

미소중력장에서의 연소특성 연구

이근오[†] · 이경옥^{*}

서울산업대학교 안전공학과 · *미국국립 ARGONNE 연구소
(2002. 10. 7. 접수 / 2002. 11. 28. 채택)

Combustion Characteristics of the Micro-Gravity Condition

Keun-Oh Lee[†] · Kyeong-Ook Lee^{*}

Department of Safety Engineering, Seoul National University of Technology
*ARGONNE National Laboratory

(Received October 7, 2002 / Accepted November 28, 2002)

Abstract : The transient soot distributions within the region bounded by the droplet surface and the flame were measured using a full-field light extinction technique and subsequent tomographic inversion using Abel transforms. The soot volume fraction results for n-heptane droplets represent the first quantitative assessment of the degree of sooting for isolated droplets burning under microgravity condition. The absence of buoyancy(which produces longer residence times) and the effects of thermophoresis produce a situation in which a significant concentration of soot is produced and accumulated into a soot-cloud. Results indicate that indeed the soot concentration within the microgravity droplet flames(with maximum soot volume fractions as high as ~60ppm) are significantly higher than corresponding values that are reports for normal-gravity flames. This increase is likely due to longer residence times and thermophoretic effects that manifested under microgravity conditions.

Key Words : droplet combustion, micro-gravity, light extinction method

1. 서 론

액체 탄화수소 연료의 연소는 인류가 사용하는 전 에너지량의 상당 부분을 공급하는 중요한 역할을 담당하고 있으며, 그 수요 또한 급증하고 있다¹⁾. 화재를 제외한 대부분의 실용 연소에서 액체연료는 무수한 액적으로 구성된 분무의 형태로 연소기 내에 주입되며, 이들 분무연소에 관한 이론적·실험적 연구는 분무연소가 갖고 있는 여러 가지 복잡한 현상, 즉, 난류, 상변화, 화학반응 등의 상호작용에 의하여 해결해야 할 많은 과제를 포함하고 있다. 따라서 단일 액체에 관한 연구는 분무연소를 보다 깊게 이해하기 위한 필수적이고도 기초적인 과제라 할 수 있다²⁾. 또한 대부분 실용 분무연소기로부터 발생되는 매연입자들은 주변장치의 수명단축, 건강장해 및 환경오염을 일으키는 중요한 요인중의 하나로

주목받고 있으나, 분무연소에 대한 대부분의 연구는 매연의 영향을 고려하지 못하고 있는 실정이다.

액적연소에 관한 연구는 Spalding³⁾ 및 Godsave⁴⁾의 이론을 기초로 넓은 분야에 걸쳐 현저한 발전을 보여왔다. 그러나 당시 액적연소에 관한 기본 이론은 실제 발생하는 여러 가지 연소현상을 단순화하기 위한 많은 가정들을 포함하고 있다. 즉, 대칭 구형화염, $Le=1$, 박막과 같은 무한소 반응영역, 연소 진행과정 동안 화염장내 열역학적 물성치의 불변, 화염으로부터 액적으로 향하는 복사 열전달 무시, 준정상(Quasi-steady) 연소 등의 가정이 그것이다.

그러나 최근 고전적 액적연소 이론에서는 고려되지 않았던 여러 가지 복잡한 연소현상들이 발견됨에 따라, 이에 대한 심층적인 연구가 활발히 진행되고 있다. 예를들면, 연소시간에 따른 액적 대 화염 직경의 비(Stand-off ratio)의 연속적인 변화, 연소초기 액적표면의 온도를 연료증발온도까지 상승시키기 위한 가열 효과^{5,6)}, 증발된 연료의 화염내 축적현

[†]To whom correspondence should be addressed.
leeko@snut.ac.kr

상, 연소과정에서 단일액적의 미소액적으로의 분열, 비선형적 연소속도(burning velocity) 및 화염내 매연(Soot) 입자의 생성 등이 그것이다. 그러나 최근까지도 화염내 매연 형성이 액적연소에 미치는 영향에 대해서는 아직 규명되지 못한 부분이 많으며, 이러한 액적연소에 관한 이론적 연구결과는 매연의 영향을 고려한 실험결과와 비교해 볼 때 많은 부분에서 차이점이 발견되고 있다. 이러한 이론적 연구결과들을 뒷받침하기 위해 최근 미소 중력장에서의 연소 특성 실험이 폭넓게 연구되고 있다.

본 연구에서는 미소 중력장 내에서의 액적연소에 대한 매연의 영향을 연구하였으며, 이를 위하여 NASA-Lewis Research Center의 2.2초 droptower를 이용하였다. 일반적으로 지구 표면의 모든 물체는 9.81m/s^2 의 중력가속도의 영향을 받는다. 그러나 자유 낙하하는 물체는 이 가속도를 무시할 수 있으며, 2.2초 droptower는 이곳에 탑재된 실험장치에 대하여 2.2초 동안 10^{-5}g 이하의 중력으로 실험이 가능하다. 또한 매연의 체적분율은 전장 광감쇄(Full-field light extinction)기술을 이용하여 측정하였다.

2. 실험 방법

Fig. 1은 본 연구에서 사용된 실험장치의 개략도를 나타낸다. 광 감쇄법(Light Extinction)에 의한 매연농도의 측정을 위하여 파장 635nm 강도의 가변 다이오드 레이저광(T1)이 광섬유 케이블에 연결되어 있으며(T2), 콜리메이트(Collimator) (T4)에 의해 이 레이저 빔의 초점이 맞추어진다. 또한 이 레이저 빔의 강도는 광 다이오드 전위차계(T3)에 의하여 확장된다. 이 확장된 레이저 빔은 75mm 직경의 반사 거울(O1)에 의하여 12 리터 용적의 연소실(C7)을 관통하며, 레이저 빔의 통과선상에 위치한 연소실 관

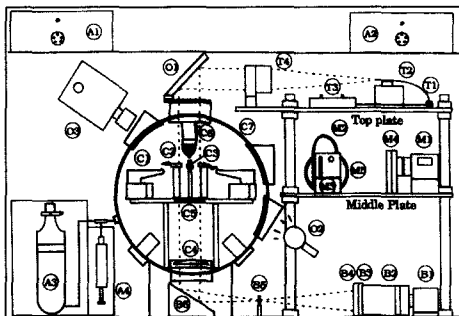


Fig. 1. Schematic of the microgravity experimental rig

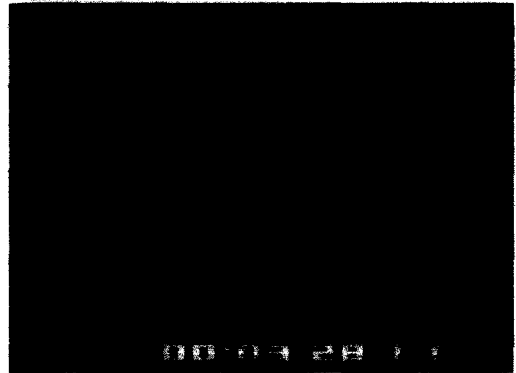


Fig. 2. Photograph of the droplet deployment and ignition system for the microgravity experiment

찰창의 유리는 빛의 반사에 의한 간섭을 방지하기 위하여 다중 코팅되어 있다. 이렇게 통과한 레이저 빔은 초점거리 $f=200\text{mm}$ 의 볼록렌즈(C4), 핀홀(Pinhole)(B5), 화염으로부터 발생하는 복사광의 차단을 위한 광 흡수식 필터(B4) 및 파장 635nm의 간섭 필터(B3)를 통해 CCD 카메라(B1) 상에 그 이미지가 맺게된다. 또한 액적 및 매연생성영역의 공간상 해상도를 확대하기 위하여 105mm F/1.8 카메라 렌즈가 사용되었다(B2). 그리고 CCD 카메라로부터 얻어지는 비디오 출력은 S-VHS VCR에서 매초 30 프레임의 속도로 녹화되며, 녹화된 이미지는 고해상도의 이미지 프로세서 시스템을 사용하여 이미지 파일로 변환된다.

