen (RFT, Max. bending stress; 600 MPa, $N_f = 3.8 \times 10^3$)

2) 수소취화재(600 MPa)의 피로파단면 관찰

Fig. 11(a)와 Fig. 11(b)는 Fig. 10과 같은 조건의 수소취화재의 600 MPa ($N_f = 3.8 \times 10^3$)의 초기미소균열의 발생지점을 25배와 50배의 저배율로 각각 관찰한 경우이다. Fig. 11(a)에는 복수의 화살표로 작은 표면균열이 발생한 곳을 나타내었고, 서로 성장, 합체과정을 통하여 많은 능(cliffs)를 형성하면서 표면상에서 진전되고, 또 큰 내부 방향으로 진전하였다.

Fig. 11(b)는 Fig. 11(a)상에 B로 표시한 곳을 50배로 확대한 경우이며, 좌우에 있는 다른 표면균열과 합체하므로써 2개의 선으로 표시한 능을 형성하면서 성장, 합체하였다. Fig. 11(c)는 Fig. 11(b)의 균열발생 B영역을 1000배로 확대한 경우로 또 작은 표면균열이 발생한 곳을 화살표로 각각 나타내었다.

즉 작은 반원/반타원형 형태로 성장하다가 인근의 작은 표면균열과 합체하므로 형상이 변하는

경우를 나타내었다.

또 Fig. 11(b)에서 주균열 B의 관찰면에서 직각인 시험편 표면상 B'를 30배로 관찰한 경우가 Fig. 11(d)이다. Fig. 11(e)는 Fig. 11(d)의 표면상에 사각형으로 표시한 B'를 300배로 확대하면서 미소균열의 발생을 관찰한 SEM사진이다. 이 B'영역에는 작은 복수의 표면균열이 발생, 성장, 합체되어있음을 알 수 있다. 그러나 Fig. 10(d)보다 표면균열수는 매우 적음을 알 수 있다.

Fig. 10과 Fig. 11의 특징은 응력레벨이 다르지만 주균열인 작은 표면균열이 몇 개가 관찰되었다. 그러나 500배로 확대해도 인코넬 718재의 경우처럼 다수의 균열은 관찰 불가능하였다. 따라서 본 연구에 사용된 STS 316L의 수소취화에 따른 피로강도가 응력레벨에 따라 점진적으로 감소하지 않았음을 Fig. 10(c)와 Fig. 11(d)와 같은 표면관찰의 SEM사진에서 판단 가능하며 수소가스에 대한 감수성(sensitivity)이 낮음을 알 수 있다. 본 연구에 사용된 재료의 파단면의 SEM사진 관찰에서 수소취화재에는 VHCF에서 널리 관찰되는 어안균열은 관찰되지 않았다.^(9,15,16)

3.3.2 수소취화재의 표면균열의 발생, 성장, 합체 과정

Fig. 10(d)와 Fig. 11(e)는 주균열이 발생된 표면 근처에 사각형으로 표시된 부분을 확대한 경우이다. Fig. 12는 표면균열의 형상, 크기를 쉽게 판별하기 위하여 Fig. 10(e)를 스케치한 그림이다. 즉 수소취화재에서 발생, 성장, 합체, 파단되는 작은 표면균열의 특성변화를 정량적으로 분석하기 위하여 스케치한 자료이며, 작은 표면균열을 선으로 나타내었고, 큰 균열은 균열개구(crack opening)된 상태로 나타내었다. 이 그림에서 큰 균열의 45도 방향으로 작은 표면균열이 발생, 성장되었음을 알 수 있다.

Table 3은 Fig. 12의 그림 상에서 관찰된 작은 표면균열의 균열길이별 균열개수를 셈하여 길이별의 비율로 정리한 것이다. 이 자료에서 대부분의 작은 표면균열은 수소취화의 영향으로 평균입경(35 μm)보다 작은 균열의 비율이 약 90%를 차지하였다. 또 Fig. 12에서 28개의 작은 표면균열이 발생, 성장, 합체되면서 파단되므로, 균열의 밀도는 약 0.00066개/μm²이다. 이러한 작은 표면균열의 발생, 성장, 합체 거동은 탄소강과 다른 재료의 고응력 레벨에서 관찰된 보고와 유사한

