초음파현미경을 이용한 Co 기 초내열 합금 열화재의 비파괴평가

김정석†, **송진헌***, **권숙인***, **임재생****, **박익근*****

Nondestructive Evaluation for Thermally Degraded Co-base Superalloy by Scanning Acoustic Microscope

Chung Seok Kim†, Jin Hun Song*, Sook In Kwun*, Jea Seang Lim** and Ik Keun Park***

Key Words : Nondestructive Evaluation(비파괴평가), Ultrasonic Wave(초음파), Scanning Acoustic Microscope(초음파 현미경), Leaky Surface Acoustic Wave(누설탄성표면파), Longitudinal Wave Velocity(종파음속), Attenuation Coefficient(감쇠계수)

Abstract

This research investigates the feasibility of ultrasonic microscope for nondestructive assessment of thermal degradation in artificially aged commercial Co-base superalloy, FSX414. This alloy has been used for high temperature structure applications such as stationary gas turbine blade and nozzle chamber in fossil plant. Microstructural change was found that the fine carbides became coarser and spheroidized in matrix as aging time increased. The leaky surface acoustic wave velocity gradually decreases by a maximum of 4.7% with increasing aging time up to 4,000hours. However, the longitudinal wave velocity has a little change. Also, it has a good correlation between leaky surface acoustic wave velocity and Vickers hardness. Consequently, LSAW can be used to examine the degree of degradation in thermally aged Co-base superalloy.

1. 서 론

재료의 표면 미세조직변화에 대한 기존의 금속학적인 평가법들은 표면의 국소부위에 한정됨으로써 재료 내부에 대한 평가법으로는 부적절하다. 그러나, 정밀한 모터 제어기술, 신호처리기술 그리고 압전소자 기술의 발달로 미소 변화 계측의 재현성과 고 분해능 향상은 재료의 표면뿐만 아니라 내부의 이미지 평가를 가능케 하였다. 또한, 재료의 탄성적 성질에 민감한 초음파특성을 이용하므로 미소부위에서 누설탄성표면파(LSAW)의 음속측정이 가능한 초음파현미경(SAM)에 대한 연구[1,2]가 최근 들어 활발히 진행되고 있다. 아직도 초음파현미경은 많은 한계를 가지고 있지만 앞으로 주변 산업의 발전과 함께 재료 특성평가에 있어 더욱더 유용한 평가법으로 주목 받고 있다.

가스터빈 부품중 1 단 정익 블레이드는 약 800 ~ 900 ℃ 범위의 고온에서 무부하 상태로 장시간 노출되기 때문에 주로 Co 기 초내열합금강이 사용되고 있다. 그러나, 가스터빈은 잦은 기동 및 정지에 의한 열피로 균열이 발생하고 있으며 또한, 고온에서 장시간 노출됨으로써 탄화물 조대화 및 표면층 고용강화 원소의 고갈 등의 재질열화 현상이 발생된다. 열화도 평가방법과 시스템이 적절히 행해지면 가스터빈의 수명이 연장될 수 있으며 발전설비의 신뢰도 향상에 기여 할 수 있기 때문에 그 중요성이 크다고 할 수 있다.

† 고려대학교 공학기술연구소
E-mail : chs2865@korea.ac.kr
TEL : (02)924-6844 FAX : (02)928-3584
* 고려대학교 재료공학부
** 대한검사기술㈜
*** 서울산업대학교 기계공학과

실제적으로 가동중인 구조물에 손상을 입히지 않고 열화도 평가를 위한 시험편을 채취한다는 것은 사실상 많은 어려움이 있기 때문에 손상정도를 in-situ 모니터링 할 수 있는 비파괴평가 기법의 확립이 필요하다.

따라서, 본 연구에서는 V(z)곡선법을 이용한 재료 열화평가법의 유용성 유무를 확인하고자 하였다. 이를 위해 먼저 인공 열화된 코발트기 초내열 합금강에 대해 열화에 따른 미세조직의 변화와 기계적 특성을 규명하고 종파초음파의 음속 및 감쇠계수의 변화를 측정하였다. 또한, 초음파현미경의 V(z)곡선법을 이용하여 누설탄성표면파의 음속과 진폭의 변화를 계측하므로써 열화에 따른 미세조직의 변화와 기계적성질 그리고 비파괴평가 파라메터와의 상관관계를 확인하였다.