Fig. 2는 연소실 내의 액적 배치 및 점화 시스템의 사진을 나타낸 것이다. 단일 액적이 니들에 부착되어 있으며, $15\mu\text{m}$ 실리콘 필라멘트가 액적을 지지하고 있음을 알 수 있다. 그리고 이 액적은 Hot Wire에 의하여 점화된다.

3. 실험결과 및 검토

3.1. 매연생성영역의 가시적 관찰

Fig. 3(a~h)은 대기에서 직경 1.8mm heptane 액적의 매연생성영역의 시간 변화 경향을 나타내고 있다. 점화 후 0.2초에서 매연입자가 액적주위에 축적되기 시작함을 알 수 있다. 일반적으로 매연 생성 메커니즘은 연료과잉영역의 화염면 근처에서 생성되며 가열효과에 의하여 액적표면으로 이동된다. 식(1)은 매연생성을 설명하는 이론식(7)으로 첫 번째 항은 점성력을 두 번째 항은 가열효과를 나타낸다.

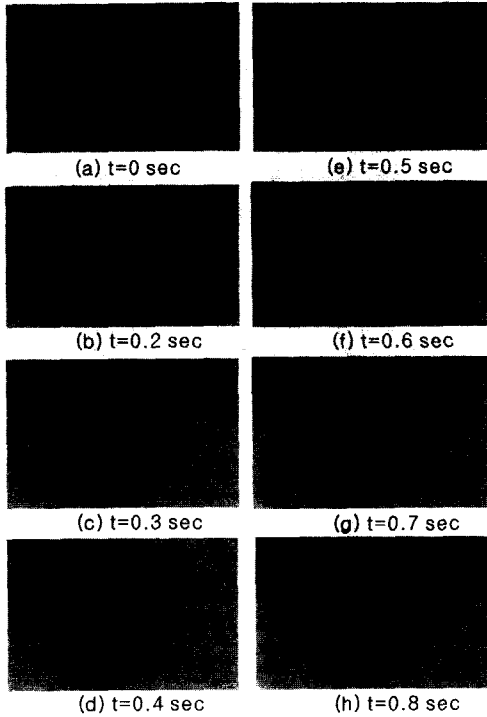


Fig. 3. Temporal evolution of the soot containing region (a 1.8mm initial diameter droplet at 1 atm)

$$\begin{aligned} \Sigma F = & -\frac{32}{3c} \left\{ R^2 \left(1 + \frac{\pi}{8} a \right) \rho V \right\} \\ & - \frac{32}{15c} \left\{ R^2 \lambda_{trans} \frac{dT}{dr} \right\} \\ \bar{c} = & \sqrt{\frac{8kT}{\pi m}} \\ \lambda_{trans} = & \frac{15k\mu}{4m} \\ p = & nkT \end{aligned} \quad (1)$$

여기서 R은 입자반경을, V는 입자의 상대속도를, T는 온도를, a는 열축적 지수(보통 0.9)를, λ는 열전도도를, K는 볼츠만 상수를, m은 분자량을, μ는 점성계수를, n은 수밀도(number density)를 나타낸다. 가열 효과항을 나타내는 플럭스는 식(2)와 같이 표현할 수 있다.

$$\rho V_r = \frac{-3\mu}{4(1 + \pi a/8)T} \frac{dT}{dr} = f_1(r) \quad (2)$$

상기 식에서 가열효과는 입자크기와는 무관함을 알 수 있으며, 분자의 평균자유경로(mean free path)

보다 큰 입자에 대한 가열 플럭스는 다음의 식(3)과 같이 정의된다⁸⁾.

$$\rho V_r = \frac{-2\lambda^2 \sigma \rho}{(2\lambda + \lambda_p)P} \frac{dT}{dr} = f_2(r) \quad (3)$$

여기서 σ는 입자 표면에서의 속도와 가스상 온도구배와 관련된 무차원 상수로 보통 0.2의 값을 가진다. 식(4)는 스테판 플럭스로 인하여 입자들에 작용하는 항력을 나타낸다

$$\rho V_r = \frac{\frac{dm}{dt}}{S} = \frac{\frac{dm}{dt}}{4\pi r^2} = f_3(r) \quad (4)$$

여기서 액적 질량소비율(dm/dt)은 속도상수(k)와 순간 액적 직경(di)에 의해 식(5)와 같이 나타낼 수 있다.

$$\begin{aligned} \frac{dm}{dt} = & -\frac{\rho \pi}{6} \frac{d(d_i^3)}{dt} \\ = & -\frac{\rho \pi d_i}{4} \left(\frac{d(d_i^2)}{dt} \right) \\ = & -\frac{\rho \pi d_i}{4} K \end{aligned} \quad (5)$$

따라서 스테판 플럭스는 식(6)과 같이 나타낼 수 있음을 알 수 있다.

$$\rho V_r = \frac{\rho K}{16r^2} d_i \quad (6)$$

Fig. 3에서 t=0~0.3의 초기 연소조건에서의 매연 입자는 점화기의 수축운동에 영향을 받는다. 생성된 매연입자들의 일부는 점화기 수축 경향을 따라 매연꼬리를 형성하기 시작하며(Fig. 3 c), 가스에 대한 액적의 운동에 의해 야기된 유사한 매연꼬리가 Shaw⁹⁾등의 미소 중력장에 대한 연구에서도 관찰된다. 그러나 연소가 진행됨에 따라 스테판 플럭스의 가열효과에 의하여 많은 대칭 구형 매연생성영역이 나타남을 알 수 있다(Fig. 3 d~h). 또한 액적 표면과 매연생성영역 사이에 나타난 매연입자는 3차원 매연생성영역의 2차원 이미지임이 분명함을 알 수 있다. 이 입자 이미지는 액적 표면 근처에 나타난 직사 투시값(line-of sight projection)에 의한 것이다. 그림에서 보는 바와 같이 대칭 구형 구조의 매연농도

분포는 육안으로는 관찰할 수 있으나 이러한 정성적인 관찰 방법으로는 액적 화염내의 매연농도 분포에 대한 정확한 분석 결과를 얻어 낼 수 없다, 따라서 매연농도 분포에 대한 정량적인 분석을 위하여 본 연구에서는 3점 아벨 변환법(3-point Abel Transfer)이라 하는 단층 변환(Tomographic Inversion) 기술이 사용되었다¹⁰⁾.

3.2. 광감쇄법을 이용한 매연 체적분율의 측정

Fig. 4(a)는 점화하기전의 액적이 배치된 이미지를 나타내고 있으며, Fig. 4(b)는 광감쇄(Light Extinction)시스템을 이용하여 초기 직경 1.8mm n-heptane 액적의 미소 중력장 하에서의 액적연소 이미지를 나타낸 것이다. 화염이 대칭 구형이기 때문에 액적 중심에서 반경방향으로의 매연농도분포가 대칭 구형 분포임을 알 수 있다. 따라서 투시값은 액적 중심을 통과하는 면을 따라 계산될 수 있다.

따라서 본 연구에서는 그림에 나타낸 것과 같이 빛의 강도 계산은 배경 이미지 및 매연 이미지 모두 수직점선을 따라 계산하였다. 또한 매연 체적분율 분포를 얻기 위하여 이들 이미지로부터 계산된 투시값은 단층 변환법에 의하여 얻었다. 또한 본 연구에서는 미소 중력장에서 광감쇄 이미지 시스템의 보정실험이 정상 중력장에서와 유사한 방법으로 수행되었다. 여기에 설치된 모든 전기장치들은 실제 미소 중력장 실험과 동일한 조건에서 droptower에 연결되었다.

Fig. 5에서 볼 수 있는 바와 같이, 본 연구에서 사용된 이미지 시스템은 레이저 입사광의 변화에 대하여 거의 선형적으로 반응한다. 따라서 이미지 시스템에 의해 측정된 명암값의 비를 강도비에 대하여 별도의 보정 없이 직접 대치시킬 수 있다.

