

인장물성 평가를 위한 고온연속압입시험법의 실험조건 결정

김성훈 · 박주승* · 권동일

서울대학교 재료공학부

*산업자원부 기술표준원 자본재기술표준부

The Determination of Experimental Conditions of Continuous Indentation Test for Tensile Properties Evaluation at Elevated Temperature

Sung-Hoon Kim, Joo-Seung Park* and Dongil Kwon

School of Materials Science and Engineering, Seoul National University, Seoul 151-742, Korea

*Korean Agency for Technology and Standards, Ministry of Commerce, Industry and Energy, Gwacheon 427-716, Korea

Abstract : High temperature mechanical properties, especially tensile properties, are basic data to determine safety and integrity of materials and structure used at the high operating temperature. High temperature tensile properties of materials and structures in use cannot be generally obtained from conventional tensile test. Continuous indentation technique has been researched as an alternative to conventional tensile test and optimum experimental conditions were reported for the continuous indentation testing at room temperature recently. In this study, optimum experimental conditions were suggested for the testing at elevated temperature. Especially, the parameters related to the time such as loading rate and holding time were given priority contrary to their negligible effects at room temperature. As a result, loading rate should be selected to enable to reflect the work-hardening characteristics of testing object. Since holding time is related to indentation creep phenomena causing the change of indentation load-displacement curve shape by load relaxation during holding at maximum load, it should be selected to enable to minimize load relaxation.

(Received May 30, 2003)

Key words : Continuous indentation test, Tensile properties, Elevated temperature, Experimental conditions, Loading rate, Holding time, Indentation creeps

1. 서 론

고온 구조용 합금강 및 제트엔진, 가스 터빈, 스팀파이프 등과 같은 고온 환경에서 사용되는 요소들은 상온에 비해 경도 및 항복강도와 같은 물성이 감소하는 등의 변화가 발생하므로, 이들에 대한 고온 안정성 평가는 매우 중요하다. 안정성 평가에 가장 중요한 것은 소재의 고온 강도 특성을 평가하는 것이며, 이를 위해서 가장 널리 사용되는 방법은 인장시험이다. 그러나 현장의 요소들에 대한 인장 시험을 위해서는 시편을 별도로 채취해야 하므로 오히려 시편 채취가 요소의 안전성을 저해할 가능성이 있으며, 실제 환경의 모사가 어렵다는 단점이 있다. 이에 별도의 시편 채취가 필요 없고, 시험 방법이 간편하다는 등 현장 적용성이 매우 우수하여 최근 활발히 연구되고 있는 시험법이 연속압입시험법이다.

연속압입시험법은 압입자에 의해 가해지는 하중에 따른 변위 값을 연속적으로 측정된 압입하중-변위곡선의 분석을 통해 항복강도, 인장강도, 가공경화지수 등의 인장물성 및 그 밖의 다양한 기계적 물성을 평가할 수 있는 시험법이다¹⁻³⁾. 이 시험법은 매우 작은 압흔만을 남기므로 미소소재에도 적용이 가능한 비파괴적이며 시험기의 소형화를 통해 실제 사용 중인 설비의 물성 평가를 위해 직접 활용될 수 있다는 장점을 가지고 있다. 특히 최근에는 연속압입시험을 통해 다양한 소재 및 구조물의 인장물성

을 유도하는 연구가 진행되었으며, 실제 인장시험 결과와 매우 잘 일치함을 알 수 있다⁴⁾.

활발한 연구의 결과 상온에서 인장특성을 평가하기 위해 적용되는 연속압입시험기법에 대해서는 최근에 최적시험조건 및 분석조건이 제시되고⁵⁾ 표준안이 제정되었다⁶⁾. 그러나 고온연속압입시험법에 대해서는 시험 연구가 이루어지지 못하였다. 특히 고온에서는 상온에서 크게 고려하지 않은 압입크리프현상이 나타나 압입하중-변위곡선의 개형을 변화시킴으로써 분석되는 결과 값에도 영향을 주게 되므로⁷⁾, 이에 대한 연구가 절실히 필요하다.

따라서 본 연구에서는 상온 유동특성 평가를 위해 제작된 연속압입시험기에 챔버를 제작, 부착하여 고온 실험이 가능하도록 시험 장비를 구성하였다. 이를 이용하여 고온연속압입시험을 통한 고온압입인장특성 평가 과정에서 압입속도, 하중유지시간과 같은 시간과 관련한 시험인자가 압입하중-변위곡선에 미치는 영향에 대해서 검증해 봄으로써, 최적의 고온연속압입시험 조건을 결정하였다.

