

인공 열화 열처리된 2.25CrMo 강의 미세조직 변화에 대한 초음파 비파괴평가

변재원 · 권숙인* · 박은수** · 박익근**

고려대학교 공학기술연구소

*고려대학교 재료금속공학부

**서울산업대학교 비파괴평가기술연구소

Ultrasonic Nondestructive Evaluation of Microstructural Degradation in Artificially Aging Heat Treated 2.25CrMo Steel

Jai Won Byeon, S. I. Kwun*, Un-Su Park** and Ik-Keun Park**

Research Institute of Engineering and Technology, Korea University, Seoul, 136-701

*Division of Materials Science and Engineering, Korea University, Seoul, 136-701

**Research Institute of NDE Technology, Seoul National University of Technology, Seoul, 139-743

Abstract Artificial aging was performed to simulate the microstructural degradation in 2.25CrMo steel arising from long time exposure at 540°C. It was found that the carbides became coarser and spheroidized as aging time increased. An attempt was made to evaluate the microstructural degradation in artificially aging heat treated 2.25 CrMo steel by the ultrasonic attenuation and velocity measurements. Ultrasonic velocity was found essentially insensitive to the microstructural changes resulting from aging heat treatment. However, the ultrasonic attenuation was observed to increase with increasing aging time. Also, it was noticed that the change of ultrasonic attenuation with aging time was more sensitive at high frequency regions.

(Received April 6, 2001)

Key words: Nondestructive evaluation, Ultrasonic attenuation, Velocity, Degradation, 2.25CrMo steel

1. 서 론

2.25CrMo 강, CrMoV 강과 같은 CrMo계 저합금강들은 고온 강도, 내산화성, 내수소취성 등이 우수하기 때문에 발전 설비, 석유 화학 설비 등과 같은 고온용 구조 재료로 광범위하게 사용되어 왔다. 특히 이 강종들은 화력발전용 증기 터빈 로터, 보일러 튜브, 실린더, 노즐 챔버, 등의 부품 소재로 약 300°C~540°C에서 사용된다[1]. 저합금강을 고온에서 장시간 사용할 경우 텁퍼취성, 탄화물유기취화, 기지의 연화 등으로 인해 파괴인성 등의 기계적 성질이 저하되는 경년열화(aging degradation) 현상이 발생하는 것으로 알려져 있다[1~4]. P, Sn, As, Sb 등과 같은 불순물 원소들의 입자 편석은 가역적인 텁퍼취성을 일으키며, 탄화물 조대화 및 안정한 탄화물의 석출과 같은 미세조직 변화는 비가 역적인 취성을 초래한다[4]. 고온 구조재는 장시간 사용됨에 따라 미세조직의 열화 현상이 나타나기 때문에 정

확한 잔존수명 예측을 위해서는 초기 조직이 아닌 열화된 조직을 바탕으로 잔존수명을 평가해야한다. 이러한 문제를 해결하기 위해 약 20년 정도 사용된 2.25CrMo 강, CrMo 강 및 CrMoV 강의 미세조직 평가를 위한 연구[2~4]가 많이 진행되어 왔으며, 2.25CrMo 강의 열화도 평가를 위한 접근 방법으로서 탄화물의 형상[5] 및 조성[6,7] 변화를 분석하는 연구가 보고되고 있다. Nishizaka 등[3]과 Ku 등[2]은 현장에서 사용된 2.25 CrMo 강에서 탄화물의 석출과 형상 변화로 취성이 유발된다고 하였다. 또한 몇몇 연구자들은 540°C에서 20년 정도 사용된 재료의 미세조직을 모사하기 위해 630 °C에서 가속화된 인공 열처리를 행하기도 하였다[8,9].

그러나 사용 현장에서 열화도 평가를 위한 목적으로 실제 사용중인 구조물에 손상을 입히지 않고 시편을 채취하는 것은 현실적으로 거의 불가능하므로, 구조물을 파손시키지 않고 손상 정도를 in-situ 모니터링 할 수 있는 비파괴적 평가법의 확립이 필요하다. 비파괴적 평

가를 위한 방법으로서 초음파법[10~12], 전기비저항법[13], 레플리카법[14] 등이 사용되고 있다.

