

수퍼 2상 스테인리스강의 피로균열 진전특성과 음향방출신호의 시간-주파수 해석

이상기* · 도재윤** · 남기우*** · 강창룡***

Fatigue Crack Propagation of Super Duplex Stainless Steel and Time-Frequency Analysis of Acoustic Emission

SangKee Lee, JaeYoon Do, KiWoo Nam and ChangYong Kang

Key Words: Super Duplex Stainless Steel(수퍼이상스테인리스강), Fatigue Crack Growth Rate(피로 균열성장속도), Volume Fraction(체적분율), Dispersed Structure(분산조직), Acoustic Emission(음향방출), Time-Frequency Analysis(시간-주파수 해석).

Abstract

On this study, the fatigue crack propagation of super duplex stainless steel is investigated in conditions of various volume fraction of austenite phase by changing heat treatment temperature. And we analysed acoustic emission signals during the fatigue test by time-frequency analysis methods. As the temperature of heat treatment increased, volume fraction of austenite decreased and coarse grain was obtained. The specimen heat treated at 1200°C had longer fatigue life and slower rate of crack growth. As a result of time-frequency analyze of acoustic emission signals during fatigue test, main frequency was 200~300 kHz having no correlation with heat treatment and crack length, and 500 kHz was obtained by dimple and separate of inclusion.

1. 서론

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 40이상

을 갖기 때문에 내식성과 기계적 성질이 기존의 2상 스테인리스강에 비하여 대단히 우수하다.1,2) 그러나 수퍼 2상 스테인리스강은 고합금이며, 특히 질소의 함량이 높아서 고온가공이나 열처리 후에 질화물과 같은 금속간 화합물이 석출하여 상변태를 일으키기 쉬운 단점이 있다. 그러므로 합금원소를 첨가하여 내식성을 향상시키고, 조직의 안정성을 기대할 수 있는 많은 연구가 수행되고 있다.3~5) 이러한 수퍼 2상 스테인리스강은 염수용 펌프, 화학공장의 용기, 유전의 파이프라인, LNG 탱크 등과 같은 가혹한 부식환경 및 저온에서의 고강도 재료로서 사용이 기대되고 있다.6,7)

음향방출(Acoustic Emission)은 재료내부에서 변형 및 파괴가 일어날 때, 재료의 특성 및 작용응력의 형태에 따라서 변형에너지가 급속하게 방출하여 발생하는 50kHz~1MHz의 높은 주파수의 미세

* 부경대학교 재료공학과 대학원
** 부산기능대학
*** 부경대학교 재료공학부

한 응력파이다. 이것은 변형에 민감하고 동적으로 검출할 수 있다는 장점을 가지고 있어 재료강도의 연구수단 뿐만 아니라 비파괴검사의 측면에서도 새롭고 유력한 수법이 되고 있다. 최근 컴퓨터 및 여러 계측장비의 급속한 발전에 따른 실시간인 음향방출 신호 검출 및 해석이 가능하게 되었으며, 이를 이용한 비파괴 평가법도 급속하게 발전하고 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(8-10), 신호가 가지는 시간 영역과 주파수 영역의 정보를 동시에 표현 할 수 있는 시간-주파수 해석(Time-Frequency Analysis)을 이용한 비파괴평가 연구도 시도되고 있다(11-16).

따라서 본 연구에서는 수퍼 2상 스테인리스강을 사용하여 열처리 온도 및 방법을 달리하여 오스테나이트상의 체적분율을 변화시킨 후, 오스테나이트상의 체적분율에 따른 피로균열 진전특성을 조사하였고, 피로시험시 검출된 음향방출 신호의 시간-주파수 해석을 실시하였다.

2. 실험재료 및 실험방법

수퍼 2상 스테인리스강의 체적분율을 변화시키기 위한 열처리는 먼저 1350℃에서 30분간 가열 후 수냉하여 페라이트 단상조직을 얻는다. 그리고 페라이트와 오스테나이트가 공존하는 1050℃, 1200℃, 1300℃의 2상 영역 온도구간에서 15분간 유지 후 급랭시킴으로서 페라이트 기지에 오스테나이트가 분산된 조직을 얻었다. 열처리 공정의 개략도를 Fig.1에 나타낸다. 그리고 오스테나이트의 체적분율 변화에 따른 피로균열 진전특성과 음향방출 신호를 검출하기 위한 수퍼 2상 스테인리스강의 시험편 형상과 치수는 Fig.2에 나타낸다. 본 실험에 사용된 수퍼 2상 스테인리스강의 화학조성은 Table 1에 나타낸다.