Table 3 Distribution of crack lengths at crack number and cumulative probability of fracture at the images of Fig. 12

Crack length (μm)	Crack number (ea)	Percent (%)	Cumulative freq.(%)
below 6.4	6	21.4	21.4
12.8	10	35.7	57.1
19.2	8	28.6	85.7
25.6	2	7.1	92.8
32.0	0	0	92.8
38.5	1	3.6	96.4
44.9	0	0	96.4
51.3	0	0	96.4
57.7	0	0	96.4
more than 64.1	1	3.6	99.99

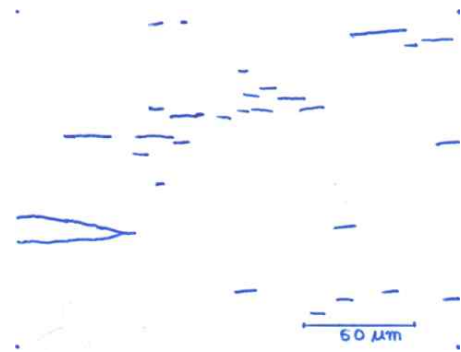


Fig. 12 A typical example of the randomly distributed small cracks. The images were duplicated by tracing in the photo of A' area of Fig. 10(e)

현상이다.^(2,17-19,21,23)

그러나 인코넬 718재의 수소취화재에서는 합체된 균열의 폭이 크게 갈라지면서 생기는 수소유기에 의한 티어링 현상이 동시에 생기면서 표면균열의 발생, 성장, 합체가 진행되었다.⁽²⁾ 그러나 본 연구에 사용된 STS 316L재에는 티어링 현상을 관찰할 수 없었다.

R.O. Ritchie 등⁽⁴⁾은 수소환경중의 인장시험에서 입계파괴(IG, intergranular fracture)모드가 명백하게 나타났다고 보고하고 있다. 본 연구에서는 수소가속취화후 대기중에서 회전굽힘피로시험을 실시하므로 뚜렷한 IG형의 파면은 관찰할 수 없었지만, 표면상에서 작은 표면균열이 발생하면서 생기고, 성장하면서 합체되는 것이 관찰되었다.

이렇게 복수로 발생한 작은 표면균열은 Fig. 10(d)와 Fig. 11(a)와 같이 불규칙적으로 분포하며 이 작은 표면균열이 발생, 성장, 합체하면서 파단

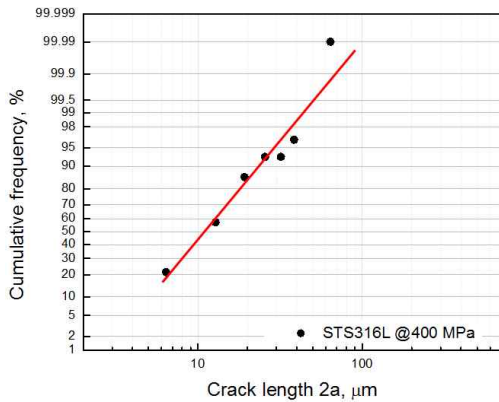


Fig. 13 Normal distribution of the cumulative probability of fracture to crack lengths by the data of Table 3

되는 현상은 균열선단에서 응력확대계수 K가 큰 쪽으로 성장, 합체하므로 가속되어 피로수명이 감소하는 것으로 추정된다.^(17~19,23)

Fig. 13은 Table 3의 자료를 정규확률지상에 작은 표면균열의 길이에 따라 누적상대도수를 나타낸 것이다. 이 그림에서 작은 표면균열은 선형으로 표시할 수 있고, 탄소강의 자료,^(18,19) 고장력강의 부식피로⁽²⁰⁾와 비슷한 경향을 나타내었다.