2. 초음파 현미경

2.1 초음파 간섭

탐촉자의 렌즈를 구형으로 하여 초음파빔을 집속시켜 시험편에 조사하면 시험편의 표면과 내부의 재료특성에 따라서 반사파와 투과파가 발생한다. 이 파들의 변화를 계측하여 화상으로 나타내는 것이 초음파현미경이다. Fig. 1 은 압전소자의 구성 요소와 초음파의 간섭을 보여주는 개략도이다. 탐촉자의 구성요소는 압전현상이 일어나는 압전소자(ZnO), 초음파빔을 집속시켜줄 수 있는 렌즈(Lens) 그리고 압전소자에서 생성된 초음파가 렌즈까지 도달하여 재료에 집속될 때 렌즈와의 구면수차를 작게 만들기 위한 사파이어매질(Sapphire rod)로 구성되어 있다.

2.2 V(z) 곡선을 이용한 표면파 음속측정

초음파현미경의 V(z)곡선법을 이용하면, 재료의 미소부위에서 누설탄성표면파의 음속을 정밀하게 측정하므로서 음속에 의한 재료의 특성을 평가할 수 있는 장점을 가지고 있다. Fig. 1 은 누설탄성표면파의 발생과 전파 그리고 경로차에 의한 간섭파를 도식적으로 나타낸 것이다.

시험편에서 직접 반사되는 경로 1 과 렌즈에서 시험편 표면에 대해 제 2 임계각으로 입사해 누설탄성표면파가 시험편의 표면을 따라 전파하여 대칭적인 경로를 따르고 수신되는 경로 2 와의 간섭(interference)에 의해 V(z)곡선은 다음 식 (1)과 같이 표현된다.

$$V(z) = V_{\#1}(z) + V_{\#2}(z) \qquad (1)$$

이렇게 얻어진 V(z)곡선을 이용한 누설탄성표면파의 음속은 다음 식 (2)에 의해 나타낼 수 있다.

$$V_{LSAW} = \frac{V_W}{\sqrt{1-(1-\frac{V_W}{2f\Delta z})^2}} \qquad (2)$$

여기서, f 는 사용주파수, Δz 는 V(z)곡선의 한파장의 거리, V_W 는 중간매질로 사용한 물의 음속이다.

3. 실험장치 및 방법

3.1 시험편 제작

코발트기 초내열 합금강인 FSX414 는 GE 사에서 제조된 주조재를 정익블레이드 장착열처리 조건에 따라 대기중에서 용체화처리 후 석출 열처리를 행한 것을 공급 받아 사용하였다. 화학적 조성은 Table 1 과 같으며, 인위적으로 고온에서 열화된 미세조직의 변화를 모사하기 위해 1,100□에서 최대 4,000 시간까지 가속열처리를 실시하였고, 그 조건은 Table 2 에 나타내었다.

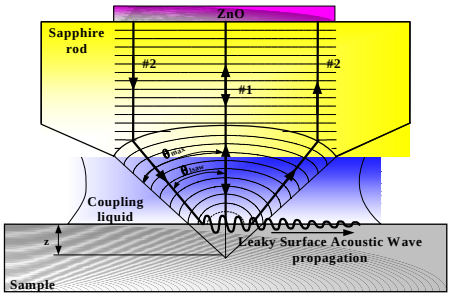


Fig. 1 Interference of acoustic waves

Table 1 Chemical composition of the FSX414

	Co	Cr	Ni	W	C	B	Si	Mn
Wt. %	Bal.	29.5	10.5	7.0	0.25	0.01	0.9	0.6

Table 2 Artificial aging heat treatment conditions

	Time(hr)				
1100°C	500	1000	2000	3000	4000

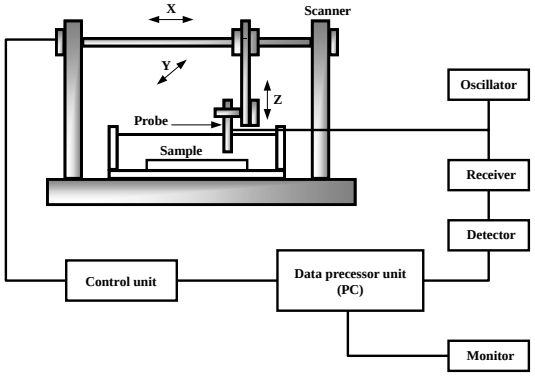


Fig. 2 Schematic diagram of scanning acoustic microscope system

3.2 실험장치

본 연구에 사용한 초음파현미경 계측시스템의 개략도를 Fig. 2 에 나타내었다.