Fig. 6은 1.8mm heptane 액적에 대하여 시간함수로서 계산된 매연의 체적분율을 도시한 것이다. 부력의 부재로 인한 증가된 체류시간과(이는 매연생성을 촉진 시킨다) 액적 표면으로 매연을 전송하는 가열효과(이는 매연입자가 산화되는 것을 방해한다)의 조합이 연료과잉영역내에서 상당한 양의 매연이 축적되는 조건을 형성하는 것으로 사료된다. 왜냐하면, 매연생성영역이 점화 후 2.3초 내에 관찰되기 때문이며, 미소 중력장의 연료과잉영역내의 평균 연료체류시간은 정상중력장에 비해 약 3~4배정도 길어짐을 알 수 있다. 또한 최대 매연 체적분율은 연소가 준 정상상태에 도달할 때까지 시간의 함수로

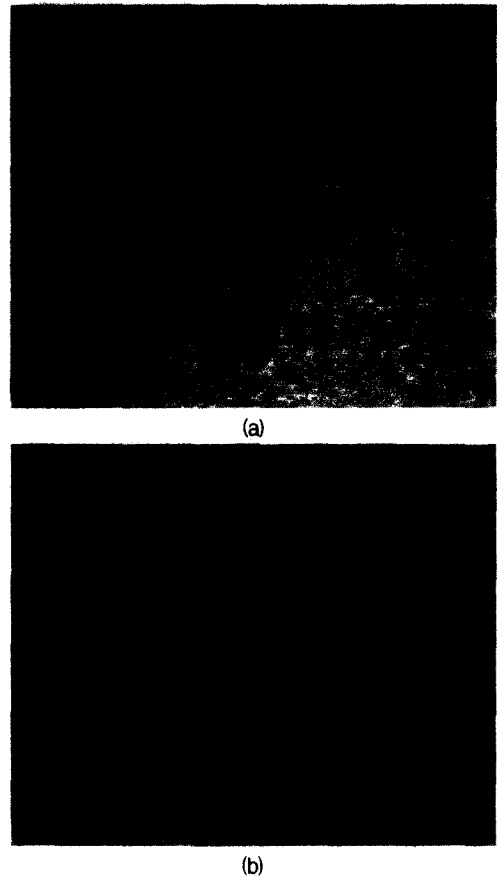


Fig. 4. Background (a) and Soot-attenuated (b) images captured by the light-extinction technique in the microgravity condition

서 증가함을 알 수 있다. 이는 화염크기와 매연생성을 촉진하는 체류시간의 증가와 밀접한 관계가 있음을 알 수 있으며, 연소가 준 정상상태로 진행됨에 따라 화염면 쪽으로 전달되고 있는 매연입자들을 방해하는 가열효과에 의하여 화염내 매연농도 또한 증가함을 알 수 있다.

4. 결론

전장 광감쇄(Full-Field light extinction) 및 아벨(Abel) 변환 기술을 이용하여 미소 중력장내에서 연소하는 단일 액적 화염의 매연농도분포를 측정하였으며, n-heptane 액적에 대한 매연의 체적분율을 정량적으로 평가할 수 있었다. 부력의 부재는 체류시간의 증가를 야기하며, 가열효과는 상당한 농도의

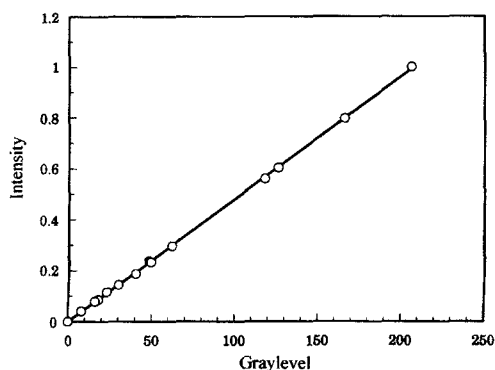


Fig. 5. Calibration characteristic of the light-extinction imaging system in microgravity

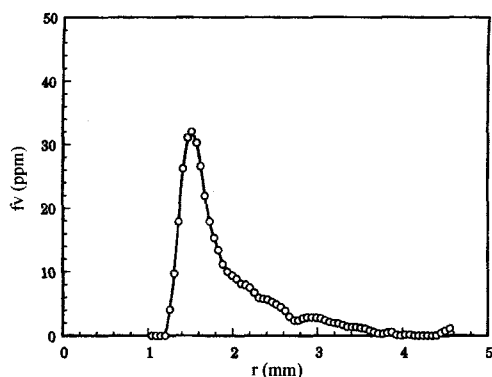


Fig. 6. Spatial distribution of the soot volume fraction

매연 생성 및 매연생성영역에서 매연입자들이 축적되는 상황을 야기한다. 또한 미소중력장에서의 액적 화염의 매연농도는 기존에 알려진 정상중력장에서의 매연농도보다 상당히 높은 값(최대 매연 체적분

율에 대하여 약 60ppm이상)을 나타냄을 알 수 있었으며, 이러한 증가는 미소중력장내에서의 체류시간의 증가와 가열효과에 기인함을 알 수 있었다.

참고문헌

- 1) Faeth G. M., 1977, Prog. Energy and Comb. Sci., Vol. 3, p. 191.
- 2) Faeth G. M., 1994, Science requirements document for laminar soot processes, NASA.
- 3) Spalding D. B., 1953, Fourth Symposium(Int.) on Combustion, The Combustion Institute, pp. 847~864.
- 4) Godsave G. A. E., 1953, Fourth Symposium(Int.) on Combustion, The Combustion Institute, pp. 818~830.
- 5) Law C. K., 1976, Combustion and Flame, Vol. 26, pp. 17~22.
- 6) Hubbard G. L., Denny, V. E. and Mills A. F., 1975, Int. J. Heat Mass Transfer, Vol. 18, pp. 1003~1008.
- 7) Waldmann L. and Schmitt K. H., 1966, Aerosol Science, Chapter VI in Davies, Academic Press N.Y.
- 8) Friedlander, S. K., 1977, Smoke, Dust and Haze, Wiley and Sons N.Y.
- 9) Shaw B. D., Dryer F. L. and Williams F. A., 1988, Acta Astronautica 17(11/12), pp. 1195~1202.
- 10) Dasch C. J., 1992, Applied Optics, Vol. 31, p. 146.

초음파 비선형 음향 효과 및 X-선 회절법을 이용한 2.25Cr-1Mo 강의 열화 손상 평가

김덕희 · 박은수[†] · 박익근 · 변재원* · 권숙인**

서울산업대학교 비파괴평가기술연구소 · *고려대학교 공학기술연구소 · **고려대학교 재료공학부
(2002. 10. 10. 접수 / 2002. 12. 14. 채택)

Evaluation of thermal degradation of 2.25Cr-1Mo steel using ultrasonic nonlinear effect and X-ray diffraction method

Duk-Hee Kim · Un-Su Park[†] · Ik-Keun Park · Jai Won Byeon* · Sook In Kwun**

Research Institute of NDE Technology, Seoul National University of Technology

*Research Institute of Engineering and Technology, Korea University

**Division of Materials Science and Engineering, Korea University

(Received October 10, 2002 / Accepted December 14, 2002)

Abstract : It was attempted to evaluate the degree of degradation of thermally aged 2.25-1Mo steel by ultrasonic nonlinear parameter(UNP) measurement and X-ray diffraction analysis of extracted carbide. Artificial aging was performed to simulate the microstructural degradation in 2.25Cr-1Mo steel arising from long time exposure at 540°C. Microstructural analysis (number of carbides per unit area) and measurements of mechanical properties(Vickers hardness, DBTT) and degradation evaluation parameters(UNP and intensity ratio of X-ray diffraction peak of electrolytically extracted carbide) were performed. Both of UNP and intensity ratio of X-ray diffraction peak for M6C carbide to that of M23C6 carbide(IR) increased abruptly in the initial 1000 hour of aging and then changed little. UNP and IR were proposed as potential parameters to evaluate the degree of aging degradation of 2.25Cr-1Mo steel.

