

## 프임처리가 AISI 403 스테인레스강의 $K_{ISCC}$ 에 미치는 영향

한범석\* · 김종집 · 장현구\* · 문한규

한국표준연구소 재료연구실

\*성균관대학교 금속공학과

### Effect of tempering treatment on the $K_{ISCC}$ of AISI 403 stainless steel

B. S. Han\*, J. J. Kim, H. K. Chang\*, H. Moon

*Materials properties lab., Korea Standards Research Institute*

\**Department of metallurgical engineering, Sung Kyun Kwan University*

The plane strain stress corrosion threshold stress intensity factor,  $K_{ISCC}$ , has been determined for a martensitic stainless steel, AISI 403, in quenched and tempered conditions. The specimens were tempered at three different temperatures of 390°C, 520°C and 610°C, and tested in 3.5 percent NaCl solution. The measured  $K_{ISCC}$  values varied remarkably depending on the tempering temperature: the highest value of 72.3 MPa $\sqrt{m}$  for 610°C and the lowest value of 13.3 MPa $\sqrt{m}$  for 520°C. Fractographic study revealed that the intergranular fracture was dominant after stress corrosion cracking in all the specimens investigated.

## 1. 서 론

AISI 403 스테인레스강은 마르텐사이트계 스테인레스강으로 높은 장력이 요구되는 증기 터빈 블레이드나 가스터빈, 제트엔진 부품등과 같이 큰 응력을 받는 부위에 사용되는 재료로서 부식 분위기하에서 재료의 내부나 외부에 존재하는 균열이 성장하여 파단에 이르는 응력부식이 커다란 문제점으로 대두되어 왔다. 이러한 응력 부식의 연구는 현재까지 여러가지의 방법이 제시 혹은 실용화 되었으나 이 중에서 비교적 최근에 발전을 보게된 방법이 파괴역학 이용 방법이며, 이중에서도 주로 선형 탄성 파괴 역학에 (linear elastic fracture mechanics) 근거를 둔 실험법들이 주로 사용되어 왔다<sup>1)</sup>. 이러한 시험 방법들에서는 균열이 전파되

지 않는 최대의 응력 확대 계수 즉 threshold stress intensity factor를 구하고, 이로부터 부식 분위기에서 성장하지 않는 임계 균열의 크기 (critical crack size)가 결정되어, 구조물의 설계 및 안전성 진단에 유용하게 사용되고 있다.

한편, 시편 준비 및 실험 절차가 까다롭고, 실험 시간이 길며 또한 아직까지 응력 부식하에서의 평면 변형을 조건에 (plane strain condition) 대한 표준화가 이루어지지 못한 점등이 주요한 단점으로 제기되고 있다. 그러나 최근에 이 방법의 중요성이 인정되어 ASTM의 주관하에 인장 방식인 mode I에서의 시험 절차의 표준화 연구가 수행되고 있으며<sup>2)</sup>, 그 표준화 대상으로서는 응력 확대계수가 시험중 계속 증가되는 상태에서  $K_{ISCC}$ 를 측정하는 외팔보형 시편 (cantilever beam specimen) 사용

법과 반대로 응력확대 계수가 점감되는 경우인 수정 WOL시편 (modified WOL specimen) 법이다.

본 연구에서는 전자의 방법을 이용하여, 403 스테인레스강에서 탄화물, 불순물 원소 및 비금속 개재물의 석출등으로 충격치가 저하되는 뜨임 취성온도 구간에서 뜨임처리시 뜨임온도가  $K_{ISCC}$ 에 미치는 영향을 조사하였으며, 부식 환경으로서는 마르텐사이트계 스테인레스강의 응력 부식특성에 큰 영향을 주는 것으로 알려진 Cl<sup>-</sup> 이온을 포함한 NaCl 수용액<sup>3)</sup>을 사용하였다.

