

시효된 수퍼 2상 스테인리스강의 피로균열 진전시 발생하는 음향방출신호의 시간-주파수 분석

남기우* · 이상기** · 도재운*** · 강창룡*

* 부경대학교 재료공학부, **부경대학교 대학원 재료공학과, ***부산기공대학

Time-Frequency Analysis of AE Signals at Fatigue Crack Propagation of Aged Super Duplex Stainless Steels

KI-WOO NAM, SANG-KEE LEE, JAE-YOON DO AND CHANG-YONG KANG

Division of Materials Science and Engineering, Pukyong National University, Pusan 608-739, Korea

KEY WORDS: Super Duplex Stainless Steel(수퍼 2상 스테인리스강), Acoustic Emission(음향방출), Sigma phase(σ 상) Fatigue Crack Propagation Rate(피로균열진전속도), Time-Frequency Analysis(시간-주파수분석)

ABSTRACT: The deleterious Cr, Mo rich σ -phase is a hard embrittling precipitate, which forms between 600~900 °C, often associated with a reduction in both impact properties and corrosion resistance. On this study, After aging at 600 °C, fatigue crack propagation induced by σ phase precipitation was evaluated, and time-frequency analysis of acoustic emission was conducted. It was possible to find fracture mechanism by σ phase precipitation due to time-frequency analysis of acoustic emission signals.

1. 서 론

2상 스테인리스강이 내식성과 강도를 현저히 개선한 강종이지만 산업발달과 더불어 더욱 가혹한 환경에서 오랜 수명을 유지할 수 있는 강종의 필요성이 증가되고 있다. 이에 개발된 2상 스테인리스강종이 25%Cr을 함유한 수퍼 2상 스테인리스강이다. 수퍼 2상 스테인리스강은 내공식지수(Pitting Resistance Equivalent Number, PREN) 값이 40 이상을 갖기 때문에 내식성과 기계적 성질이 기존의 2상 스테인리스강에 비하여 대단히 우수하다(Nicholls, 1994; Charles, 1991; Charles and Dr-ring, 1994) 따라서 수퍼 2상 스테인리스강은 염수용 펌프, 화학공장의 용기, 유전의 파이프라인, LNG 탱크 등과 같은 가혹한 부식환경 및 저온에서의 고강도 재료로서 사용이 기대되고 있다.

그러나 내식성과 기계적 성질을 향상시키기 위한 크롬, 질소, 몰리브덴이나 텅스텐과 같은 합금원소의 첨가는 여러 가지 문제점들을 유발하게 된다. 가장 중요한 문제점이 고온에 노출시에 시그마(σ)상과 같은 고온 이차상의 석출에 따라 발생하는 시그마상(σ) 취성과 300~500 °C의 비교적 저온에서 발생하는 475 °C 취성이다. 특히 시그마 상의 경우는 소량만 형성되어도 이상 스테인리스강의 기계적 성질과 내식성을 크게 저하시키는 것으로 알려져 있다.

따라서 이들 합금 원소의 첨가량을 적절히 조절하거나, 다른 합금 원소들을 첨가하여 이러한 이차상의 석출을 억제하면서도 원하는 내식성과 강도를 얻기 위해 많은 연구가 진행되고 있다.(주동원 *et al*, 1996; 강태형 *et al*, 1998)

한편, 음향방출(Acoustic Emission)은 재료 내부의 변형과 파괴가 일어날 때 발생하는 높은 주파수의 미세한 응력파로, 동적으로 검출할 수 있다는 장점을 가지고 있어 재료 강도의 연구수단 뿐만 아니라, 비파괴검사의 측면에서도 새롭고 유력한 수법이 되고 있다. 그러나 음향방출시험에 있어서 누적카운트, 누적에너지는 수많은 노이즈를 포함하고 있으므로 정량적인 평가에는 한계가 있다. 따라서 검출된 신호를 파형과 스펙트럼으로 분류하여 파괴특성을 규명하는 연구가 활발하게 실시되고 있으며(Guo *et al*, 1996; Shih *et al*, 1998; Nam *et al*, 1999), 신호가 가지는 시간 영역과 주파수 영역의 정보를 동시에 표현 할 수 있는 시간-주파수해석(Time-Frequency Analysis)을 이용한 비파괴평가 연구도 시도되고 있다.(Boashash, 1988; Qing and Jinen, 1997; 이건찬 *et al*, 1999; 이상기 *et al*, 2000, Nam *et al*, 1999).