Key words : 2.25Cr-1Mo steel, thermal degradation, ultrasonic nonlinear parameter, X-ray diffraction, ductile-brittle transition temperature

1. 서 론

2.25Cr-1Mo 강, 1Cr-1Mo-1V 강과 같은 Cr-Mo계 합금강들은 고온 강도, 내산화성, 내수소취성 등이 우수하기 때문에 발전 설비, 석유 화학 설비 등과 같은 고온용 구조 재료로 광범위하게 사용되어 왔다. 이 강종들은 화력발전용 증기 터빈로터, 보일러 튜브, 실린더, 노즐 챔버 등의 부품 소재로 약 300°C~540°C에서 사용된다. 저합금강을 고온에서 장시간 사용할 경우 텀퍼취성, 탄화물유기취화, 기지의 연화 등으로 인해 파괴인성 등의 기계적 성질이 저하되는 경년열화(aging degradation) 현상이 발생하

는 것으로 알려져 있다^{1,2)}. 이러한 경년열화는 설비의 수명을 단축시키고 갑작스런 파손으로 인한 대형사고를 초래할 수 있다. 따라서 구조물의 안전성 및 건전성 확보 측면에서 경년열화도의 평가 기법에 대한 연구의 필요성이 매우 크다. 경년열화도의 평가는 대상 구조물에서 시험편을 채취하여 충격시험, 인장시험, 파괴인성시험 등과 같은 파괴적인 방법으로 평가하는 것이 가장 정확하다. 그러나 가동 중인 구조물에 손상을 입히지 않고 기계적 성질 측정을 위한 시험편을 채취한다는 것은 실제적으로 많은 어려움이 있다. 따라서 구조물을 파손시키지 않고 손상 정도를 모니터링 할 수 있는 비파괴평가 및 준비파괴평가 기법의 확립이 필요하다.

현재 구조물의 열화도 평가를 위해 초음파법^{3,10)}, X-선 회절법¹¹⁾, 전기저항법, 자기적방법, 바크하우

[†]To whom correspondence should be addressed.
uspark@snut.ac.kr

젠노이즈법, 전기화학적방법, 압입시험법, 뫼스바우어법(mössbauer spectroscopy) 등 비파괴적 또는 준비파괴적 열화도 평가법에 관한 연구가 다양하게 진행되고 있다. 초음파법은 초음파 전파속도, 감쇠계수, 주파수 스펙트럼 특성 등의 선형 특성을 이용하는 방법^{3,6)}과 초음파 비선형 음향 특성을 이용하는 방법⁷⁻¹⁰⁾이 보고되고 있으며 최근에 와서는 초음파 비선형 음향 효과(ultrasonic nonlinear effect)가 재료의 열화에 민감하다는 사실이 보고되고 있다. 초음파 비선형 파라미터를 이용한 열화도 평가는 송신한 기본 주파수 성분(fundamental frequency) 이외에 2차나 그 이상의 조화 성분(high order harmonic)을 측정하여 이들이 갖는 특징량 파라미터와 재료의 열화, 손상 등 물성 변화와의 상관성을 도출하는 것이다. X-선 회절법은 탄화물과 같은 상(phase)으로부터 얻어진 회절 피이크로부터 피이크의 강도(intensity), 반가폭(half width), 격자상수 등을 구하여 열화 정도와의 상관관계를 찾는 방법이다. 본 연구에서는 2.25Cr-1Mo강 인공 열화재를 제작하였으며, 이에 대해 초음파 비선형 음향 효과 및 전해 추출된 탄화물에 대해 X-선 회절 분석법을 적용하여 열화도 평가의 유용성 유무를 실험적으로 검증하고자 하였다.

2. 초음파 비선형 음향 이론

초음파가 재료 내를 전파할 때 재료 내의 결함 등에 의해서 왜곡(distortion)현상이 일어나며, 이때 기본주파수 성분 외에 2차나 그 이상의 고조파 성분이 발생된다. 초음파 비선형 파라미터는 식 (1)로 나타낸 응력-변형을 관계로부터 유도되어 진다⁶⁾.

$$\sigma = E(1 + \beta \epsilon + \delta \epsilon^2 + \dots) \quad (1)$$

여기서, E 는 영률, β 와 δ 는 각각 2차 및 3차 비선형 탄성계수를 나타내며 β 를 비선형 파라미터로 정의한다. 비선형 파라미터, β 는 비선형 파동방정식 및 섭동이론을 적용하여 유도되어 질 수 있음이 보고되고 있다⁶⁾. 비선형 파라미터는 다음 식으로 정의된다⁶⁾.

$$\beta = \frac{8A_2}{A_1^2 k^2 x} \quad (2)$$

Table 1. Chemical composition of the 2.25Cr-1Mo 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

Table 2. Artificial aging heat treatment conditions

Artificial aging time at 630℃ Hours(Days)	Simulated service time at 538℃ Hours(Years)
290(12)	15,000(1.7)
340(15)	20,000(2.3)
460(19)	25,000(2.9)
550(23)	30,000(3.5)
730(30)	40,000(4.6)
920(38)	50,000(5.8)
1,200(49)	65,000(7.5)
1,500(61)	80,000(9.3)
1,800(76)	100,000(11.6)
2,200(91)	120,000(13.9)
2,700(111)	145,000(16.8)
3,100(129)	170,000(19.7)
3,700(152)	200,000(23.1)
4,200(175)	230,000(26.6)
4,800(199)	260,000(30.1)

여기서, A_1 과 A_2 는 각각 주파수 스펙트럼에서 기본 주파수(fundamental frequency) 성분과 2차 조화 성분(second order harmonic)의 진폭이고 x 는 전파거리, k 는 파수(wave number)이다. 비선형 파라미터는 2차 조화 성분의 발생 정도를 나타낸다고 볼 수 있고 재료의 손상 정도에 따라 달라진다. 각 시험편에 대한 전파거리 x 와 파수 k 가 일정할 경우 정규화된 비선형 파라미터, β' , 을 다음과 같이 정의 할 수 있다⁶⁾.

$$\beta' = \frac{\beta k^2 x}{8} = \frac{A_2}{A_1^2} \quad (3)$$

3. 실험 방법

3.1. 모의 열화재 제작 및 미세조직 관찰

본 연구에 사용된 2.25Cr-1Mo 강은 포항제철에서 제조되었으며, 900℃에서 1시간 노말라이징 처리 후 720℃에서 1시간 템퍼링 열처리된 것이다. 2.25Cr-1Mo 강의 화학적 조성을 Table 1에 나타내었다. 실기 열화재를 사용 시간별로 입수하는 것은 현실적으로 매우 어렵기 때문에, 대표적인 현장 사용 온도인 538℃에서 장시간 사용되어 열화된 재료와 유사

한 미세조직을 갖는 인공 열화 시편을 가속화시켜 제작하고자 하였다. 이를 위해 Table 2에 나타난 것과 같이 630℃에서 290~4800 시간 범위에서 가속 열화 열처리를 행하였다. 가속 열처리는 철의 자기 확산계수를 이용하여 등가시간을 환산하는 방법^{12,13)}을 사용하였다. 탄화물은 3% 나이탈 용액으로 에칭 후 FESEM(field emission scanning electron microscope)를 이용하여 20,000배 및 100,000배로 관찰하였으며, 영상분석기(image analyser)를 사용하여 탄화물의 단위면적당 개수를 측정하였다.

3.2. 연성-취성 천이온도(ductile-brittle transition temperature, DBTT) 평가

표준 시험편을 이용하여 -140℃~20℃ 범위에서 V-노치 샤르피(Charpy) 충격 시험을 행하였으며 온도에 따른 충격 흡수에너지의 변화 경향을 식 (1)로 나타낸 함수¹⁴⁾를 가정하여 fitting 하였다.

$$Y = \frac{(P_1 + P_2)}{2} + \frac{(P_1 - P_2)}{2} \tanh \left[\frac{(X - P_3)}{P_4} \right] \quad (4)$$

여기서, P_1 은 상부에너지(upper shelf energy)로 상온에서의 값을 사용하였으며, P_2 는 하부에너지(lower shelf energy)로 일반적으로 강에서 사용하는 2.7 J/cm²을 사용하였다. P_3 는 DBTT(℃), P_4 는 상수, Y 는 흡수에너지(absorbed energy, J/cm²) 그리고 X 는 시험 온도(℃)이다.