초음파현미경은 HITACHI 사에서 제작한 HSAM 220 을 사용하였으며, 버스트파의 주파수범위는 10 ~ 200MHz 이고, 탐상범위는 최소 0.3×0.2mm 에서 340×340mm 까지 가능하다.

10MHz 종파 시험은 펄서/리시버로 고출력 초음파 발생기(Ritec, RAM1000)를 이용하였으며 펄스에코법을 사용하였다. 아날로그/디지털 변환(A/D convert) 및 데이터 수집을 위해 디지털스토리지오실로스코프(Lecroy, 9374M)를 사용하였으며 오실로스코프의 샘플링 주파수는 1GHz 이었고, 시간영역의 분해능은 1nsec 이다. 또한, 잡음 신호를 제거하기 위해 1,000 회의 시간 평균을 낸 신호를 최종적으로 얻었다. 사용한 탐촉자는 중심주파수가 10MHz 인 panametrics 사의 광대역형 종파 탐촉자를 사용하였으며 사용된 탐촉자의 지름은 0.25 인치이다.

3.3 실험방법

누설탄성표면파의 음속 측정에는 다중으로 반사된 신호를 통한 V(z)곡선법을 사용하였다. 이때 표면에서의 에코를 최대 음압으로 표면에 포커싱하는 일반적인 V(z)곡선과는 다르게 표면에 두 번 반사된 에코를 최대 음압으로 포커싱하도록 한다. 이렇게 하여 누설탄성표면파의 음속은 다음 식 (3)에 의해 구하게 된다[2,3].

$$V_{LSAW} = \frac{V_W}{\sqrt{1-(1-\frac{V_W}{4\,f\Delta z'})^2}} \tag{3}$$

여기서, $\Delta z'$ 은 두 번 반사된 에코의 경로 1 과 경로 2 의 간섭에 의한 위상지연(phase lags)이며, $\Delta z = 2\Delta z'$ 이 된다. 그리고 얻어진 V(z)곡선을 FFT 처리하여 열화시간에 따른 음압 변화를 측정하였다.

종파의 음속 및 감쇠측정은 오실로스코프로 얻은 시간 평균 신호를 이용하여 초음파의 감쇠계수는 직접 접촉시 발생되는 표면 거칠기에 의한 음향임피던스와 근거리 음장효과를 고려하여 두 번째 반사파와 세 번째 반사파를 FFT 하여 주파수 영역에서 측정하였다. 주파수 영역에서 감쇠계수를 구하기 위해 먼저 시간영역에서 시험편의 내부를 한번 왕복한 펄스 에코(B1)와 두 번 왕복한 펄스 에코(B2)에 게이트(gate)를 설정한 후 각각의 펄스 에코를 퓨리에(Fourier) 변환하여 주파수 스펙트럼을 얻었다. 그리고 초음파의 전파시에 빔퍼짐(beam spreading)에 의한 빔세기의 감소(diffraction loss)는 Lommel 회절보정계수를 사용하여 보정해 주었다.

시간영역에서의 감쇠계수는 첫 번째, 두 번째, 세 번째, 네 번째 저면 반사 에코의 양(+)의 방향 진폭과 음(-)의 방향 진폭의 최대점을 찾아 식 (1)에 따라 계산한 후 이들의 평균값을 취하였다.

또한, 초음파 전파 속도는 시간 영역에서 펄스에코법을 이용하여 구하였다. 시편의 두께는 디지털 마이크로미터를 사용하여 1 ㎛까지 측정하였다. 측정된 전파 시간과 시편의 두께를 이용해 아래 식에 따라 초음파 종파속도를 다음 식 (4)로부터 계산하였다.

$$V_L = (\frac{2T}{\Delta t}) \tag{4}$$

여기서, V_L 은 초음파의 전파속도, Δt 는 초음파의 전파시간차이다.

