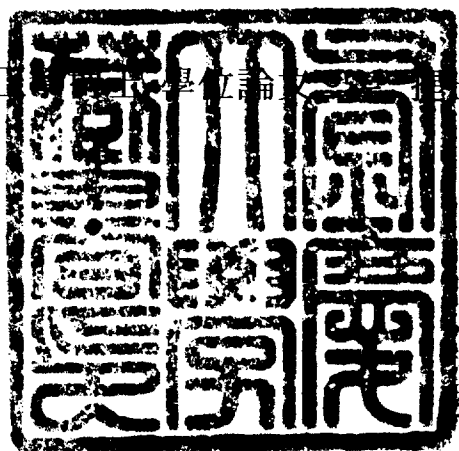


工學博士 學位論文

슈퍼 2相 스테인리스鋼의 疲勞龜裂
進展과 音響放出 特性

指導教授 南 起 祐

이 論文을 工學博士學位論文으로 提出함



2002年 8月

釜慶大學校 大學院

學·研 協同 機械工學科

都 在 潤

都在潤의 工學博士 學位論文을 認准함

2002 年 6 月

主 審 工學博士 姜 昌 龍



副 審 工學博士 金 基 敦



委 員 工學博士 金 善 振



委 員 工學博士 金 永 守



委 員 工學博士 南 起 祐

(印)

목 차

Abstract	iv
제 1장 서 론	1
1.1 연구배경	2
1.2 본 논문의 구성 및 개요	5
제 2장 이론적 배경	6
2.1 2상 스테인리스강	7
2.1.1 2상 스테인리스강의 종류 및 특성	7
1) 2상 스테인리스강의 종류	7
2) 2상 스테인리스강의 고온 상평형	9
3) 2상 스테인리스강의 기계적 성질 및 내식성	13
2.1.2 2상 스테인리스강에서 형성되는 주요 석출물	15
1) 시그마(σ)상	17
2) 카이(χ)상	17
3) 알파프라임(α')상	18
2.2 피로균열진전속도	19
2.3 음향방출(Acoustic Emission, AE)	20
2.3.1 음향방출의 정의 및 발생기구	20
2.3.2 음향방출 신호의 해석	21
2.3.3 음향방출신호의 시간-주파수 해석법	23
2.3.4 Short Time Fourier Transform(STFT)	24

제 3장 미세조직 변화에 따른 피로균열진전과 음향방출 특성	27
3.1 서 언	28
3.2 시험편 및 실험방법	30
3.2.1 시험편	30
3.2.2 열처리	32
3.2.3 실험장치	32
3.2.4 실험방법	34
3.3 결과 및 고찰	36
3.3.1 미세조직관찰	36
3.3.2 기계적 성질	40
3.3.3 피로균열 진전특성	44
3.3.4 음향방출신호의 시간-주파수 분석	51
3.4 결 언	55

제 4장 σ상 석출에 따른 피로균열 진전특성과 음향방출 특성	56
4.1 서 언	57
4.2 시험편 및 실험방법	58
4.2.1 시험편	58
4.2.2 열처리	58
4.2.3 실험장치	58
4.2.4 실험방법	58
4.3 결과 및 고찰	60
4.3.1 미세조직 관찰	60
4.3.2 피로균열 진전특성	64

4.3.3 음향방출신호의 시간-주파수 분석	67
4.4 결 언	70
제 5장 용접 열영향부의 피로균열진전과 음향방출특성	71
5.1 서 언	72
5.2 시험편 및 실험방법	73
5.2.1 시험편	73
5.2.2 열처리 및 용접조건	73
5.2.3 실험장치	73
5.2.4 실험방법	74
5.3 결과 및 고찰	75
5.3.1 미세조직 관찰	75
5.3.2 경도측정	78
5.3.3 피로균열 진전특성	80
5.3.4 음향방출신호의 시간-주파수 분석	85
5.4 결 언	87
제 6장 결 론	88
<부록> STS 316L의 피로균열 진전 거동과 음향방출신호의 주파수 특성	92
참고문헌	109
감사의 글	117

*Characteristics of Fatigue Crack Propagation and Acoustic Emission in
Super Duplex Stainless Steel*

Jae-Yoon Do

*Department of UR Interdisciplinary program of Mechanical Engineering
Graduate School
Pukyong National University*

Abstract

The necessity of steel which has longer life-time in severe environmental conditions is increasing due to the industrial development. For this purpose, the duplex stainless steel was developed to improve the properties of strength and corrosion resistance. Especially, newly developed duplex stainless steel is the super duplex stainless steel which contains 25% of chromium. Because the pitting resistance equivalent number(PREN) of super duplex stainless steel is more than 40, it has better corrosion resistance and mechanical properties than that of the conventional duplex stainless steel. But the increase of chromium, molybdenum and nitrogen cause σ embrittlement and 475°C embrittlement of super duplex stainless steel. The deleterious Cr, Mo rich σ -phase which formed between 600 and 1000°C is a very brittle precipitation, and it was generally known as the cause of reduction in both the mechanical and the corrosion resistance properties. And the σ -phase, that is formed in the relatively low temperature between

300°C and 525°C, is the cause of 475°C embrittlement in duplex stainless steel.

On the other hand, although many researchers have studied the properties of super duplex stainless steel, the studies on the mechanical properties under cyclic loading using nondestructive evaluation are insufficient. acoustic emission monitoring is a very sensitive method with a wide dynamic range and it can be used as diagnostics for continuous assessment of damage in materials and components. Various methods based on acoustic emission could be applied to aspect of materials strength as well as nondestructive evaluation to structural components subjected to static or fatigue loading. However, because cumulative counts and energy include many noises in acoustic emission experiment, quantitative evaluation has its limitation. Studies, which find out the fracture mechanism characteristics with classification the waveform and the spectra of signals, are being carried out actively. Also time-frequency analysis method, which can represent information of both time domain and frequency domain having signal at the same time, is being tried to study of nondestructive evaluation

In this study, the fatigue crack propagation of super duplex stainless steel was investigated at various volume fractions of austenite structure, precipitation of σ -phase and heat affected zone of welding. And it was analyzed the waveform and the spectra of acoustic emission signals obtained during the fatigue crack propagation using time-frequency analysis method. The obtained results are summarized as follows;

The characteristics of super duplex stainless steel were investigated on its fibrous phase and dispersed phase. These structures consist of various

volume fraction and distribution of austenite that were obtained by changing of heat treatment temperature and cycle. The fibrous phase had higher austenite volume fraction than that of dispersed phase on the same temperature. As the volume fraction of austenite increased in both phases, the tensile strength and elongation increased and the hardness decreased. Fatigue life of fibrous phase parallel to rolling direction was shorter than that of perpendicular to rolling direction. Fatigue life of dispersed phase was longer than that of parallel fibrous phase, and shorter than that of perpendicular fibrous phase. Fatigue crack propagation rate of fibrous phase was faster than that of dispersed phase. The time-frequency analysis of acoustic emission signals obtained during the fatigue test revealed of a dominant frequency of 200~300kHz without any correlation with fibrous phase and dispersed phase. The frequency range was obtained not only 200~300kHz by the crack propagation but also above 400kHz by the fracture mechanism emanating high energy such as dimple fracture and separation of inclusion.

The fatigue crack propagation induced by σ -phase precipitation of super stainless steels aged at 600°C was evaluated and the time-frequency analysis according to acoustic emission was conducted. The fracture mechanism by σ -phase precipitation can be found from the time-frequency analysis of acoustic emission signals. As a result of aging at 600°C, the dispersed phase showed faster precipitation rate of σ -phase than fibrous phase. The time-frequency analysis of acoustic emission signals obtained during the fatigue test revealed that, the specimens with non-precipitated σ -phase induced a dominant frequency of 200~300kHz without any correlation with crack length. As the fatigue crack propagates (stage II_c

mode), the frequency range was in a high frequency range above 400kHz in addition to frequency range of 200~300kHz. On the other hand, the frequency range in the specimens with σ -phase precipitated was not only 200~300kHz but also 400kHz because of the fracture mechanism emanating high energy such as dimple fracture and separation of inclusion.

It was investigated the fatigue crack propagation at heat affected zone(HAZ) in welding of super duplex stainless steel. The fatigue crack propagation at HAZ of super duplex stainless steel was faster than that of base metal. From the results of time-frequency analysis, the frequency ranges of 200-400 kHz was obtained by fatigue crack propagation and the frequency ranges of 500 kHz was obtained by the dimple and the separation of inclusion.

Based on the analysis of time-frequency method, it should be possible to monitor real-time crack propagation and final fracture process resulted from various damages and defects in structural members.

第 1 章

서 론

1.1 연구배경

원자력 및 화력 발전소와 같은 발전 플랜트 산업과 석유, 화학 플랜 산업 및 수송기 산업 등의 성장에 따라 이들 산업의 구조재료로 사용되고 있는 내식성강의 수요가 급증하고 있다. 특히, 화력발전소 및 석유화학산업공장 등에서는 대기 환경 보호를 위한 탈염소 및 탈황 설비(FGD, Fuel Gas Desulphurization)의 설치가 의무화되고 있으며, 도시 및 산업쓰레기 소각로에 사용되는 공기정화설비(air pollution control system)도 필수적이다. 이들 에너지 환경설비용 구조재료는 304나 316등의 300계열의 오스테나이트 스테인리스강이 주로 사용되어 왔으나 300계열의 오스테나이트 스테인리스강은 염화물 분위기에서 공식, 틈부식 및 응력부식에 취약한 문제점이 있다. 따라서, 산업의 발달과 더불어 가혹한 환경에서 오랜 수명을 유지할 수 있는 새로운 강종의 필요성이 증가되고 있다.

여러 합금원소 중에서, Ni의 경우 8~12% 첨가된 합금의 경우 SCC(Stress Corrosion Crack)에 가장 민감하게 나타나며, Ni의 함량이 이보다 낮거나 높을 경우 SCC 저항성이 향상된다는 연구결과^{1,2)}를 바탕으로, Ni을 현저히 낮춘 Fe-(26~29)Cr-(1~4)Mo의 초내식성 페라이트 스테인리스강과 Ni의 함량을 25% 정도로 높인 Fe-22Cr-25Ni-(4~6)Mo의 초내식성 오스테나이트 스테인리스강, 그리고 오스테나이트 조직과 페라이트 조직이 50:50의 비율로 미세하게 결합되어 있어 SCC 저항성을 높인 2상 스테인리스강 및 슈퍼 2상 스테인리스강이 개발되었다. 그러나 초내식성 페라이트 스테인리스강의 경우 침입형 원소인 C+N의 함량을 200~400 ppm 이하로 낮추는 제조공정이 요구되며, 또한 초내식성 오스테나이트 스테인리스강의 경우 Ni의 함량이 높음으로 인해 가격이 비싼 단점이 있다. 2상 스테인리스강은 오스테나이트 조직과 페라이트 조직이 50 : 50의 비율로 미세하게 결합됨으로써, 페라이트 스테인리스강과 오스테나이트 스테인리스강의 단점을 보완하였다.

2상 스테인리스강은 우수한 가공성의 오스테나이트 조직과 우수한 내식성의 페라이트 조직이 약 50 : 50으로 매우 미세하게 결합된 구조를 가지고 있으며, 또한 침입형 강화 원소인 N을 0.2~0.3% 정도 첨가하여 페라이트 조직에 비하여 상대적으로 강도가 낮은 오스테나이트 조직을 강화하였다.

2상 스테인리스강은 304나 316 오스테나이트 스테인리스강에 비하여 항복 강도는 약 2~3배 정도 높고, 연신율은 약간 낮는데³⁾, 이러한 기계적 특성은 2상 스테인리스강을 구성하는 페라이트와 오스테나이트 각 조직의 개개의 특성에 기인된다. 또한 2상 스테인리스강은 염화물 분위기에서 응력 부식 저항성이 우수하고, 공식과 틈 부식(crevise corrosion)에 대한 저항성이 매우 뛰어나다. 그리고 2상 스테인리스강에는 비교적 고가인 Ni이 일반 오스테나이트 스테인리스강의 약 1/2 정도 포함되므로 경제적 이점을 지니고 있다. 따라서 2상 스테인리스강은 우수한 내식성과 고강도가 함께 요구되는 용도에 가장 적합한 소재로 평가되어 제지산업, 해양, 화학공정, 농업, 정유, 발전산업 등의 구조재 및 파이프 재료로 사용되며 최근에는 인체용 재료로 의료산업에 사용되는 등 다양한 분야에까지 활용되고 있다.

이처럼 2상 스테인리스강에 대한 최근의 개발 동향은, 점점 가혹화되는 산업환경에서의 극심한 부식 환경과 높은 하중 하에서 사용될 수 있도록 하기 위해 합금 원소 중 Cr, N, Mo이나 W 등의 함량을 증가시키는 쪽으로 진행되고 있다. 이와 같은 원소들의 첨가량을 증가시킴으로써 원하는 내식성이나 강도 값을 얻을 수도 있지만 이를 위해서는 합금원소 첨가량의 증가에 따라 발생할 수 있는 여러 가지 문제점들이 발생하게 된다.