3.3. 초음파 비선형 파라미터 측정

Fig. 1은 초음파 비선형 파라미터를 측정하기 위해 구성된 계측 시스템의 모식도이다. 저잡음의 초음파 시그널을 얻기 위해 고출력 초음파 발생 장치인 RAM10000(RITEC사)을 사용하였다. 초음파의 송신을 위해서 중심주파수가 5MHz인 탐촉자(0.25 inch)를 사용하였다. 송신 신호의 파형은 톤버스트(tone burst)를 사용하였고 톤버스트(tone burst)수는 20/cycle로 하였다. 초음파 수신을 위해서는 중심주파수가 10MHz인 광대역형 탐촉자(0.25 inch)를 사용하였다. 감쇠기, 필터, 증폭기는 송수신 신호의 특성을 조절하기 위한 것이다. 수신된 신호를 디지털 스토리지 오실로스코프(Lecroy 9374M)을 이용하여 아날로그/디지털 변환하였다. 시간 영역에서 얻어진 시그널을 고속 푸리에 변환(FFT)하여 파워스펙트럼을 얻었으며, 이로부터 기본주파수 성분(5MHz)과 2차 조화성분(10MHz)의 진폭을 구하였다. 측정된 기

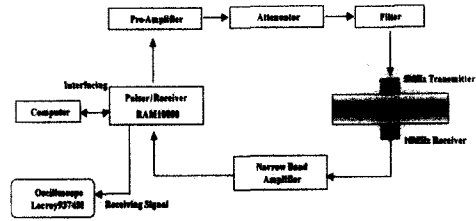


Fig. 1. Schematic diagram of ultrasonic measurement system used in this research

본주파수 성분과 2차 조화 성분의 진폭을 식 (3)에 대입하여 정규화된 비선형 파라미터(β')을 구하였다. 측정시 시험자에 의한 주관적 영향을 배제하기 위해 시험자가 시험편의 열화 조건을 알지 못하는 상태로 측정(blind test)하였으며, 또한 2인의 시험자가 동일한 시험편에 대해 blind test를 하여 계측 결과의 재현성을 검증한 후 최종 데이터를 획득하였다.

3.4. 탄화물의 전해추출 및 X-선 회절 분석

2.25Cr-1Mo강에는 $M_{23}C_6$, M_3C , M_6C , M_7C_3 등의 탄화물이 존재하며 열화됨에 따라 그 양이 증가 또는 감소하게 된다. 특히 M_6C 탄화물은 열화에 따라 증가하는 것으로 보고¹⁵⁾ 되고 있으며 이는 연성-취성 천이온도를 증가시키는 직접적인 원인으로 알려져 있다¹²⁾. 기존 연구^{15,16)}에서는 열화 시간이 증가에 따른 M_6C 탄화물의 변화를 알아보기 위해 다수의 탄화물에 대해 투과전자현미경의 회절패턴 분석¹⁵⁾ 또는 탄화물의 조성분석법¹⁶⁾을 이용해 M_6C 탄화물의 개수 분율을 구하였다. 그러나 이러한 방법은 다수의 탄화물에 대한 통계적 분석을 해야하기 때문에 매우 많은 시간을 소비하게 된다.

본 연구에서는 열화재에 존재하는 M_6C 탄화물의 양에 대한 간접적 정보를 얻기 위해 X-선 회절 분석을 이용하고자 하였다. 이때 탄화물은 기지의 양에 비해 매우 소량이므로 전체 시료(bulk)에 대해 X-선 회절 분석을 할 경우 탄화물에 의한 회절 피크가 검출되지 않는다. 따라서 탄화물 분말만을 분리해 내어 X-선 회절 분석을 행하고자 하였다. 이러한 방법은 비교적 소량의 시료만을 사용하며 동시에 탄화물에 대한 평균적 정보를 쉽게 얻을 수 있다는 장점이 있다. 이를 위해 전해 추출법¹⁷⁾을 이용하여 기지만을 선택적으로 용해시켰다. 전해 추출을 위해 가로, 세로, 두께가 55×10×1mm인 시편을 90% 메탄올 + 10% 염산 용액 속에서 3볼트의 전압을 가해 주었다. 기지를 선택적으로 용해시킨 후 남은 잔사

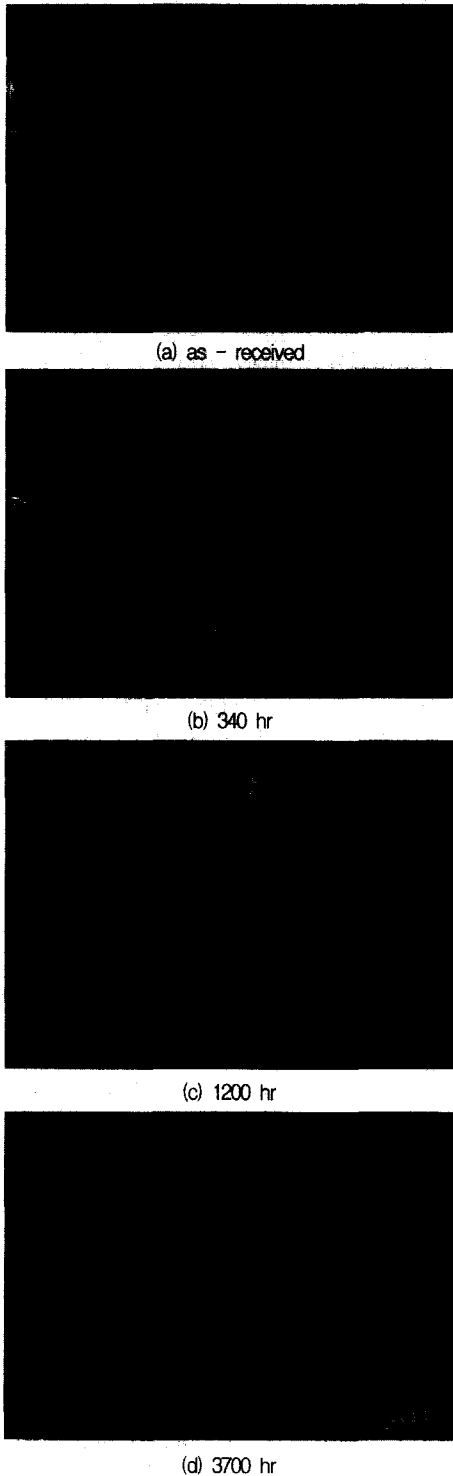


Fig. 2. FESEM image showing morphology of carbide with aging time

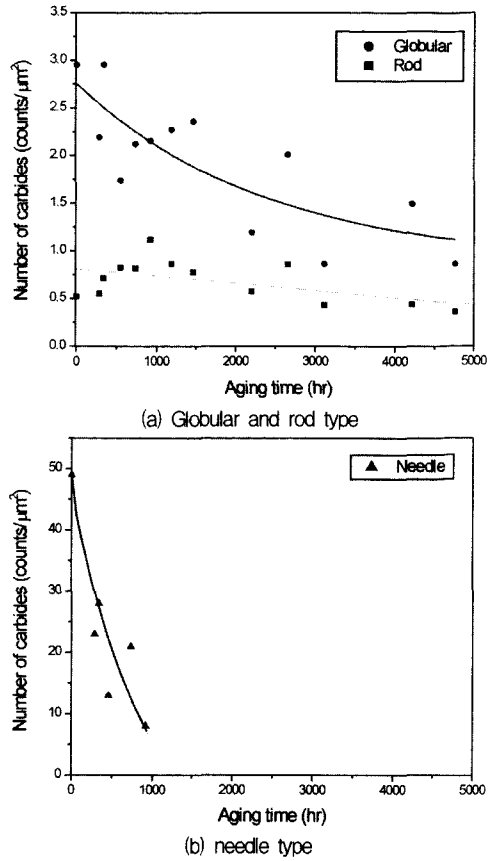


Fig. 3. Change of number of carbides per unit area with aging time

(탄화물)는 걸러내어 X-선 회절 분석을 하였다. 추출된 탄화물에 대한 X-선 회절 분석을 위해 Cu 타게트를 사용하였으며, 35° ~ 55° 구간에서 0.01° 간격으로 step 스캔하였다.