본 연구에서는 600 °C에서 시효처리하여 시그마상의 석출에 따른 피로균열 진전특성과 균열진전시 발생하는 음향방출 신호의 시간-주파수 해석을 실시하였다.

2. 실험방법

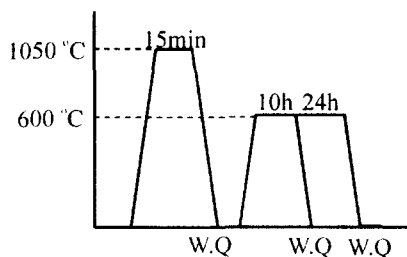
본 실험에서 이용된 수퍼 2상 스테인리스강은 고주파 진공유도 용해로에서 용해제작하였고, 그 화학조성은 Table 1에 나타낸다.

Fig. 1은 본 실험의 열처리과정을 나타낸다. (a)는 냉간압연한 시료를 2상 공존구간인 1050℃에서 15분간 유지 후 수냉하여 오스테나이트상이 일방향으로 길게 뻗은 섬유조직을 얻은 다음, σ 상 석출온도인 600℃에서 10h, 24h 유지한 뒤 수냉하였다. (b)는 1350℃에서 30분간 유지 후 수냉하여 페라이트 단상조직을 얻은 다음 2상 공존구간인 1050℃의 온도에서 15분 유지 후 수냉하여 페라이트기지에 오스테나이트상이 분산된 분산조직을 얻었다. 이것을 σ 상 석출온도인 600℃에서 10h, 24h 유지한 뒤 수냉하였다.

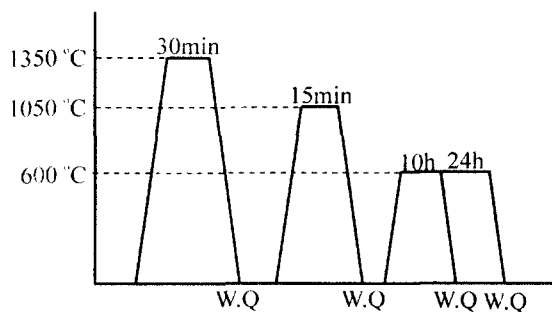
열처리가 완료된 시료의 미세조직은 광학현미경을 이용하여 관찰하였고, 페라이트상과 오스테나이트상의 체적분율은 화상분석시험기와 점분석법을 이용하여 10회이상 측정한 후 평균하여 구하였다.

Table 1 Chemical compositions of specimen (wt%)

C	Si	Mn	Cr	Ni	Mo	N	Cu	W	Fe
0.02	0.41	0.69	25.1	7.0	3.6	0.24	0.56	0.62	Bal.



(a) Fibrous Structure



(b) Dispersed Structure

Fig.1 Schematic sketch of heat treatment cycle

피로시험은 용량10톤의 만능피로시험기를 사용하여 실온, 대기중에서 정현파를 이용하여, 하중반복수 10Hz, 응력비 $R=0.1$ 의 일정하중으로 실시하였다. 이때 사용한 CT시험편의 형상을 Fig.2에 나타낸다. 한편, 섬유조직의 시험편의 노치는 압연방향에 대하여 수직인 방향으로 삽입하였다.

피로균열 진전시 발생하는 음향방출 신호는 Fig. 3에 나타낸 것과 같은 방법으로 검출하였다. 실험에 사용된 AE 검출장치는 MISTRAS 2001이며, 센서는 1MHz 광대역센서를 이용하였다. 그리고 시험편에서 발생하는 신호를 민감하게 측정하기 위해서 지그와 핀, 핀과 시험편사이의 마찰을 최대한 억제하였고, 시험편과 센서사이에 접촉매질을 얇게 바른 후 테이프로 압착하였다. 그리고 전기적 노이즈를 제거하기 위해 아날로그 필터링처리를 하였다. 검출된 음향방출신호는 시간-주파수 해석을 수행할 수 있는 프로그램으로 실시간적으로 분석하고 데이터를 저장하였다.

