

DC Potential Drop 측정을 이용한 S45C강의 템퍼링과정 비파괴 평가

박 용 기 · 안 봉 영

(한국표준연구소 비파괴시험연구실)

Nondestructive Evaluation of Tempering Process of S45C Steel using DC Potential Drop Measurement

Y. K. Park and B. Y. Ahn

Abstract DC potential drop(DCPD) measurement system was made and the optimum measuring conditions have been studied. The room temperature resistivity of commercially available medium carbon steel(S45C) was measured using this technique. DCPD was measured in the specimens which were hardened and tempered at different temperatures. It was found that DCPD reflected the change of the microstructure during tempering very sensitively. It was possible to monitor the stage of tempering of S45C steel nondestructively using DCPD measurement.

1. 서 론

재료가 고온에서 장시간 사용되면 열과 가동시에 발행하는 응력 등에 의해 점차적으로 미세조직이 변하고 기계적 강도가 저하되는 등의 경년열화(經年劣化)현상이 나타난다. 이러한 열화현상은 화력발전소의 보일러나 터빈의 회전축(rotor) 등에서 많이 나타나며 예상치 못하는 파손의 원인이 될 수 있기 때문에 이러한 열화 정도를 비파괴적으로 측정하여 상태를 진단하고 잔존수명을 예측하는 일이 중요하다.

재료의 열화 정도를 비파괴적으로 측정하는데는 여

러가지 방법이 적용될 수 있는데, 일반적으로 재료의 비파괴평가에 사용되는 방법들, 즉 초음파 방법, 자기적 방법, 와전류 방법 외에 전기저항측정 방법, 전기화학적 분극측정 방법 및 표면 replica 방법들이 사용되고 있다.

경년열화의 미시적인 기구는 크게 결정입 내부에서의 균열 발생 또는 연화에 의한 강도저하 현상과 결정입계에서의 균열, 공동(空洞, cavity) 발생 및 탄화물 석출에 의한 취화로 나눌 수 있다. 결정입내에서는 피로의 반복에 의해 slip band가 형성되고 이곳에서 균열이 발생하여 성장함과 동시에 고온강도를 증가시키기 위해 미세하게 분산석출시킨 탄화물들이 조대화하여 연

화되는 경년열화가 나타난다. 한편, 결정입계에서는 고온에서 응력이 작용하여 slip이 일어나며 micro crack이 발생하여 성장하거나, 공동이 발생하고 성장하여 파손에 이르는 creep 손상이 발생한다. 또 다른 입계의 경년열화는 탄화물이 입계에 석출하여 조대화하거나 불순물 원소들이 입계로 확산하여 편석이 일어나므로써 입계가 취화되는 현상이다.

이러한 경년열화중 탄화물의 응집, 조대화 및 입계 석출 등 연화와 취화에 의한 열화현상은 전기저항 측정 방법이 대단히 유용하다고 보고된 바 있다.^(1,2) 그러나 전기저항 측정에 의한 재질열화도 평가기술은 아직 실험실적인 연구단계로 일부 제한된 재료에 대한 결과만이 보고 되어 있어 실용화 되기 위해서는 적절한 측정조건 설정에 관한 연구와 여러 종류의 재료에서 실제의 미세조직과 함께 얻어지는 측정 결과의 축적이 필요하다.

본 연구에서는 전기저항 측정 방법을 이용하여 재료의 열화정도를 비파괴적으로 평가하기 위한 기초단계로 DC potential drop (DCPD) 측정 장치를 제작하고 적정 측정조건을 설정하였으며, 중탄소강에서 마르텐사이트 조직의 템퍼링 과정에서 미세조직 변화에 따른 DCPD를 측정하여 경도변화와 비교 검토하였다.

2. 실험방법

2-1. Four-point probe를 이용한 비저항측정

재료의 비저항을 간편하면서도 정밀하게 측정하기 위해 four-point-probe 방식을 사용하였다. 측정장치는 Fig. 1과 같이 4개의 접촉핀으로된 probe와 전류 공급장치, 전위차 측정장치의 세부분으로 구성되어 있다.