4. 실험 결과 및 고찰

4.1. 열화에 따른 미세조직 및 기계적 성질의 변화

본 연구에 사용된 2.25Cr-1Mo 강의 결정립 크기는 열화 시간에 관계없이 약 $20\mu\text{m}$ 정도의 크기를 갖는다¹⁶⁾. Fig. 2는 열화 시간에 따른 탄화물의 형상을 보여주고 있는 FESEM 사진이다. 형태상으로 볼 때 구상(globular), 막대상(rod), 침상(needle)의 탄화물이 분포하며, 미세한 침상의 탄화물은 급격히 소멸되어 열화 후반부에는 거의 관찰 할 수 없었다. 열화 시

간이 증가함에 따라 탄화물의 조대화 및 구상화가 일어나며 이는 열화재의 강도를 저하시키는 한 원인으로 보고¹⁶⁾되고 있다. Fig. 3은 열화 시간에 따른 탄화물의 단위면적당 개수의 변화를 보여주고 있다. 미세한 침상의 탄화물은 그 수가 구상이나 막대상 탄화물에 비해 매우 많으며 열화 초반부에 급격히 소멸되고 있다. 구상 탄화물도 지속적인 개수의 감소가 일어나고 있으며, 이는 탄화물의 조대화로 인한 합체 현상 때문이다. 또한 막대상의 탄화물은 열화 시간의 증가에 따라 거의 변화가 없었다. 막대상의 탄화물은 2.25Cr-1Mo 강에 존재하는 탄화물에 대한 형상학적 연구(morphological approach)¹⁵⁾에서 $M_{23}C_6$ 로 보고되고 있으며, 이로 보아 $M_{23}C_6$ 은 열화 시간의 증가에 따라 거의 변화가 없다고 볼 수 있다.

Fig. 4(a)는 열화 시간에 따른 미소경도의 변화를 보여주고 있다. 미소경도는 약 1000 시간까지는 비교적 급격하게 감소하다 그 이후에는 완만하게 감소하는 경향을 보이고 있다. 이러한 정도 저하는 다수의 침상 탄화물의 소멸, 기지에 고용된 고용원소의 고갈 등의 미세조직 변화에 의한 것으로 보고¹⁶⁾되고 있다. Fig. 4(b)는 열화시간에 따른 DBTT의 변화를 보여주고 있다. As-received 시편의 DBTT 값은 $-47^{\circ}C$ 이었으며 DBTT는 열화 초반부에 급격히 증가한 후 더 이상 증가하지 않은 경향을 나타내었다. 2.25Cr-1Mo 강 열화재에 대한 미세 조직적 연구^{1,2)}에 의하면, 열화가 진행됨에 따라 열역학적 안정상인 M_6C 탄화물이 증가되며 이로 인해 DBTT가 증가되는 것으로 보고되고 있다. Fig. 5는 3700 시간 동안 열화된 시편의 하부에너지($-196^{\circ}C$ 파단 시편)에 해당되는 시편의 충격 파단면을 주사전자현미경으로 관찰한 사진으로 입내벽개파괴의 경향을 보여주고 있다. 이는 입계가 취약화 되지 않았음을 의미하며 또한 간접적으로 입계 편석에 의한 텀퍼 취성은 나타나고 있지 않음을 의미하는 것이다. $300 \sim 550^{\circ}C$ 정도에서 사용된 실기 부재에서는 입계 편석에 의한 텀퍼취성이 유발되는 것으로 보고^{1,2)}되고 있다. 그러나 본 연구에서 사용한 인공 열화재는 $630^{\circ}C$ 에서 열화 열처리된 것이며 이 온도는 주로 탄화물의 가속 열화를 시키기 위한 온도로서, Cr-Mo 계 저합금강에서 입계 편석을 소멸시키기 위한 탈취 화열처리 온도이다. 따라서 $630^{\circ}C$ 인공 열화재에는 현장 사용재와는 달리 입계 편석이 형성되지 않으며, 본 재료에서 나타나는 기계적 성질의 저하는 주로 탄화물 유기취화에 의한 것으로 볼 수 있다.

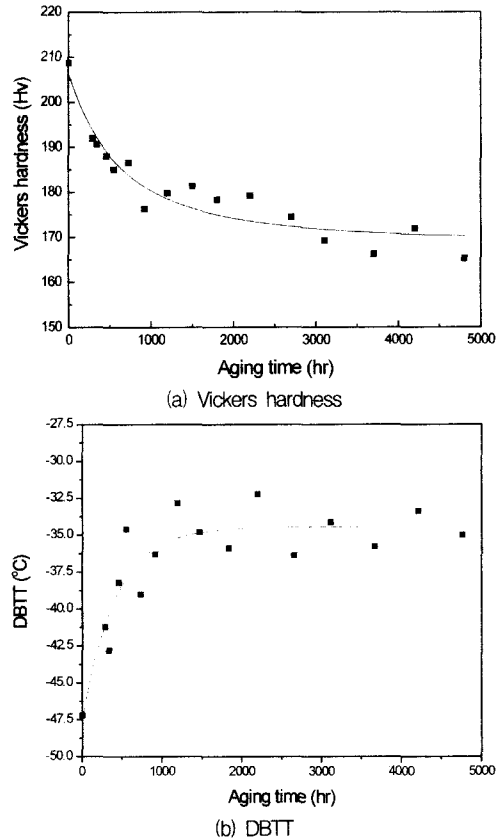


Fig. 4. Change of (a) Vickers hardness and (b) DBTT with aging time



Fig. 5. Fractograph showing transgranular cleavage fracture (aged for 3700 hours and then fractured after cooling to liquid nitrogen temperature)

4.2. 열화에 따른 초음파 비선형 특성 변화

Fig. 6(a)는 송신 탐촉자로 입력된 톤버스트파의 입력 파형을 보여 주고 있다. Fig. 6(b)는 송신파(Fig. 6(a))를 고속 퓨리에 변환하여 얻은 주파수 스펙트

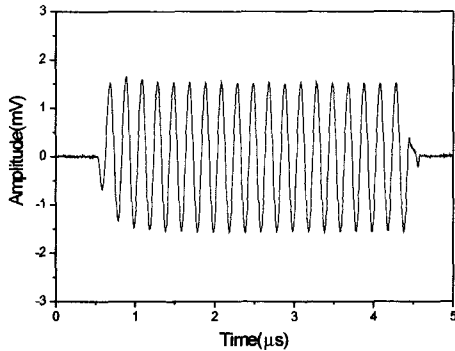
럼으로서 5MHz의 기본 주파수 성분만이 나타남을 보여주고 있다. Fig. 7은 as-received 및 4800 시간 동안 열화된 시편에서 얻은 주파수 스펙트럼을 보여 주고 있다. 열화재와 비손상재(as-received) 모두 5MHz의 기본주파수 성분(A₁)과 함께 10MHz의 2차 조화 성분(A₂)이 나타나고 있다. 비손상재에서 2차 조화 성분이 나타나는 것은 재료가 제조될 때부터 고유하게 갖고 있는 내부의 미세 구조적 결함들 때문이다. 열화됨에 따라 기본 주파수 성분의 진폭은 거의 변화가 없으나, 2차 고조파 성분의 진폭은 as-received에 비해 증가함을 정성적으로 알 수 있다. 재료 내의 미세구조적 열화가 2차 고조파 성분의 증가로 나타났으며, 이런 점으로 보아 초음파 비선형 파라미터는 재료의 열화 정도에 민감함을 알 수 있다.