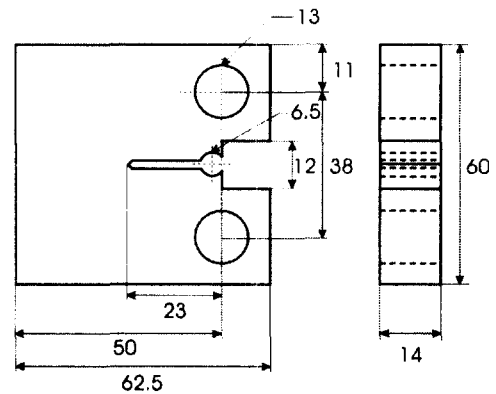


Fig.1 Dimensions of specimen (unit : mm)

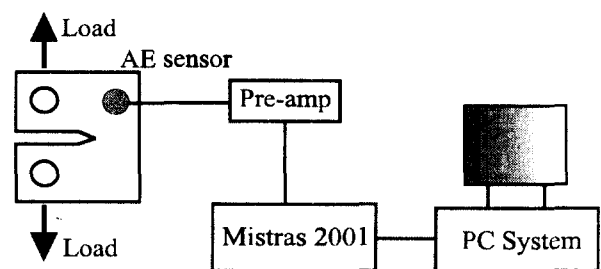


Fig. 3 Schematic diagram of AE measurement during fatigue crack propagation

3. 실험결과 및 고찰

Fig. 1과 같은 열처리과정을 통해 얻은 시편의 미세조직을 Fig. 4에 나타낸다. 1050℃에서 15분 유지 후 수냉하여 얻은 섬유조직을 (a), 1350℃에서 30분 유지시켜 페라이트 단상조직을 얻은 다음, 다시 1050℃에서 15분 유지후 수냉하여 얻은 분산조직을 (b)에 나타낸다. (c), (d)는 시그마상 석출온도인 600℃에서 10시간 시효시킨 것이고, (e), (f)는 24시간 시효시켜 얻은 조직사진이다. 사진에서 밝은색으로 나타나는 것은 오스테나이트상이며, 어두운색은 페라이트상, 그리고 까만색의 점이 석출물인 시그마상이다. 사진에서도 알 수 있듯이 (a)의 섬유조직에서는 오스테나이트 조직이 압연방향을 따라 섬유형태로 존재하고 있으며, (b)의 분산조직에서는 페라이트 상의 입계 및 입내에 오스테나이트상이 필름형태로 분산되어 있다. 그리고 시효시간이 길어질수록 시그마상의 석출이 증가하고 있음을 알 수 있다.

시효시간에 따른 각 상의 체적분율을 Table 2에 나타낸다. 1050℃에서 열처리한 섬유조직과 분산조직 모두 오스테나이트상과 페라이트상의 체적분율은 약 50:50이었으며, 시효시간이 증가함에 따라 페라이트상의 체적분율이 감소하고, 시그마상의 석출량이 증가하였다. 이것은 시그마상의 경우, 오스테나이트상과 페라이트상의 계면의 페라이트상에서 석출되기 때문이다. 그리고, 섬유조직보다 분산조직에서의 시그마상 석출이 높게 나타났다. 이것은 Fig. 4에 나타난 것과 같이 섬유조직보다 분산조직의 결정립이 더 미세하고, 오스테나이트상과 페라이트상의 계면이 더 많기 때문인 것으로 판단된다.