2상 스테인리스강은 결정구조가 다른 즉 BCC구조의 페라이트 조직과 FCC구조의 오스테나이트 조직이 공존하고 있기 때문에 두 상의 체적분율이 여러 가지 인자들에 의해 달라지게 되고 그 결과 피로균열 진전특성 등은 단일상의 경우와는 다른 거동을 나타낼 것으로 예상된다. 또한, 가장 큰 문제점이라 할 수 있는 고온 노출 시 발생하는 σ 상과 같은 고온 이차상의 석출에 의한 취성

인데, 이러한 고온 2차상의 석출은 피로균열 진전특성에 큰 영향을 미칠 것으로 예상된다.

한편, 구조물의 안전성 확보를 위하여 여러 가지 비파괴검사법을 적용하며 평가하고 있다. 특히, AE(acoustic emission; 음향방출)은 재료 내부의 변형과 파괴가 일어날 때 발생하는 높은 주파수의 미세한 응력파로, 동적으로 검출할 수 있다는 장점을 가지고 있어 재료강도의 연구수단 뿐만 아니라, 비파괴검사의 측면에서도 새롭고 유력한 수법이 되고 있다. 그러나 AE 시험에 있어서 누적카운트, 누적에너지는 수많은 노이즈를 포함하고 있으므로 정량적인 평가에는 한계가 있다. 따라서 검출된 신호를 파형과 스펙트럼으로 분류하여 파괴 특성을 규명하는 연구가 활발하게 실시되고 있고^{4~8)} 최근에는 신호가 가지는 시간 영역과 주파수 영역의 정보를 동시에 표현할 수 있는 시간-주파수 해석(time-frequency analysis)이 활발하게 이용되고 있다. 이와 같은 시간-주파수 해석은 신호의 시간 영역과 주파수 영역을 시간-주파수의 2차원 평면상에 표현함으로써, 특히 비정상신호(non-stationary signal)의 해석에 우수한 장점을 가지고 있다.

따라서, 본 논문은 슈퍼 2상 스테인리스강에서 페라이트 조직과 오스테나이트 조직의 체적분율, 분포상태, σ 상의 석출 및 용접열영향부 등의 재질의 변화에 따른 피로균열 진전특성을 조사하였다. 그리고 피로균열 진전시 발생하는 AE 신호를 분석함으로써, 비파괴적인 방법에 의하여 재료의 열화에 의한 균열 진전 등 구조물 감시를 위한 기초적인 자료를 제공하고자 하였다.

1.2 본 논문의 구성 및 개요

본 논문의 구성은 제 1장의 서론에서부터 제 6장 결론까지 이루어져 있으며, 각 장별 내용을 간략하게 요약하면 다음과 같다.

제 1장에서는 2상 스테인리스강에 관한 일반적인 내용으로 2상 스테인리스강의 장단점, 응용분야 및 연구동향을 기술하고 본 연구의 목적을 제시하였다.

제 2장에서는 본 연구와 관련된 이론적 배경으로서 슈퍼 2상 스테인리스강의 종류, 특성과 AE 신호의 정의, 발생기구 및 해석방법에 대하여 설명하였다.

제 3장에서는 슈퍼 2상 스테인리스강에서 오스테나이트 조직과 페라이트 조직의 체적분율 및 분포상태 변화에 따른 피로특성을 조사하였고, 피로균열 진전시 발생하는 AE 신호의 해석을 실시하였다.

제 4장에서는 슈퍼 2상 스테인리스강에 σ 상이 석출하였을 때, 이에 따른 피로특성과 AE 신호의 해석을 실시하였다.

제 5장에서는 슈퍼 2상 스테인리스강의 용접 열영향부 피로특성 및 AE 신호의 해석을 실시하였다.

제 6장에서는 제 3장에서 5장까지의 실험결과를 요약 정리하여 본 연구의 결론으로 기술하였다.

第 2 章

이론적 배경

2.1 2상 스테인리스강

2.1.1 2상 스테인리스강의 종류 및 특성

1) 2상 스테인리스강의 종류

2상 스테인리스강은 1930년경에 처음 개발되었는데, 내식성을 우수하게 하기 위하여 Cr과 Mo의 함량을 높여 기존의 오스테나이트계 스테인리스강의 대체재료로서 일부 사용하기도 하였으나, 용접부의 페라이트 조직의 증가로 인한 내식성 및 연성의 저하 문제로 인해 사용범위가 극히 제한적이었다. 그런데, 1970년대에 이르러 질소(N)를 약 0.15~0.25%정도 첨가하여 페라이트(α) 및 오스테나이트(γ)조직에 대한 Cr분배효과를 줄이고, 틈부식 및 공식 저항성을 향상시키며, 용접후에도 내식성 및 연성의 저하가 거의 일어나지 않는 Alloy2205과 같은 2상 스테인리스강이 출현하게 되었다. 그 후 현재에 이르기까지 Cr과 N의 첨가량을 더욱 증가시킨 초내식성 고강도 2상 스테인리스강이 개발되었다. 그 결과, 최근에는 기존의 22%Cr 2상 스테인리스강에 비해 기계 및 부식 특성이 더욱 향상된 25%Cr 혹은 그 이상의 Cr을 함유하는 2상 스테인리스강이 각광을 받게 되었다. 이렇게 개발되어 상업화된 2상 스테인리스강을 Table 2.1에 나타내었다.⁹⁾

2상 스테인리스강을 분류하는데는 주로 PREN(pitting resistance equivalent number :내공식지수)값이 많이 사용되고 있다. 이중 PREN 40이상의 강을 슈퍼 2상 스테인리스강이라 하며, 내식성 및 기계적 성질이 아주 우수하다고 알려져 있다. 그러나 슈퍼 2상 스테인리스강은 25Cr-7Ni-3.5Mo에 0.24~0.28wt.%N과 Cu 및 W를 첨가한 고합금강이므로 열처리과정에서나 용접 후에 금속간화합물의 생성을 조절해야 하는 어려움이 있다. 그리고 Mo대신 W를 첨가한 강과 극저 Ni의 22Cr-0.5Ni 슈퍼 2상 스테인리스강등이 계속 개발되고 있다.

Table 2.1 Chemical compositions of some wrought duplex stainless steels

Alloys	UNS No.	Trademark	Chemical compositions, wt%						PREN	PREW
			Cr	Ni	Mo	N	Cu	W		
Alloy lean	S32304	SAF 2304	23	4	0.1	0.1	-	-	24	
		UR 35N								
Standard 22%Cr	S31803	UR 45N	22	5	2.8	0.15	-	-	32/33	
		SAF 2205								
	S32205	UR 45N ⁺	22.8	6	3.3	0.18	-	-	35/36	
High alloyed	S32550	UR 52N	25	6.5	3	0.22	1.5	-	38/39	
		Ferralium 255	25	6	3	0.20	2	-	38	
	S31200	UR 47N	25	6.5	3	0.22	-	-	38/39	
	S31260	DP 3	25	7	3	0.16	0.5	0.3	37	38
Super duplex stainless steels	S32520	UR 52N ⁺	25	7	3.5	0.25	1.5	-	41	
	S32750	SAF 2507	25	7	3.8	0.28	-	-	41	
		UR 47N ⁺								
	S39274	DP 3W	25	7	3	0.27	-	2	39	42.5
	S32760	Zeron 100	25	7	3.5	0.24	0.7	0.7	40	41.5
		DTS 25.7NW	27	7.5	3.8	0.27	0.7	0.7	44	45
		DTS25.7NWCu	25	7.5	4.0	0.27	1.7	1	42.5	44

※ PREN = Cr% + 3.3Mo% + 16N%

PREW = Cr% + 3.3(Mo% + 1/2W%) + 16N%

2) 2상 스테인리스강의 고온 상평형

2상 스테인리스강의 근간이 되는 Fe-Cr-Ni 3원계 합금에서 그 구조를 결정하는 주요 인자는 바로 합금원소와 온도이다. 따라서, 적절한 합금 원소의 분배와 열처리를 통해 우리가 원하는 구조의 2상 스테인리스강을 제조할 수 있다. 이상 스테인리스강은 오스테나이트(γ)와 페라이트(α) 조직의 분율이 약 50 : 50이 될 때 내식성과 기계적 성질이 가장 이상적이므로, 현재 상용화된 2상 스테인리스강은 대부분 이러한 상분율에 따라 제조되고 있다.

스테인리스강의 합금 원소 중에는 페라이트 조직의 형성을 촉진시키는 페라이트 안정화 원소와 오스테나이트 조직의 형성을 촉진시키는 오스테나이트 안정화 원소가 있다. 페라이트 안정화 원소로 Cr, Mo, W, Si, Ti, Al 그리고 Nb 등이 대표적이다. 오스테나이트 안정화 원소는 상대적으로 그 수가 적은데, Ni를 비롯하여 Co, Cu 같은 전이 금속들과 그리고 C나 N 같은 침입형 원소들을 들 수 있다¹⁰⁾. 각 상에 대한 안정화 능력은 원소에 따라 다르게 나타난다^{11~12)}. 이러한 특성을 수치화 한 것이 등가 계수(equivalent coefficients)이며, 페라이트 안정화 원소에 대해서는 Cr의 안정화 능력을 1로 한 Cr 등가 계수를 사용하며, 오스테나이트 안정화 원소의 경우에는 Ni의 오스테나이트 안정화 능력을 1로 하여 정한 Ni 등가 계수를 사용한다. Table 2.2^{10, 12)}에는 각 원소에 대한 등가계수를 나타내었다.

Table 2.2 Equivalence coefficients of various alloying elements

Alpha-Stabilizing Elements				
Cr	Si	Mo	Al	Ti
1	1.5	2	3	4
Gamma-Stabilizing Elements				
Ni	C		N	
1	30 (a, b)	15 (c)	20 (a)	15 (b, c)

Note : (a) as-cast; (b) cold-rolled, quench-annealed at 1250°C;

and (c) cold-rolled, quench-annealed at 1150°C

2상 스테인리스강에서 중요한 특징 중 하나가 특정한 용체화 처리 온도에서 오스테나이트와 페라이트 조직의 상 분율에 따라 각 상의 조성이 결정된다는 것이다. 실제로 이러한 상 분율과 각 상의 조성이 기계적 성질 및 내식성에 많은 영향을 미치게 된다.

2상 스테인리스강의 상 분율은 상태도를 통해 예측이 가능하다. Fig. 2.1은 65%Fe-Cr-Ni에 대한 의사(pseudo) 2상 상태도를 보여주는데, Cr의 양을 25%로 가정할 때 약 1100°C 이하의 온도에서 오스테나이트와 페라이트의 비가 약 1:1이 됨을 보여 주며, 그 이상으로 온도가 증가함에 따라 페라이트 조직의 분율이 증가함을 보여준다.

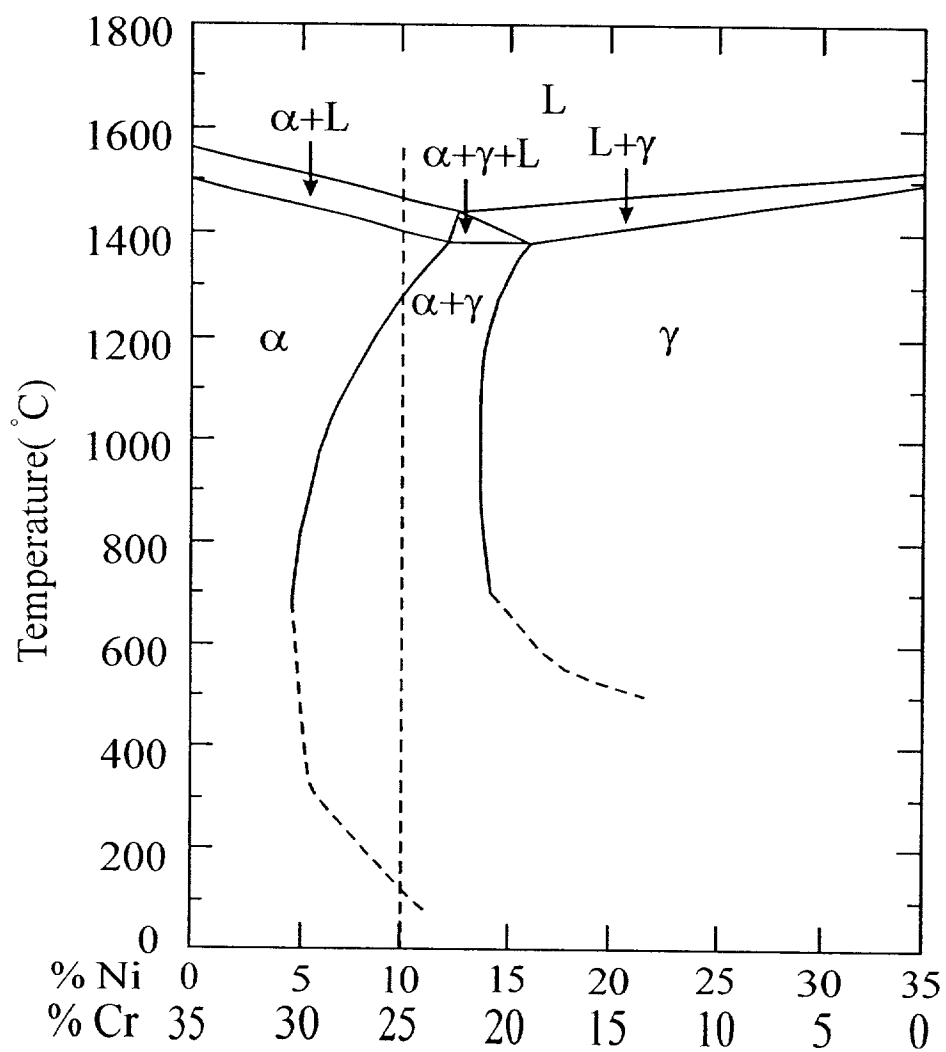


Fig. 2.1 Pseudo binary diagram for 65Fe%-Cr-Ni alloys.