4. 실험결과 및 고찰

4.1 미세조직과 기계적 특성

Fig. 3 은 FSX414 합금강을 열화시간에 따른 탄화

물의 모양을 주사전자현미경을 이용해 관찰한 사진이다. 열화시간이 증가함에 따라 탄화물의 크기가 증가하는 것을 볼 수 있다. Co 기 합금의 경우 MC, M_7C_3, $M_{23}C_6$ 의 탄화물을 형성한다[4]. 여기서 M 은 Cr 과 W 이다. as-cast 상태에서는 MC, M_7C_3 의 탄화물을 주로 형성하고 있으나 aging 이나 열화가 진행됨에 따라 $M_{23}C_6$ 로 변한다[5]. Fig. 3 의 (a)에서 보는 바와 같이 용체화 처리와 시효처리를 실시했을 경우에는 공정 탄화물 주위에 많은 양의 미세한 탄화물이 존재하고 있다. 그러나 열화가 진행됨에 따라 (b) ~ (e)의 결과에서 처럼미세한 탄화물은 사라지는 경향을 보이고 있다. 조대한 공정 탄화물은 열화가 진행됨에 따라 더욱 조대화 되고 있음을 확인 할 수 있다. 이러한 탄화물의 조대화는 미세한 탄화물이 열화가 진행됨에 따라 일부는 기지 내부로 dissolution 이 일어나지만 일부는 조대한 탄화물과 coarsening 에 의해 조대화 되는 것으로 보인다. 특히, 2,000 시간 열화된 시험편에서 공정 탄화물 주위에 미세한 탄화물이 모두 사라지고 조대화됨을 알 수 있다.

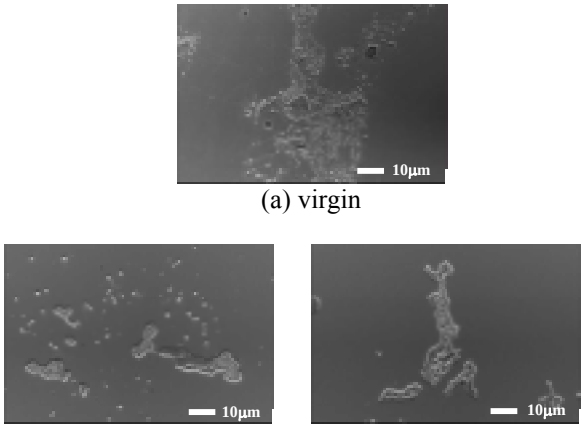
Fig. 4 는 열화시간에 따른 미소경도값의 변화를 나타내었다. 2,000 시간 열화재의 경우 경도가 최소가 되었지만 열화시간에 대해 전체적으로 감소하고 있음을 알 수 있다. 고용원소에 의한 고용강화와 미세한 탄화물의 생성에 의한 석출강화 효과를 나타내는 코발트기 초내열 합금이 열화시간이 증가함에 따라서 미세한 탄화물은 기지내 재용해되거나 탄화물의 조대화로 기지의 연화와 경도의 감소를 나타낸 것으로 사료된다.

4.2 V(z) 곡선을 이용한 열화도 평가

Fig. 5 는 초기상태와 4,000 시간 인공 열화재에서 얻은 V(z)곡선 결과를 나타내고 있다.

초기상태와 4,000 시간 열화재에서의 V(z)곡선 한 파장은 각각 14.75 ㎛와 13.30 ㎛ 였다. 그러므로 열화시간이 증가함에 따라 음속이 감소함을 알 수 있다. 그리고 수식 (2)에 의해 계산된 누설탄성표면파의 음속 변화와 진폭 변화를 열화시간에 대해 Fig. 6 에 나타내었다. 열화시간이 증가함에 따라 누설탄성표면파의 음속은 감소하였고, 열화시간이 증가함에 따라 음압 또한 감소하는 것을 볼 수 있다.