## 2. 시편 및 실험방법

### 2-1 시편

본 실험에서 사용한 재료는 두께 45 mm의 AISI 403 스테인레스강 판재로, 조성은 표 1과 같으며 시편은 1,000 °C에서 1.5시간동안 Austenitizing 후 공냉시키고 각각 390 °C, 520 °C 및 610 °C에서 2시간 동안 뜨임처리한 후 노치의 길이 방향이 압연 방향과 수직인 L-S형으로 기계 가공하였으며, 시편의 형상은 face groove가 있는 형태로 Fig. 1과 같다.

Table. 1 Chemical composition of AISI 403 Stainless steel Specimen investigated.

	C	Si	Mn	P	S	Cr
Chemical Composition(wt.%)	0.12	0.24	0.58	0.03	0.014	12.27

균열 선단에서의 응력확대계수 (stress intensity factor)  $K_I$ 는 Bueckner등의<sup>4)</sup> 제시한 다음식으로 계산하였다.

$$K_I = \frac{6M\sqrt{a}}{(B.B_n)^{3/2}W^2} f(a/w) \quad (1)$$

$$f(a/w) = 1.99 - 2.47(a/w) + 12.97(a/w)^2 - 23.17(a/w)^3 + 24.80(a/w)^4$$

여기서 M : 굽힘 모멘트

a : 노치를 포함한 균열 길이

W : 시편의 폭

B : 시편의 두께

$B_n$  : face groove 깊이를 제외한 시편의 두께

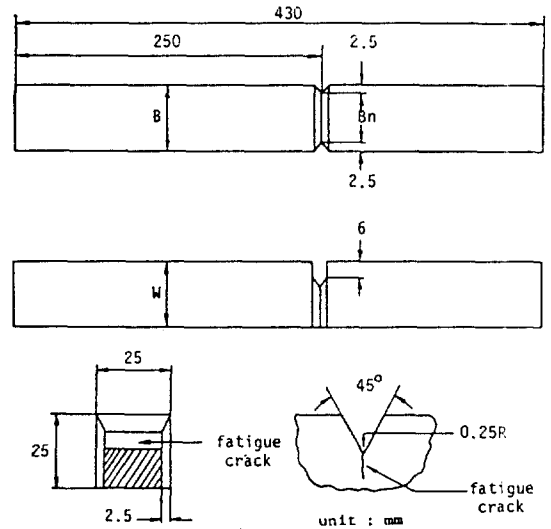


Fig. 1 Cantilever beam specimen used for  $K_{ISCC}$  measurements.

### 2-2 실험방법

응력 부식 실험에서 가해주어야 할 응력확대계수인  $K_{Ii}$  (초기 균열에서 구한  $K_I$ )의 수준을 결정하기 위하여, ASTM-E-399(1978)에 의거하여 대기 혹은  $K_{Ix}$  결정 시험을 하였다. Precrack은 3점 굽힘피로 방법으로 최소하중과 최대 하중의 비, R이 0.1인 조건으로 최종적으로 a/w가 0.45~0.55가 되도록 하였으며, 본 실험은 3점 굽힘 방법으로 실시하였다. 응력부식 실험은 Precrack이 있는 시편을 사용, ASTM D-1193(1970)에 따라 3.5% NaCl의 중성 용액에서 Fig.2와 같은 cantilever beam type의 시험기로 실시하였다. 뜨임온도가 390 °C 및 520 °C인 시편은  $K_I/K_{Ix}$  비가 0.9에서 그리고 뜨임온도

가 610 °C인 시편은 0.94에서 첫 실험을 실행후  $K_I / K_{IX}$ 의 비를 낮추어가며 실험을 반복 하였으며, ASTM E 24의 G-1 committee에서 실시하는 round robin test방법에 따라<sup>2)</sup>, 실험시작후 1,000시간이 경과하여도 균열이 진전이 없는최대의  $K_I$ 를  $K_{ISCC}$ 로 정하였다.