2상 스테인리스강의 특성을 결정하는 데 있어 또 한가지 중요한 인자는 페라이트와 오스테나이트 각 조직의 조성이다. 2상 스테인리스강은 오스테나이트 조직의 체적분율이 50~60%에서 기계적 성질 및 내식성이 가장 우수하다고 알려져 있다. 따라서 열처리과정에서나 용접작업에서 오스테나이트 조직의 체적분율을 조절하기 위해 α/γ 체적분율 값을 미리 수식화하여 이용하고 있으며, 이들 체적분율 값은 첨가된 합금원소, 열처리온도 및 냉각속도에 따라 달라진다. α/γ 체적분율에 미치는 합금원소의 영향은 오스테나이트 안정화원소(C, N, Ni, Cu등)와 페라이트 안정화원소(Cr, Mo, Si등)의 첨가량에 의존한다. 이를 수식화한 것을 아래에 나타내었으며, 여기서 t 는 분배계수(partition coefficient)이다. Fig. 2.2에 분배계수 t 가 페라이트 체적분율에 미치는 영향을 열처리 온도 변화에 따라 나타내었다.

$$t = \frac{Cr + 2Mo + 1.5Si + 3Al - 5}{Ni + 0.5Cu + 15C + 2 + X}$$

$$X = (100N + 8) \times (N - 0.3V - 0.3Ti - 0.04Nb)$$

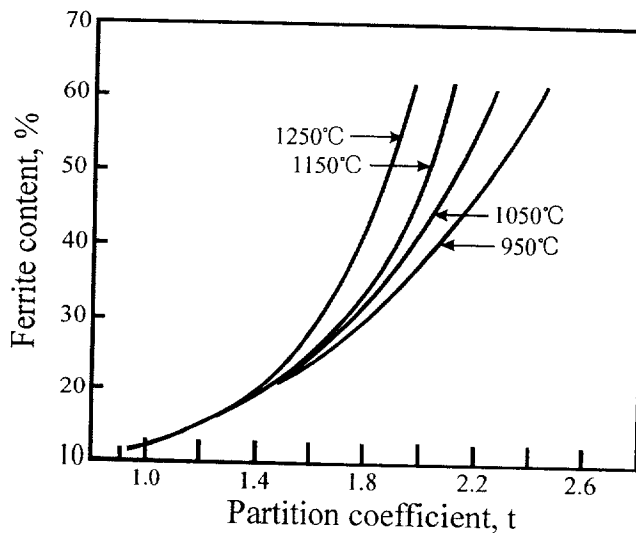


Fig. 2.2 Effects of the partition coefficient and the heat treatment on the ferrite content of water quenched duplex stainless steel.

3) 2상 스테인리스강의 기계적 성질 및 내식성

2상 스테인리스강은 오스테나이트 조직의 체적분율이 50~60%에서 기계적 성질 및 내식성이 가장 우수하다고 알려져 있다. 또한 2상 스테인리스강의 기계적 성질은 결정입도, 방향성, 및 편석 정도에 따라 달라진다. 2상 스테인리스강의 중요한 특징의 하나는 동일한 PREN값을 가진 오스테나이트계 스테인리스강보다 2배가 더 높은 항복강도를 가지면서도 인장강도 또한 높은 값을 가지며, 연신율도 25%이상으로 높게 나타난다. 대표적인 2상 스테인리스강과 오스테나이트계 스테인리스강의 항복강도와 연신율을 Table 2.3에 나타내었다.

2상 스테인리스강의 높은 강화는 다음과 같은 몇 가지 기구에 의해 나타난다.

- 침입형고용체에 의한 고용강화(C, N)
- 치환형고용체에 의한 고용강화(Cr, Mo, Ni등)
- 미세결정립에 의한 결정립 미세화
- γ_2 상의 형성으로 인한 경화의 가능성
- 페라이트 조직의 출현으로 인한 강화

2상 스테인리스강은 통상의 18-8강에 비하여 내식성이 같거나 우수하다. 그래서 2상 스테인리스강은 염화물 분위기에서 응력부식 저항성이 우수하고, 공식과 틈부식에 대한 저항성이 매우 뛰어나다. 이러한 내공식성은 PREN값으로 나타내며 합금원소인 Cr, Mo 및 N의 첨가량에 의해 결정된다. 그러나 이러한 합금원소들은 오스테나이트 조직과 페라이트 조직에 고용량이 다르다. 내공식성에 영향을 미치는 Cr과 Mo는 페라이트 안정화원소로서 페라이트 조직에서 농도가 높아 페라이트 조직의 PREN값이 높게 나타난다. 따라서 오스테나이트 조직의 PREN값을 높이기 위해 오스테나이트 안정화원소인 N의 첨가량을 증가시켜 오스테나이트 조직과 페라이트 조직의 PREN값을 조절함으로써 내공식성을 개선할 수 있다. 또한 2상 스테인리스강은 응력부식균열 저항성이 우

수한 페라이트 조직을 50%정도 함유하므로 응력부식균열 저항성 또한 오스테나이트계 스테인리스강보다 우수하다^{13, 14)}.

따라서 2상 스테인리스강은 우수한 내식성과 고강도가 함께 요구되는 용도에 가장 적합한 소재로 평가되어, 제지산업, 해양, 화학공정, 농업, 정유, 발전 산업 등의 구조재 및 파이프 재료로 사용되며, 최근에는 인체용 재료로 의료 산업에 사용되는 등 다양한 분야에 활용되고 있다.

Table 2.3 Mechanical properties of austenitic and duplex stainless steels at room temperature

Grade	0.2% Yield Strength(MPa)	Elongation(%)
304(wire, annealed)	205	40
304(wire, cold finished)	310	35
316(wire, annealed)	205	40
316(wire, cold finished)	310	35
2205	450	25
Zeron 100	550	25

2.1.2 2상 스테인리스강에서 형성되는 주요석출물

Fe-Cr-Ni의 3원계로 이루어진 고Cr 2상 스테인리스강의 경우 약 1000~1300℃의 높은 온도 범위에서는 약 50:50에 가까운 페라이트와 오스테나이트 상 분율을 가지는 2상 영역을 나타낸다¹⁵⁾. 그러나, 온도가 900℃ 이하로 내려가는 경우 σ 상을 비롯한 2차상들이 석출하게 된다. 게다가, 내식성과 기계적 성질을 향상시키기 위한 Cr, N, Mo나 W과 같은 합금원소의 첨가는 σ 상을 비롯한 χ , α' , Cr₂N, CrN, R상 등과 같은 2차상들의 석출을 촉진하게 된다^{16~17)}. Fig. 2.3은 이러한 2차상들이 각 상에서의 석출위치를 보여준다.

이러한 2차상들은 2상 스테인리스강의 기계적 성질 및 내식성에 악영향을 미치는 것으로 알려져 있다. σ 상이나 χ 상과 같은 금속간화합물의 경우, 2상 스테인리스강의 페라이트 조직과 오스테나이트 조직의 계면에 석출되면, 그 계면에서의 균열의 생성과 전파를 쉽게 하여 그 합금의 인성을 감소시키게 된다. 또한 300~500℃의 온도에서 장시간 노출 시, 페라이트 조직의 스피노달 분해반응이나 α' 상의 핵 생성 및 성장과정을 통해서 475℃ 취성 현상이 나타날 수 있다.

Fig. 2.4¹⁸⁾는 2상 스테인리스강에 대한 TTT 선도를 나타내고 있는데, 합금원소들이 2상 스테인리스강에서 발생 가능한 2차상의 석출온도와 속도에 미치는 영향들을 잘 보여주고 있다. Fig. 2.4에서도 알 수 있듯이 2상 스테인리스강들에서 Cr과 Mo 등 국부부식 및 응력부식 저항성을 향상시키는 원소들은 2차상의 석출을 촉진시킨다.

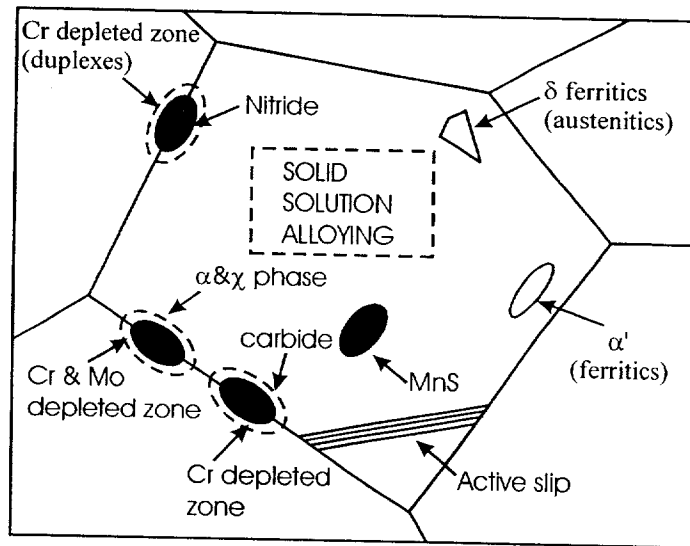


Fig. 2.3 Schematic diagram of microstructure features found in stainless steel.

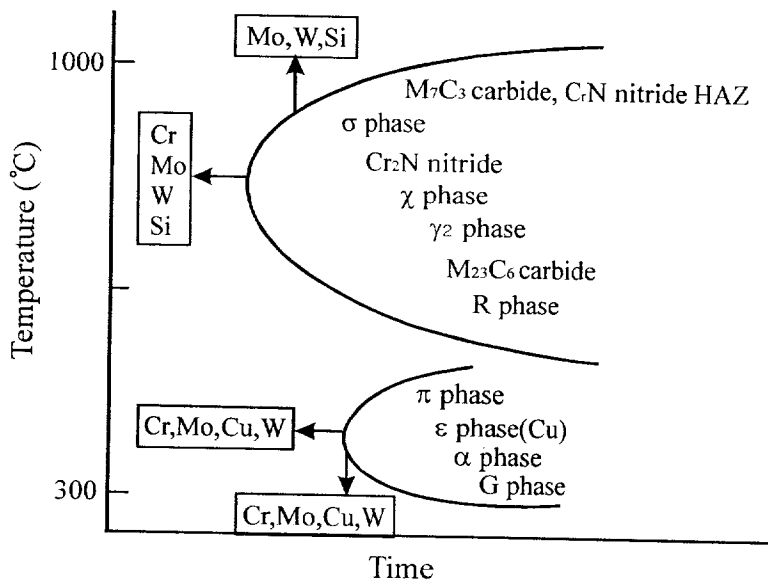


Fig. 2.4 Schematic diagram of the effects of alloying elements on the formation of various precipitates[14].

1) σ 상

σ 상은 2상 스테인리스강에서 가장 일반적으로 관찰되는 석출상이며, 기계적 성질 및 내식성을 가장 저하시키는 것으로 알려져 있다. σ 상의 석출은 우선 오스테나이트 조직과 페라이트 조직의 계면에 핵이 생성되고, 이것이 페라이트 조직 입내로 성장함에 따라 페라이트 조직 입내에도 석출이 개시되고 최종적으로 초석페라이트의 전부가 σ 상과 새로운 오스테나이트 조직으로 치환되는 과정의 경로로 진행하게 된다. σ 상은 모상에 비해 많은 양의 Cr 및 Mo를 포함하고 있으며^{15,19)}, 특히 Mo의 경우 σ 상에 다량 포함되며, 동시에 Fig. 2.4에서 알 수 있듯이 σ 상의 형성온도도 증가시키게 된다.

σ 상의 형성을 피하는 가장 기본적이고도 확실한 방법은 σ 상이 형성되는 온도 영역을 피하거나, σ 상의 석출이 발생하지 않도록 빠르게 냉각하는 것이다. 그러나, 2상 스테인리스강의 제조시 σ 상의 석출을 피할 수 없기 때문에 적절한 합금원소를 첨가하여 σ 상의 석출속도를 지연시켜 σ 상의 생성 없이 이러한 온도를 통과하게 하는 것이 효과적이다. 최근의 연구에서는 2상 스테인리스강의 합금원소 중 Mo를 일부 W로 치환함으로 인하여 σ 상의 형성속도를 감소시켜 내취화성이 상당부분 개선되는 것으로 보고되고 있다²⁰⁾.

2) χ 상

χ 상은 σ 상과 같이 스테인리스강이 대략 600~900℃의 온도에 노출되었을 때 형성되는 금속간화합물로서, σ 상과 마찬가지로 매우 짧은 시간에 석출된다. χ 상은 모상에 비해 월등히 많은 양의 Mo를 함유하고 있으며, Cr의 농도는 모상과 비슷하거나 오히려 약간 작게 나타나고 있다. χ 상도 σ 상과 같이 충격인성과 내식성을 저하시키지만 χ 상의 경우 오랜 시간 시효처리 시에도 석출량이 σ 상에 비해 매우 적어 기계적 성질 및 내식성에 미치는 영향이 σ 상에 비해서 미미한 것으로 보고되고 있다¹⁵⁾.