2. 이론적 배경

연속압입시험

연속압입시험을 통해 얻을 수 있는 기본 데이터인 압입하중-변위곡선은 일반적으로 단일 압입 시험방식과 다중압입 시험방식

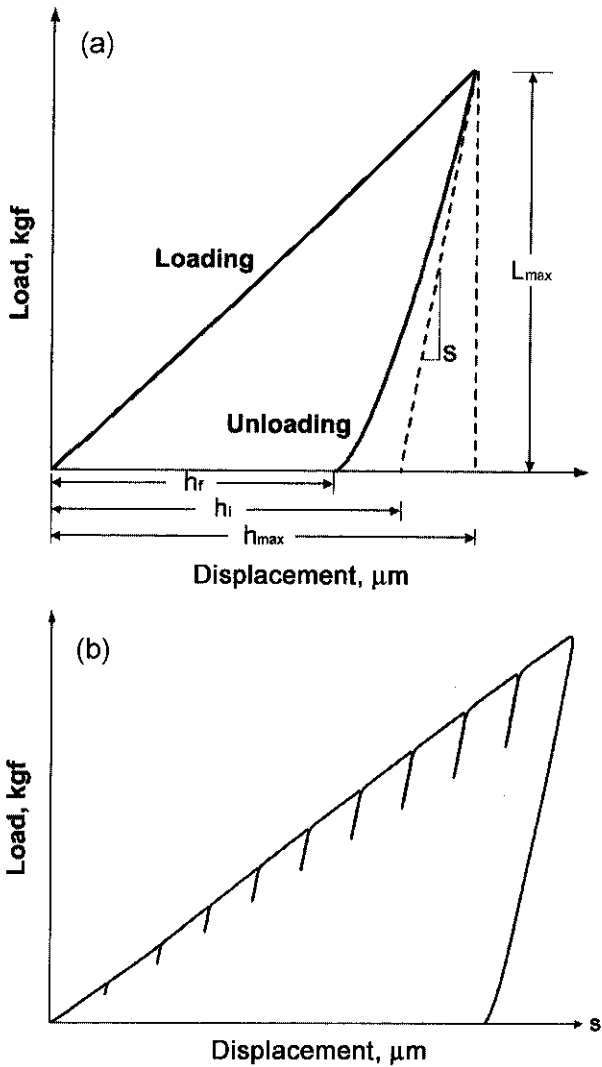


Fig. 1. Indentation load-displacement curves: (a) single indentation curve and (b) multiple indentation curve.

으로부터 그림 1과 같은 형태로 나타난다. 보통 압입깊이는 변위측정센서로 측정된 압입자의 이동거리로 구하게 되는데, 실제 재료와 압입자가 접촉하는 깊이는 압입자 주변 재료의 탄성, 소성 변형에 의해 측정된 압입깊이와 달라진다¹⁾.

압입자 주변의 재료가 탄성적으로 굽혀지는 현상에 의한 접촉깊이의 변화는 재료의 탄성회복에 해당되는 압입하중제거곡선의 초기 접선의 기울기인 S 값을 이용하여 구하게 된다. S는 재료의 stiffness에 해당되며, 탄성변형을 고려한 접촉깊이 h_c^* 는 다음과 같이 구할 수 있다²⁾.

$$h_c^* = h_{max} - \omega \frac{L}{S} \tag{1}$$

L은 압입하중, h_{max} 는 최대압입깊이, ω 는 압입자의 기하학적 형태에 관련된 상수로 flat punch의 경우에는 1, 구형압입자의 경우에는 0.75 그리고 Vickers 압입자의 경우에는 0.72이다.

한편 압입자 주변에 소성변형이 진행됨에 따라 그림 2와 같이 변형된 재료가 압입자 주변에 쌓이는 pile-up 현상이나, 압입

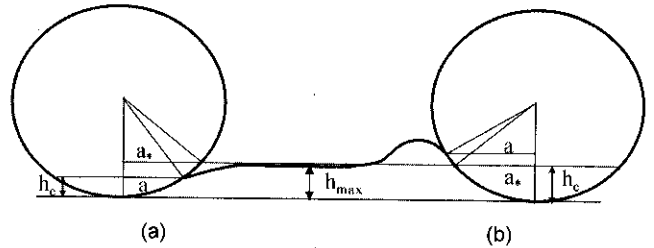


Fig. 2. The (a) sink-in and (b) pile-up phenomena.

자 하부로 밀려들어가는 sink-in 현상이 발생한다.

이때 pile-up/sink-in 현상에 의한 접촉깊이의 변화는 다음과 같이 나타난다.

$$a^2 = \frac{5}{24+n} a_i^2 = \frac{5}{24+n} (2Rh_c^* - h_c^{*2}) \tag{2}$$

여기서 n은 재료의 가공경화지수, R은 압입자 반경, a는 실제 접촉반경이며, 식 (2)를 통해 얻어진 접촉반경에서 기하학적인 관계를 이용하여 실제 접촉깊이인 h_c 를 구하게 된다¹⁾.