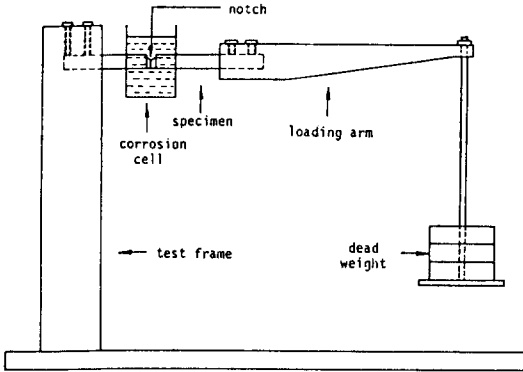


Fig.2 Schematic drawing of cantilever beam type stress corrosion tester.

### 3. 결과 및 고찰

#### 3 - 1 뜨임 처리에 의한 기계적 성질 변화

Fig.3은 390 °C, 520 °C 및 610 °C에서 뜨임처리한 AISI 403 스테인레스강 시편들의 기계적 성질 변화를 보여주고 있다.

인장강도(U.T.S)와 경도는 520 °C에서 약간 증가한 후 다시 감소되며 항복 강도는 (Y.S), 뜨임 온도에 따라 점차적으로 감소됨을 알 수 있다. 따라서 520 °C에서 뜨임한 시편에서 연화 (softening)의 지연현상이 나타나며, 이는 일반적으로 아공석강 (hypo-eutectoid steel)에서 500 °C부근에서 뜨임시 미세한  $M_7C_3$ 와  $M_2X$ 상의 석출에 기인한 것이며, 또한 그 이상의 온도인 610 °C에서 뜨임한 시편에서 경도가 급격히 낮아지는 것은  $M_{23}C_6$ 의 석출에 의한 것으로 알려져 있다<sup>3)</sup>. 충격치는 520 °C에서 뜨임한 시편에서 급격히 감소하여, 610 °C에서 뜨임한

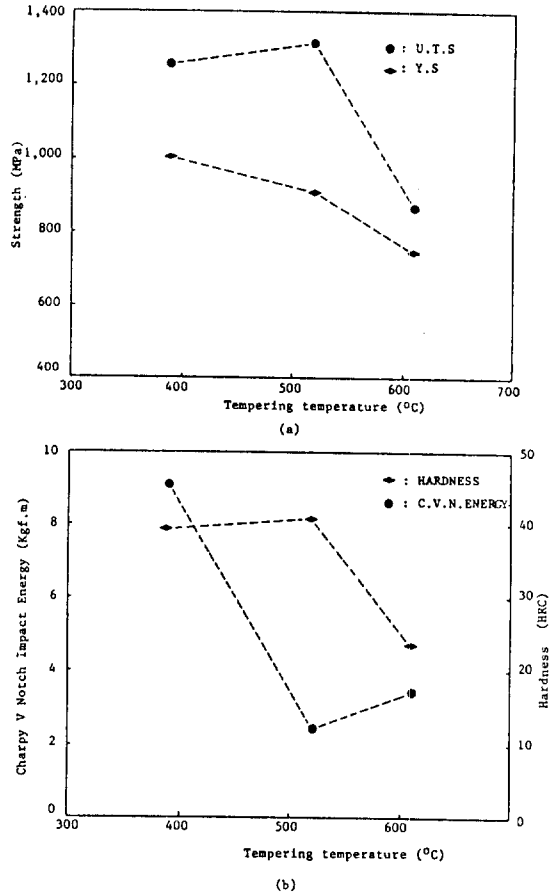
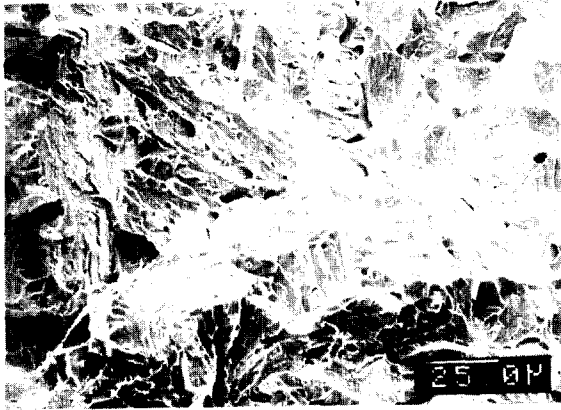


Fig.3 Effect of tempering temperature on the mechanical properties of AISI 403 stainless steel.