Fig. 7 은 초음파 종파 실험에 의한 음속의 변화와 감쇠계수의 변화를 열화시간에 대해 나타낸 것이다. 열화시간이 증가함에 따라서 열화초기에 감쇠계수의 증가와 음속의 감소이후 음속과 감쇠계수는 거의 변화가 없는 것으로 나타났다. 금속재료 내를 전파하는 초음파 감쇠의 가장 주요한 원인은 산란으로 알려져 있으며[6,7] 산란은 전파하고 있는 초음파가 음향저항이 다른 단위체를 만날 때 일어나게 된다. 산란양(scattering power)은산란체의 음향이방성 정도, 양, 크기, 개수, 분포, 사용주파수 등에 따라 결정된다[6,7]. 감쇠계수는 산란체의 개수, 주파수와 산란체 크기에 비례하며 산란체의 크기가 산란양을 지배하는 가장 중요한 인자가 된다. 따라서 열화 시간의 증가에 따른 탄화물의 조대화는 산란체의 크기가 증가되는 효과를 나타내어 산란양을 증가시키고 이러한 현상으로 인해 누설탄성표면파의 진폭감소와 종파의 감쇠계수가 증가되는 것으로 생각된다. Fig. 8 은 열화시간에 대해 노말라이징한 누설탄성 표면파와 종파 음속의 변화를 나타낸 것이다. 두 초음파 모두가 열화시간이 증가함에 따라서 음속은 감소를 한다.



(a) virgin

(b) 2000 hr. (c) 4000 hr.

Fig. 3 FESEM micrographs of matrix of the FSX414 alloy thermally degraded at 1,100°C

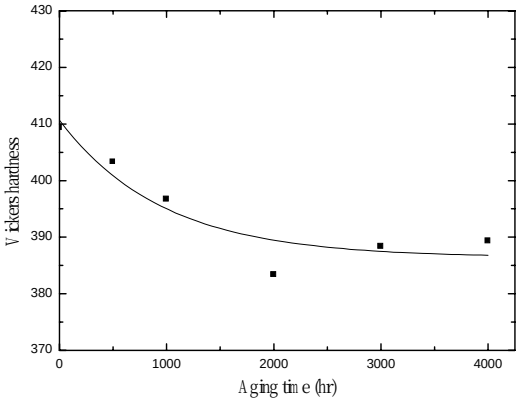


Fig. 4 Vickers hardness with aging time in the thermally degraded FSX-414 alloy

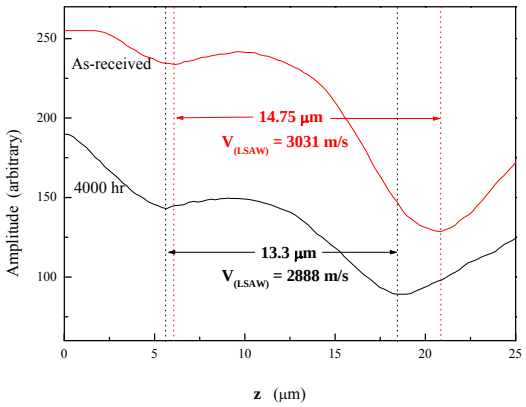


Fig. 5 V(z) curve of FSX-414 alloy at virgin and 4,000hours aging

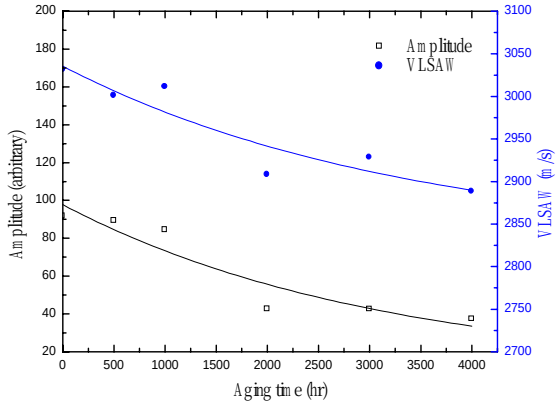


Fig. 6 Change of amplitude and VLSAW with aging time increase

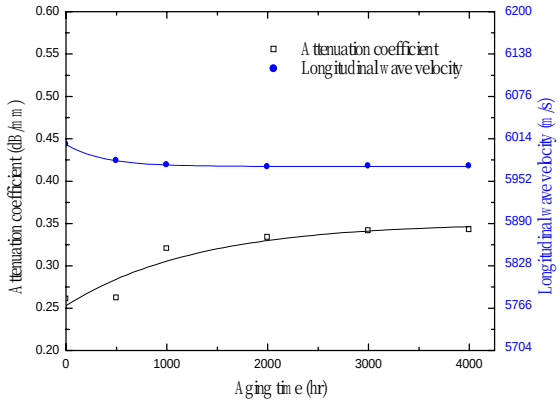


Fig. 7 Change of attenuation coefficient and longitudinal wave velocity with aging time increase