유동특성 평가

일축인장시험을 통해 얻어지는 인장곡선의 항복이후의 영역에서 진응력과 진변형률은 일반적으로 다음과 같은 관계를 갖는다.

$$\sigma = K\varepsilon^n \tag{3}$$

여기서 σ 는 진응력, ε 은 진변형률, K는 응력 계수이다.

구형압입자를 이용한 압입시험에서의 변형률은 재료의 깊이방향으로의 변위를 기하학적인 관계를 이용하여 구한 후 미분하여 얻어지는 변형률 값 중 최대값에 적합화 상수를 적용함으로써 식 (4)와 같이 접촉반경 또는 접촉깊이의 함수로 나타난다¹⁾.

$$\varepsilon = \frac{\alpha}{\sqrt{1-(a/R)^2}} \frac{a}{R} \tag{4}$$

한편, 압입자 하부의 응력은 압입하중과 접촉면적의 비인 평균압력(P_m)과 일정한 관계를 가지고 있는데, 일반적인 인가하중인 kgf 이상의 하중에서는 일정한 상수비(Ψ)를 가지며, 이 상수는 압입시험을 통해 결정된다.

$$\sigma = \frac{P_m}{\Psi} \tag{5}$$

그림 1(b)와 같이 다중하중제거 시험방식을 통해 얻어진 압입하중-변위곡선에서 각 하중제거곡선을 이용하여 접촉깊이와 접촉반경을 결정하고, 이를 통해 진응력과 진변형률을 구할 수 있다.

고온연속압입시험의 실험변수

연속압입시험에서의 실험변수는 압입하중-변위곡선의 재현성에 영향을 주는 변수와 압입하중-변위곡선의 분석 결과에 영향을 주는 변수 등 크게 두 가지로 나눌 수 있다³⁾. 압입하중-변위곡선의 재현성에 영향을 주는 변수로는 압입속도, 최대하중유지시간과 시험의 표면상태 등이 있다. 압입 속도는 압입자가 재료에

Table 1. Optimum experimental conditions at room temperature

Parameter	Ratio of indentation depth to indenter	Indenter Radius	Number of Unloads	Unloading Ratio
Optimum Conditions	0.6	1 mm	10	30%

침투하거나 빠져나오는 속도를 의미하며, 최대하중유지시간은 최대하중이 인가되었을 때 그 하중이 유지되는 시간을 의미한다. 이들은 각각 재료의 탄성, 점성 특성 및 크리프 특성과 관련되어 실험이 반복됨에 따라 압입하중-변위곡선의 재현성 및 정확성에 영향을 미친다.

한편 압입하중-변위곡선의 분석 결과에 영향을 주는 변수로는 압입자 반지름, 최대압입비, 하중제거회수, 하중 제거율 등이 있다. 최대압입비는 압입시험 시 최대압입깊이와 압입자 반지름의 비를 의미하며, 하중제거회수는 그림 1(b)에서의 같은 하중제거 단계의 회수를 의미한다. 하중제거율은 하중제거단계에서 초기 하중과 최종 하중의 비를 의미한다. 이들 변수들은 압입하중-변위곡선의 이론적 모델링을 바탕으로 한 수식계산 시 변수로 포함되거나, 다른 인자의 값에 영향을 줌으로써 최종적으로 계산된 인장물성 값을 변화시킨다.

이들 변수들 중에서 압입하중-변위곡선의 분석 결과에 영향을 주는 변수는 표 1과 같이 최적화되어 있으며^{4,5)}, 본 연구에서는 온도에 따라 압입하중-변위곡선의 재현성에 영향을 주는 변수들에 대한 검증을 수행하였다.

3. 실험 방법

실험재료 및 시편연마

본 연구에서는 산업 현장에서 널리 활용되는 7종의 강재를 실험재료로 사용하였다. 이들은 구조용 탄소강재인 SM45C, 크롬-몰리브덴강재인 SCM440, 탄소공구강재인 STC4, 열간금형용 합금공구강재인 STD61, 냉각 금형용 합금공구강재인 STD11, 고속도 공구강재인 SKH51, 고탄소 크롬베어링강재인 STB2 등이다.

각 시편들에 대해 압입 시험용은 30 mm×25 mm×20 mm의 직육면체형의 블록 시편으로 가공하였으며, 인장 시편은 직경 6.25 mm를 갖는 봉상 sub-size 인장 시편으로 가공하였다. 압입 시험편은 압입 시험 결과에 미치는 표면 거칠기의 영향을 고려하여 0.3 μm 알루미나로 미세연마를 수행하였다.

고온인장시험

인장시험은 가열 챔버를 부착한 Instron 5582를 이용하여 상온, 150°C, 300°C의 온도에 대해 수행하였다. 인장시험과 관련한 시험조건 설정 및 결과 분석은 ISO 783에 따라 수행되었다.