3) α' 상

2상 스테인리스강의 475℃ 취성의 원인은 Fe-Cr계에 존재하는 공용간극 (miscibility gap)에 의해 BCC구조의 Fe가 많은 상(α)과 Cr이 많은 상(α')으로 분해되기 때문인 것으로 알려져 있다²¹⁾. Cr이 풍부한 α' 상은 전위의 이동도를 감소시켜 쌍정에 의한 변형을 유발시키고 미세 균열의 발생을 야기하여 재료의 인성을 저하시키게 된다. 또한 취화영역에서 열처리시 Cr이 고갈된 석출상이 나타나기 때문에 내식성이 감소하게 된다. 475℃ 취성을 제어하기 위한 방법은 2상 스테인리스강의 제조시 합금원소 제어를 통해 475℃ 취성과정을 지연시키는 것이 효과적으로, 합금성분중 W/Mo의 비가 높을수록 α' 의 석출로 인한 인성 및 내식성의 저하정도가 지연되는 것으로 보고되고 있다²²⁾.

2.2 피로균열 진전속도

피로균열의 진전은 제Ⅰ단계와 제Ⅱ단계로 구별되며, 소규모 항복조건하에 서는 균열선단의 소성변형은 선형과과역학 파라미터의 하나인 응력확대계수 (stress intensity factor) K 로 규정된다. 따라서 비교적 소규모 항복조건을 만족 하기 쉬운 제Ⅱ단계의 균열진전속도 da/dN 은 K 의 함수로 표시될 수 있다.

반복응력의 최대값, 최소값을 $\sigma_{\max}$, $\sigma_{\min}$ 으로 할 때, K 의 변동범위(stress intensity range) ΔK 는

$$\Delta K = K_{\max} - K_{\min} = \Delta \sigma \sqrt{\pi a} \cdot F \dots\dots\dots (2 \cdot 1)$$

로 된다. 여기서 $\Delta \sigma = \sigma_{\max} - \sigma_{\min}$, a 는 균열길이, F 는 시험편과 균열의 형 상·치수, 부하방법 등에 의한 보정계수이다.

Paris와 Erdogan은 Fig. 2.5 IIb 영역에서 아래의 함수로 나타내었다.

$$\frac{da}{dN} = C (\Delta K)^m \dots\dots\dots (2 \cdot 2)$$

이 식은 일반적으로 Paris법칙이라 부르며, 여기서 C , m 은 실험상수이다.

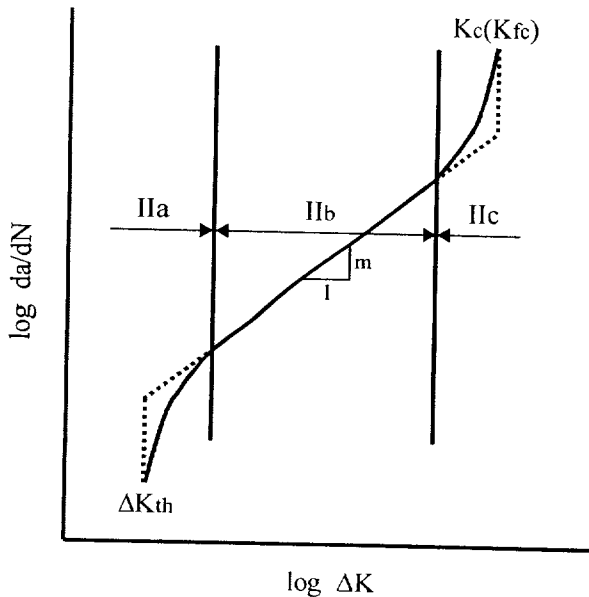


Fig. 2.5 Relationship between da/dN and ΔK .

2.3 음향방출(Acoustic emission)

2.3.1 음향방출의 정의 및 발생기구

어떤 물체가 외력 또는 내부의 힘에 의해 변형이나 파괴가 일어나게 되면 재료 내부에 축적되어 있던 변형에너지(strain energy)는 파면형성 에너지, 열 에너지, 격자변형 에너지 그리고 탄성파와 같은 여러 형태의 에너지로 변환된다. 이때 외부에서의 계측장치에 의하여 가시적으로 검출된 탄성파를 음향방출 신호라 하며 탄성파 자체 그리고 탄성파를 검출하는 수단 및 해석을 통틀어 음향방출법이라 한다²⁴⁾. 탄성파는 본질적으로 물체의 구성입자들이 사방으로 진동해 가는 현상이며, 방출된 탄성파는 Fig. 2.6 같이 표면에서 압전 센서를 이용하여 전기적 신호로 변환 후 처리하게 된다.

이와 같은 음향방출 신호는 고체 내의 전위의 이동이나 미소 균열의 생성과 성장 등이 대표적인 발생원으로 알려져 있으며 재료의 특성에 따라서도 크게 달라질 수 있다.

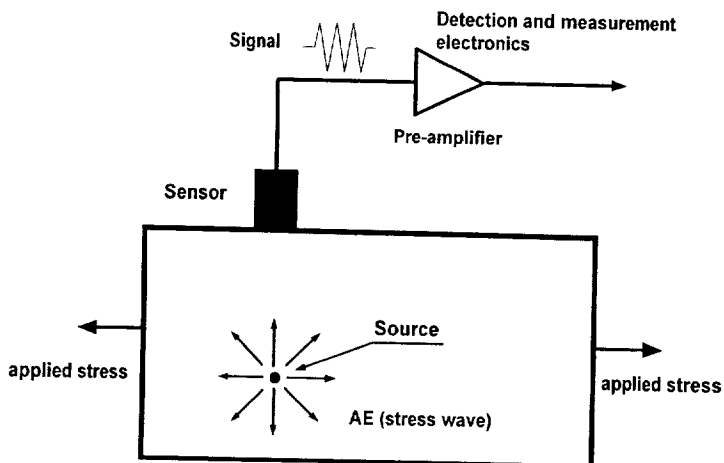


Fig. 2.6 Basic principle of Acoustic Emission.

2.3.2 음향방출 신호의 해석

음향방출 신호의 매개변수는 사상(event), 카운터(count), 에너지(energy), 증폭(amplitude), 지속(duration), 상승시간(rise time), 쇠퇴시간(decay time) 등이 있으며, 음향방출의 파형과 특성을 Fig. 2.7에 나타내었다. Table 2.4는 음향방출 신호의 진폭에 영향을 미치는 재료의 특성 또는 현상의 종류를 나타내고 있다.

파괴시 발생하는 음향방출 횟수는 너무 많아서 전체 파형을 기록하여 분석하는데 많은 어려움이 있다. 따라서, 음향방출의 신호처리 방법에는 변수들을 추출하여 시험 데이터를 분석하는 것이 일반적이며 다음과 같은 여러 방법을 이용하여 분석한다.

- 1) AE event count method
- 2) AE count(ring-down count) method
- 3) RMS voltage(continuous AE) method
- 4) peak amplitude method
- 5) AE event energy method
- 6) Frequency analysis method

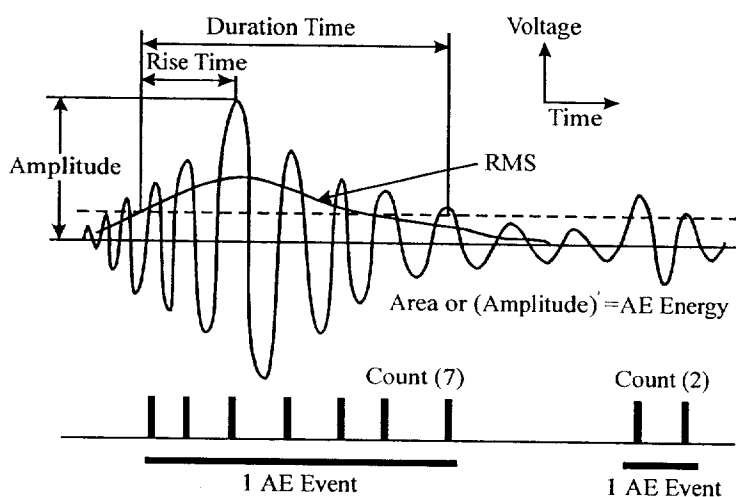


Fig. 2.7 Parameters of acoustic emission signal.

Table 2.4 Factors affecting the relative amplitude of acoustic emission response

Factor increasing acoustic emission response amplitude	Factor decreasing acoustic emission response amplitude
High Strength High strain rate Low temperature Anisotropy Inhomogeneity Thick sections Brittle failure (cleavage) Material containing discontinuities Martensitic phase transformation Crack propagation Cast materials Large grain size Mechanically induced twinning	Low Strength Low strain rate High temperature Isotropy Homogeneity Thin sections Ductile failure (shear) Material without discontinuities Diffusion without transformation Plastic deformation Wrought materials Small grain size Thermally induced twinning

2.3.3 음향방출신호의 시간-주파수 해석법

푸리에 변환은 지금까지 신호의 주파수 성질을 연구하는 가장 일반적인 방법이었다. 그러나, 푸리에 변환은 비정상신호(non-stationary signal)를 정확히 표현할 수 없다는 단점을 가지고 있다. 따라서, 이러한 단점을 보완한 새로운 신호 해석법인 시간-주파수 해석법들이 개발되었다.

시간과 주파수의 2차원 평면상에 신호의 시간 변화에 따른 주파수 변화를 표현하는 시간-주파수 해석법의 특징은 첫째, 정상신호(stationary signal)뿐만 아니라 비정상신호(non-stationary signal)를 푸리에 변환에 비하여 상세하게 분석할 수 있다. 즉, 시간 변화에 따른 주파수 변화를 시간-주파수 평면상에 정확히 표현할 수 있다는 것이다. 둘째, 일반적으로 노이즈는 시간과 주파수 영역에서 퍼지는 특징이 있으며, 신호는 짧은 시간 영역 또는 좁은 주파수 대역에 집중하는 성질을 가진다. 따라서, 노이즈가 포함된 신호를 분석할 경우 시간-주파수 평면상에서 노이즈와 신호의 구별이 쉽고, 노이즈 제거가 쉽다는 장점이 있다.

이와 같이 시간-주파수 해석법은 반세기 이전부터 개발되기 시작하였으며, 시간 영역을 짧게 나누어 하나의 블록을 만들고 각각의 블록에서 푸리에 변환을 하는 STFT(short time fourier transform)로부터 시작하여, Dennis Gabor에 의해 expansion과 series의 개념을 이용한 Gabor expansion, Eugene P. Wigner의 상관함수를 이용한 WVD(Wigner-Vill distribution), Kernel 함수를 이용한 CWD(Choi-Williams distribution)와 1980년대 말 이론이 정립된 wavelet transform등 여러 가지 시간-주파수 해석법이 사용되고 있다.

일반적으로 시간-주파수 해석법들은 크게 선형 계열과 비선형 계열로 구별할 수 있다. 비선형 알고리즘(bilinear algorithm)을 가지는 Wigner-Ville distribution과 Choi-Williams distribution 등은 시간과 주파수 영역에서의 분해능이 아주 높다는 장점을 가지는 반면, 간섭 현상에 의한 간섭항(cross-term)

이 발생하는 단점을 가지고 있다. 반면, 선형 알고리즘(linear algorithm)을 가지는 short time fourier transform과 Gabor expansion 등은 간섭 현상을 일으키지는 않지만, 분해능이 다소 떨어지는 단점을 가지고 있다.

최근에는 하드웨어의 급속한 발달에 따른 빠른 연산처리가 가능하게 됨으로서 실시간적인 분석이 가능하게 되었다.

2.3.4 Short Time Fourier Transform(STFT)

STFT은 푸리에 변환이 시간 변화에 대한 주파수 표현을 하지 못하는 단점을 보완하여, 짧은 시간 단위로 신호를 분리하고 푸리에 변환하는 방법이다. 즉, 시간과 주파수 영역에서 동시에 존재하는 창 함수(window function)를 이용하여 각 시간에서의 주파수를 구하는 방법으로 식(2·3)과 같이 표현된다.

$$STFT(t, \omega) = \int s(\tau) \gamma_{t, \omega}^*(\tau) d\tau = \int s(\tau) \gamma^*(\tau - t) e^{-j\omega\tau} d\tau \quad \dots\dots\dots (2 \cdot 3)$$

$$SP(t, \omega) = |STFT(t, \omega)|^2 \quad \dots\dots\dots (2 \cdot 4)$$

식(2·3)은 일반적인 내적(inner product)을 이용한 표현으로서, signal $s(t)$ 와 elementary function $\gamma(\tau - t)e^{j\omega\tau}$ 사이의 유사성을 나타내며, 식(2·4)는 STFT spectrogram으로서 시간-주파수 평면상에 주파수 성분의 에너지 분포를 나타내는 것으로서 STFT의 자승으로 표현된다. 창 함수 $\gamma(t)$ 는 Fig. 2.8에서와 같이 시간 함수 $s(t)$ 에 대해서 전시간에 걸쳐 이동하면서 각 시간에 대한 푸리에 변환을 행하여 시간-주파수 평면상에 표현하는 방법이다. 하지만, 창 함수의 크기에 따라 시간 또는 주파수 분해능이 달라지게 되는데, 시간 영역의 분해능을 높이기 위해서는 주파수 분해능이 떨어지게 되고, 주파수 분해능을 높이기 위해서는 시간 영역의 분해능이 떨어지는 창 효과(window effect)가 발생하는 단점이 있다. Fig. 2.9은 비정상신호의 Short Time Fourier Transform 분석 결과를 나타내며, Fig. 2.10은 Short Time Fourier Transform

의 창 효과를 나타내고 있다^{25~27)}.