하지만, 열화시간에 대해 미소한 변화를 보이는 종파와는 다르게 누설 탄성표면파는 급격한 음속의 변화를 보였다.

초음파의 음속 변화에 대해 기존의 연구로 Bergner 등[8]은 어닐링열처리시 음속의 증가를 composite sphere model 에 따라서 기지와 탄성적 특성이 다른 석출물과 같은 제 2 상의 영향 때문이라고 보고하였다. Fouquet 등[9]은 석출물의 영향에 대해 기지, 기지/석출물 경계 그리고 석출물의 복합적인 효과를 제안하였다. 즉, 부정합 석출물은 정합손실을 야기하며 기지/석출물의 경계에서 modulus 를 감소시키므로 음속은 감소하고 정합석출물의 경우 음속은 증가한다. 또한, 이러한 석출물의 dissolution 과 coarsening 으로 초음파의 음속이 감소한다고 보고하였다. Kumar 등[10]은 9Cr-1Mo 강의 등온 열화재에서 미세한 M_2C 탄화물수의 급격한 감소와 $M_{23}C_6$ 석출물의 조대화로 인해 음속이 감소한다고 보고한바 있다.

코발트기 초내열 합금의 등온 열화에서 나타나는 주된 미세조직적 변화는 미세한 석출물의 소멸과 공정탄화물의 조대화 현상이다. 그러므로 초음파 음속의 감소는 미세 탄화물의 dissolution 과 coarsening 에 의한 것으로 사료된다. 특히, 이러한 미세한 열화재의 열화정도를 평가하는데는 주파수의 영향 즉, 파장의 영향을 크게 받게 된다. 따라서, 10 MHz 종파초음파의 파장(600 μm)보다는 200 MHz 고주파수의 누설탄성표면파 파장(15 μm)을 이용한 산란양의 증폭이 필요하다. Fig. 9 는 미소경도와 누설탄성표면파 음속과의 상관관계를 각각 나타내었다. 회귀분석에 의한 결과 표면파의 음속은 미소경도와 양호한 선형의 상관성을 나타내었으며 이들의 관계식을 그림에 나타내었다.

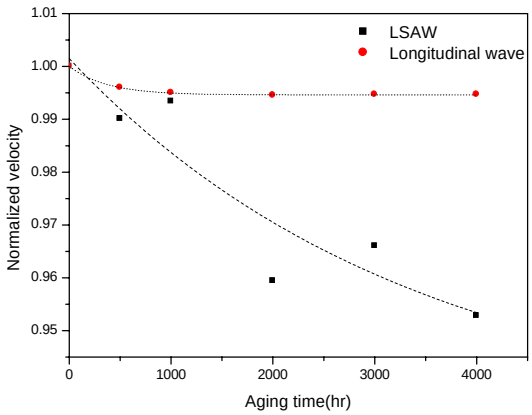


Fig. 8 Change of normalized LSAW and longitudinal wave velocity with aging time.

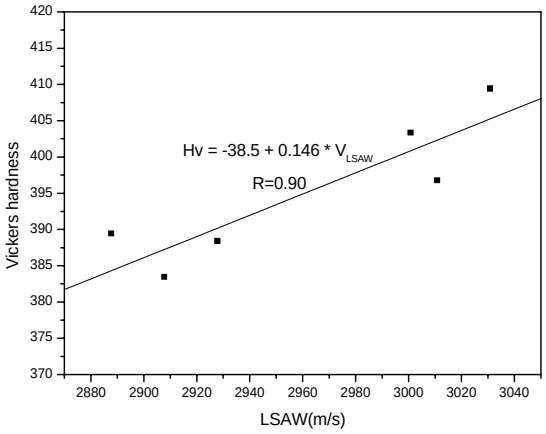


Fig. 9 Correlation between Vickers hardness and leaky surface acoustic wave velocity