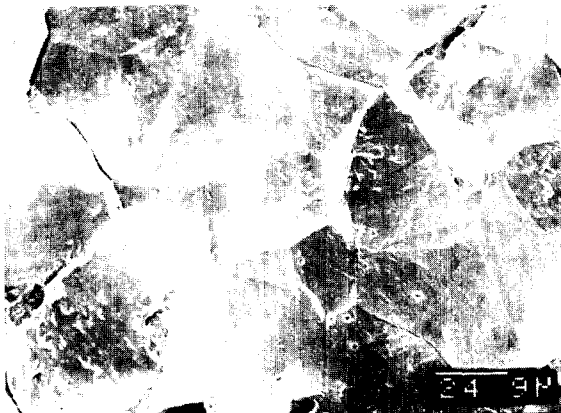
- (a) Yield and ultimate tensile strength.
- (b) C.V. N impact energy and hardness.

시편에서는 다소 회복되었으나, 이 두시편 공히 tempered martensite embrittlement에 의한 충격치 감소로 특징지워지는 energy trough내에 있음을 알 수 있다. 이경우 일반적으로 충격시편의 파면이 취성을 보여주는 quasicleavage, cleavage, 혹은 입계 파괴로 나타나며, 본 연구에 사용한 시편에서도 그림4(a)와 같이 이와같은 파면을 관찰할 수 있었다. 즉 그림4(a)는 520 °C에서 뜨임 처리한 시편의 현미경 사진으로 quasi-cleavage 파면을 보

여주며, 610 °C에서 뜨임 처리한 시편의 경우 그림 4 (a)와 같이 임계파면을 보여주고 있다.



(a) tempered at 520 °C



(b) tempered at 610 °C.

Fig.4 Fracture surfaces of CVN impact test specimens

3 - 2 뜨임온도와  $K_{ISCC}$

Fig. 5는 각 시편에서 부식시험시에 구한  $K_{II}$  와 대기중에서 구한  $K_{Ix}$ 비를 시편의 파단 소요시간에 대하여 도시한 것이다. 이 그림에서 화살표로 표시한 점은 1,000시간이 지나서도 파단되지 않는 시편을 나타내며, 시편이 파단되지 않는  $K_{II} / K_{Ix}$ 의 최대값을 Novak<sup>1)</sup>은 응력 부식의 감수성을 나타내는 지수 (relative stress corrosion cracking index)로

해석하였으며, 이 비가 0.95 ~ 1일 경우 응력 부식에 의한 영향은 없는 것으로, 0.8 ~ 0.95일 때는 응력 부식의 영향이 작은 것으로, 그리고 그 이하일 경우는 응력 부식의 정도가 심한 것으로 분류하였다. 따라서, 이 분류에 따르면 본 연구에서 사용한 시편, 즉 390 °C, 520 °C 및 610 °C에서 뜨임한 시편은 각각 0.25, 0.30 및 0.78을 나타내어 응력부식의 정도가 심한 것으로 분류될 수 있음을 알 수 있다.