고온연속압입시험

고온연속압입시험을 위해서, 그림 3과 같이 대표적인 연속압입 시험기인 (주)프론틱스사의 AIS2000에 고온 챔버를 제작, 부착하였다.

고온 챔버는 최대온도 600°C 까지 가열될 수 있도록 제작되

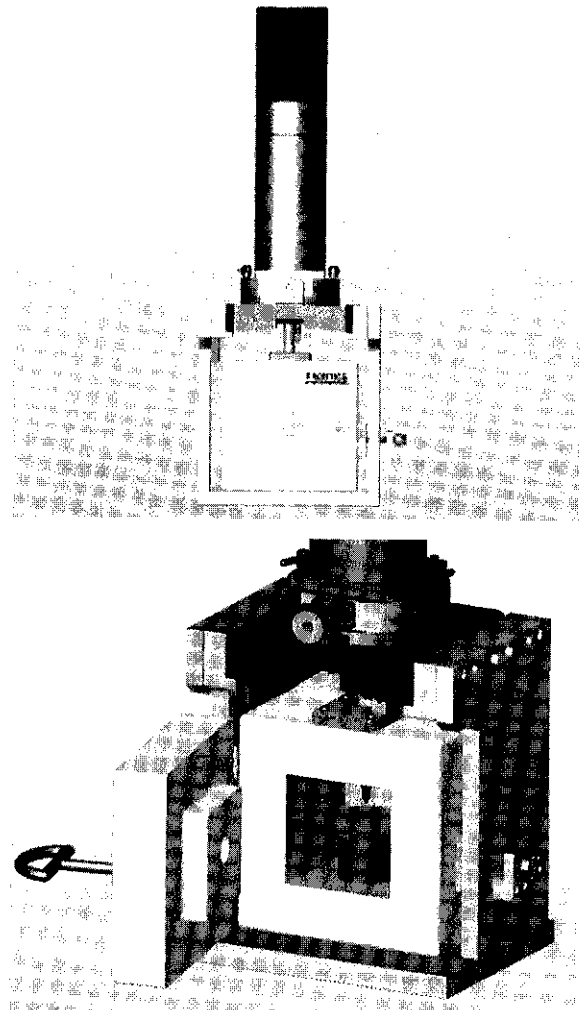


Fig. 3. AIS2000 system with heating chamber.

었으며, 이 때 열이 센서들에 미치는 영향은 최소화할 수 있도록 냉각장치를 도입하였다. 또한 시험의 편의를 위해 챔버 내에서 시편의 이동이 자유롭도록 슬라이딩 시편지지대를 설치하였다.

시험 온도는 상온, 150°C, 300°C를 선택하였으며, 150°C와 300°C에서는 15분 이상 온도를 유지한 후 압입시험을 수행하였다. 시험 결과의 분석 방법이 동일하므로, 분석 결과에 영향을 주는 변수들은 각 온도에서 직경 1 mm의 압입자를 이용하여, 최대압입비 0.6, 하중제거회수 10회, 하중제거율 30%의 동일한 조건으로 압입시험을 수행하였다. 위와 같은 조건하에서 압입속도는 0.1, 0.2, 0.3, 0.5, 0.7 mm/min, 하중유지시간은 0, 10000, 20000, 40000, 60000 ms로 달리하여, 각 온도에서의 압입속도와 하중유지시간에 의한 영향을 검증하였다. 실험의 재현성을 확보하기 위해서 각 조건에 대해서 5회 반복 시험을 수행하였다.

4. 실험 결과 및 고찰

고온인장시험

7종의 강재에 대해 상온, 150°C, 300°C에 대해서 수행된 인장 시험의 결과는 표 2에 나타나 있다.

Table 2. Tensile Properties of steels used in this study

Material	Yield Strength (MPa)			Tensile Strength (MPa)			Work-hardening Exponent		
	20°C	150°C	300°C	20°C	150°C	300°C	20°C	150°C	300°C
SM45C	374.14	337.61	266.90	850.163	801.56	880.77	0.315	0.318	0.332
SCM440	575.72	560.33	578.42	1027.22	1011.15	1174.17	0.160	0.154	0.185
STC4	327.87	294.67	314.23	788.11	711.24	834.86	0.265	0.267	0.268
STD61	348.93	303.67	273.96	901.21	797.66	752.83	0.306	0.308	0.298
STD11	256.87	239.43	227.91	897.50	809.62	758.71	0.246	0.226	0.219
SKH51	271.34	244.70	249.06	895.36	794.04	722.95	0.230	0.224	0.222
STB2	308.85	280.12	297.12	908.73	810.38	890.13	0.272	0.263	0.292

고온 인장 시험 결과 대부분의 재료가 온도가 증가함에 따라 강도가 감소하고 있음을 알 수 있으나, 가공경화지수는 온도에 따른 변화가 거의 나타나고 있지 않음을 알 수 있다.