Fig.5는 시효시간에 따른 수퍼 2상 스테인리스강의 균열진전속도(da/dN)와 응력확대계수 변동폭(ΔK)과의 관계를 나타낸 것이다. 섬유조직과 분산조직 모두 시효시간이 길어짐에 따라 시그마상 취화에 의해 피로균열진전속도가 빨라졌음을 알 수 있다. 그리고, 섬유조직을 갖는 시편에서 σ 상이 석출되지 않은 경우(Fib-0h)는 균열진전속도가 가장

Table 2 Volume fractions of each phase by heat treatment temperature(%)

	γ phase	α phase	σ phase
Fibrous-0h	49.8	50.2	0
Fibrous-10h	48.3	47.0	4.7
Fibrous-24h	49.2	38.7	12.1
Dispersed-0h	48.8	51.2	0
Dispersed-10h	47.4	43.6	9.0
Dispersed-24h	46.9	40.1	13.0

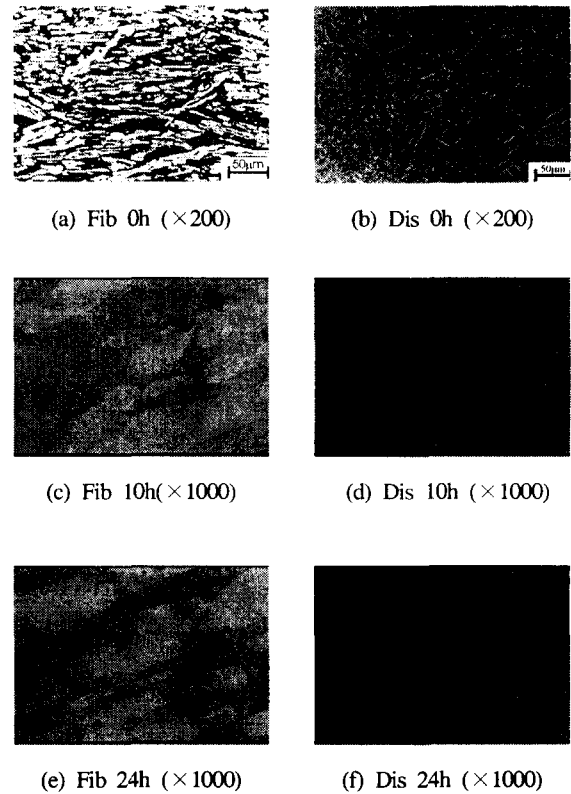


Fig. 4 Optical micrographs of fibrous and dispersed phase in super duplex stainless steel.

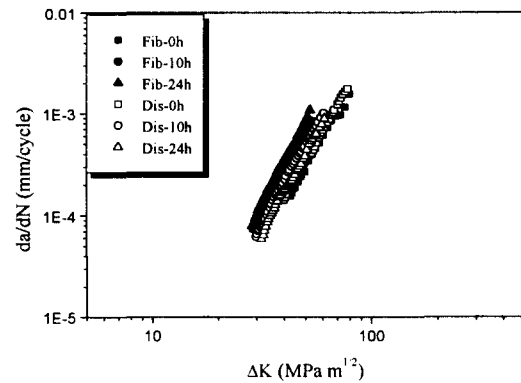


Fig. 5 Fatigue crack growth rate versus stress intensity factor range with ageing time.

느리게 나타나고 있으나, 시효시간이 증가할수록 균열진전속도의 증가폭이 분산조직 보다 크게 나타나고 있음을 알 수 있다.

Fig. 5에서 피로균열진전속도인 Paris식의 C와 m값을 구하여 그 결과를 Table 3에 나타낸다. 섬유조직과 분산조직 모두 시효시간이 증가할수록 시그마상 석출의 영향으로 m 값이 증가함을 알 수 있다.

Table 3 C and m obtained by paris'law.

Condition	C	m
Fibrous 0h	1.78×10^{11}	3.65
Fibrous 10h	3.67×10^{10}	3.69
Fibrous 24h	8.53×10^{11}	4.12
Dispersed 0h	2.50×10^{10}	3.58
Dispersed 10h	1.26×10^{10}	3.88
Dispersed 24h	9.18×10^{11}	3.93

음향방출(Acoustic Emission)은 재료 내부의 변형과 파괴가 일어날 때 발생하는 높은 주파수의 미세한 응력파로, 동적으로 검출할 수 있는 장점이 있기 때문에, 피로균열진전에 발생하는 음향방출 신호를 검출하여 분석함으로써 재료내의 석출물의 영향을 알 수 있으리라 생각된다.