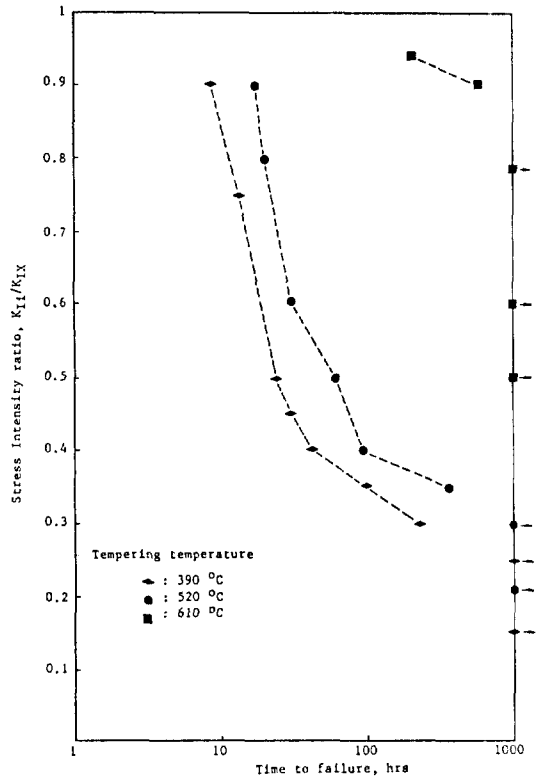


Fig.5 Stress intensity factor ratio v.s. time to failure for specimens tempered at 390 °C, 520 °C and 610 °C.

Fig. 6은 Fig. 5에 나타난 시험결과에서  $K_{II}$  의 실험치를 도시한 것이다. 대기중에서 측정된 임계 응력 확대계수인  $K_{Ix}$ 는 Fig. 6에서와 같이 390 C, 520 C 및 610 °C에 뜨임한 시편에서 각각 156.0, 45.7 과 92.7  $MPa\sqrt{m}$ 이었으며 또한 이들 시편에서의  $K_{ISCC}$  값은 각각 38.9, 13.3과 72.3  $MPa\sqrt{m}$ 이었다. 그러나

이들  $K_{ISCC}$  값의 validity는 아직 표준화된 규격이 없어 판정하기 어려우나, Novak<sup>1)</sup>이 제안한 바에 의하면  $K_{ISCC}$ 는 세가지 형으로 분류된다 즉 Novak은  $K_{ISCC}$ 를  $K_{ISCC}$ -valid,  $K_{ISCC}$ -partially valid와  $K_{ISCC}$  invalid로 분류하였으며, 이를 각각 type I, 및 type III로 정의하였다. 또한 type I과, type II 그리고 type III의 경계값을 각각  $K_{I, Lub.}$  와  $K_{I, Gub.}$ 로 정하였는데,  $K_{I, Lub.}$ 는 균열길이, 균열을 제외한 폭 (ligament)길이, 시편의 두께와 폭의 1/2이 공히  $2.5(K_I/\sigma_{ys})^2$  보다 크게되는 조건을 만족하는  $K_I$ 의 최대치로,  $K_{I, Gub.}$ 는 이들이  $1.0(K_I/\sigma_{ys})^2$  보다 크게 되는 조건을 만족하는  $K_I$ 의 최대치로 정의하였다. 이 기준에 의하면 390 °C 및 520 °C에서 뜨임한 시편에서 구한  $K_{ISCC}$ 은 type I인  $K_{ISCC}$  -valid, 610 °C에서 뜨임한 시편에서는 type II은  $K_{ISCC}$  partially valid에 해당된다. 즉 전자에서는  $K_{ISCC}$ 가  $K_{I, Lub.}$  보

다 작은 조건에, 후자에서는  $K_{I, Lub.} < K_{ISCC} < K_{I, Gub.}$ 인 조건을 만족한다. 그러나 이러한 기준은 절대적인 것은 아니며, 일반적으로 파단면에서 shear lip이 5%이하일 경우, 따라서 본 시편에서와 같이 shear lip이 관찰되지 않을 경우는 평면 변형을 조건을 만족하는 것으로 인정된다<sup>6)</sup>.

뜨임에 온도에 따른  $K_{ISCC}$ 의 값은 앞에서와 같이 610 °C, 390 °C, 520 °C의 순으로 감소하였다. 따라서 이 온도 구간에서 응력부식의 감수성의 peak가 본 연구에서는 520 °C에서 뜨임한 시편에서 나타남을 알 수있다. 이러한 peak의 존재는 지금까지 뜨임 취성을 보여주는 martensite계 스테인레스강에서 부식속도(corrosion rate) 측정 연구나 precrack이 없는 시편에서와 같이 crack의 initiation시간이 비교적 긴 경우의 응력부식 연구에서 확인되었으며<sup>3)</sup> Truman은<sup>7)</sup> 이를 특정한 뜨임온도 구간에서 탄화물 입자의 성장시, Cr이 고용체 상태에서 벗어나 석출된 탄화물로 확산되어, 국부적으로 입계 주위에서 Cr이 결핍되어 일어나며, 반면 이 온도 범위보다 높은 온도에서는 빠른 확산에 의해 Cr의 보충이 용이하게 되어 다시 부식 저항성이 회복되는데 기인하는 것으로 해석하였다.