본 연구에서는 열화도 평가를 위한 도구로 많이 사용되고 있는 초음파법을 적용하였으며, 특히 일반적으로 사용되는[10,11] 수 MHz보다 매우 높은 고주파수(35 MHz)의 초음파를 사용하여 비파괴평가 가능성을 타진하고자 하였다. 이를 위해 가속화된 인공 열화 시편을 제작하여 열화 시간에 따른 탄화물의 변화를 관찰하였다. 또한 초음파 속도를 측정하였으며, 감쇠계수를 각각 펄스에코오버랩법[15]과 주파수스펙트럼법[12]을 이용하여 측정하였다. 이를 통해 2.25CrMo 강 열화도의 비파괴적 평가 가능성을 확인하고자 하였다.

2. 실험방법

2.1. 인공 열화 시편 제작 및 미세조직 관찰

본 연구에 사용된 2.25CrMo 강은 포항제철에서 제조되었으며, 900°C에서 1시간 노말라이징 처리 후 720°C에서 1시간 템퍼링 처리된 두께 15 mm의 후판을 공급 받아 사용하였다. 이상의 열처리 조건은 실제 화력 발전소에 사용되는 터빈로터 강에 대한 열처리 조건과 동일한 것이다. 2.25CrMo 강의 화학적 조성을 Table 1에 나타내었다.

실기 열화재를 사용 시간별로 입수하는 것은 현실적으로 매우 어렵기 때문에 현장에서 장시간 사용되어 열화된 재료와 유사한 미세조직을 갖는 인공 열화 시편을 가속화시켜 제작하여 열화도를 평가하고자 하였다. 2.25CrMo 강의 미세조직 열화도를 평가하고자 하는 기존의 연구들[8,9]에서는, 가속화된 인공 열화재와 실제 사용재의 미세조직을 비교함으로써 이들이 유사한 조직을 갖고 있음을 보고하였다. 본 연구에서도 이를 바탕으로 하였으며, 터빈로터강의 대표적 사용 온도인 540°C에서 약 20년 동안 사용된 재료와 유사한 조직을 갖는 시편을 제작하고자 하였다. 이를 위해 630°C에서 290~3700 시간 범위에서 등온 열처리 시간을 변수로 하였으며 가속 열처리 조건을 Table 2에 나타내었다.

탄화물은 Hitachi사의 FESEM(field emission scanning electron microscope)을 이용하여 20,000배 와

100,000배로 관찰하였다. 또한 서브마이크론 크기의 미세한 탄화물의 성분 분석을 위해 AES(Auger electron spectrometer)를 이용하였다.

2.2. 초음파 계측

본 연구에서 사용한 수침식 초음파 계측 시스템의 모식도를 그림 1에 나타내었다. 초음파의 송수신을 위해서는 Panametrics 사의 펄서/리시버(pulser/receiver, 모델 5601A/TT)를 사용하였으며, 아날로그/디지털 전환(A/D convert) 및 데이터 수집(data acquisition)을 위해 디지털 스토리지 오실로스코프(digital storage oscilloscope, 모델 Lecroy 9310)를 사용하였다. 오실로스코프의 샘플링 주파수는 5GHz이었으며, 이때의 시간영역(time domain)에서의 분해능은 0.2nsec이다. 또한 잡음 신호를 제거하기 위해 100회의 신호를 시간 평균을 낸

Table 2. Artificial aging heat treatment conditions

Artificial aging time at 630°C Hours (Days)	Simulated serviced time at 540°C Hours (Years)
290 (12)	15,000 (1.7)
340 (15)	20,000 (2.3)
550 (23)	30,000 (3.5)
730 (30)	40,000 (4.6)
1,200 (49)	65,000 (7.5)
1,500 (61)	80,000 (9.3)
1,800 (76)	100,000 (11.6)
2,700 (111)	145,000 (16.8)
3,700 (152)	200,000 (23.1)