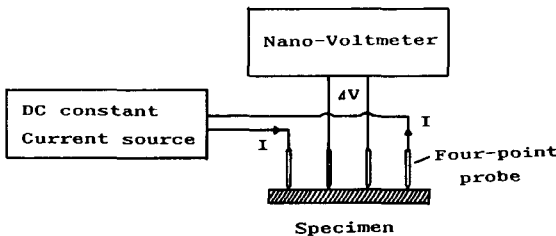


Fig. 1. Schmatic drawing of the DCPD measurement system.

Probe는 접촉핀과 시험편의 접촉을 양호하게 하기 위해 스프링이 내장되고 금도금이 된 동(銅)핀을 사용하였으며 언제나 일정한 압력으로 접촉되도록 황동 holder로 누를 수 있게 설계하였다.

측정시 전위차의 분해능을 높이기 위해서는 큰 전류를 흘리는것이 일반적이지만^(3,4) 이 경우 접촉점이 가열되기 때문에 재질변화를 평가하기 위한 측정에서는 가능한한 적은 전류를 사용하는 것이 좋다. Fig. 1의 정전류 공급장치는 직류전류를 5.5 A까지 선형적으로 변화시킬 수 있도록 제작되었다. 수 A의 정전류를 흘릴경우 전위차 측정용 핀 사이에서 나타나는 전위차는 재료에 따라 수 μV 에서 수십 μV 정도 이므로 정밀한 측정을 위해서는 고정밀도의 DVM을 사용하는 것이 좋다. 본 연구에서 사용한 DVM은 10 nV까지 측정이 가능한 Solatron 7071 computing voltmeter 이다.

정전류를 사용한 비저항측정시 측정오차를 유발하는 요인중 하나는 시험편과 probe핀간의 접촉에서 오는 열기전력이다. 예를들어 철과 구리의 접촉에서 발생하는 열기전력은 약 $11 \mu V/K$ 이므로⁽⁵⁾, 만일 두 측정핀간에 1 K의 온도차이가 있게되면 11 μV 의 오차가 발생하게 된다. 본연구에서는 이러한 열기전력에 의한 오차를 제거하기 위해 probe를 시험편에 접촉시킨뒤 voltmeter에 내장된 null function을 이용하여 전위차를 0으로 만든후 전류를 흘려 DCPD를 측정하였다. 정확한 측정값을 얻기 위해 같은 재료에 대해 여러번 반복 측정후 평균값을 취했으며 정전류에 의한 가열효과를 최소화하기 위해 측정간에 1~2분의 간격을 두었다. 모든 측정은 상온에서 실시하였다.

2-2. 시험편

DCPD 측정에 의한 재료의 비저항측정은 시험편과 측정 probe의 형상등에 의해 영향을 받는다. 그러므로 재현성과 신뢰성 있는 측정을 위해서는 적정측정 조건을 파악해야 하는데 이를 위해 직경 55mm의 normalizing된 S45C 강봉을 절단하여 두께가 1mm부터 25mm까지 13가지의 다른 시험편을 제작하였다. 마르텐사이트의 템퍼링 조직의 영향을 평가하기 위한 시험편은 이러한 예비실험을 통하여 얻어진 적정조건을 만족시키도록 하였는데 직경 55mm 두께 10mm로 동일한

크기의 시편으로 하였다. 10개의 시편을 860°C에서 1시간유지한 후 수냉하여 마르텐사이트 조직을 만든 후 Table 1과 같이 각기 다른 온도에서 1시간씩 템퍼링 하였다.

Table 1. Tempering temperature of 10 different specimens

	Specimen No.									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Tempering Temperature	as quenched	100°C	200°C	250°C	300°C	350°C	400°C	500°C	600°C	700°C

열처리가 끝난 시편의 양면을 SiC 연마지와 Al₂O₃ 분말로 연마한 후 일부분을 나이탈 용액으로 부식시켜 현미경조직을 관찰하였으며 DCPD 측정이 끝난시편에서 비커스경도를 측정하였다.