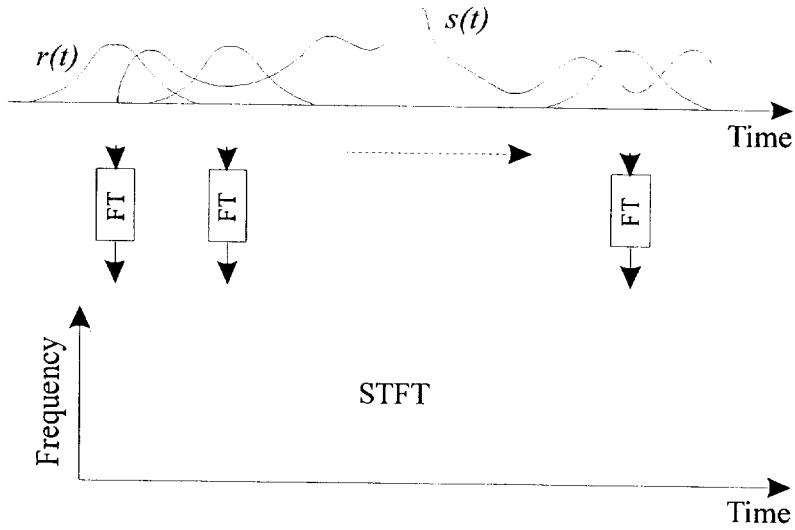


Fig. 2.8 Short Time Fourier Transform.

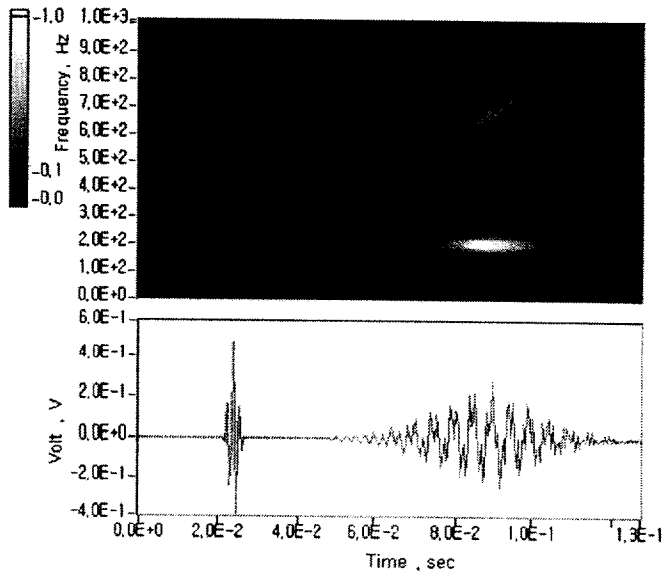
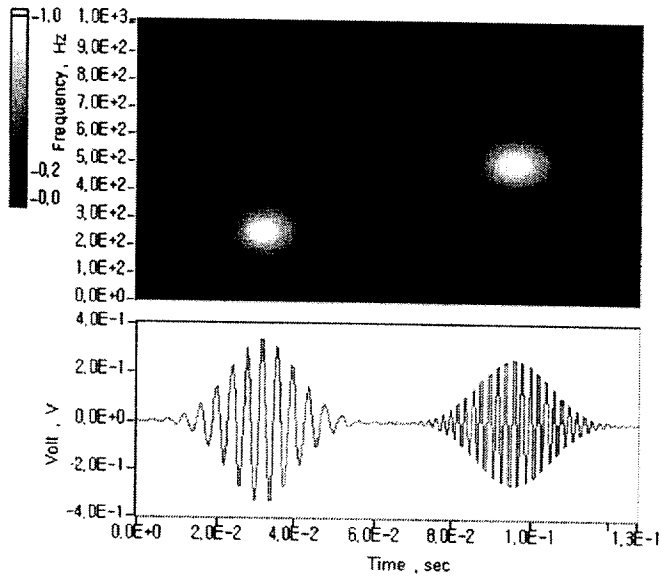
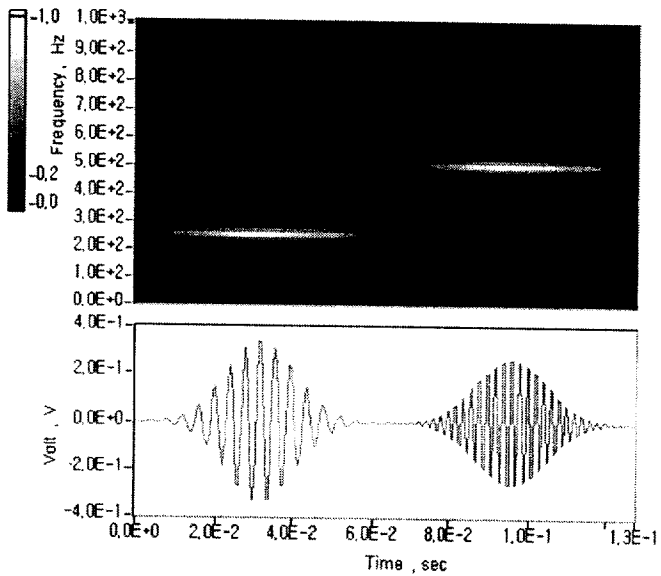


Fig. 2.9 2D representation of Short Time Fourier Transform.



(a) High resolution in time domain.



(b) High resolution in frequency domain.

Fig. 2.10 Window effect of Short Time Fourier Transform.

第 3 章

미세 조직 변화에 따른 피로균열 진전과 음향방출 특성

3.1 서 언

2상 스테인리스강이 내식성과 강도를 현저히 개선한 강종이지만 산업발달과 더불어 가혹한 환경에서 오랜 수명을 유지할 수 있는 새로운 강종의 필요성이 증가하고 있다. 이러한 필요성에 의하여 개발된 스테인리스강종이 25%Cr에 질소 등을 갖는 슈퍼 2상 스테인리스강이다.

슈퍼 2상 스테인리스강은 PREN값이 40이상을 갖기 때문에 내식성과 기계적 성질이 기존의 2상 스테인리스강에 비하여 대단히 우수하며, 1980년대 후반부터 개발되기 시작하여 1991년부터 상업적으로 생산되고 있다. 그러나, 아직까지 그 물성 평가가 제대로 이루어져 있지 않기 때문에 실제 산업에 응용된 예는 많지 않다.

슈퍼 2상 스테인리스강은 PREN값을 40이상으로 조정함으로써 국부부식 및 응력부식균열에 대한 저항성을 향상시킨 강으로 알려져 있다^{9,14,18}. 그러나 슈퍼 2상 스테인리스강은 고합금이며, 특히 N의 함량이 높아서 고온가공 또는 열처리 후 질화물과 같은 금속간 화합물이 석출하여 상변태를 일으키기 쉬운 단점이 있기 때문에 합금원소를 첨가하여 내식성을 향상시키면서 조직의 안정성을 기대할 수 있는 많은 연구가 수행되고 있고^{25,28~32}, 이러한 슈퍼 2상 스테인리스강은 염수용 펌프, 화학공장의 용기, 유전의 파이프라인 및 LNG 탱크 등과 같은 가혹한 부식환경 및 저온의 고강도 재료로서 그 사용이 기대되고 있다^{25,29}. 그러나 2상 스테인리스강의 피로특성은 페라이트 조직과 오스테나이트 조직의 체적분을 및 분포상태에 따라 달라질 것으로 예상되지만, 아직 체계적으로 실시된 연구는 찾아 볼 수 없다.

또한 2상 스테인리스강은 결정구조가 다른, 즉 BCC구조의 페라이트 조직과 FCC구조의 오스테나이트 조직이 존재하면 두 상의 체적분율이 여러 가지 인자들에 의해 달라지기 때문에 피로균열 진전특성 등은 단일상의 경우와는 다른 거동을 나타낼 것으로 예상된다.

한편, 음향방출(acoustic emission)은 재료 내부의 변형과 파괴가 일어날 때 발생하는 높은 주파수의 미세한 응력파로, 동적으로 검출할 수 있다는 장점을 가지고 있어 재료강도의 연구수단 뿐만 아니라, 비파괴검사의 측면에서도 새롭고 유력한 수법이 되고 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 있다.^{4~8)} 지금까지는 고속 푸리에 변환(fast fourier transform: FFT)이 신호 처리 방법으로 가장 널리 사용되고 있지만, 이 방법은 신호 전체의 주파수 성분만 분석할 수 있을 뿐 신호의 시간 변화에 따른 주파수 성분을 분석할 수 없다는 단점을 가지고 있다. 이 단점을 보완하기 위하여 최근에는 신호가 가지는 시간 영역과 주파수 영역의 정보를 동시에 표현할 수 있는 시간-주파수 해석(time-frequency analysis)이 활발하게 이용되고 있다. 시간-주파수 해석은 반세기 이전부터 개발되기 시작하여 현재까지 여러 가지 방법의 시간-주파수 해석법들이 소개되고 있다^{33~39)}. 이와 같은 시간-주파수 해석은 신호의 시간 영역과 주파수 영역을 시간-주파수의 2차원 평면상에 표현함으로써 특히 비정상신호(non-stationary signal)의 해석에 우수한 장점을 가지고 있다. 따라서, 최근에는 컴퓨터 화상처리, 노이즈 제거 및 주파수 분석 등 신호처리 분야에서도 활발하게 이용되고 있다.

따라서 본 연구에서는 슈퍼 2상 스테인리스강을 사용하여 열처리 온도 및 방법을 달리하여 페라이트 조직과 오스테나이트 조직의 분포상태와 체적분율을 변화시킨 후, 2상의 분포상태, 체적분율 변화 및 조직의 이방성에 따른 피로균열 진전특성을 조사하였다. 그리고, 피로 균열 진전시 검출된 음향방출 신호의 시간-주파수 해석을 실시하여, 2상의 분포상태 및 체적분율 변화에 의한 특성을 평가하였다.

3.2 시험편 및 실험방법

3.2.1 시험편

본 실험에서 사용된 슈퍼 2상 스테인리스강은 전해철, Fe-Cr, Fe-Mo 및 금속 Ni 등을 사용하여 고주파 진공유도 용해로에서 용해 제작하였다. 이것을 열간압연에 의해 최종 15mm 두께의 판재로 만든 다음 시험편으로 사용하였으며, 그 화학조성은 Table 3.1에 나타내었다. 그리고 기계적 물성은 Table 3.2에 나타낸다. 피로시험에 사용한 CT시험편은 ASTM E-399에 따라서 기계가공하였으며, 이 시험편의 형상 및 치수는 Fig. 3.1에 나타내었다. 한편 섬유상을 갖는 시험편의 노치는 압연방향에 대하여 각각 수직(LT) 및 평행(TL)한 방향으로 삽입하였다.

Table 3.1 Chemical compositions of specimen (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.

Table 3.2 Mechanical properties of super duplex stainless steel

Tensile strength (MPa)	0.2% Yield strength (MPa)	Elongation (%)
840	650	30

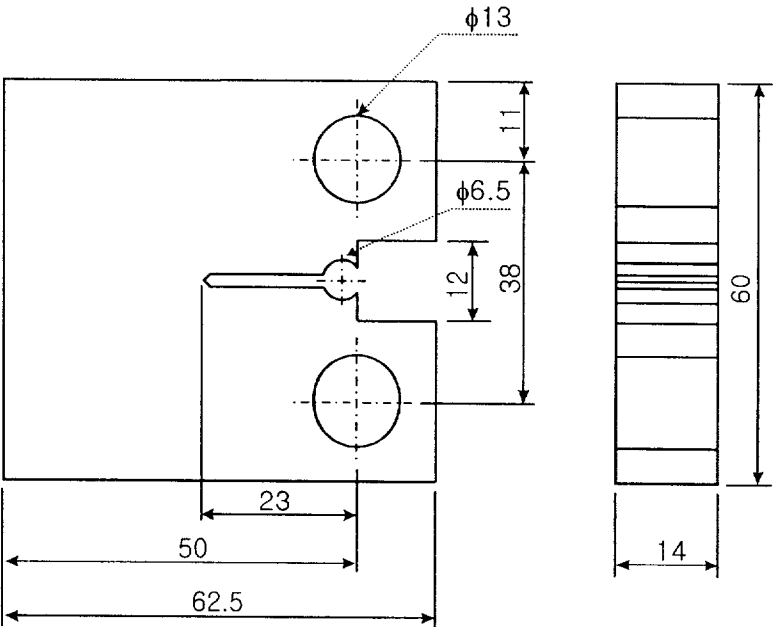


Fig. 3.1 Dimensions of fatigue specimen (unit : mm).