Fig. 6는 석출물이 존재하지 않는 시험편에서 피로균열이 성장하기 시작하는 균열길이 25mm 근방, 균열성장 속도가 빠른 35mm에서의 음향방출 신호를 검출하여 시간-주파수 분석을 실시한 결과를 나타내는 것이다. 음향방출 실험에 있어서 노이즈 등에 의한 잡음의 처리문제가 중요하다고 할 수 있다. 본 실험에서는 균열진전이 없는 상태에서 신호를 검출하여 시간-주파수 분석을 실시한 결과, 200KHz 이하의 주파수영역이 나타남을 확인하였다. 따라서 음향방출 신호를 처리함에 있어 200KHz 이하의 주파수 영역은 기계적 잡음 등의 노이즈에 의한 것으로 분류하

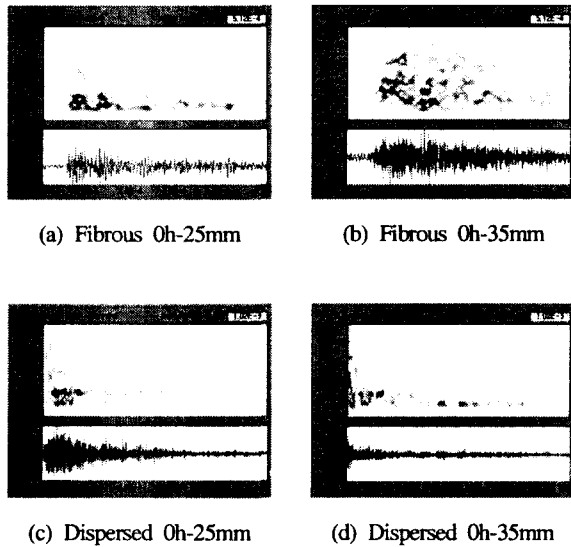


Fig. 6 Time-Frequency analysis of AE signals obtained at each crack length.

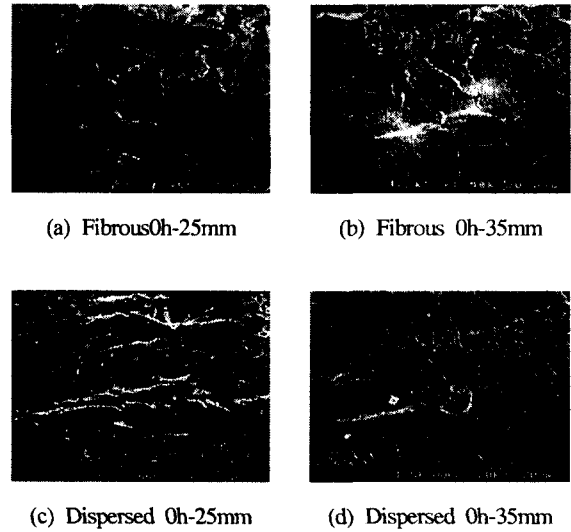


Fig. 7 Fracture surface with crack length.

였다. 피로균열 진전 중에 얻어진 음향방출 신호를 시간-주파수 분석을 실시한 결과, 시그마상 석출이 없는 경우, 섬유조직과 분산조직 및 균열길이에 관계없이 200~300KHz의 주파수영역을 얻을 수 있었다. 따라서 200~300KHz의 주파수영역은 피로균열진전에 의하여 발생하는 음향방출 신호로 판단된다. 그러나 균열이 계속 진전함에 따라 200~300KHz의 주파수 영역외에도 400KHz이상의 고주파수 영역이 나타나고 있음을 알 수 있다. 이는 Πc 단계의 파단직전 피로균열 양상에 있어서 스트라이에이션 이외의 덩플, 벽개파괴, 개재물 분리 및 파면분리 등의 파괴기구가 상당수 포함되기 때문이라 생각되며, 이러한 파괴기구 등이 Fig. 7의 전자현미경 사진에 잘 나타나고 있다. Fig. 7에서 균열길이에 관계없이 스트라이에이션을 관찰할 수 있으며, 파단직전인 균열길이 35mm에서는 스트라이에이션 이외에 개재물 분리, 덩플 및 파면분리 등이 관찰된다.