고온압입시험

압입 속도

5가지 압입속도에 대해 3가지 온도에서 수행된 연속압입시험의

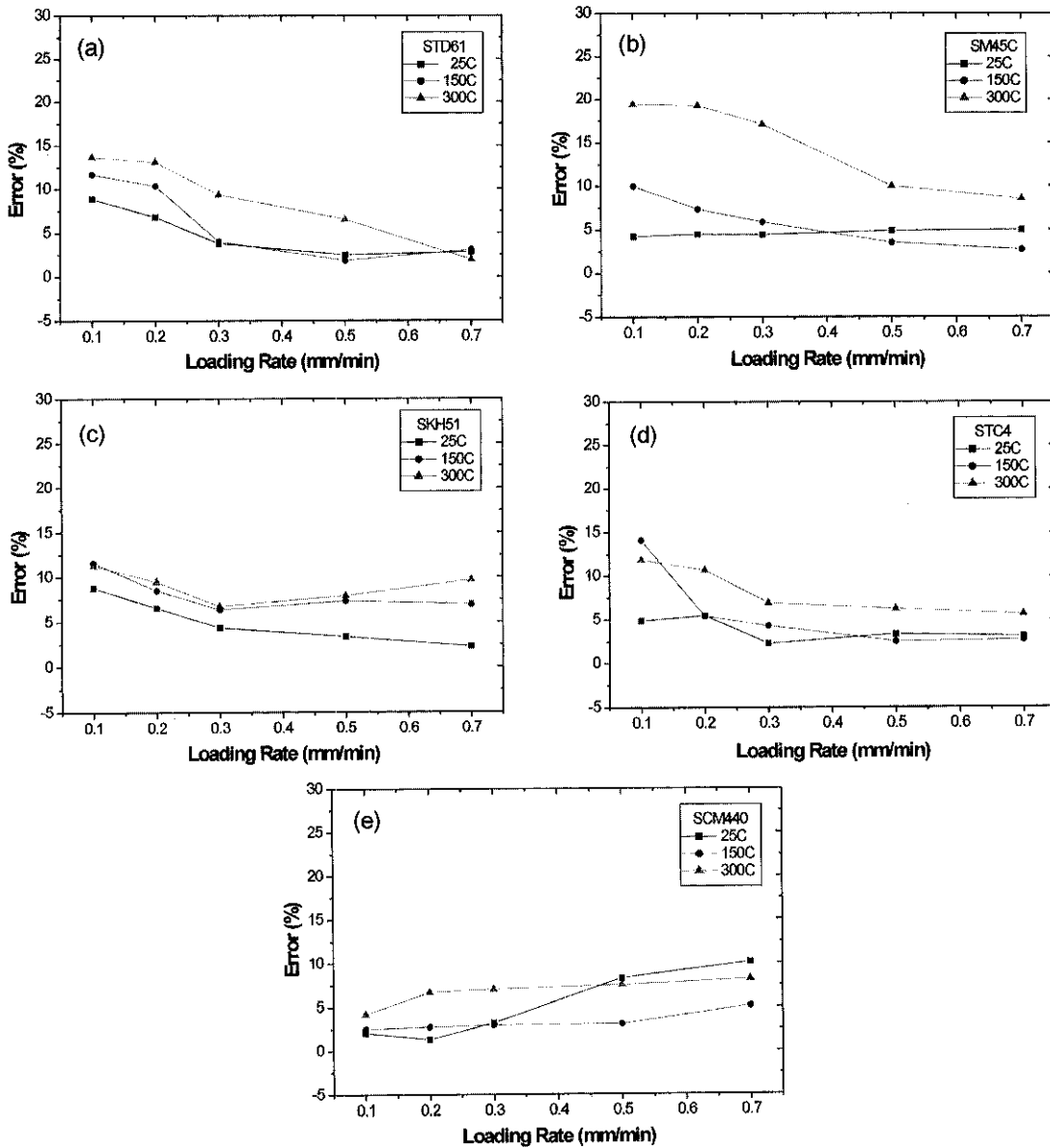


Fig. 4. Error % between flow properties from indentation test and from tensile test; (a) STD61, (b) SM45C, (c) SKH51, (d) STC4 and (e) SCM440.

결과를 분석해 보았다. 압입하중-변위곡선으로부터 분석된 결과 중 항복강도, 인장강도 값과 인장시험으로부터 얻어진 결과와의 오차 값의 평균을 5가지 재료에 대해 그림 4와 같이 나타내었다.