3.2.2 열처리

Fig. 3.2는 슈퍼 2상 스테인리스강의 체적분율을 변화시키기 위한 열처리과정을 나타내었다. (a)는 냉간압연한 시험편을 2상 공존구간인 1050℃, 1200℃, 1300℃에서 15분간 유지 후 수냉한 것으로, 오스테나이트 조직이 압연방향으로 길게 배열되어 있는 섬유상(fibrous structure)을 얻은 열처리 과정이고, (b)는 1350℃에서 30분간 가열 후 수냉하여 페라이트 조직을 얻은 다음, 오스테나이트 조직과 페라이트 조직이 공존하는 1050℃, 1200℃, 1300℃의 온도에서 15분간 유지 후 급랭시킴으로서 페라이트 기지에 오스테나이트 조직이 분산된 분산상(dispersed structure)을 얻은 공정을 나타낸 것이다.

3.2.3 실험장치

피로특성을 평가하기 위한 시험은 용량 10톤의 Shimadzu社 만능피로시험기 (Model : EHF-ED10)를 사용하였다. 피로균열 진전시 발생하는 음향방출 신호는 Fig. 3.3에 나타낸 것과 같은 방법으로 검출하였다. 실험에 사용된 AE 계측장치는 MISTRAS 2001이며, 센서는 1MHz 광대역센서를 이용하였다. 검출된 음향방출 신호는 시간-주파수분석을 수행할 수 있는 프로그램으로 분석하고 데이터를 저장하였다.

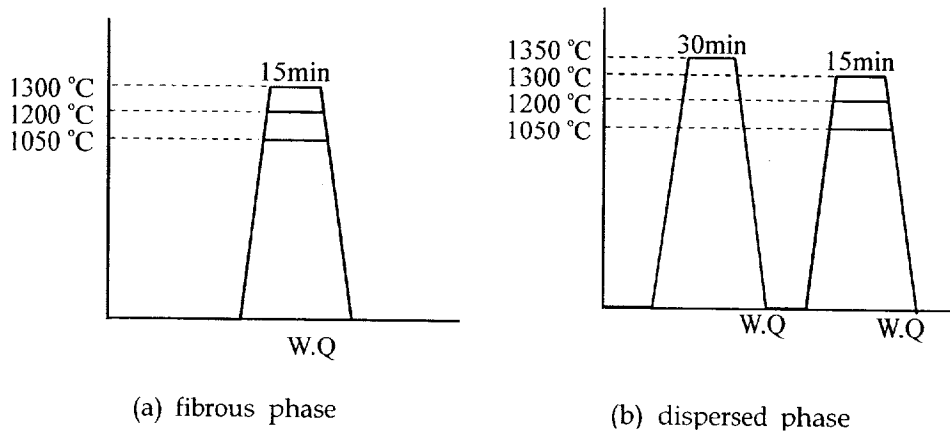


Fig. 3.2 Schematic diagram of heat treatment cycle.

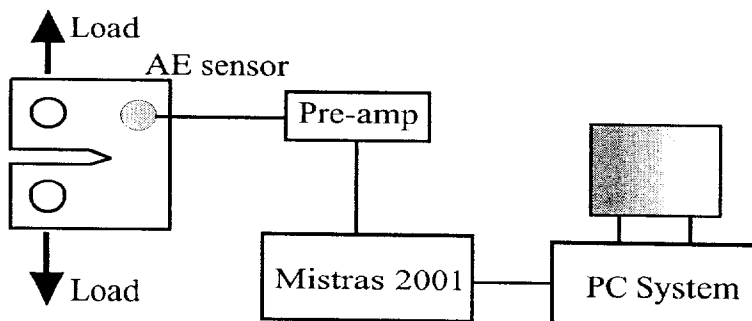


Fig. 3.3 Schematic diagram of AE measurement during fatigue crack propagation.

3.2.4 실험방법

열처리가 완료된 시험편의 미세조직은 경면연마하여 Murakami's reagent(10g $K_3Fe(CN)_6$ + 10g KOH + 100ml water)로 부식시켜 광학현미경을 이용하여 관찰하였고, 피로시험에 의해 파단된 시험편의 파면은 주사전자현미경으로 관찰하였다. 한편, 페라이트 조직과 오스테나이트 조직의 체적분율은 화상분석시험기와 점분석법을 이용하여 10회이상 측정한 후 평균하여 구하였다.

경도측정은 비커스 경도계를 사용하여 각 상의 경도값을 측정하였고, 페라이트와 오스테나이트 조직의 체적분을 변화에 따른 음속변화는 디지털 초음파 탐상기를 사용하여 측정하였다. 한편 탄성계수 측정은 초음파의 음속을 측정하여 다음의 식(3·1)³⁶⁾을 사용하여 계산하였다.

$$E = \frac{(1+\nu)(1-2\nu)}{(1-\nu)} \cdot \rho \cdot V^2 \quad \text{..... (3·1)}$$

여기서 ν 는 포와송비, ρ 는 밀도, V 는 초음파의 음속을 나타낸다.

인장시험은 평행부 길이 50mm, 직경 12.5mm를 갖는 시험편을 만든 후 열처리한 다음 인장시험기에서 1mm/min의 속도로 실시하여 강도 및 연신율을 측정하였다.

피로시험은 예비균열을 25mm까지 삽입한 후, 실온 대기중에서 정현파를 이용하여 하중반복수 10Hz, 응력비 $R=0.1$, $P=12.7kN$ 의 일정하중으로 실시하였다. 균열진전량은 clip gage를 사용하여 측정하였으며, 응력확대계수는 다음 식(3·2)을 이용하여 계산하였다. 그리고 균열전파속도(da/dN)는 증분다항식법으로 구하였다.

$$K = \left[\frac{P}{(B \cdot W^{1/2})} \right] \cdot f(\eta), \quad \left(\eta = \frac{a}{W} \right) \quad \text{..... (3·2)}$$

여기에서,

$$f(\eta) = \frac{(2+\eta)}{(1-\eta)^{3/2}} \cdot (0.886 + 4.64 \cdot \eta - 13.32 \cdot \eta^2 + 14.72 \cdot \eta^3 - 5.6 \cdot \eta^4)$$

이 식은 $0.2 \leq a/W < 1$ 에서 적용 가능하다.

균열진전시 발생한 음향방출 신호는 센서를 통해 수신하였고, 수신된 신호는

pre-amp에서 40dB 증폭하였으며, 100kHz~1MHz의 아날로그 필터를 사용하였다. MISTRAS 2001에서 sampling rate는 2MHz, Pre-trig를 50.0 μ s로 설정하였다. 그리고 시험편에서 발생하는 음향방출 신호를 민감하게 측정하기 위해서 지그와 핀, 핀과 시험편 사이의 마찰을 최대한 억제하였고, 시험편과 센서 사이에 접촉매질을 얇게 바른 후 테이프로 압착하였다. 검출된 음향방출신호는 시간-주파수 해석을 수행할 수 있는 프로그램으로 실시간적으로 분석하고 데이터를 저장하였다.

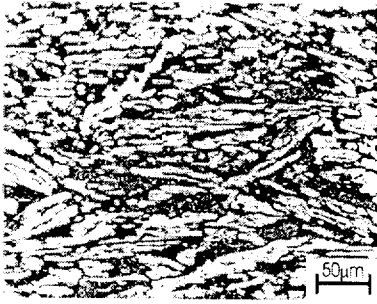
3.3. 결과 및 고찰

3.3.1 미세조직관찰

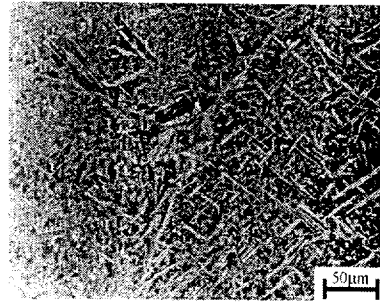
Fig. 3.4는 Fig. 3.2와 같은 열처리과정을 거쳐 오스테나이트 조직의 체적분율이 다른 섬유상과 분산상을 갖는 슈퍼 2상 스테인리스강의 미세 조직을 광학현미경으로 나타낸 것이다. 여기서 흰색이 오스테나이트 조직이고, 검은색이 페라이트 조직이다. 이 그림에서 (a), (c), (e)는 섬유상을 얻기 위한 열처리 과정에 의해 오스테나이트 조직이 압연방향을 따라 섬유형태로 존재하고 있음을 알 수 있다. 그리고, 2상영역 열처리 온도가 높아짐에 따라 연속상으로 존재하던 섬유형태의 오스테나이트 조직이 조대화되면서 연속적이지 못하고 끊어진 상태로 존재하고 있으며, 오스테나이트 조직의 체적분율이 감소하고 있음을 알 수 있다. 이에 반하여 (b), (d), (f)는 분산상 조직을 얻기 위한 열처리 과정에 의해서 페라이트 조직의 입계 및 입내에 오스테나이트 조직이 필름형태로 분산되어 존재하고 있음을 알 수 있고, 2상영역 열처리 온도가 높아짐에 따라 오스테나이트 조직의 체적분율이 적어질 뿐만 아니라 입자크기가 조대화되고 있음을 알 수 있다.

Fig. 3.5은 분산상과 섬유상을 갖는 시험편에서 오스테나이트 조직과 페라이트 조직의 생성속도에 미치는 2상영역 열처리 온도의 영향을 나타낸 것이다. 2상영역 열처리 온도가 상승함에 따라 오스테나이트 조직의 체적분율은 급격히 감소하며 페라이트 조직의 체적분율은 증가한다. 그리고, 섬유상의 경우가 분산상보다 동일 열처리 온도에서 오스테나이트 조직의 체적분율이 높게 나타나고 있다. 동일 열처리 온도 및 시간에서 섬유상을 갖는 경우가 오스테나이트 조직의 체적분율이 높은 이유는 냉간압연에 도입된 전위 등과 같은 내부결함의 증가에 따른 축적된 에너지가 2상영역 열처리지 오스테나이트 조직으로 변태속도를 촉진시키기 때문이다. 이에 반하여, 분산상의 경우는 1350℃의 고

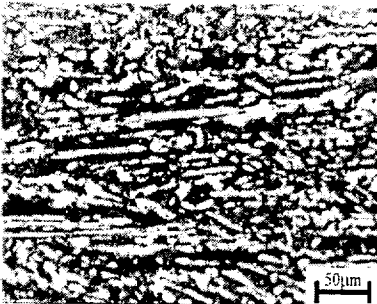
온에서 유지 후 페라이트 단상조직을 얻은 다음 2상 영역에서 열처리함으로서 얻기 때문에 냉간압연에 의해 도입된 결함 등에 의한 영향이 2상영역 열처리 이전에 소멸되어 없어지게 된다. 따라서 오스테나이트 조직의 핵생성과 성장 속도가 상대적으로 느려지기 때문이다.



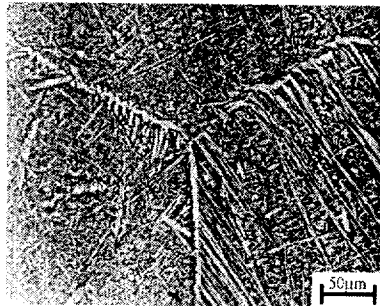
(a) Fibrous phase
Temp. : 1050°C



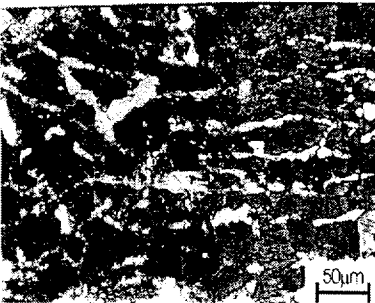
(b) Dispersed phase
Temp. : 1050°C



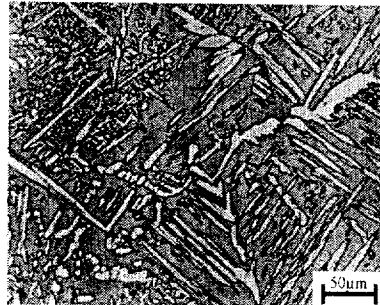
(c) Fibrous phase
Temp. : 1200°C



(d) Dispersed phase
Temp. : 1200°C



(e) Fibrous phase
Temp. : 1300°C



(f) Dispersed phase
Temp. : 1300°C

Fig. 3.4 Optical micrographs of super duplex stainless steel by the heat treatment temperature(white : austenite, black : ferrite).