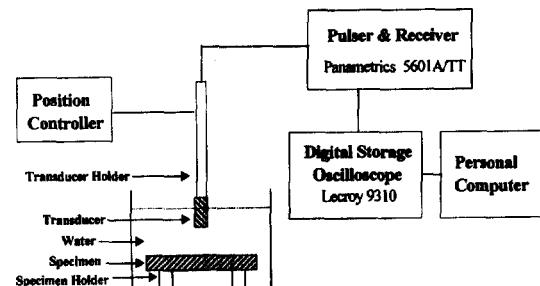


Fig. 1. Schematic diagram of ultrasonic measurement system.

Table 1. Chemical compositions of the 2.25CrMo steel(ASTM A387-22-CL2)

Component	Fe	C	Si	Mn	P	S	Al	Cr	Mo	Ni
wt.%	bal.	0.138	0.142	0.46	0.014	0.004	0.007	2.27	0.97	0.17

신호를 최종적으로 얻었다. 텀족자는 중심주파수가 35MHz인 Panametrics 사의 광대역(broad band)형 수침식 종파 텀족자를 사용하였으며, 사용된 텀족자의 지름은 0.25인치이다.

주파수 영역에서 감쇠계수를 구하기 위해 먼저 시간영역에서 시험편의 내부를 한번 왕복한 펄스 에코(B_1)와 두 번 왕복한 펄스 에코(B_2)에 게이트(gate)를 설정한 후 각각의 펄스 에코를 푸리에(Fourier) 변환하여 주파수 스펙트럼을 얻었다. 그리고 초음파의 전파시에 빔퍼짐(beam spreading)에 의한 빔세기의 감소(diffraction loss)는 Lommel 회절보정계수[16]를 사용하여 보정해주었다. 회절 보정 후 감쇠계수는 다음 식을 이용하여 계산하였다.

$$\alpha = \left(\frac{20}{2T} \right) \log \left(\frac{A_o}{B_o} \right) \quad (1)$$

여기서, α 는 감쇠계수, T 는 시험편의 두께 그리고 A_o , B_o 는 각각 B_1 과 B_2 의 주파수스펙트럼 세기이다. 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.

초음파 전파 속도는 시간영역에서 멜스에코오버랩법을 이용하여 구하였다. 이때 각각 첫 번째, 두 번째, 세 번째, 네 번째 저면 반사 에코의 양(+)의 방향 진폭과 음(-)의 방향 진폭의 최대점을 찾아 각 점들 사이의 전파 시간을 평균한 값을 그 시편에서의 전파 시간으로 결정하였다. 시편의 두께는 디지털 마이크로미터를 사용하여 1 μm까지 측정하였다. 측정된 전파 시간과 시편의 두께를 이용해 아래 식에 따라 초음파 속도를 계산하였다.

$$V = \frac{2T}{\Delta t} \quad (2)$$

여기서, V 는 초음파의 전파속도, Δt 는 초음파의 전파 시간이다.

3. 결과 및 고찰

3.1. 열화에 따른 미세조직 변화

그림 2는 as-received 시편과 630°C에서 인공 열화시킨 시편을 주사전자현미경으로 관찰한 사진으로 열화시간이 길어짐에 따라 탄화물이 조대화되고 있음을 정성적으로 알 수 있다. 또한 평균 결정립 크기를 측정한

Fig. 2. SEM images of the specimen aged at 630°C for various aging time; (a) as-received, (b) 290 hr, (c) 2700 hr and (d) 3700 hr.

결과 열화 시간에 관계없이 약 20 μm 정도로, 열화 시간이 증가함에 따라 결정립 성장은 일어나지 않고 있음을 확인하였다.