Fig. 8은 시효시간에 따른 균열길이 25mm에서 검출된 음향방출신호의 시간-주파수 분석 결과이다. 시효처리를 하지 않은 시험편의 경우 중심주파수 영역이 200~300KHz로 나타났으며, σ 상의 석출로 인해 200~300KHz의 주파수영역 뿐만아니라, Fig. 6에서의 균열길이 35mm에서의 얻어진 주파수 영역과 유사한 400KHz이상의 고주파수 영역을 확인할 수 있었다. 이것은 Fig. 9의 전자현미경 사진에서도 알 수 있듯이 σ 상 석출로 인한 취화 및 석출물 분리에 기인한 것으로 생각된다. 따라서, 균열진전중에 검출된 음향방출 신호의 시간-주파수 분석을 통해서 재료내부의 시그마상 석출에 의한 파괴기구를 확인하는 것이 가능할 것이라고 판단된다.

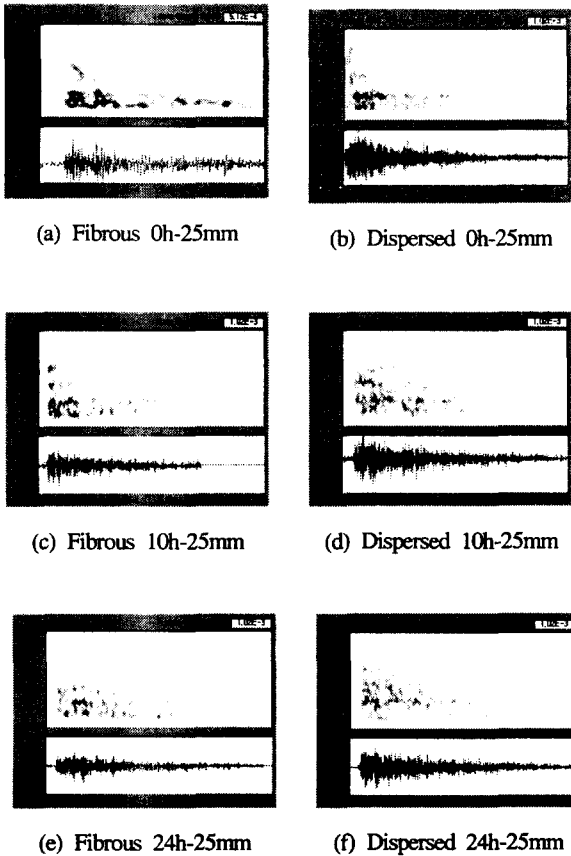


Fig. 8 Time-Frequency analysis of AE signals obtained at 25mm with aged time.

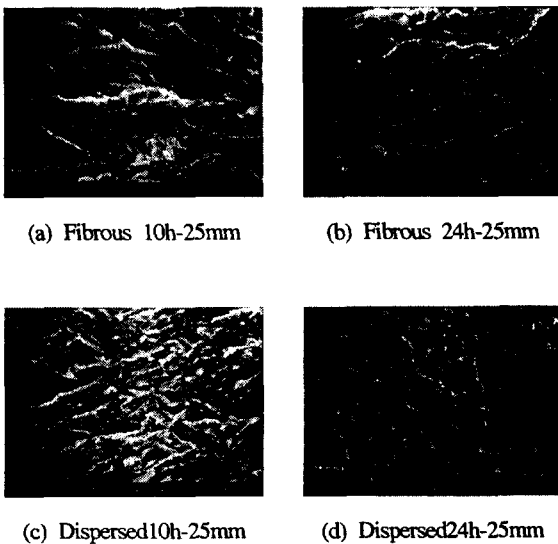


Fig. 9 Fracture surface with aged time.