STD61과 SM45C는 가공경화지수가 0.3 이상인 재료이며, 이들의 경우는 압입속도가 증가함에 따라서 분석된 결과가 갖는 오차 값은 감소하고 있음을 알 수 있다. SKH51과 STC4는 가공경화지수가 0.25 전후의 값을 갖는 재료로서 압입속도가 0.3 또는 0.5 mm/min 인 경우에 최소 오차 값을 가짐을 알 수 있다. 한편 SCM440는 가공경화지수가 0.2 이하의 재료이며, 이 경우는 압입속도가 증가함에 따라 오차 값이 증가함을 알 수 있다.

압입 속도가 증가함에 따라 압입시험으로부터 평가된 가공경화지수 값은 그림 5에서 보는 것과 같이 점차 증가하는 경향을 보인다. STD61과 같은 가공경화지수가 큰 재료는 압입속도가 0.7 mm/min과 같이 충분히 빠른 경우에 재료의 가공경화특성을 충분히 반영할 수 있다. 반면에 SCM440와 같이 가공경화지수가 작은 재료는 압입속도가 작은 경우가 실제 재료의 가공경화 특성을 잘 반영할 수 있다. 특히 온도가 낮은 경우는 압입속도에 따른 오차 값의 크기가 상대적으로 작은 반면 온도가 높아질수록 압입속도에 의한 오차가 크게 나타나므로 소재의 가공경화특성을 잘 반영할 수 있는 압입속도의 선택이 매우 중요하게 된다.

이와 같은 현상에 대한 원인에 대해서는 구체적으로 밝혀진 것이 없으나, 압입속도에 대한 소재의 탄성, 소성 반응의 효과로서 설명할 수 있다. 압입속도가 다른 경우, 하중제거시 소재의 탄성적인 회복이 일어나는 시간과 소재의 하중이 제거되는 시간

이 다르므로 압입에 의해 평가되는 하중제거곡선의 초기 기울기인 S에 변화를 가져오고, 이 때문에 접촉면적이 다르게 평가됨으로써, 서로 다른 압입속도에 대해 평가된 진응력, 진변형을 값이 변화하게 된다. 따라서 압입자 침투와 제거에 따른 소재의 반응은 각기 다르며, 이 때문에 소재에 적합한 압입속도의 선택이 필요하게 된다.

하중유지시간

최대압입하중에서 하중을 유지하면, 그림 6과 같이 하중이 감소하고 변위가 증가하는 현상이 나타나게 되는데, 이와 같은 현상을 압입크리프(indentation creep)라고 한다. 상온에서는 하중 유지 동안 압입크리프 현상이 거의 나타나지 않음에 비해 온도가 증가함에 따라 압입크리프 현상이 두드러지게 나타나게 된다⁷⁾.

그림 7은 STC4에 대한 압입크리프 현상을 나타내고 있다. 압입속도는 STC4에 대해 최적으로 결정된 0.3 mm/min으로 하여 하중유지시간에 따른 하중 및 변위의 변화를 관찰하였다. 상온에서 하중을 유지하는 경우, 최대 1.5 kgf 정도의 하중 감소와 1.7 μm 정도의 변위 증가가 보여지고 있는데, 이것은 전체하중의 1% 정도에 해당한다. 일정한 시간이 지난 후 하중 감소와 변위 증가가 멈추는 것으로 볼 때 재료적인 효과라기보다는 기기적인 효과로 볼 수 있다. 반면 300°C에서는 약 3.5 kgf 정도의 하중 감소와 3 μm 정도의 변위 증가가 나타나고 있으며, 시간이 지남에 따라 지속적으로 하중 감소와 변위 증가가 진행되므로, 온도 증가에 따른 압입크리프 현상으로 판단할 수 있다.