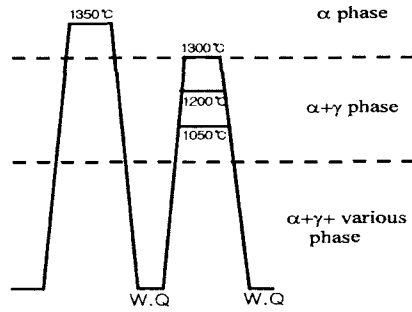


Fig.1 Schematic sketch of heat treatment cycle

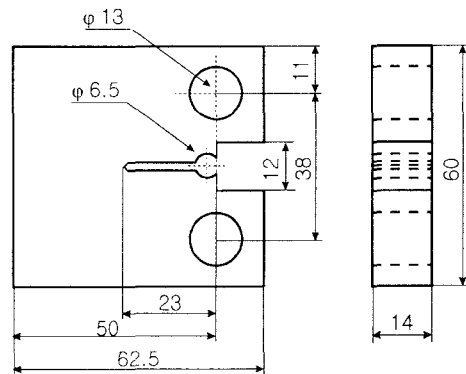


Fig.2 Dimensions of specimen (in mm)

피로시험은 용량 10톤의 만능피로시험기를 사용하여 실온 대기중에서 하중제어로 실시하였다. 실험은 정현파를 사용하여, 하중반복수 5Hz, 응력비 R=0.1, P=1300kgf의 일정하중으로 실시하였다. 피로파면의 관찰은 SEM을 이용하였고, 열처리 온도에 따른 2상의 체적분율은 영상분석장치와 점분석법을 이용하여 측정하였다. 피로시험 중에 발생하는 음향방출 신호의 검출 개략도를 Fig.3에 나타낸다. 음향방출 신호의 검출은 1MHz 광대역센서를 이용하여, PAC사의 1200A model을 사용하였다. 검출되는 신호는 pre-amp에서 40dB로 증폭한 후 main-amp에서 20dB로 증폭하였다. 시험편에서 발

Table 1 Chemical compositions (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.

생하는 신호를 민감하게 측정하기 위해서 시험편과 센서사이에 접촉매질을 얇게 바른 후 테이프로 압박하였고, 전기적 노이즈를 제거하기 위해 아날로그 필터링 처리를 하였다. 검출된 음향방출신호는 GAGE사의 CS2125 고속 A/D 변환기를 이용하여 디지털화 시킨 후, 시간-주파수해석을 수행할 수 있는 프로그램으로 실시간적으로 분석하고 데이터를 저장하였다.

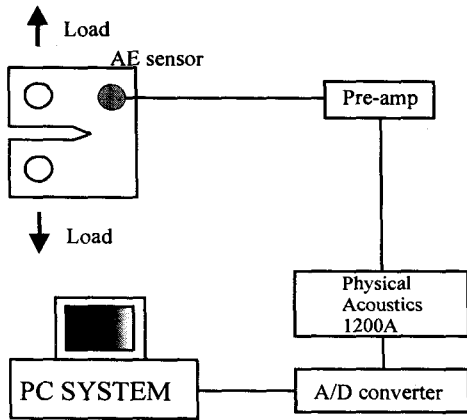


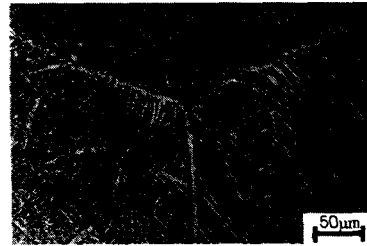
Fig.3 Schematic diagram of AE measurement during fatigue crack propagation