3. 실험결과 및 고찰

적정측정 조건 설정을 위하여 probe의 핀 간격을 3mm, 5mm 및 7mm의 세가지로 제작하여 시편의 두께에 따른 DCPD를 측정하였다. 공급전류는 알루미늄 시편을 이용한 예비실험결과 측정의 재현성이 높고 측정된 전위차의 절대값이 큰 5A를 선택하였다.

Fig. 2는 시편두께에 따른 DCPD 측정값으로 핀 간격이 다른 3가지의 probe로 측정한 결과들을 함께 도시하였다. 시편의 두께가 4mm이상일 경우 핀간격이 작을수록 전위차가 크며 또한 두께에 따른 변화도 적음을 알 수 있다.

시편의 비저항(ρ)은 측정된 전위차(ΔV)로부터 계산할 수 있는데 시편의 형상이 측정하는 probe의 핀 간격에 비해 무한히 크다고 가정할 때는 식(1)과 같다.⁵⁾

$$\rho = 2\pi s \left(\frac{\Delta V}{I} \right) \dots\dots\dots (1)$$

여기서 s는 probe의 핀간격이고 I는 공급전류이다. 그러나 일반적인 실험조건에서는 시편이 무한히 크지 않기 때문에 이때는 식(2)와 같이 보정항 C가 포함된 식을 사용한다.⁶⁾

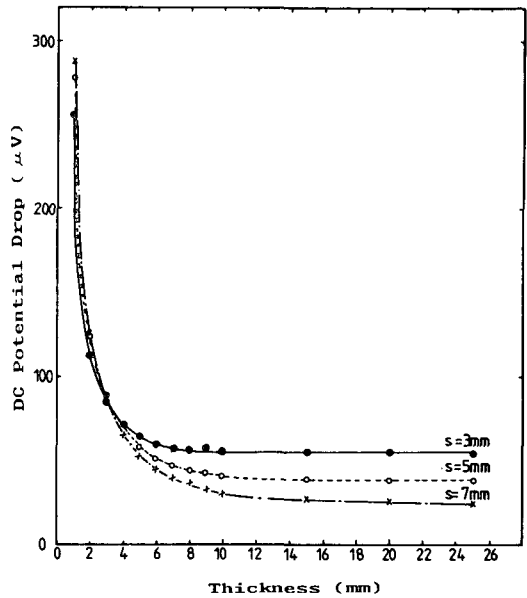


Fig. 2. DCPD measured in S45C steel specimens of different thickness with three different probes.

$$\rho = 2\pi s \left(\frac{\Delta V}{I} \right) / C \dots\dots\dots (2)$$

보정항 C는 핀 사이의 간격 s와 시편두께 t의 복잡한 함수형태로 되어 있는데, Uhliř⁶⁾는 여러 경우에 대해 C값을 계산하여 보고하였다. s/t가 1/3보다 작을때는 C \approx 1이 되어 $\rho \approx 2\pi s(\Delta V/I)$ 와 같으며 s/t가 2보다 크면 $\rho \approx 4.53t(\Delta V/I)$ 와 같이 간단한 형태로 된다.

Fig. 3은 s=3mm인 probe로 측정된 전위차로부터 계산된 비저항 값을 시편 두께에 대해 도시한 것이다. s/t가 1/3보다 작을 때는 식(1)을 사용할때와 식(2)를 사용할 때의 차이가 없으나 시편이 얇아짐에 따라 두 계산값이 크게 차이남을 알 수 있다. 그러므로 시편의 비저항을 정밀히 측정하기 위해서는 s/t가 1/3보다 작은 조건의 probe를 사용하는것이 바람직하다 할 수 있다.

계산된 비저항값은 시편의 두께에 상관없이 거의 일정하였으며 평균값이 20.9 $\mu\Omega \cdot \text{cm}$ 이었다. Cohen과 West⁷⁾는 여러가지의 상용 금속합금의 실온비저항을 측정하였는데 1010 steel에서는 13.0 $\mu\Omega \cdot \text{cm}$, 4130

steel에서는 $22.0\mu\Omega \cdot \text{cm}$ 이었다. S45C는 탄소량이 0.45% 정도로 탄소량이 0.1%인 1010 steel 보다는 비저항이 클 것으로 예상되며, 탄소량은 0.3%이나 Cr(0.5%)과 Mo(0.1%)가 함유되어 있는 4130 steel 보다는 비저항이 다소 작을 것으로 예상되어 본 연구에서 측정한 비저항은 타당한 값으로 생각된다.