Fig. 8은 열화 시간에 따른 정규화된 비선형 파라미터(β)의 변화를 보여 주고 있다. 비선형 파라미터는 약 1000 시간까지는 급격히 증가를 하고 이후는 포화되는 경향을 보인다. Yost 등⁹⁾은 2024-T4 Al 인공열화 시험편에 대하여 비선형 파라미터는 2차,

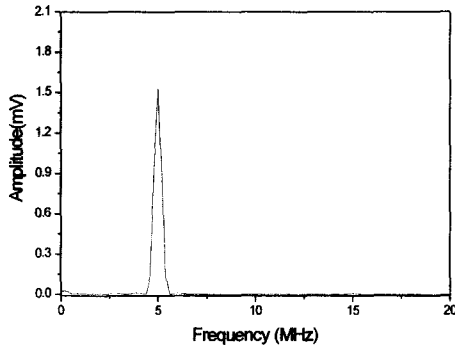
3차, 4차 탄성계수, 석출물의 부피분율, 석출물 격자 부정합에 의존한다는 것을 보여 주었다. 본 재료에서는 열화에 따른 탄화물의 조대화 및 안정한 탄화물의 석출, 탄화물의 격자상수 변화 등에 의해 비선형 파라미터가 변화되는 것으로 보인다. 비손상재에서의 비선형 파라미터는 약 1.05이었으며 4800 시간 열화재의 비선형 파라미터는 약 1.8 정도의 값을 나타내었다. 4800 시간 열화재에서는 비손상재에 비해 약 80%가 증가했으며, 또한 열화 시간에 따른 비선형 파라미터의 변화는 열화에 따른 기계적 성질의 변화(Fig. 4)와도 유사한 변화 경향을 나타내었다. 따라서 초음파 비선형 파라미터는 2.25Cr-1Mo 강의 열화도 평가에 이용할 수 있을 것으로 생각된다.

4.3. 전해 추출된 탄화물에 대한 X-선 회절 분석

Fig. 9는 as-received 시편과 열화재에서 추출된 탄화물에 대해 2 θ 값 35~55°구간에서 0.01°간격으로 스캔한 X-선 회절 분석 결과를 보여주고 있다.



(a) transmitted tone burst signal



(b) power spectrum of (a)

Fig. 6. Transmitted tone burst signal and its power spectrum

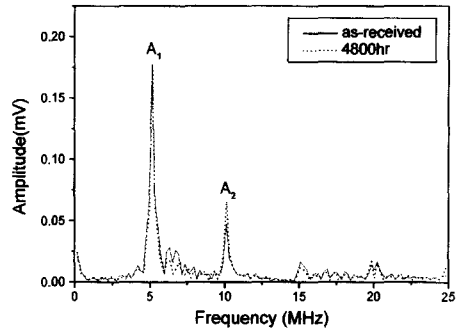


Fig. 7. Fast Fourier transformed power spectrum of received signal

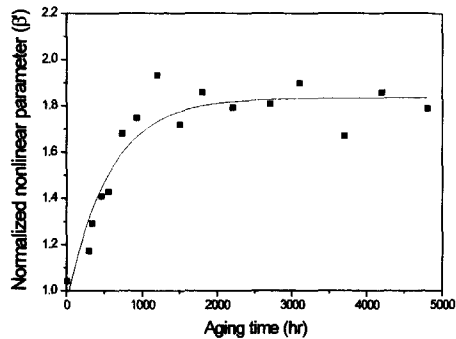


Fig. 8. Change of ultrasonic nonlinear parameter with aging time

2.25Cr-1Mo 강에서 존재하는 주요 탄화물로는 M_6C , $M_{23}C_6$, M_2C , M_3C 등이 있는 것으로 알려져 있다¹⁵⁾. 본 연구에서의 X-선 회절 분석 결과에 의하면 이들 이외에도 확인되지 않는 소량의 탄화물에 대한 피이크도 관찰되었으나 이상에서 언급한 4가지 종류의 탄화물을 중심으로 결과를 고찰하였다. Fig. 9의 결과를 보면, 비손상재에서는 $M_{23}C_6$, M_3C , M_2C , M_6C 탄화물의 피이크가 관찰된다. 전체탄화물 중에서 $M_{23}C_6$ 탄화물이 가장 많은 양을 차지하고 있으며 열화 시간에 따라 큰 변화가 없음을 정성적으로 알 수 있다. $M_{23}C_6$ 의 주 피이크의 오른쪽에 매우 근접하여 M_3C 의 주 피이크가 관찰된다. M_3C 는 비손상재에는 다량이 존재하였으나 열화가 진행됨에 따라 급격히 소멸되어 약 290 시간 이후에는 회절 피이크를 관찰할 수 없었다. M_2C 는 상대적으로 가장 적은 양이 존재함을 알 수 있다. 또한 열화 시간이 증가함에 따라 M_6C 탄화물은 급격히 증가함을 정성적으로 알 수 있다. Gope 등¹⁵⁾은 투과전자현미경 회절패턴 분석 결과에서 열화에 따른 M_6C 탄화물의 증가를 보고한 바 있으며, byeon¹⁶⁾은 탄화물의 조성 분석 결과로부터 M_6C 탄화물의 개수 분율이 열화 초반부에 급격히 증가 후 포화되는 경향을 보임을 보고한 바 있다.

X-선 회절 피이크의 강도는 분석하는 시료 중에서 회절을 일으키는 상(여기서는 탄화물)이 차지하는 상대적인 양을 의미한다. 그러나 X-선 회절 피이크의 강도는 분석하는 상의 양 뿐만 아니라 측정 조건에도 크게 영향을 받기 때문에 회절 피이크의 강도는 절대값이 될 수 없다. 따라서 서로 다른 시료에 대한 X-선 회절 피이크의 강도를 비교할 수 있도록 하기 위해서는 일정한 기준이 필요하다. $M_{23}C_6$ 탄화물은 열화에 따라 특별한 변화가 없는 것으로 보고^{15,18)}되고 있으며, 또한 가장 많은 양을 차지하기 있기 때문에 하나의 기준 값으로 이용될 수 있음이 제안된 바 있다¹⁸⁾. 이에 따라 가장 많은 양을 차지하며 열화에 따른 변화가 매우 적은 $M_{23}C_6$ 탄화물의 회절 피이크 강도에 대한 상대적인 M_6C 탄화물 회절 피이크 강도의 비, $IR(intensity\ ratio)$ 를 아래와 같이 정의하였다¹⁸⁾.

$$IR = I_{M_6C} / I_{M_{23}C_6} \quad (5)$$

여기서, I_{M_6C} 와 $I_{M_{23}C_6}$ 는 각각 M_6C 와 $M_{23}C_6$ 탄화물의 회절 피이크 강도이다.