3. 실험결과 및 고찰

Fig.1과 같이 1350℃에서 30분간 열처리 후 수냉하여 페라이트 단상조직을 얻은 다음, 각각 1050℃, 1200℃ 및 1300℃에서 15분간 열처리 한 후 수냉시킨 분산조직의 미세조직을 Fig.4에 나타낸다. 이 그림에서 페라이트상의 입내 및 입계에 오스테나이트상이 분산되어 있으며, 2상영역의 열처리 온도가 높을수록 오스테나이트상은 적어지고 조직이 조대하여지는 것을 알 수 있다. 이 그림에서 얻어진 오스테나이트의 체적분율을 Table 2에 나타낸다. 열처리 온도가 증가함에 따라 오스테나이트상의 체적분율은 감소하고, 페라이트상의 체적분율이 증가하고 있음을 알 수 있다. 이것은 페라이트 단상조직을 2상영역에서 열처리함으로써, 오스테나이트상이 핵생성 및 성장하기 때문에 결정립이 조대하고, 결정립 미세화와 전위밀도 증가 등과 같은 내부결함도 적어 변태속도가 느리다고 생각된다.



(a) 1050℃



(b) 1200℃



(c) 1300℃

Fig.4 Micrographs of specimens (Ferrite : Black, Austenite : White)

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

	Austenite	Ferrite
1050℃	48.88	51.12
1200℃	31.83	68.17
1300℃	15.07	84.93

수퍼 2상 스테인리스강에서 열처리 온도에 따른 피로균열 성장거동(a-N선도)을 조사하여 Fig.5에 나타내었다. 1200℃에서 열처리한 시험편의 피로수명이 가장 우수하게 나타나고 있으며, 1300℃에서 열처리한 시험편이 1200℃에서 열처리한 시험편보다 단수명이다. 이것은 분산조직에서는 오스테나이트 체적분율이 최소 20%이상의 되어야 수퍼 2상 스테인리스강의 강도와 연신율을 유지할 수 있기 때문이다.^{17~18)}

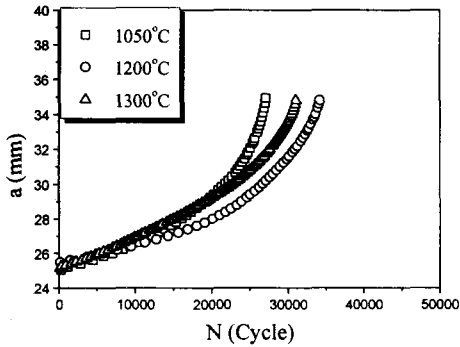


Fig.5 a-N curves for dispersed structure

수퍼 2상 스테인리스강의 피로 균열 진전 속도 da/dN 과 응력확대계수 변동폭 ΔK 와의 관계를 Fig.6에 나타낸다. 2상영역 열처리 온도 1200℃ 시험편이 1050℃ 시험편보다 균열진전속도가 느린 것을 알 수 있다. 그리고 1300℃ 시험편은 초기에는 균열진전속도가 빠른 현상을 보이지만, 그 이후는 1200℃ 시험편과 비슷한 균열진전 속도를 나타내고 있다.

각 시험편의 파단면에서 균열길이 25mm, 35mm 부근의 전자현미경 사진을 Fig.7에 나타낸다. 사진에서 알 수 있듯이 각 시험편의 균열길이에서 오스테나이트상의 체적분율, 즉 열처리 온도에 관계 없이 스트라이에이션을 관찰할 수 있다. 더우기 균열길이 35mm에서는 스트라이에이션 이외에 개재물의 분리, 덩플 및 파면분리 등이 관찰되었다.

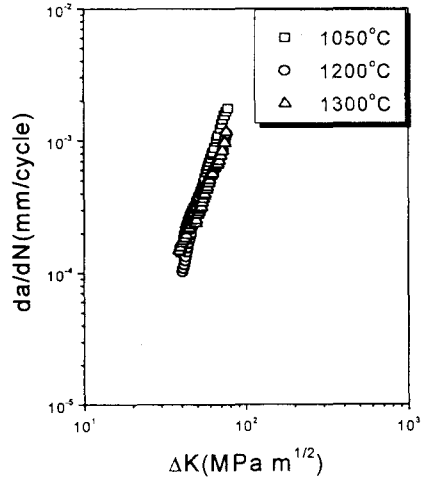
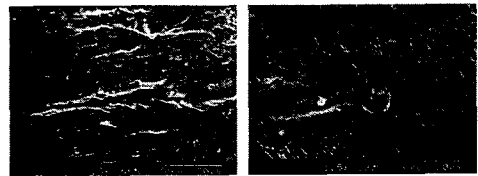
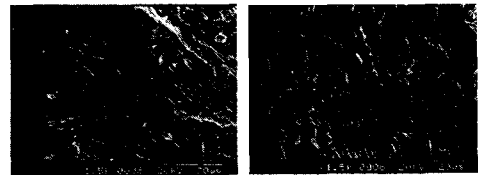