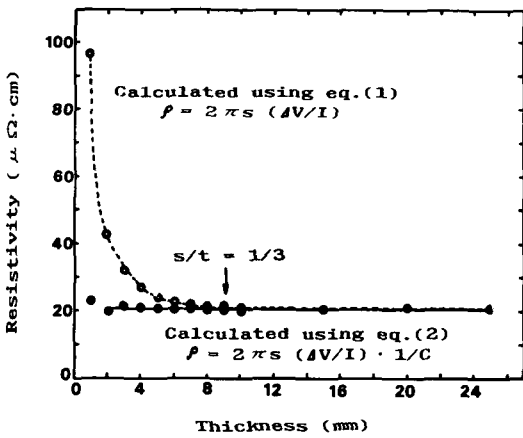


Fig. 3. Room temperature resistivity of S45C steel specimens.

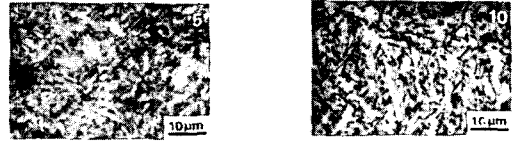
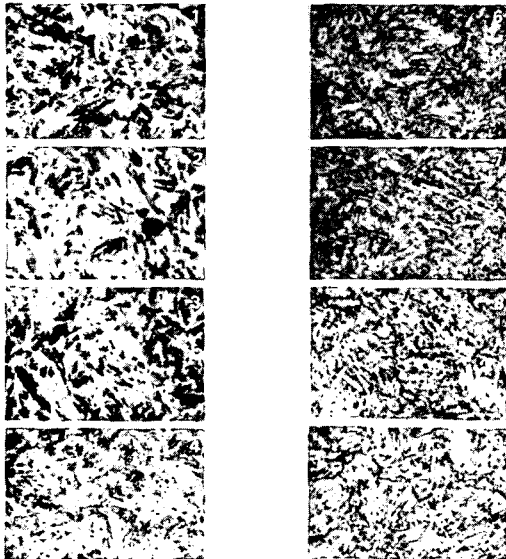


Fig. 4. microstructures of S45C specimens tempered at different temperatures ; (1) as quenched, (2) at 100°C, (3) at 200°C, (4) at 250°C, (5) at 300°C, (6) at 350°C, (7) at 400°C, (8) at 500°C, (9) at 600°C, (10) at 700°C,

Fig. 4는 경화후 각 온도로 템퍼링한 시편의 현미경 조직이다. 탄소강에서 온도에 따른 템퍼링과정은 몇 단계로 나눌 수 있는데 주로 탄소나 탄소화합물의 재배열에 의해 결정된다. 대부분 강에서 Ms점은 실온보다 높아 급냉중 탄소원자가 dislocation이나 vacancy와 같이 낮은 에너지 자리로 확산하여 재배열할 수 있다. 그러나 급냉중에는 충분한 시간이 없기 때문에 일부 분만 재배열되며 템퍼링시 낮은 온도에서 이 재배열이 계속 진행된다. 이러한 석출은 일반적으로 광학현미경이나 전자현미경으로는 관찰되지 않지만 비저항 측정이나 internal friction 측정을 통하여 알 수 있다.⁸⁾

탄소강에서 마르텐사이트가 100°C 정도가 되면 탄소원자들이 {100}면을 따라 모여 ε 탄화물(ε carbide, Fe₂₄C, hexagonal)을 형성한다. 탄소량이 많을 때는 ε 탄화물 대신 orthorhombic의 η carbide (Fe₂C)를 형성한다는 보고도 있다.⁹⁾ 탄소강을 250°C 이상에서 템퍼링하면 cementite (Fe₃C)가 형성된다. 마르텐사이트내에서 생성되는 cementite의 초기형상은 침상이다. 중탄소강 또는 고 탄소강에서 잔류 오스테나이트가 남아 있으면 200~300°C의 템퍼링에 의해 배이나이트(bainite)로 분해한다.