그림 3은 열화된 시편의 탄화물을 FESEM으로 관찰한 사진이다. As-received 시편에서는 형태별로 볼 때 구형(globular), 막대형(rod), 그리고 구형이나 막대형 탄화물보다 미세한 침상(acicular)의 탄화물을 관찰할 수 있다. 열화 시간이 증가함에 따라 구형이나 막대형 탄화물들은 조대화되며 점차 구상화가 진행되고 있으며 이러한 탄화물의 조대화는 파괴인성의 저하를 초래하는 것으로 알려져 있다[4]. 또한 기존의 연구[5,17]에서 공통적으로 M_2C 탄화물로 보고되고 있는 매우 미세한 다수의 침상 탄화물은 열처리 시간이 증가함에 따라 점차 소멸되어 1200 시간 이후에는 거의 관찰 할 수 없었다.

그림 4는 입계 탄화물에 대해 실시한 EPMA 분석 결과를 보여주고 있다. As-received 시편은 탄화물 내에 크롬이 상대적으로 많이 포함되어 있으며, 3700 시간 동안 열화된 시편은 Mo가 많이 분포하고 있음을 알 수 있다.

Williams 등[18]은 2.25CrMo 강의 열화가 진행됨에 따라 탄화물의 조성이 변화되며 이에 따라 탄화물이 점차 안정한 탄화물로 변태해 가는 것으로 보고하였다. Lee[7]에 의하면 2.25CrMo 강에 존재하는 탄화물은 그 조성 범위에 따라 종류가 결정된다고 하였으며, 이 연구에서는 $\text{Fe} > \text{Cr} > \text{Mo}$ 의 조성 분포를 갖고 있는 탄화물을 $M_{23}\text{C}_6$ 로 그리고 $\text{Fe} > \text{Mo} > \text{Cr}$ 의 분포를 갖는 탄화물을 $M_6\text{C}$ 로 분류하였다. 그림 5는 as-received 시

Fig. 3. FESEM images showing morphology of carbides after various aging time; (a) as-received, (b) 290 hr, (c) 340 hr, (d) 1200 hr, (e) 2700 hr and (f) 3700 hr.

Fig. 4. SEM photographs showing the Cr and Mo line profile of grain boundary carbides; (a) as-received and (b) 3700 hr

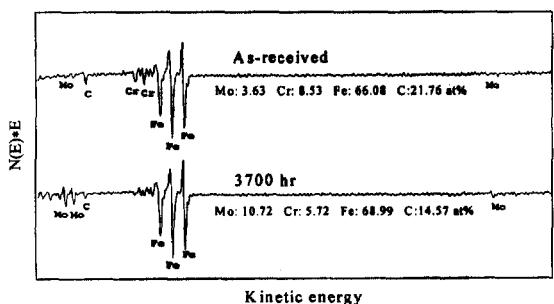


Fig. 5. Composition analysis of grain boundary carbides by auger spectroscopy.

편과 3700 시간 동안 열화된 시편의 입계 탄화물에 대한 대표적인 오제이 전자 분석 결과를 보여주고 있다. As-received 시편은 $Fe > Cr > Mo$ 의 조성 분포를 갖고 있으며, 이는 Lee의 분류 기준[7]에 따르면 $M_{23}C_6$ 탄화물에 해당되는 것이다. 3700 시간 열화된 시편은 $Fe > Mo > Cr$ 의 분포를 갖고 있으며 이는 M_6C 탄화물에 해당되는 것이다. Sims 등[19]은 크롬을 많이 함유한 탄화물($M_{23}C_6$)이 Mo를 받아들임으로써 점차 안정한 탄화물(M_6C)로 변해간다고 하였다. 그럼 4와 그림 5의 결과 또한, 열화가 진행됨에 따라 탄화물이 Mo를 받아들여 M_6C 형태의 안정한 탄화물로 변해가고 있는 것으로 생각할 수 있다.