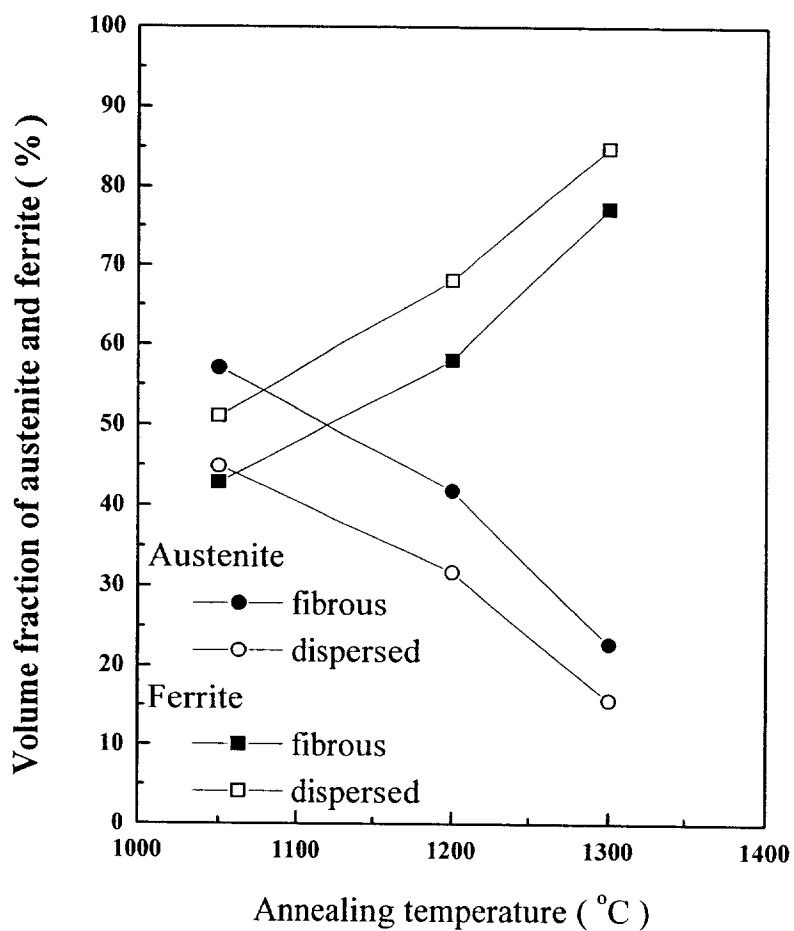


Fig. 3.5 Effect of annealing temperature on the volume fraction of austenite and ferrite in super duplex stainless steel.

3.3.2 기계적 성질

슈퍼 2상 스테인리스강에서 2상영역 열처리 온도에 따른 각 상의 경도를 측정하여 Fig. 3.6에 나타내었다. 두 시험편 모두 2상 영역 열처리 온도가 높아질수록 페라이트 조직과 오스테나이트 조직의 경도값이 증가하고 있음을 알 수 있다. 또한 섬유상의 경우가 분산상의 경우보다 경도값도 높고, 경도값이 증가하는 정도도 크게 나타난다. 이와 같은 이유는 섬유상의 경우는 냉간 가공한 시험편을 직접 2상영역 열처리온도로 가열하여 제조하였기 때문에, 가공에 의해 발생한 결정립 미세화와 전위들이 완전히 소멸되지 않을 뿐만 아니라 이것에 기인되어 2상영역 열처리 핵생성 장소가 많아지는데 기인되어 결정립이 미세화되기 때문인 것으로 판단된다. 그리고, 2상영역 열처리온도가 증가할수록 페라이트 조직과 오스테나이트 조직의 경도값이 증가하는 것은 열처리 온도가 높아질수록 더 많은 양의 탄화물과 질화물들이 분해되어 페라이트 조직과 오스테나이트 조직으로 확산되어감에 따른 고용강화의 영향으로 판단된다³⁸⁾.

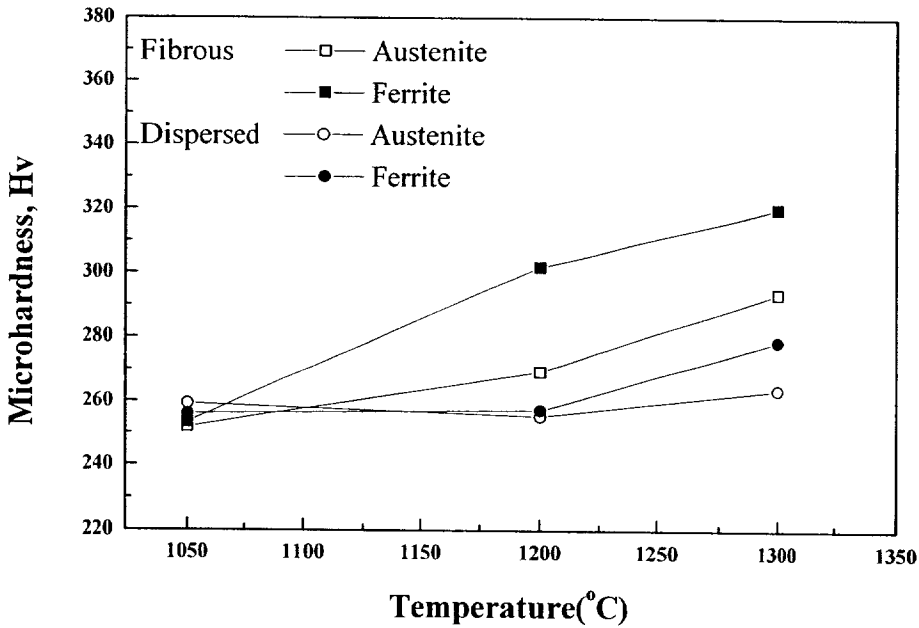


Fig. 3.6 Change of Vickers hardness by the heat treatment temperature.

Fig. 3.7은 오스테나이트 조직의 체적분을 변화에 따른 인장성질 변화를 조사하여 나타낸 것이다. 두 시험편 모두 오스테나이트 조직의 체적분율이 증가함에 따라 인장강도와 연신율이 함께 증가하고 있음을 알 수 있다. 이와 같이 오스테나이트 조직의 체적분율이 증가함에 따라 강도와 연신율이 증가하는 이유는 2상영역 열처리 온도가 낮아지면 오스테나이트 조직의 체적분율이 높아지는데 열처리 온도가 낮아지면 페라이트와 오스테나이트 조직의 결정립 크기가 미세화 되기 때문이라 판단된다.³⁹⁾ 또한 섬유상의 경우 오스테나이트 조직의 체적분율이 50% 이상이 되면 인장강도는 감소하고 있음을 알 수 있다. 이와 같은 이유는 2상 스테인리스강에서 기계적 성질을 반영하고 있는 페라이트 조직의 체적분율이 상대적으로 적어지기 때문이라 판단된다. 특히 2상 스테인리스강의 기계적 성질은 페라이트 조직의 성질을 반영한다고 알려져 있고⁴⁰⁾, 2상의 체적분률

이 각각 50%에서 가장 우수한 것으로 알려져 있다^{39, 41)}. 따라서 본 연구에서 오스테나이트 조직의 체적분률이 50%를 넘는 섬유상에서 인장강도가 저하하고 있는 것은 이러한 결과와 잘 일치하고 있다.

또한 섬유상이 분산상에 비하여 강도와 연신율이 높게 나타나고 있음을 알 수 있다. 그 이유는 일반적으로 2상 스테인리스강에서 파괴의 기점이 되는 균열은 페라이트 조직과 오스테나이트 조직의 계면에서 주로 일어난다고 알려져 있다⁴⁰⁾. 따라서 섬유상은 인장변형과 함께 오스테나이트 조직과 페라이트 조직의 상호간섭에 의해 네킹이 일어나려는 현상을 방해하는 효과가 크기 때문에 강도와 연신율이 높게 나타난다. 그러나, 분산상에서는 오스테나이트 조직이 필름상으로 석출되었기 때문에 페라이트 조직과의 계면에서 슬립이 쉽게 발생되어 네킹의 시작과 함께 균열이 쉽게 전파됨으로서 낮은 강도와 연신율을 나타낸다고 판단된다.

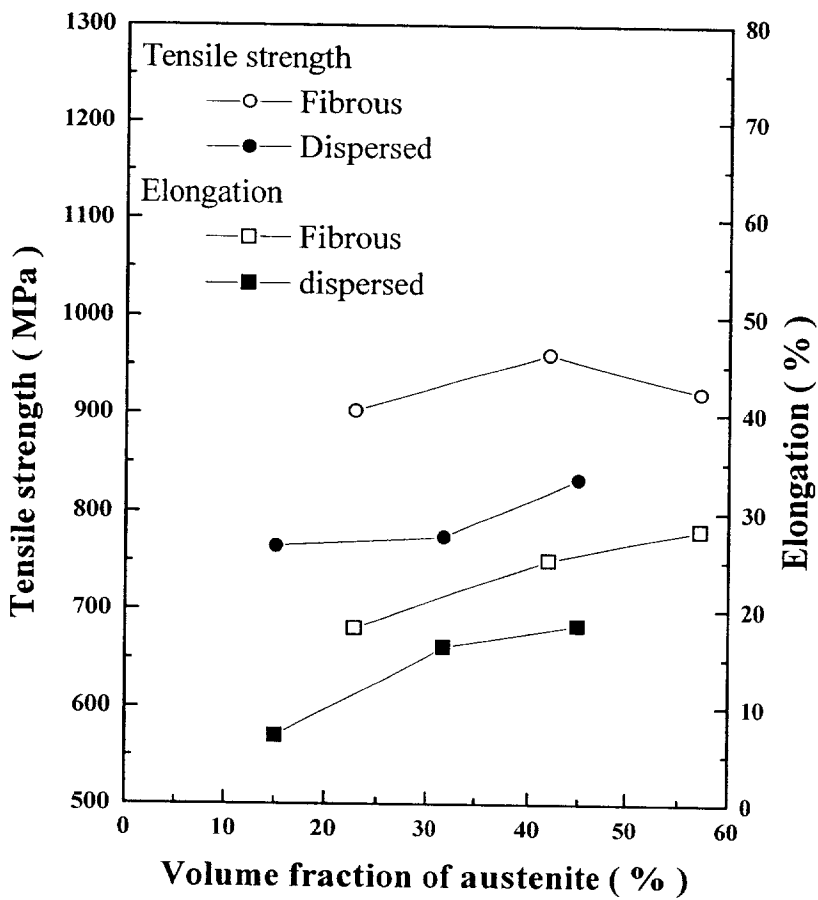


Fig. 3.7 Effect of volume fraction of austenite on tensile strength and elongation in super duplex stainless steel.

3.3.3 피로균열 진전특성

슈퍼 2상 스테인리스강의 오스테나이트 조직의 체적분율 및 이방성이 피로균열 성장거동(a-N 선도)에 미치는 영향을 조사하여 Fig. 3.8에 나타내었다. 이 그림은 1050℃에서 열처리된 결과를 대표적으로 나타낸 것이다. 섬유상의 경우는 조직의 이방성에 대한 피로균열진전의 영향을 함께 규명하기 위하여, 균열진전방향이 압연방향에 수직 및 수평한 시험편에 대해 피로시험을 실시하였다. 이 그림에서 알 수 있는 바와 같이 피로균열 성장거동은 조직의 이방성에 크게 영향을 받고 있음을 알 수 있다. 즉, 섬유상을 갖는 시험편에서 균열의 진전방향이 압연방향과 평행(TL)한 섬유상을 갖는 시험편의 경우가 압연방향과 수직(LT)한 섬유상을 갖는 시험편보다 피로균열 성장거동이 빨라 피로수명이 짧게 나타나고 있다. 그 수명의 차이는 오스테나이트 조직의 체적율이 감소할수록, 즉, 열처리 온도가 증가할수록 적게 나타났다. 한편 분산상을 갖는 경우는 균열진전 방향이 압연방향과 평행한 섬유상을 갖는 시험편보다는 피로수명이 길게 나타나고 있지만, 압연방향에 수직한 섬유상을 갖는 시험편보다는 짧게 나타나고 있음을 알 수 있다. 이와 같이 균열진전 방향이 압연방향에 평행한 섬유상을 갖는 경우가 수직한 섬유상을 갖는 시험편에 비해 피로수명이 짧은 것은 압연방향과 평행한 섬유상을 갖는 시험편의 경우는 균열진전방향이 섬유상의 배열방향과 평행하기 때문에 균열전파가 용이하기 때문이다. 즉, 압연방향과 평행한 섬유상을 갖는 시험편의 경우는 균열진전이 길게 연신된 페라이트 조직과 오스테나이트 조직의 계면을 따라 용이하게 진전하였기 때문에 피로수명이 짧게 나타났다고 판단된다. 한편 오스테나이트 조직의 체적분율이 감소할수록 이방성에 따른 피로수명 차가 적게 나타나는 이유는 오스테나이트 조직의 체적분율이 적게되면 상대적으로 균열진전이 용이한 통로가 되는 페라이트 조직과 오스테나이트 조직의 계면이 적어지는데 기인되는 것으로 판단된다.

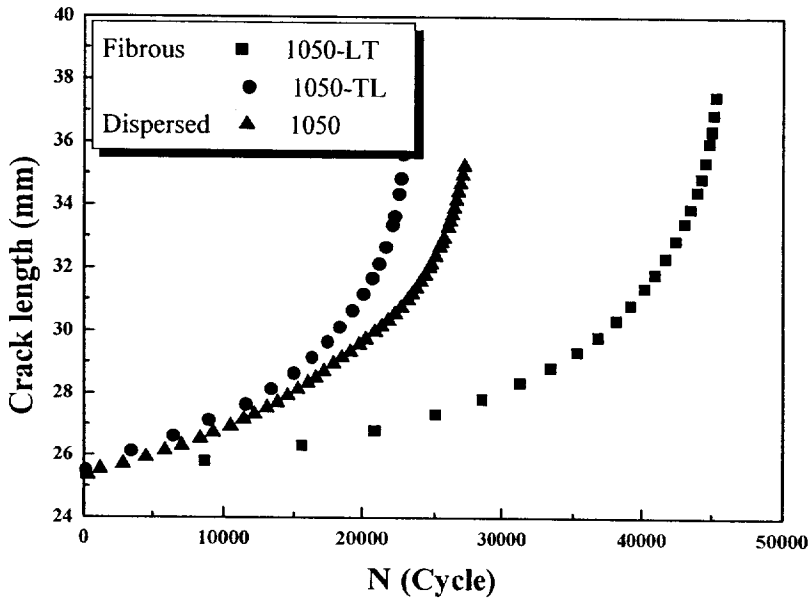


Fig. 3.8 a-N curves obtained from dispersed phase and fibrous phase heated at 1050°C.