이와 같은 압입크리프 현상에 의해서 압입하중-변위곡선의 개형이 변화됨에 따라 분석되는 유동 특성 결과는 매우 달라지게

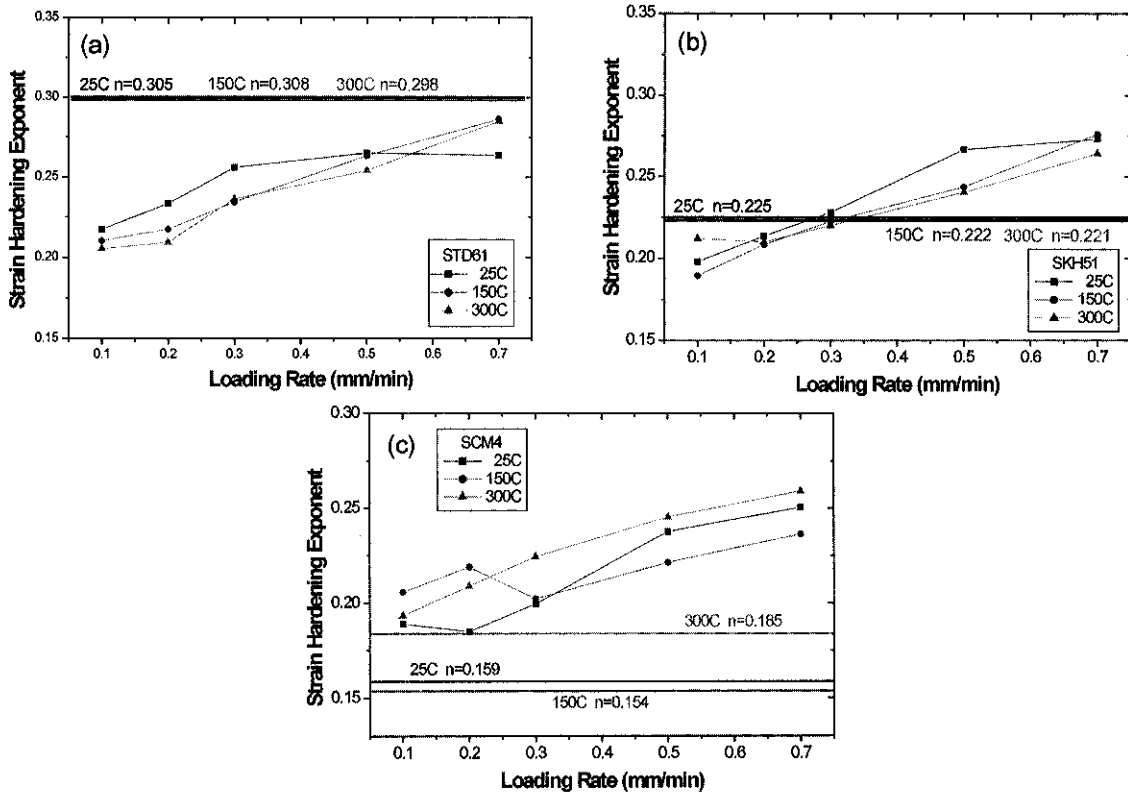


Fig. 5. Work-hardening Exponent from indentation test(dot) and tensile test(line).

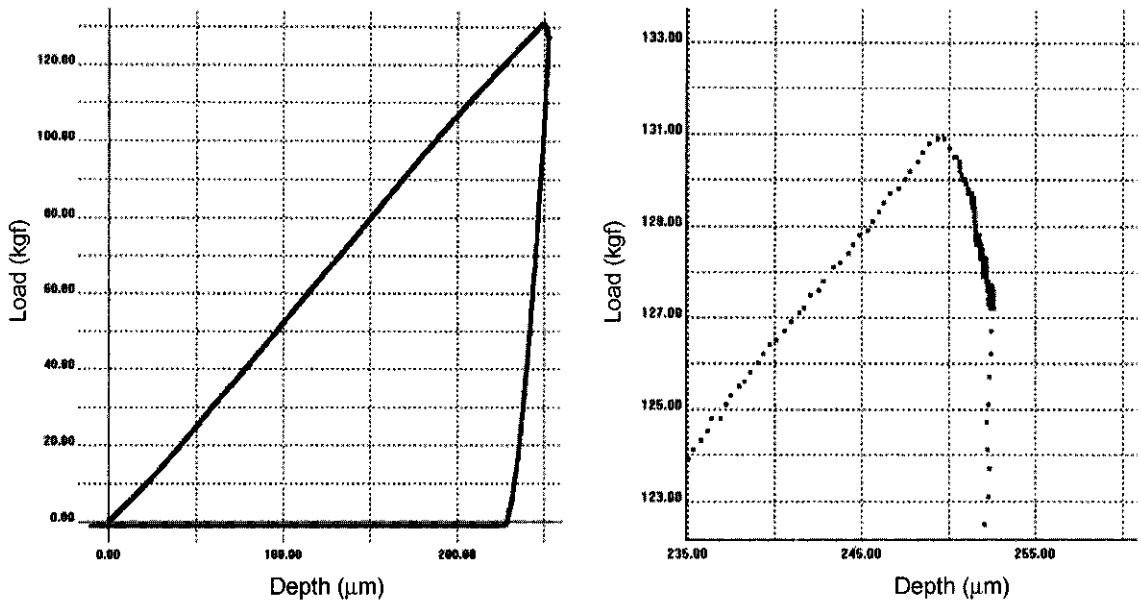


Fig. 6. Load relaxation phenomenon during holding of maximum indentation load.