열화된 시편의 입계 편석 유무를 분석하기 위해 3700 시간 열화된 시편에 대해 입계면을 인위적으로 노출시키고자 하였으며 이를 위해 시편을 액체 질소 속에서 냉각시킨 후 충격파단 시켰다. 그림 6은 충격파단된 파면을 주사전자현미경으로 관찰한 사진이다. 파단면을 관찰한 결과 입내 벽개파괴의 양상을 떠었으며 파단면상에서 입계면이 노출된 결정립을 발견할 수 없었다. 이는 입계가 취약화되지 않았으며 또한 입계 편석에 의한 텁퍼취성은 나타나고 있지 않음을 간접적으로 나타내는 결과이다.

3.2. 열화에 따른 초음파 속도 변화

그림 7의 (a), (b)는 각각 as-received 시편에 대해서 얻은 시간 영역에서의 펄스 에코와 이를 푸리에 변환하여 얻은 주파수 스펙트럼을 보여주고 있다. 그림 7의 (a)로부터 초음파 전파 속도를 측정하였으며 그 결과를 그림 8에 나타내었다. 비손상재에 비해서 약간의 속도 증가가 있는 듯하나 변화량이 적으며, 특별한 경향성을 찾지 못하였다. 따라서 초음파 속도는 2.25CrMo 강의 열화에 따른 미세조직 변화에 민감한 파라미터가 아닌

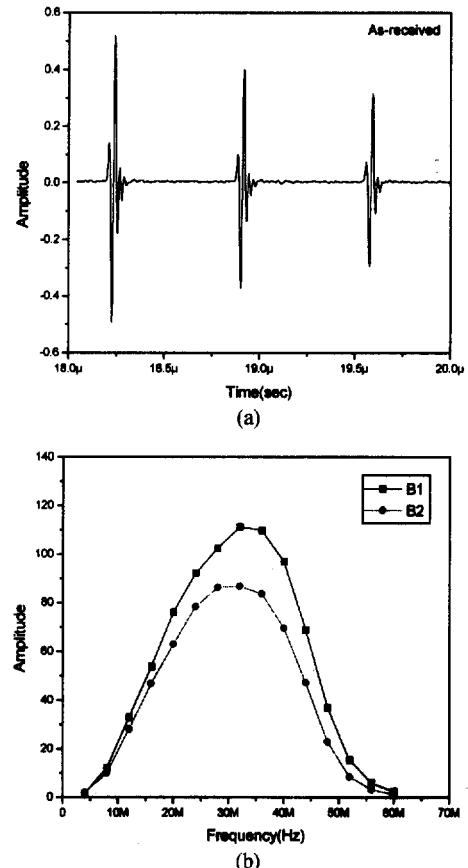


Fig. 7. Typical ultrasonic signals of the as-received specimen measured by broad band 35MHz transducer; (a) ultrasonic pulse echo and (b) frequency spectrum.

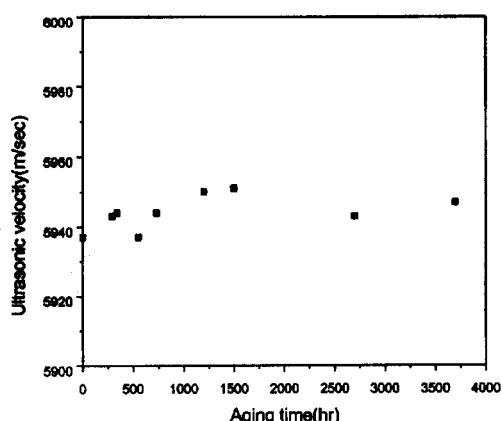


Fig. 6. Fractographs showing transgranular cleavage fracture(aged for 3700 hours and then fractured after cooling to liquid nitrogen temperature).

Fig. 8. Variation of ultrasonic velocity with aging time.

것으로 판단된다.

3.3. 열화에 따른 초음파 감쇠계수의 변화

2.25CrMo 강의 미세조직 열화는 주로 매우 미세한 탄화물 입자의 변화 과정이기 때문에 이러한 변화를 검출하기 위해서는 산란양을 증폭시켜야 된다. 또한 초음파 감쇠계수는 강한 주파수 의존성이 있으며, 주파수에 대해 지수적으로 비례하는 경향을 갖는다. 본 연구에서는 산란양을 증폭시키기 위해 일반적인 경우[10,11]인 수 MHz보다 매우 높은 35MHz의 중심주파수를 갖는 탐촉자를 사용하였다.