4. 결론

실온에서 미처리재와 미처리재의 UNSM처리재, 미처리재의 수소가속취화재 (100 bar, 300 °C에서 120 h) 및 이 수소취화재의 UNSM처리재, 즉 4종의 스테인리스강 316L 시험편의 재료특성과약을 위한 여러 가지 실험에 의해 얻어진 결과를 비교, 검토하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

(1) EBSD에 의한 IQ(Image quality) map과 IPF (Inverse pole figure) map 및 KAM(Kernel average misorientation) map에서 UNSM 처리 후, 이 처리의 영향을 받는 국부적인 소성변형의 정도를 나타내주는 맵으로 나노 입자 표면층의 두께는 약 152 μm이다. 이와 같은 결정입의 크기가 감소하면서 UNSM의 영향을 받는 표면층의 두께가 증가하는 것은 압축잔류응력의 크기변화와 그 깊이도 유사함을 예상할 수 있다. 그러나 세 가지 맵에서 수소취화의 깊이 영향을 본 연구에서는 정량적으로 평가할 수 없었다.

(2) 수소가속취화재는 기존의 미처리재의 S-N 곡선과 피로강도보다 약간 감소하는 경향을 나타내었다. 즉 316L재의 수소가스에 대한 감수성

(sensitivity)이 낮음을 알 수 있고, 인코넬 718재보다 수소가스에 대한 취화효과는 감소되는 경향을 나타내었다. 미처리재에 비해서 UNSM처리재의 피로한도는 약 43.8 % 상승하는 경향을 나타내었다. 수소취화재의 S-N 곡선의 피로한도는 약 350 MPa에서 나타났고, 이 수소취화재의 UNSM처리재의 피로한도는 약 550 MPa에서 나타나서 약 57.1 % 피로한도가 상승하는 경향을 나타내었다.

(3) 시험편상에서 발생하는 표면균열은 수소취화의 영향으로 평균입경(35 μm)보다 작은 균열의 비율이 약 90 %를 차지하였다. 또 균열의 밀도는 400 MPa에서 약 0.00066개/μm²이었다.

후 기

본 연구는 국가과학기술연구회 창의형융합연구사업(CAP; 수소의 전환/저장/이용을 위한 안전측정기술개발[11601009])의 지원을 받아 수행되었습니다.

참고문헌 (References)

- (1) Shin, H. S., Kim, K. H., Back, U. B. and Nahm, S. H., 2011, "Development of Evaluation Technique for Hydrogen Embrittlement Behavior of Metallic Materials Using In-situ SP Testing under Pressurized Hydrogen Gas Conditions," *Trans. Korean Soc. Mech. Eng. A*, Vol. 35, No. 11, pp. 1377~1382.
- (2) Suh, C. M., Nahm, S. H., Kim, J. H. and Pyoun, Y. S., 2016, "A Study on the VHCF Fatigue Behaviors of Hydrogen Attacked Inconel 718 Alloy," *Trans. Korean Soc. Mech. Eng. A*, Vol. 40, No. 7, pp. 637~646.
- (3) Zinbi, A. and Bouchou, A., 2010, "Delayed Cracking in 301 Austenitic Steel After Bending Process: Martensitic Transformation and Hydrogen Embrittlement Analysis," *Engineering Failure Analysis* 17, pp. 1028~1037.
- (4) Bechtle, S., Kumar, M., Somerday, B. P., Launey, M. E. and Ritchie, R. O., 2009, "Grain-boundary Engineering Markedly Reduces Susceptibility to Intergranular Hydrogen Embrittlement in Metallic Materials," *Acta Materialia* 57, pp. 4148~4157.
- (5) Cotterill, P. J. and King, J. E., 1991, "Hydrogen Embrittlement Contributions to Fatigue Crack Growth in a Structural Steel," *International Journal of Fatigue* 13, No. 6, pp. 447~452.
- (6) Bruchhausen, M., Fischer, B., Ruiz, A., Gonzalez,