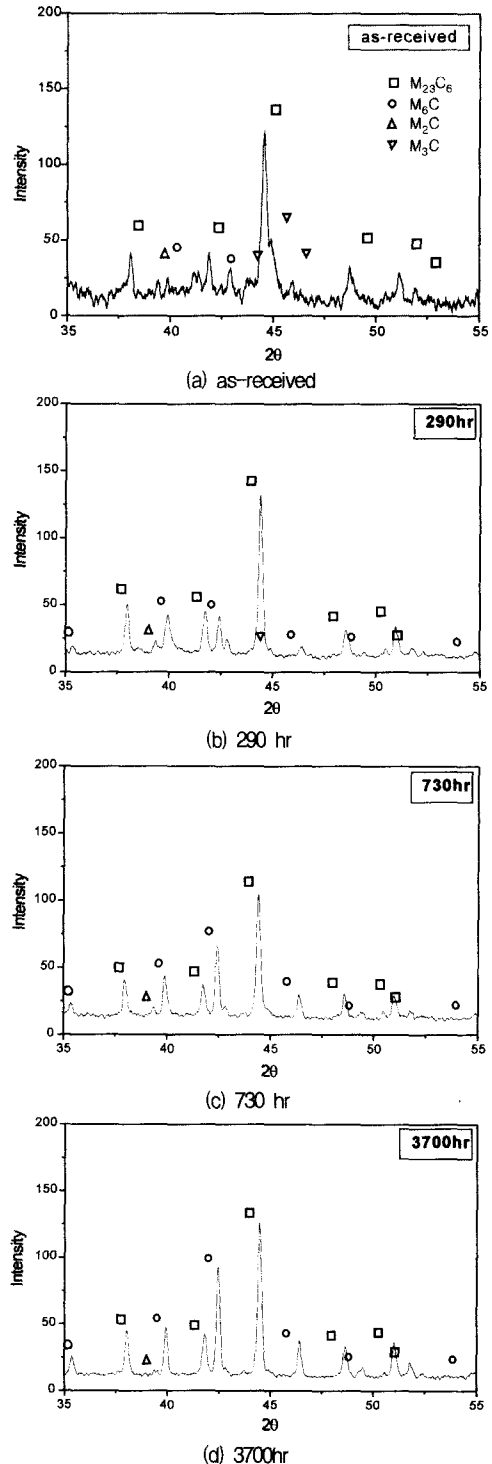


Fig. 9. X-ray diffraction patterns of electrolytically extracted carbide

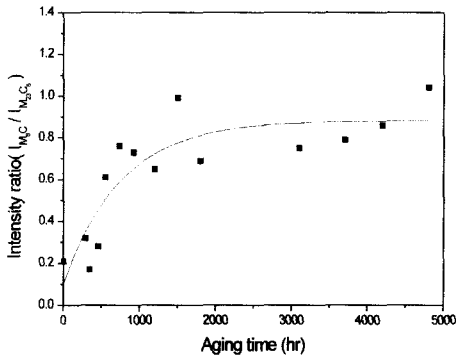


Fig. 10. Change of intensity ratio of X-ray diffraction peak for M₆C carbide to that of M₂₃C₆ carbide(IR) with aging time

Fig. 10은 열화 시간에 따른 IR의 변화를 보여주고 있다. IR은 열화 시간이 증가함에 따라 약 0.2에서 0.8까지 급격히 증가 후 포화하는 경향을 보였다. 열화 시간에 따른 IR의 변화는 DBTT의 변화와 유사한 경향이며 그 증가폭 또한 매우 크다. 따라서 IR은 열화에 따른 DBTT 변화를 평가하는데 유용한 파라미터로 이용 될 수 있을 것으로 생각된다. 그러나 열화 시간에 따른 IR의 변화는 초음파 비선형 파라미터에 비해 데이터의 스캐터(scatter)가 크기 때문에, 정량적 평가보다는 손상 정도를 대략적으로 유추하는데 이용하는 것이 더 적절할 것으로 판단된다.

5. 결론

초음파 비선형 파라미터 및 추출된 탄화물에 대한 X-선 회절분석법을 적용하여 2.25Cr-1Mo강의 열화도를 평가하고자하는 본 연구를 수행한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1) 열화 시간이 증가함에 따라서 탄화물은 점차 조대화 되며 그 개수는 감소하는 경향을 보였다. 경도는 열화 초반부에 급격히 감소한 후 약 1000 시간 이후에는 완만히 감소하는 경향이 나타났다. 연성취성 천이온도는 약 1000 시간까지 급격히 증가 후 포화되는 경향을 보였다.

2) 초음파 비선형 파라미터는 열화가 진행됨에 따라 약 1000 시간까지는 급격히 증가한 후 이후에는 포화되는 경향을 보였다. 이 결과로부터 초음파 비선형 파라미터가 2.25Cr-1Mo강의 기계적 손상을 비파괴적으로 평가하는데 유용함을 알 수 있었다.

3) M₂₃C₆ 탄화물에 대한 M₆C 탄화물의 X-선 회절 피크 강도비($IR = I_{M_6C} / I_{M_{23}C_6}$)는 열화 시간이 증가함에 따라 급격히 증가후 포화하는 경향을 보였으며, 2.25-1Mo 강의 열화도 평가에 활용할 수 있는 파라미터로 판단된다.

감사의 글 : 본 연구는 한국과학재단 특정기초연구비(과제번호 1999-2-301-009-3) 지원으로 수행되었습니다. 이에 관계자 여러분께 감사 드립니다.

참고문헌

- 1) N. S. Cheruvu, "Degradation of Mechanical Properties of Cr-Mo-V and 2.25Cr-1Mo Steel Components After Long-Term Service at Elevated Temperatures" Metall. Trans., Vol. 20A, pp. 87~97, 1989.
- 2) Z. Qu and K. H. Kuo, "Embrittlement of 2.25CrMoV Steel Bolts After Long Exposure at 540°C," Metall. Trans., Vol. 12A, pp. 1333~1337, 1981.
- 3) 박익근, 박은수, 김정성, 김현목, 권숙인, 변재원, "2.25Cr-1Mo 강 인공열화제의 고주파수 초음파 감쇠특성에 관한 연구." 비파괴검사학회지, Vol. 21, No. 4, pp. 439~445, 2001.
- 4) 변재원, 권숙인, 박은수, 박익근, "초음파 속도를 이용한 니켈기 초내열 합금의 크리프 손상 평가," 대한금속·재료학회지, Vol. 39, No. 2, pp. 1367~1374, 2001.
- 5) 변재원, 권숙인, 박은수, 박익근, "인공 열화 열처리된 2.25Cr-1Mo 강 미세조직 변화에 대한 초음파 비파괴평가," 한국열처리공학회지, Vol. 14, No. 2, pp. 110~117, 2001.
- 6) 최윤호, 김현목, 박익근, 장경영, "2.25Cr-1Mo강의 열화도 평가를 위한 비선형 음향효과 응용법," 비파괴검사학회지, Vol. 22, No. 2, pp. 170~176, 2002.
- 7) 김정표, 석창성, 김영환, 송성진, "선형 및 비선형 초음파를 이용한 1Cr-1Mo-0.25V의 열화 평가에 관한 연구," 비파괴검사학회지, Vol. 21, No. 5, pp. 549~555, 2001.
- 8) 정현조, 남영현, 남승훈, 장경영, "비선형 음향 효과에 의한 고온 재료의 파괴인성 열화도 평가," 비파괴검사학회지, Vol. 20, No. 5, pp. 424~430, 2000.

- 9) W. T. Yost and J. H. Cantrell, "Effect of Precipitate coherency strains on acoustic harmonic generation," *J. Appl. Phys.* Vol. 81, No. 7, pp. 198~204, 1997.
- 10) D. C Hurley, D. Balzar, P. T. Purtscher, and K. W. Hollman, "Nonlinear ultrasonic parameter in quenched martensitic steels," *J. Appl. Phys.* Vol. 83, No. 9, pp. 250~258, 1998.
- 11) 박영철, 윤두표, 박동성, 김득진, 김광영, "X선 프렉토그래피법을 이용한 금속복합재료의 피로 손상 해석에 관한 연구," *비파괴검사학회지*, Vol. 18, No. 3, pp. 172~179, 1998.
- 12) 석창성, 구재민, 김동중, 안하늘, 박은수, "1Cr-1Mo-0.25V 강의 열화 거동에 관한 연구," *산업안전학회지*, Vol. 15, No. 4, pp. 8~13, 2000.
- 13) A. M. Adbel-Latif, J. M. Corbett and D. M. R. Taplin, "Analysis of Carbides Formed During Accelerated Aging of 2.25Cr-1Mo Steel," *Met. Sci.*, Vol. 16, pp. 90~96, 1982.
- 14) K. E. Stahlkopf, R. E. Smith, W. L. Server and R. A. Wullaert, *ASTM STP 601*, pp. 291~307, 1975.
- 15) N. Gope, A. Chatterjee, T. Mukherjee and D. S. Sarma, "Influence of Long-Term Aging and Superimposed Creep Stress on the Microstructure of 2.25Cr-1Mo Steel," *Metall. Trans.*, Vol. 24A, pp. 315~326, 1993.
- 16) J. W. Byeon, "Nondestructive Evaluation of Microstructures and Mechanical Properties of Ni Base Superalloy and 2.25Cr-1Mo Steel Degraded at High Temperature," Ph. D thesis, Korea University, 2001.
- 17) V. A. Biss and T. Wada, "Microstructural Changes in 1Cr-0.5Mo Steel after 20 Years of Service," *Metall. Trans.*, Vol. 16A, pp. 109~114, 1985.
- 18) Y. J. Joo, D. H. Shin, J. M. Do and K. T. Hong : *Proc. 12th Conf. on Mechanical Behaviors of Materials*, pp. 563~570, 1998.