그림 9와 그림 10은 각각 펄스에코오버랩법으로 구한 열화시간에 따른 감쇠계수와 주파수스펙트럼법을 이용하여 구한 감쇠계수를 나타낸 것이다. 펄스에코오버랩법으로 측정한 감쇠계수보다 주파수스펙트럼법을 이용하여 얻은 고주파수 성분(48MHz)에서의 감쇠계수가 열처

리 시간에 따른 변화 경향을 더 명확히 구분해주고 있음을 알 수 있다. 시간영역에서 구한 감쇠계수는 저주

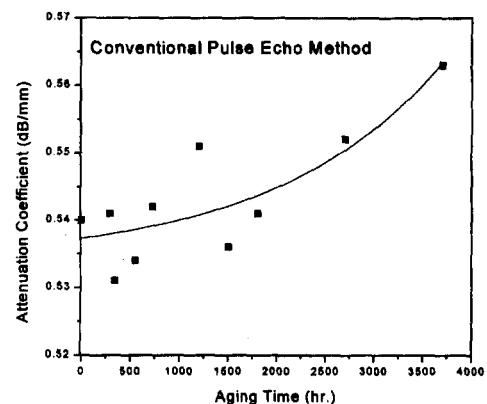


Fig. 9. Change of attenuation coefficient with aging time (pulse echo method).

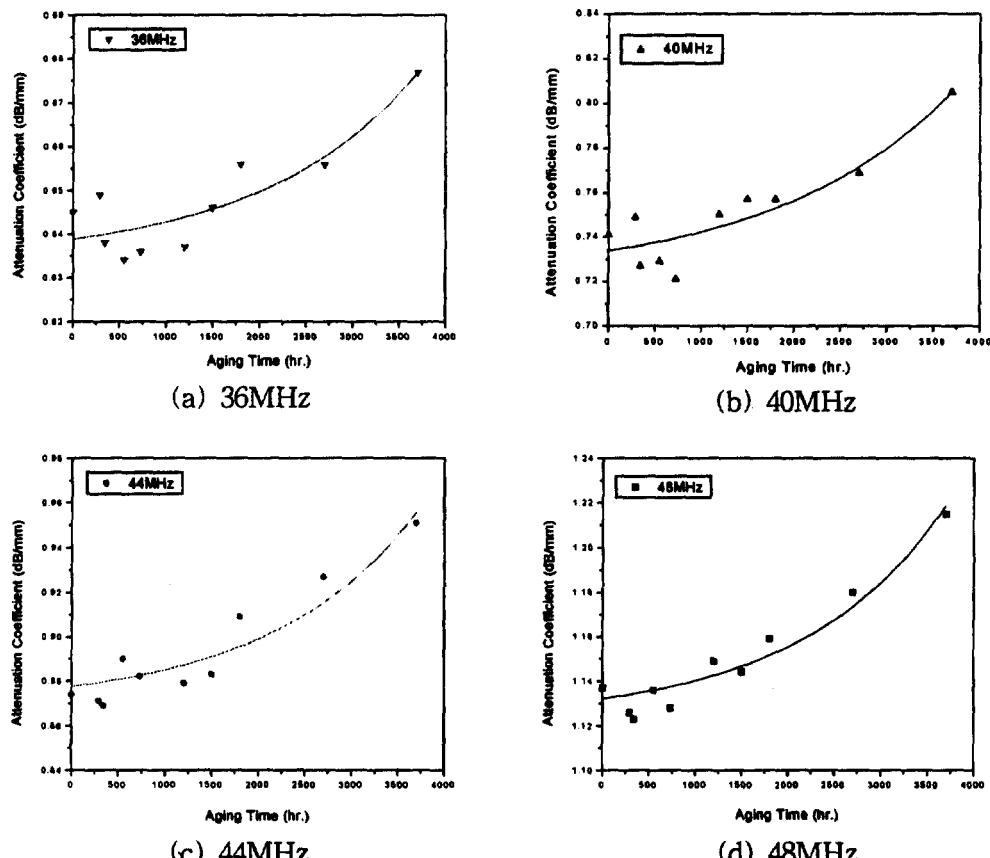


Fig. 10. Change of attenuation coefficient with aging time at various frequency (frequency spectrum analysis).