### 3 - 3 파단면 분석

Fig.7,8,9는 각각 390 °C, 520 °C 및 610 °C에서 뜨임한 후에 대기중 및 부식용액에서 파단된 시편들의 주사전자 현미경 사진으로서, 대기중에서 파단된 시편은 precrack과 기계적 파손 영역으로, 응력 부식시킨 시편은 precrack, 부식에 의한 점진 파단영역 그리고 과하중에 의해 급속 파단된 영역으로 구성되어 있다.

대기중에서 파단시킨 시편의 경우 tempering온도가 390°C, 520°C와 610°C로 높아짐에 따라 dimple,

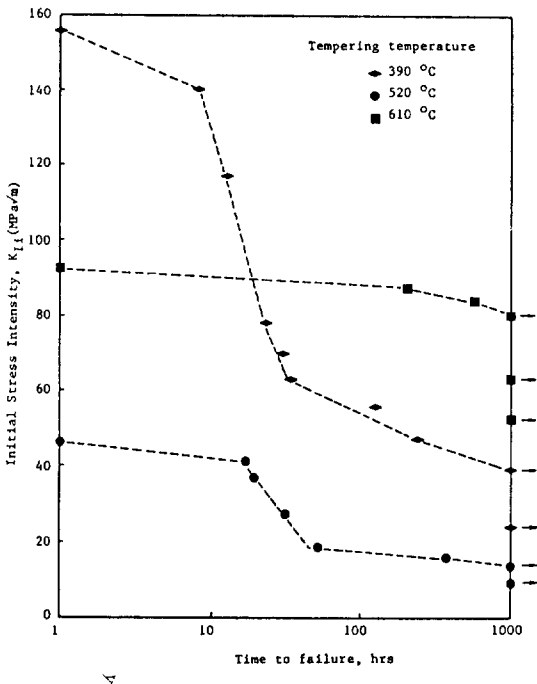
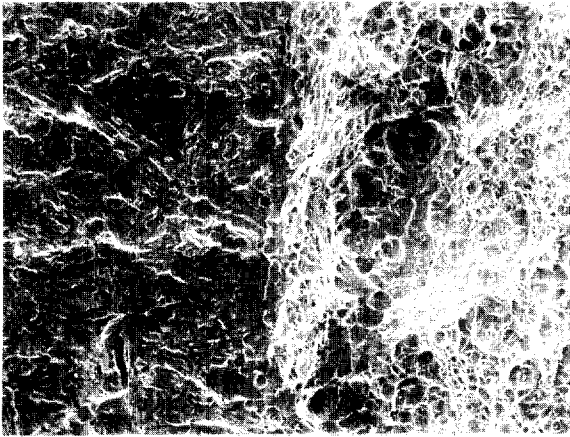
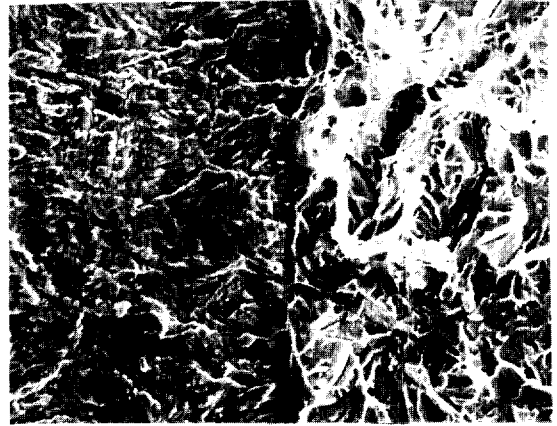