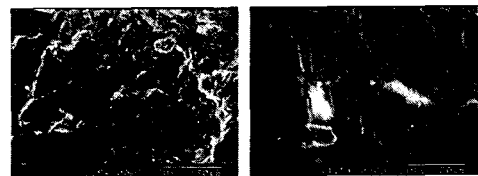
Fig.6 Fatigue crack growth rate versus stress intensity factor range for dispersed structure



1050℃



1200℃



1300℃

(a) 25mm

(b) 35mm

Fig.7 Fracture surfaces

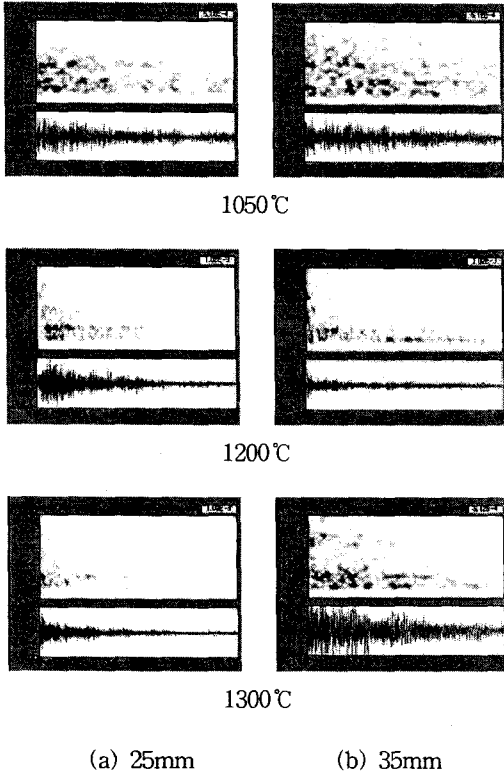


Fig. 8 Time-frequency analysis of AE signals obtained at each crack length

피로균열진전시에 발생하는 음향방출 신호를 검출하여 분석함으로써, 재료의 상태를 파악할 수 있으리라 생각된다. Fig.8은 각 시험편에서 피로균열이 성장하기 시작하는 25mm와 균열성장 속도가 빠른 35mm에서의 음향방출 신호를 검출하여 시간-주파수 분석한 대표적인 결과를 나타낸 것이다. 음향방출 실험에 있어서 노이즈 등에 의한 잡음의 처리 문제가 가장 중요하다. 본 실험에 있어서 균열진전이 없는 상태에서 신호를 검출하여 시간-주파수 분석하였다. 그 결과 이 상태에서는 200KHz 이하의 주파수 영역이 분류되었다. 따라서 음향방출 신호를 처리하는데 있어서 200KHz이하의 주파수 영역은 기계적 잡음 등의 노이즈에 의한 것으로 분류하였다. 그리고 25mm와 35mm에서 얻어진 음향방출 신호를 주파수 분석한 결과, 열처리온도나 균열길이에 관계없이 200~300 KHz 사이에서 주요주파수 신호를 얻을 수 있었다.

이 주파수 영역은 전 실험동안에 검출되고 있으므로 피로균열 진전에 의한 음향방출 신호로 판단된다. 그리고 균열길이 25mm의 신호에서 1050°C 시험편은 450KHz영역에서도 뛰어난 주파수를 얻을 수 있었으나, 열처리온도가 높아질수록 450KHz대의 주파수 영역이 약하게 되는 것을 알 수 있다. 이것은 Fig.4에서도 알 수 있듯이 결정립의 미세화에 기인된 것으로 판단된다. 한편 균열길이 35mm 근방에서는 25mm에서 보다도 미세하나마 500KHz 이상의 고주파영역이 나타났음을 알 수 있다. 이것은 균열진전이 빨라짐에 따라서 스트라이에이션 이외에 Fig.7에서 알 수 있듯이 덩플, 벽개파괴 또는 개재물의 분리 등의 파괴기구가 상당수 포함되기 때문이라고 판단된다.