파수 성분과 고주파수 성분에서의 감쇠효과가 평균적으로 나타나기 때문에 대략적으로 중심주파수에서의 감쇠계수와 유사한 값을 갖게 된다. 그러나 주파수 스펙트럼법을 적용할 경우는 각각의 주파수 성분에 따른 감쇠계수를 분리하여 구할 수 있기 때문에 고주파수 성분의 감쇠 정도를 알 수 있게 되며 이 때문에 더 명확한 변화경향을 볼 수 있게 된다. 또한 고주파 성분일수록 열화 시간에 따른 감쇠계수의 차가 커지고 있으며, 이는 감쇠계수가 주파수에 대해 지수적으로 증가하기 때문이다.

따라서 2.25CrMo 강의 열화에 따른 미세조직 변화를 구분하기 위해서는 일반적인 경우보다 고주파수 성분의 초음파를 사용해야 할 것으로 판단된다. 또한 주파수에 관계없이 열화 시간에 따라 감쇠계수는 증가하는 경향을 보이는데 이는 탄화물의 조대화에 기인한 것으로 생각된다. 금속재료 내를 전파하는 초음파 감쇠의 가장 주요한 원인은 산란으로 알려져 있으며[20] 산란은 전파하고 있는 초음파가 음향저항이 다른 단위체를 만날 때 일어나게 된다. 산란양(scattering power)은 산란체의 음향이방성 정도, 양, 크기, 개수, 분포, 사용주파수 등에 따라 결정되며, 일정한 양의 산란체에 의한 감쇠계수는 아래 식으로 표현된다[20,21].

$$\alpha_s = \frac{1}{2}n\gamma \quad (3)$$

여기서, n 은 산란체 개수, γ 는 산란 단면적이다. 산란 단면적은 단위 시간당 입사한 에너지에 대한 소실된 에너지의 비를 의미하며, 저농도의 구형 산란체가 균일하게 분포할 때의 독립산란을 가정한 Rayleigh 근사[22]를 사용할 경우 아래 식으로 표현된다.

$$\gamma = cg(kr)^4 \quad (4)$$

여기서 c 는 상수, g 는 산란체의 음향이방성 특성에 의존하는 항, $k=2\pi/\lambda$, r 은 산란체의 반경, λ 는 주파수이다. 즉, 감쇠계수는 산란체의 개수(n)의 1승에 그리고 주파수(λ)와 산란체 크기(r)의 4승에 비례하므로 산란체의 크기가 산란양을 지배하는 가장 중요한 인자가 된다. 미세조직적으로는 결정립, 제2상, 공공 등이 유효산란체가 될 수 있고 산란체의 크기(r)는 구형의 산란체를 가정했을 때의 반경이 된다. 따라서 열화 시간의 증가에 따른 탄화물의 조대화는 산란체의 크기가 증가되는 효과를 나타내어 산란양을 증가시키고 이러한 현상으로

인해 감쇠계수가 증가되는 것으로 생각된다.

4. 결 롬

초음파 속도 및 감쇠계수를 이용하여 인공 열화된 2.25CrMo 강의 미세조직 열화도의 비파괴적 평가 가능성을 확인하고자 하는 연구를 통해 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 열화 시간의 증가에 따라 탄화물이 조대화되며 구상화되고 있음을 정성적으로 확인하였으며, 미세한 침상의 탄화물은 약 1200 시간 이후에는 거의 소멸되었다. 또한 열화 시간이 증가함에 따라 입계에 존재하는 탄화물 내의 Mo의 양이 증가하였다.