- S., Hahner, P. and Soller, S., 2015, "Impact of Hydrogen on the High Cycle Fatigue Behavior of Inconel 718; a Symmetric Push-pull Mode at Room Temperature," *International Journal of Fatigue* 70, pp. 137~145.
- (7) Kouters, M.H.M., Slot, H. M., Zwieten, W. van, Veer, J. van der, 2014, "The Influence of Hydrogen on the Fatigue Life of Metallic Leaf Spring Components in a Vacuum Environment," *International Journal of Fatigue* 59, pp. 309~314.
- (8) Karsch, T., Clausen, B. and Zoch, H. W., 2014, "Influence of Hydrogen and Deoxidation Technique on the Fatigue Behaviour of Steel SAE 52100 in the VHCF Regime," *6th International Conference on VHCF* October 15-18, Chengdu, China.
- (9) Suh, C. M., Lee, M. H. and Pyoun, Y. S., 2010, "Fatigue Characteristics of SKD-61 by Ultrasonic Nanocrystal Surface Modification Technology Under Static Load Variation," *International Journal of Modern Physics B* 24, 15-16, pp. 2645~2650.
- (10) Suh, C. M., Song, G. H., Suh, M. S. and Pyoun, Y. S., 2007, "Fatigue and Mechanical Characteristics of Nanostructured Tool Steel by Ultrasonic Cold Forging Technology," *Mater. Sci. Eng. A*, 443, pp. 101~106.
- (11) Roland, T., Reira, D., Lu, K. and Lu, J., 2006, "Fatigue Life Improvement Through Surface Nanostructuring of Stainless Steel by Means of Surface Mechanical Attrition Treatment," *Scripta Mater*, 54, pp. 1949~1954.
- (12) Dai, K. and Shaw, L., 2008, "Analysis of Fatigue Resistance Improvements via Surface Severe Plastic Deformation," *Int. J. Fatigue*, 30, pp. 1398~1402.
- (13) Tian, J. W., Villegas, J. C., Yuan, W., Fielden, D., Shaw, L., Liaw, P. K. and Klarstrom, D. L., 2007, "A Study of the Effect of Nanostructured Surface Layers on the Fatigue Behaviors of a C-2000 Superalloy," *Mater. Sci. Eng. A*, pp. 164~168.
- (14) Wang, T., Wang, D. P., Liu, G., Gong, B. M. and Song, N. X., 2008, "Investigations on the Nanocrystallization of 40 Cr Using Ultrasonic Surface Rolling Processing," *Appl. Surf. Sci.*, 255, pp. 1824~1828.
- (15) Gill, A., Telang, A., Mannava, S. R., Qian, D., Pyoun, Y. S., Soyama, H. and Vasudevan, V. K., 2013, "Comparison of Mechanisms of Advanced Mechanical Surface Treatments in Nickel-based Superalloy," *Materials Science & Engineering A*, 576, pp. 346~355.
- (16) Pyun, Y. S., Kim, J. H., Suh, C. M., Cho, I. S., Oh, J. Y., Wang, Q. and Khan, M. K., 2014, "The Rotary Bending Fatigue and Ultrasonic Fatigue Performance of Ti-6Al-4V ELI and STA Alloys After Ultrasonic Nanocrystal Surface Modification Treatment," *Int. Conf. on VHCF-6*, China.
- (17) Kitagawa, H., Takahashi, S., Suh, C. M. and Miyashita, S., 1979, "Quantitative Analysis of Fatigue Process: Micro-Cracks and Slip lines under Cyclic Strains," *ASTM STP* 678, pp. 420~449.
- (18) Suh, C. M., Yuuki, R. and Kitagawa, H., 1985, "Fatigue Microcracks in a Low Carbon Steel," *Fatigue Fract. Engng. Mater. Struct.*, 8-2, pp. 193~203.
- (19) Suh, C. M. and Kitagawa, H., 1987, "Crack Growth Behaviour of Fatigue Microcracks in Low Carbon Steels," *Fatigue Fract. Engng. Mater. Struct.*, 9-6, pp. 409~424.
- (20) Kitagawa, H., Nakasone, Y. and Shimodaira, M., 1985, "A Fracture Mechanics Study of the Corrosion Fatigue of a Structural Steel with a Surface Defect," *Trans. of the JSME series A*, Vol. 51-464, pp. 1026~1033.
- (21) Nahm, S. H. and Suh, C. M., 1997, "Observation on the Growth Behavior of Small Surface Cracks Using Remote Measurement System," *ASTM STP*, 1318, pp. 71~84.
- (22) Jung, H. G., 2011, "Hydrogen Embrittlement Phenomenon of Steel Materials," *Journal of Korean Soc. Mech. Eng.*, Vol. 51, No. 11, pp. 42~44.
- (23) Suh, C. M., Suh M. S. and Hwang, N. S., 2011, "Growth Behaviours of Small Surface Fatigue Crack in AISI 304 Steel," *Fatigue Fract. Engng. Mater. Struct.*, Vol. 35, No. 1, pp. 22~29.