4. 결 론

수퍼 2상 스테인리스강에서 600℃ 시효처리를 통해 시그마상의 석출에 따른 피로균열 진전특성과 균열진전시 발생하는 음향방출 신호의 시간-주파수 해석을 실시한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

- (1) 600℃ 시효처리를 실시한 결과 분산조직이 섬유조직보다 σ 상의 석출이 더 빠르게 나타났다.
- (2) 섬유조직과 분산조직 모두 시효시간이 길어짐에 따라 피로균열 진전속도가 빨라졌으며, 섬유조직을 갖는 시편이 분산조직을 갖는 시편보다 균열진전속도의 증가폭이 크게 나타났다.
- (3) 시효처리를 하지 않은 시험편의 경우, 피로균열 진전시 발생하는 음향방출 신호를 시간-주파수 분석을 실시한 결과, 섬유조직과 분산조직 및 균열길이에 관계없이 200~300KHz의 주파수영역을 얻을 수 있었으며, 균열이 진전함에 따라서 200~300KHz의 주파수 영역외에 400KHz이상의 고주파수 영역도 나타났다.
- (4) 피로균열이 성장하기 시작하는 균열길이 25mm에서의 음향방출 신호의 시간-주파수 분석결과, 시그마상이 석출됨에 따라 200~300KHz의 주파수뿐만 아니라, 400KHz이상의 고주파수 영역도 나타났다.

참 고 문 헌

- 강태형, 이용덕, 이종수(1998), "이상스테인리스강의 합금성분 변화에 따른 피로균열전파거동", Vol.36, No.7, pp.1038-1045.
- 이건찬, 오정환, 남기우, 이주석(1999), "열화된 SUS316강의 시간-주파수 해석에 의한 비파괴평가", 비파괴검사학회지, 19-4, 270-276.
- 이상기, 도재윤, 남기우, 강창룡, 안석환(2000), "316L 스테인리스강의 피로균열 진전거동과 음향방출신호의 주파수특성", 한국동력기계공학회의, Vol.4, No.2, pp.52-57.
- 주동원, 강창룡, 성장현(1996), "조직제한 2상 스테인리스강의 저온인장거동에 미치는 합금원소의 영향", 대한금속학회지, Vol.34, No.10, pp.1312-1320.
- B.Boashash(1988), "Note on the Use of the Wigner Distribution for Time-Frequency Signal Analysis", IEEE Trans. Acoustics, Speech, Signal Processing, 36-9, 1518~1521.
- Charles J.(1991), "Super duplex stainless steels : structure and properties", Proc. of Duplex stainless steels '91, Les editions de physique, France, Vol. 1, pp. 151-168.

- Charles J., Dr-ring(1994), "Structure and mechanical properties of duplex stainless steels", Fourth International Conference, Duplex Stainless Steels, Vol.1, Scotland, Paper K I.
- Guo, D., Mal, A. and Ono, K.(1996), "Wave Theory of Acoustic Emission in Composite Laminate" J. of Acoustic Emission, 14, s19-s46.
- Ki-Woo Nam, Kun-Chan Lee, Jeong -Hwan Oh(1999), "Application of Joint Time Frequency Analysis Methods of Nondestructive Evaluation", AMD-Vol.234/ NDE-Vol.17, The 1999 ASME International Mechanical Engineerin Congress & Expositon, November 14-19, Nashville, Tennessee, 67-74
- K.Nam, R.Wei, A.Mal(1999), "Characteristics of Acoustic Emission Waveforms Generated by Fatigue Crack Extension from Corrosion Sites in Aluminum Alloys", The Third Joint FAA/DoD/NASA Conference on Aging Aircraft, Albuquerque, New Mexico USA Sept.
- Nicholls J. M.(1994), "Corrosion properties of duplex stainless steels", Fourth Interational Conference Duplex Stainless Steels, Scotland, Paper III.
- Shih J.-H., A. K. Mal and M. Vemuri(1998), "Plate Wave Characterization of Stiffness Degradation in Composites during Fatigue", Res. Nondestr. Eval., 10, 147-162.