2. 열화재의 충격 파면 관찰 결과 입내 벽개파괴의 양상을 떠었으며 이로부터 입계편석에 의한 텁퍼취성은 나타나고 있지 않음을 알 수 있다.

3. 초음파 속도는 열화 열처리에 따른 미세조직 변화에 민감하지 않았다.

4. 초음파 감쇠계수는 열화 시간이 증가함에 따라 증가하는 경향을 보였으며, 이는 탄화물 조대화에 기인한 것으로 생각된다. 또한 주파수가 증가할수록 열화 시간에 따른 감쇠계수의 변화 경향을 명확히 관찰 할 수 있었다. 따라서 주파수스펙트럼법을 이용하여 고주파수 성분의 감쇠계수를 구하는 방법이 시간영역에서 필스에 코오버랩법을 이용하여 감쇠계수를 구하는 방법보다 열화도를 더 적절히 평가할 수 있을 것으로 판단된다. 이에 따라 2.25CrMo 강의 열화도를 초음파 감쇠계수를 이용하여 비파괴적으로 평가할 수 있는 가능성을 확인하였다.

후 기

본 연구는 1999년도 한국과학재단의 특정기초연구비 지원(과제번호: 1999-2-301-009-3)으로 수행되었으며 이에 감사드립니다.

참고문헌

- N. S. Chruvu: Metall. Trans., 20A (1989) 87.
- Z. Ku and K. H. Kuo: Metall. Trans., 12A (1981) 1333.
- Y. Nishizaka, Y. Hara, A. Hori, T. Tsukahara, K. Miyano, T. wada, and T. B. Cox: ASME Proc. Pressure Vessel Piping Conf., (1985) 1215.
- L. H. Toft and R. A. Marsden: JISI & JIM Proc. Int'l.

- Conf. on Structural process in Creep, (1963) 276.
- 5. N. Gope, D. S. Sarma: Metall. Trans., 24A (1993) 315.
 - 6. A. Afrouz, H. J. Collins and R. Pilkington: Metals Technology, 10 (1983) 461.
 - 7. Y. J. Lee: Ph. D. Thesis, Monash University, (1989).
 - 8. A. M. Adbel-Latif, J. M Corbett, and D. M. Talpin: Met. Sci., 16 (1982) 90.
 - 9. Y. Watanabe and T. Shoji: Metall. Trans., 22A (1991) 2097.
 - 10. R. S. Sharpe: Brit. J. NDT, 18 (1976) 98.
 - 11. C. Tamburelli and A. Quaroni: NDT Int., 8 (1975) 152.
 - 12. S. T. Hong, W. O. Choo, B. Y. Ahn, S. I. Kwun: ASNT Fall conference and Quality Testing, (1998) 205.
 - 13. S. H. Nahm, K. M. Yu and A. Kim: J. of the Kor. Soc. for Nondestr. Test, 18 (1998) 10.
 - 14. N. Kasik: Proc. of 14th WCNDT, (1996) 486.
 - 15. ASTM E494-89 (1991).
 - 16. E. P. Papadakis, K. A. Fowler, and L. C. Lynnworth: J. Acoust. Soc. Am., 53 (1973) 1336.
 - 17. J. Murpy, A. Ahou and S. R. Macewen: Acta Mater., 44 (1996) 587.
 - 18. K. R. Williams and B. Whilshire: Mater. Sci. Eng., 47 (1981) 151.
 - 19. C. T. Sims, N. S. Stoloff and W. C. Hagel, Superalloy II: (1987) 217.
 - 20. C. F. Ying and R. Truell: J. App. Phys., 27 (1956) 1086.
 - 21. W. P. Mason and H. J. McSkimin: J. Acoust. Soc. Am., 19 (1947) 464.
 - 22. L. Rayleigh: Theory of Sound (Dover Publication, Inc., New York), 2nd ed (1945) 152.