결합이 재배열하는 회복현상(recovery)이 언제 나타나는지를 정확히 알기는 어렵지만 400°C 이상에서는 이 회복현상이 템퍼링의 중요한 기구의 하나가 된다. 회복단계에서는 마르텐사이트내의 dislocation cell wall이 소멸하여 미세한 침상의 grain 구조가 형성된다. 침상의 마르텐사이트 조직은 굵게 성장하지만 재결정 온도에 도달할 때까지는 한 방향으로 늘어져 있는 형

상이 남아 있게 된다. 재결정은 고 탄소강에서 보다는 저 탄소강에서 빠르게 진행되는데 이는 고 탄소강에서는 입계에 석출한 탄화물이 입계이동을 막는 pinning효과를 나타내기 때문이다.

고온에서 장시간 템퍼링한 강의 미세구조는 페라이트와 전체적으로 산재하는 탄화물입자로 구성되어 있다. 이 이후의 템퍼링에서는 페라이트의 입도와 탄화물의 성장이 계속된다.

Fig. 5는 열처리된 시편에서 DCPD를 핀 간격 3mm의 probe로 측정한 결과이다. 전위차의 변화를 잘 나타내기 위해 700°C에서 템퍼링한 시편의 DCPD값에 대한 비로 도시하였다. 또한 Fig. 6는 같은 시편에서 측정한 비커스 경도인데 여기서도 Fig. 5와의 비교를 위해 700°C에서 템퍼링한 시편의 경도에 대한 비로 도시하였다.

비커스경도는 템퍼링온도가 증가함에 따라 단조로운 감소를 나타내고 있지만 DCPO의 경우 350°C 부근에서 변화율이 다소 감소하고 있음을 알 수 있다.

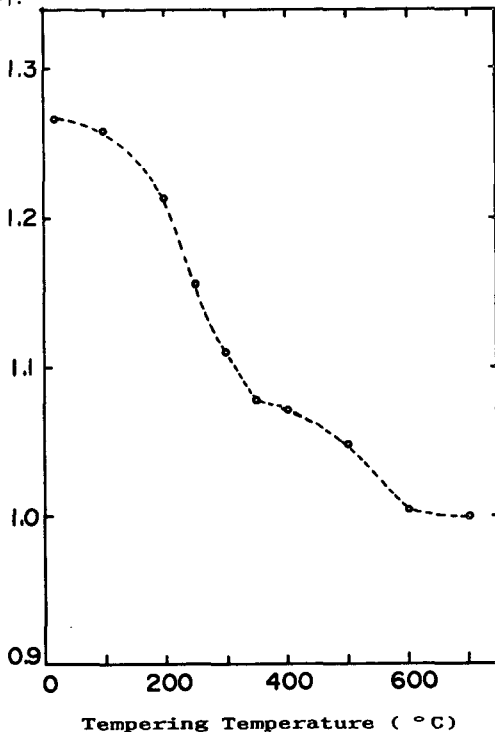


Fig. 5. DCPD change according to the tempering of martensite in S45C specimens.

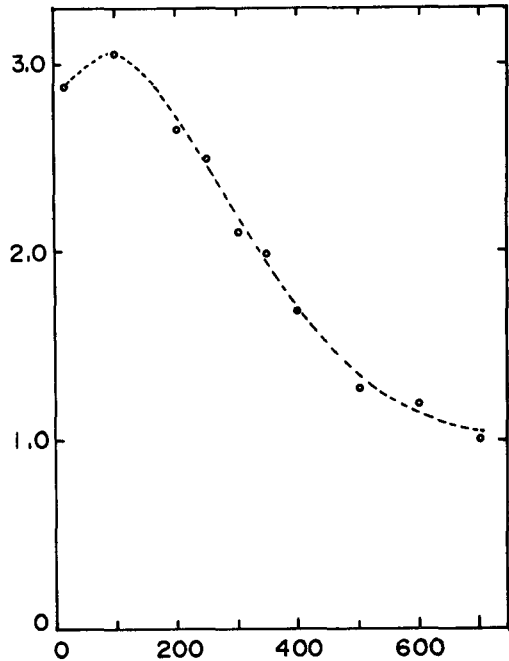


Fig. 6. Vickers hardness change according to the tempering of martensite in S45C specimens.