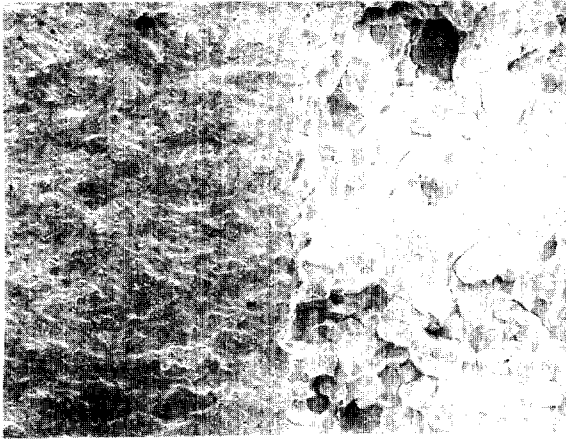
Fig. 6 Initial stress intensity factor vs time to failure for specimens tempered at 390 °C and 610 °C.



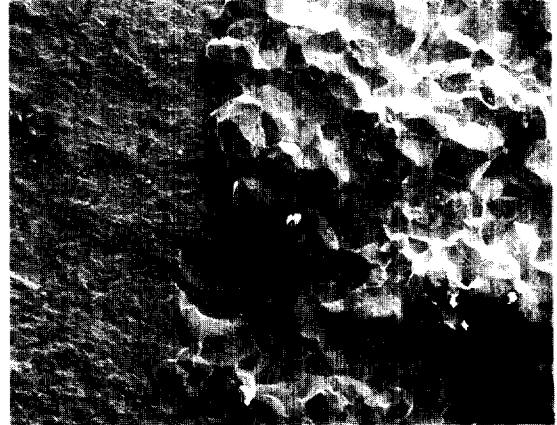
(a) fractured in air (172X).



(a) fractured in air (453X)



(b) fractured in 3.5% NaCl solution. (58 X).



(b) fractured in 3.5% NaCl solution. (60 X).

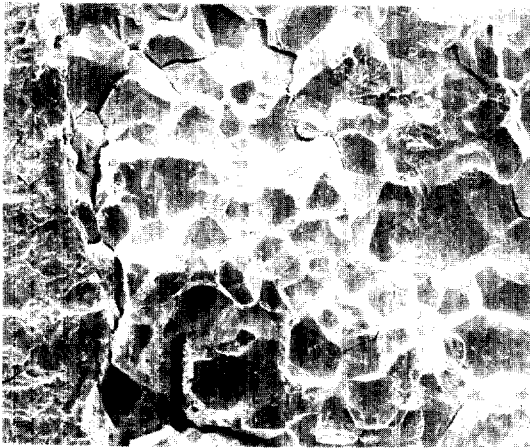
Fig. 7 Typical fracture surfaces of specimens tempered at 390 °C.

Fig. 8 Typical fracture surfaces of specimens tempered at 520 °C.

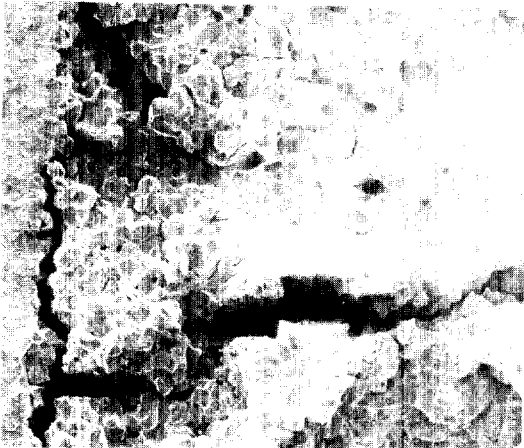
quasicleavage와 intergranular의 순서로 변하고 있다. 반면 응력부식 시험후 파단된 시편은 세가지 시편 모두가 점진파단 영역에서는 입계파괴를 과하중에 의해 파단된 영역에서는 대기중에서 파단된 경우와 같은 형태의 파단들을 보여주고 있다. 또한 입계 파괴를 보이는 파면의 경우, 부식 영향의 유무에 관계없이,공히 일부의 결정입에서 그림 10과 같이 quasicleavage형의 파괴가 공존하고 있으며 따라서 정확한 파괴양상(fracture mode)은 혼합형(mixed

mode)이었다. 이러한 혼합형의 입계 파괴와 부식에 의한 점진 파단과 최종단계의 금속파단 영역은 12~13% Cr을 함유한 다른 스테인리스강의 연구결과에서도 보고된 바 있다<sup>8)</sup>.