4. 결론

열처리 온도 및 방법을 달리하여 오스테나이트상의 체적분율에 따른 피로균열 진전특성을 조사하였고, 피로시험시 검출된 음향방출 신호의 시간-주파수 해석을 통하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

- (1) 2상영역 열처리온도가 높아질수록 오스테나이트상의 체적분율은 낮아지며, 조직은 조대하였다. 그리고 피로수명은 1200°C 시험편이 장수명을 나타내며, 균열진전속도가 늦게 나타났다.
- (2) 피로시험시 발생하는 음향방출신호의 시간-주파수 분석결과는 열처리온도나 균열길이에 관계없이 200~300KHz 영역의 주요주파수를 얻을 수 있었고, 덩플 및 개재물 분리로 인하여 500KHz이상의 고영역의 주파수를 얻었다.

참고문헌

- 1) J. Charles, Dr-ring, Fourth International Conference, Duplex Stainless Steels, Vol.1, Scotland, 1994, Paper K I.
- 2) J. M. Nicholls, Fourth International Conference Duplex Stainless Steels, Scotland, 1, 1994, Paper III.

- 3) V. J. Gadgil and E.G. Kein, Fourth International Conference, Duplex Stainless Steels, Scotland, 5, 1994
- 4) R.F Atkinson and R.W. King, Duplex stainless Steel, R. A. Lula (Ed.) ASM, Metals Park, Ohio, 399, 1983.
- 5) 小川武史, 戸梶恵郎, 加藤容三 "二相ステンレス鋼における大き裂と微小き裂の疲労き裂進展特性", 日本機械學會論文集, 56-524, 752~758, 1990
- 6) J. O. Nilson, Mater. Sci. Tech, 8, 685, 1992
- 7) A. Wensley and C. Reid, Stainless Steel Europe, April, 2, 1992.
- 8) Guo, D., Mal, A. and Ono, K., "Wave Theory of Acoustic Emission in Composite Laminate" J. of Acoustic Emission, 14, s19-s46, 1996
- 9) J.-H. Shih, A. K. Mal and M. Vemuri, "Plate Wave Characterization of Stiffness Degradation in Composites during Fatigue ", Res. Nondestr. Eval., 10, 147-162, 1998
- 10) K.Nam, R.Wei, A.Mal, "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., 1999
- 11) B.Boashash, "Note on the Use of the Wigner Distribution for Time-Frequency Signal Analysis", IEEE Trans. Acoustics, Speech, SignalProcessing, 36-9, 1518~1521, 1988.
- 12) 新妻弘明外 2, "周波數解析にもとづくAE發生パターンの分類と微示破壊過程", 日本非破壊検査學會, 30-11, 903~910, 1980.
- 13) 岸輝雄外 2, "動的舉動解明への適用", 日本非破壊検査學會, 30-11, 911~917, 1980.
- 14) Qing-Qing Ni, Euchu Jinen, "Fracture Behavior and Acoustic Emission in Bending Test on Single Fiber Composites", Engineering Fracture Mechanics, 56-6, 779~796, 1997.
- 15) 이건찬, 오정환, 남기우, 이주석 "열화된 SUS 316강의 시간-주파수 해석에 의한 비파괴평가", 비파괴검사학회지, 19-4, 270-276, 1999
- 16) Ki-Woo Nam, Kun-Chan Lee, Jeong- Hwan Oh "Application of Joint Time- Frequency Analysis Methods of Nondestructive Evaluation", AMD-Vol.234 / NDE- Vol.17, The 1999 ASME International Mechanical Engineering Congress and Exposition, November 14-19, 1999, Nashville, Tennessee, 67-74
- 17) 강창룡외5, 1998, "25Cr-7Ni-3Mo 2상스테인리스강의 미세조직과 기계적성질", 열처리학회지, 11-3, 192, 1998.
- 18) Charles J. "Super duplex stainless steels:structure and properties", Proc. of Duplex stainless steels '91, Les editians de physique, France, 1, 151, 1991.