5. 결론

V(z)곡선법을 이용한 코발트기 초내열합금강의 열화도 평가 유용성 유무를 확인하고자한 본 연구에서는 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 열화 시간이 증가함에 따라 미세한 carbide 는 사라지는 반면 공정 carbide 은 조대화 되었다. 또한, 미소경도는 열화시간이 증가하면서 점차 감소를 하였다. 특히 열화의 초기 급격한 감소를 보였으며 이는 고용강화 및 석출강화 합금에서 미소한 carbide 가 사라지고 공정탄화물의 조대화에 기인한 것이다.

2. 10 MHz 의 종파 음속과 200 MHz LSAW 의 음속은 모두 열화시간에 따라서 감소를 하였다. 또한, 두 모드의 초음파 감쇠는 열화시간에 대해 증가를 하였다. 특히, 저주파수 종파의 음속 변화는 거의 없었지만 고주파수 누설탄성표면파의 음속변화는 열화시간에 따라서 최대 4.7 %의 변화를 나타내었다.

3. 열화에 따른 경도의 변화와 누설탄성표면파의 음속과 진폭에는 회귀분석 결과 양호한 상관관계가 있음을 확인하였다.

이상의 결과로 인공열화된 코발트기 초내열합금의 열화도 평가를 위해 초음파 현미경의 V(z)곡선법을 적용한 비파괴평가법의 유용성을 확인할 수 있었다.

후 기

본 연구는 한국과학재단 목적기초연구(R01- 2002-000-00018-0) 지원으로 수행되었음

참고문헌

(1) T. Kobayashi, J. Kushibiki and Chubachi, 1992, "Improvement of measurement accuracy of line-focus-beam acoustic microscope system", IEEE Ultrasonics symposium, pp. 739 742.

(2) P. A. Reinholdtsen and B. T. Khuri-Yakub, 1991, "Image Processing for a Scanning Acoustic Microscope That Measures Amplitude and Phase", IEEE transactions on ultrasonics, ferroelectrics and frequency control, Vol. 38, No. 2, pp. 141 147.

(3) M. Duquennoy, M. Ourak, W. J. Xu, B. Nongaillard and M. Ouaftouh, 1995, "Observation of V(z) curves with multiple echoes", NDT & E International, Vol. 28, No. 3, pp. 147 153.

(4) D. Coutsouradis, A. Davin and M. Lamberigts, 1987, "Cobalt-based Superalloys for Applications in Gas Turbines", Mat. Sci. and Eng., Vol. 88, pp. 11 19.

(5) W. H. Jiang, H. R. Guan and Z. Q. Hu, 1999, "Effects of heat treatment on microstructures and mechanical properties of a directionally solidified cobalt-base superalloy", Mat. Sci. and Eng., Vol. 271, pp. 101 108.

(6) G. Johnson and R. Truell, 1965, "Numerical computation of Elastic Scattering Cross Sections", J. Appl. Phys., Vol. 36, 3466 3475.

(7) R. H. Latiff and N. F. Fiore, 1974, "Ultrasonic attenuation in spherodized steel", J. Appl. Phys., Vol. 45, pp. 5182 5186.

(8) F. Bergner, B. Kohler and K. Popp, 1993, "The Role of Microstruture in the Propagation of Ultrasound in Bainitic Low-Alloy Steels", Int. J. Pres. Ves. & Piping, Vol. 55, 251 260.

(9) F. Fouquet, P. Merle, M. Kohen, 1983, "Comments on An investigation of the precipitation-hardening process in aluminum alloy 2219 by means of sound wave velocity and ultrasonic attenuation", Mat. Sci. and Eng., Vol. 57, pp. 261 262.

(10) A. Kumar, B. K. Choudhary, T. Jayakumar, K. B. S. Rao and B. Raj, 2003, "Characterization of long term aging behavior of 9Cr-1Mo ferritic steel using ultrasonic velocity", Mat. Sci. and Tech., Vol. 19, pp. 637 641.