이와같이 파면의 분석결과와 Fig.5에서의  $K_{ISrC}/K_{Ix}$  값을 대비하여 보면, 390 °C 및 520 °C에 tempering 한 시편들과 같이 이 지수의 값이 0.25 및 0.30으로 낮고,따라서 응력부식의 정도가 심한 경우에는, 파



(a) fractured in air. (96 X).



(b) fractured in 3.5% NaCl solution. (30 X).

Fig.9 Typical fracture surfaces of specimens tempered at 610 °C.

단면이 응력부식에 의해 전자에서는 연성의 dimple 형에서 입계파괴로, 후자에서는 quasicleavage형에서 입계파괴로 변화였다. 그러나 610 °C에서 뜨임한 시편에서와 같이, 이 지수의 값이 높고 응력 부식의 영향이 비교적 크지 않은 경우에는 파괴 양상의 변화가 관찰되지 않았다. 따라서  $K_{ISCC}/K_{IC}$ 의 값과 파괴 양상 변화는 서로 관련이 있음을 시사하고 있다. 그러나 610 °C에서의 뜨임처리한 시편에서 대기중 및



Fig. 10. Magnified view of intergranular fracture zone. (320 X).

응력 부식시의 파단면이 취성파괴인 입계파괴임에도  $K_{ISCC}$  값이 다른 두 시편에 비해 크게 높은 점과 또한 앞에서 평면 변형률 조건 만족 여부에 관한 Novak<sup>1)</sup>의  $K_{ISCC}$ 의 validity 판정기준에 의해 이 시편의  $K_{ISCC}$ 가 partially valid로 분류된 것은, 특기할 만한 사실이며, 파단면과 관련하여, 앞으로 더 연구가 필요한 것으로 생각된다.

#### 4. 결 론

Precrack 이 있는 AISI 403 스테인레스강 시편을 3.5% NaCl 용액에서 뜨임온도와 응력 부식 특성 관계를 조사한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

- 1) 뜨임 취성 온도 및 그 인접 구간에서 내응력 부식성의 trough를 확인하였다.
- 2) 390 °C, 520 °C 및 610 °C에서 뜨임 처리한후의  $K_{ISCC}$  값은 각각 38.9, 13.3과 72.3 MPa  $\sqrt{m}$ 이었다.
- 3) 대기중에서는 뜨임 온도에 따라 fracture mode 가 dimple, quasi-cleavage 및 입계파괴이었으나 응력부식에 의해서 파괴되었을 시에는 모두 입계파괴로 변화였다.

## 참 고 문 헌

1. S.R. Novak; Eng. Fract. Mech., 5, pp.727-763 (1973)
2. R.P. Wei and S.R. Novak; J. Test and Eval., 15, No.1, pp.38-75 (1987)
3. J.E. Truman; Int. Met. Rev., No.6, pp.301-349 (1981).
4. P.C. Paris and G.C. Sih; ASTM STP 381, ASTM, Philadelphia (1974).
5. R.M. Horn and R.O. Richie; Met. Trans., 9A, pp.1,039-1,053 (1978).
6. V.M. Radhakrishnan, K. Venugopal and M.N. Shandrasekharaiah; Werk. und Korros., 31, pp.688-693, (1980).
7. J.E. Truman; Br. Corros. J., 11, pp.92-98 (1976)
8. C.J. Thomas, R.G. J. Edrvean and R. Brook; Mat. Sci. and Eng., 78, pp.55-63 (1986).