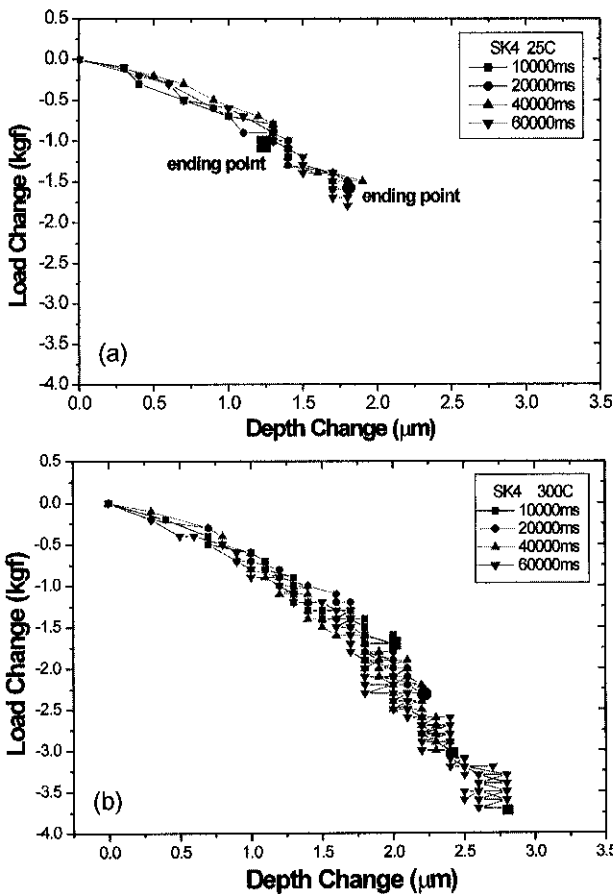


Fig. 7. Load relaxation phenomenon during holding of maximum indentation load for STC4 at (a) 25°C and (b) 300°C.

된다. 표 3과 같이 상온에서는 하중, 변위 값이 고정되는 유지 시간 20000 ms 이후로는 오차가 커지지 않고, 유지시간이 0

Table 3. Errors of results by load relaxation during holding at 25°C and 300°C

25°C	Holding time(ms)	0	10000	20000	60000
	Error (%)		3.32	3.62	4.01
300°C	Holding time(ms)	0	10000	20000	60000
	Error (%)		3.10	4.38	4.86

ms 인 경우와도 큰 차이 없이 나타나고 있음에 반해, 300°C에서는 하중유지시간에 길어짐에 따라 지속적으로 오차가 크게 발생하고 있음을 알 수 있다. 결국 고온에서의 연속압입시험에는 재료에서 나타나는 크리프 현상을 잘 제어해 주어야 하며, 이로 인해 발생하는 분석오차가 최소가 될 수 있도록 실험을 설계해야 한다.

5. 결 론

1. 고온연속압입시험에서는 상온에서 큰 영향이 없는 실험변수인 압입속도와 최대하중유지시간이 압입하중-변위곡선의 개형에 영향을 주어, 그로부터 분석된 유동특성 값이 변화한다.
2. 압입시 압입속도의 변화에 따라 각 재료들에 대해 얻어진 유동특성 값은 재료가 갖는 가공경화지수에 따라 다르게 나타나며, 가공경화지수가 클수록 재료의 가공경화특성을 잘 반영하기 위해서는 빠른 압입속도를 선택하여야 한다.
3. 최대하중유지시간 동안 압입하중-변위곡선에서 하중이 감소하고, 변위가 증가하는 현상이 발생하게 되며, 이러한 경향은 온도가 증가할수록 크게 나타나는데 이러한 현상을 압입크리프(indentation creep)이라 한다. 특히 온도가 높을수록 최대유지시간이 길어질수록 지속적인 하중 감소와 변위 증가로 이어져, 분석 결과의 오차를 커지게 한다. 따라서 고온연속압입시험에서는 압입크리프로 인한 압입하중-변위곡선 개형 변화가 최소화 될 수

있도록 실험을 설계해야 한다. 특히 매크로 영역인 kgf 하중 범위의 계장화 압입시험에서는 최대하중유지시간을 최소화하여야 한다.

후 기

본 연구는 산업자원부 기술표준원 경상연구과제의 일부 지원으로 수행되었습니다.

REFERENCES

1. J. H. Ahn and D. Kwon, *J. Mat. Res.*, **16**, 3170 (2001).
2. B. Taljat and T. Zacharia, *Int. J. Solids Structures*, **35**, 4411 (1998).
3. W. C. Oliver and G. M. Pharr, *J. Mater. Res.*, **7**, 1564 (1992).
4. J. H. Ahn and D. Kwon, *J. Kor. Inst. Met. and Mater.*, **38**, 1606 (2000).
5. E. C. Jeon and D. Kwon, *J. Kor. Inst. Met. and Mater.*, **41**, 83 (2003).
6. KS B 0950, Metallic materials - Instrumented indentation test for indentation tensile properties, KSA (2002).
7. P. M. Sargent, *Materials Science and Technology*, **8**, 594 (1992).