템퍼링초기(100°C~350°C)에는 DCPD가 빠르게 감소하고 있는데, 이는 탄소원자들이 탄화물 형태로 석출하면서 전자의 평균 자유경로가 길어져 비저항이 감소하기 때문으로 해석된다. DCPD의 변화는 두 단계로 나뉘어 있는데 앞단계는 주로 탄화물의 석출과 관련되고 400°C 이상에서는 dislocation의 소멸등 recovery와 관련되어 있는 것으로 생각된다. Fig. 4에서 보는 바와 같이 현미경 관찰로는 미세조직 변화를 뚜렷이 구별하기 어려운 템퍼링초기에서도 DCPD의 변화는 잘 나타나고 있어 미세한 탄화물의 재배열 등을 감지하는데 DCPD 측정방법이 유용함을 알 수 있다. 더우기 경도측정에서는 잘 구별되지 않는 recovery 단계도 DCPD를 측정함으로써 구별할 수 있어 DCPD 측정방법이 금속의 미세조직 변화를 측정하는데 대단히 민감함을 알 수 있다.

그러므로 탄화물의 응집, 조대화 및 입계석출 등이 관련된 재료의 열화현상의 감지 및 평가에도 DCPD 측정 방법이 대단히 유용한 방법일 것으로 생각된다.

4. 결 론

재료의 열화정도 및 미세조직 변화를 감지하고 평가하기 위한 정전류 전위차(DCPD) 측정장치를 제작하고 측정의 적정조건 설정 및 이를 이용한 S45C 강의 템퍼링과정 평가에 대한 연구결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

- 1) 정전류전위차 측정시 사용전류는 측정의 분해능과 시편가열에 의한 측정오차를 감안하여 결정할 수 있는데 재질평가를 위한 측정시에는 비교적 낮은 전류(5A정도)를 사용하는 것이 바람직하였다.
- 2) Normalizing된 S45C 강의 실온 비저항값은 $20.9 \mu\Omega \cdot \text{cm}$ 이었다.
- 3) S45C 강을 경화한 후 여러 온도에서 템퍼링한 시편에서 DCPD를 측정한 결과 템퍼링과정에 대단히 민감하게 변화하였으며 탄화물의 석출단계와 recovery 단계를 구별할 수 있었다. 그러므로 DCPD 측정 방법은 재료의 열화정도 및 미세조직 변화를 감지하고 평가하는 기술로 대단히 유용하다고 생각된다.

References

1. 桐原誠信, 祐川正之, 志賀正男, 久野勝邦, 青木逸郎; 火力原子力發電, 1984, Vol. 35, No. 9, pp.955-964.
2. 桐原誠信, 志賀正男, 祐川正志, 吉岡孝利, 淺野長一; 材料, 1984, Vol. 33, No. 371, 1092-1108.
3. T. V. Venkatasubramanian and B. A. Unvala; J. Phys. E: Sci. Instrum., 1984, Vol. 17, pp.765-771.
4. E. Hay and M. W. Brown; Fatigue of Engineering Materials and Structures, 1981, Vol. 4(3), pp.287-290.
5. A. Uhlier, Jr.; The Bell System Tech. J. 1955, Jan., pp.105-128.
6. F. M. Smits; The Bell System Tech. J., May 1958, pp.711-718.
7. R. L. Cohen and K. W. West; Materials Eval., 1983, Vol. 41, pp. 1074-1077.
8. W. C. Leslie; The Physical Metallurgy of Steels, McGraw-Hill (1981).
9. R. E. Reed-Hill; Physical Metallurgy Principles, 2nd ed., D. Van Nostrand Co.(1973).