분산상을 갖는 시험편에서 오스테나이트 조직의 체적분율이 피로균열 성장거동에 미치는 영향을 Fig. 3.9에 나타내었다. 오스테나이트 조직의 체적분율이 가장 높은 즉, 1050°C의 2상영역에서 열처리한 시험편이 가장 피로수명이 가장 짧게 나타났다. 이와 같은 이유는 오스테나이트 조직의 체적분율이 증가하게 됨에 따라 피로균열의 생성과 성장이 용이한 페라이트 조직과 오스테나이트 조직의 계면이 많아지기 때문이라 판단된다⁴²⁾. 그러나 1300°C의 2상 영역에서 열처리한 시험편은 1200°C에서 열처리한 시험편에 비해 오스테나이트 조직의 체적분율이 적음에도 불구하고 피로수명이 짧게 나타나고 있음을 알 수 있다. 그 이유는 2상 스테인리스강에서 기계적 성질은 최소 20%이상의 오스테나이트 조직의 체적분율이 되어야 2상 스테인리스강으로서의 강도와 연신율을 유지할 수 있는데⁹⁾

⁴³⁾, 1300℃에서 열처리한 시험편은 오스테나이트 조직의 체적분율이 14% 정도이기 때문에 강도와 연신율이 낮아지며, 페라이트 조직의 경도가 다른 시험편보다 높은 것에 기인되어 피로수명이 짧게 된다고 판단된다.

그리고 조직의 이방성에 따른 균열진전 상황을 조사하기 위하여 피로시험에 의해 얻은 파단시험편중 1050℃ 시험편의 균열진전 경로를 Fig. 3.10에 나타내었다. 이 그림에서 알 수 있듯이 균열진전 방향이 압연방향에 수직(LT)한 섬유상을 갖는 시험편은 페라이트 조직과 오스테나이트 조직을 관통하면서 균열이 진전하는데 반하여, 평행(TL)한 섬유상을 갖는 시험편은 경계면을 따라서 균열이 진전하였음을 알 수 있었다.

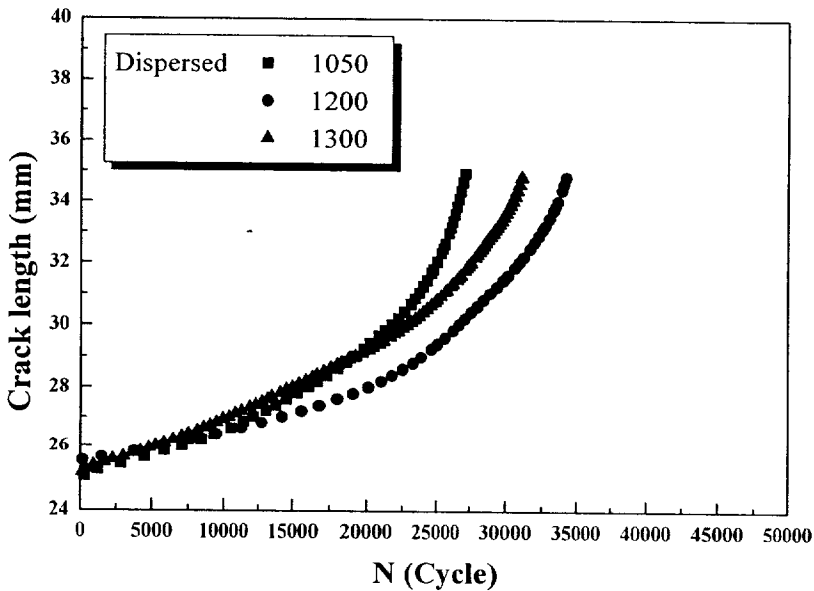
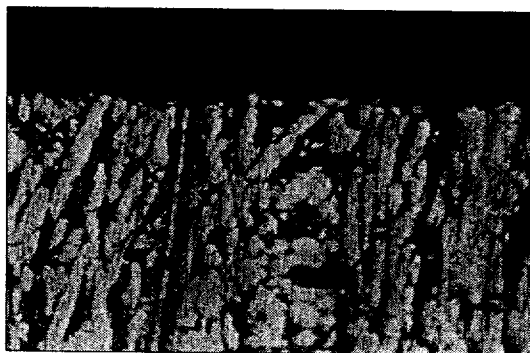
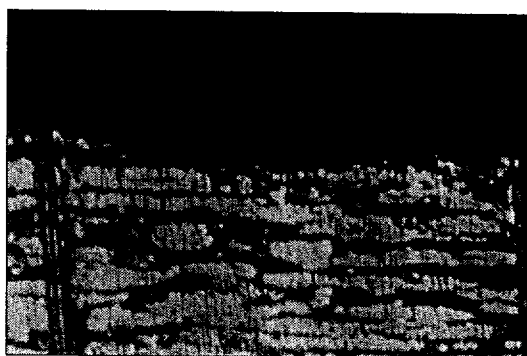


Fig. 3.9 a-N curves of dispersed phase.



(a) LT



(b) TL

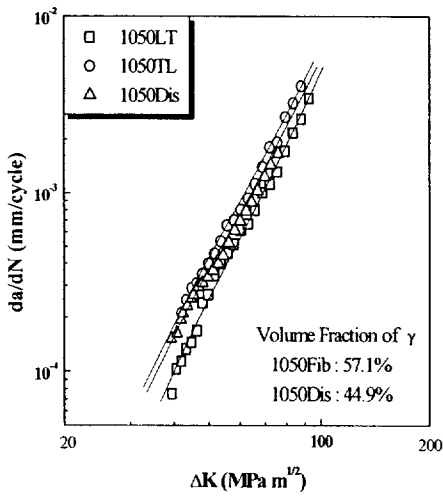
Fig. 3.10 Typical surface appearance obtained from 1050°C specimen.

오스테나이트 조직의 분포상태 및 조직의 이방성에 따른 균열진전속도 (da/dN)와 응력확대계수의 변동폭(ΔK)과의 관계를 Fig. 3.11에 나타내었다. 이 그림에서 섬유상의 1050℃는 TL방향의 균열진전속도가 LT방향보다 빠르게 나타나고 있다. 그러나 온도가 증가할수록 두 방향의 진전속도가 비슷하게 나타나고 있다. 그리고 분산상의 1050℃에서는 섬유상의 TL방향보다 늦지만, LT방향보다 빠른 진전을 보여주고 있다. 그러나 온도가 증가함에 따라서 섬유상에 비하여 피로균열 진전속도가 더욱 더 느리게 나타나고 있다. 이것은 온도가 증가함에 따라서 경질인 페라이트 조직의 체적분율이 증가하고, 균열이 2상의 계면을 따라 진전하기보다는 관통하여 진전하기 때문이라 판단된다²⁹⁾.

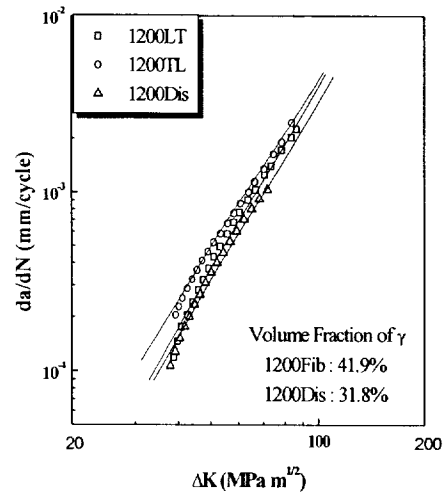
오스테나이트 조직의 분포상태와 조직의 이방성에 대한 영향을 알아보기 위하여 Fig. 3.11에서 피로균열진전속도인 Paris식의 C와 m값을 구하였으며, 그 결과를 Table 3.3에 나타내었다. 여기서 m값은 조직의 상태에 관계없이 온도가 증가할수록 적어짐을 알 수 있다. 또한 섬유상에서 오스테나이트 조직의 체적분율이 너무 낮은 1300℃ 시편을 제외하면, LT방향이 TL방향보다 m값이 큰 것을 알 수 있다. 이것은 LT시편편이 초기에는 균열진전 속도가 늦지만, 균열이 진전함에 따라서 TL시편편보다 더 빠른 진전속도를 나타내기 때문이다

한편, 분산상의 경우는 오스테나이트 조직의 체적분율이 증가할수록, m값이 증가하며, 균열진전속도가 빠르게 나타나고 있음을 알 수 있다. 이와 같은 현상은 본 실험에서 얻어진 분산상의 오스테나이트 조직 체적분율 범위 내에서는 오스테나이트 조직의 체적분율이 증가할수록 균열의 진전통로가 되는 페라이트 조직과 오스테나이트 조직의 계면이 증가하기 때문이라 판단된다.

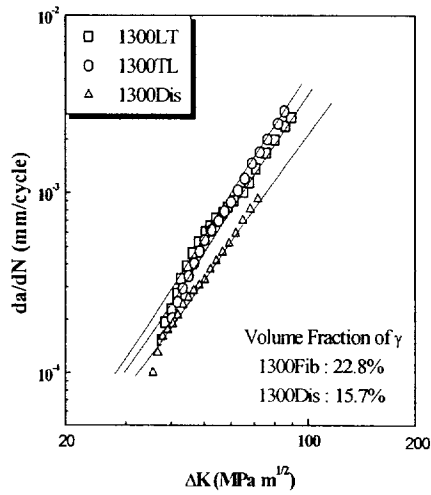
Fig. 3.11에서 얻어진 C값과 m값을 편대수상에 나타낸 결과가 Fig. 3.12이다. 이 그림에서 m과 log C사이에는 직선관계가 성립함을 알 수 있다. 즉, m과 C사이에는 서로 독립적이 아니고, 양자의 사이에는 $C = A \cdot B^m$ 의 관계가 있다⁴⁴⁾. 여기서 A와 B는 정수이고, 본 실험의 결과에서 최소자승법으로 얻어진 A와 B의 값은 $A = 1/8000 \text{ mm/cycle}$, $B = 1/35 \text{ MPa}\sqrt{m}$ 이다.



(a) 1050°C



(b) 1200°C



(c) 1300°C

Fig. 3.11 Fatigue crack growth rate versus stress intensity factor range for temperature.

Table 3.3 C and m obtained from Paris' law

Specimens	C	m
1050LT	1.78×10^{-10}	3.65
1050TL	2.76×10^{-10}	3.59
1050Dis	2.50×10^{-10}	3.58
1200LT	4.25×10^{-10}	3.57
1200TL	1.58×10^{-9}	3.23
1200Dis	3.75×10^{-10}	3.44
1300LT	4.20×10^{-9}	2.99
1300TL	2.25×10^{-9}	3.13
1300Dis	7.85×10^{-9}	2.70

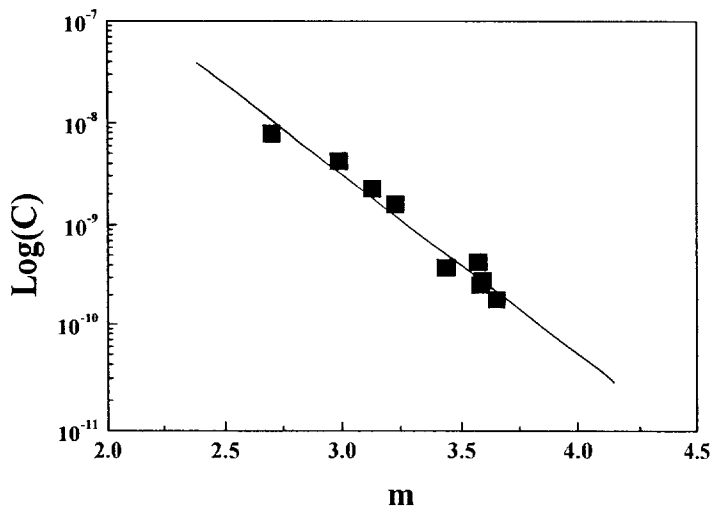


Fig. 3.12 Correlation of "m" and "C" from Paris' law.

3.3.4 음향방출신호의 시간-주파수 분석

음향방출은 재료 내부의 변형과 파괴가 일어날 때 발생하는 높은 주파수의 미세한 응력파로, 동적으로 검출할 수 있는 장점이 있기 때문에, 피로균열 진전시에 발생하는 음향방출 신호를 검출하여 분석함으로써, 재료의 상태를 파악할 수 있으리라 판단된다.

음향방출 실험에 있어서 노이즈 등에 의한 잡음의 처리 문제가 가장 중요하다. 본 실험에 있어서 균열진전이 없는 상태에서 신호를 검출하여 시간-주파수 분석한 결과를 Fig. 3.13에 나타내었다. 균열진전이 없는 상태에서 검출된 신호의 모든 주파수대역은 200kHz 이하로 분류되었다. 따라서 음향방출 신호를 처리하는데 있어서 200kHz이하의 주파수 영역은 기계적 잡음 등의 노이즈에 의한 것으로 분류하였다.

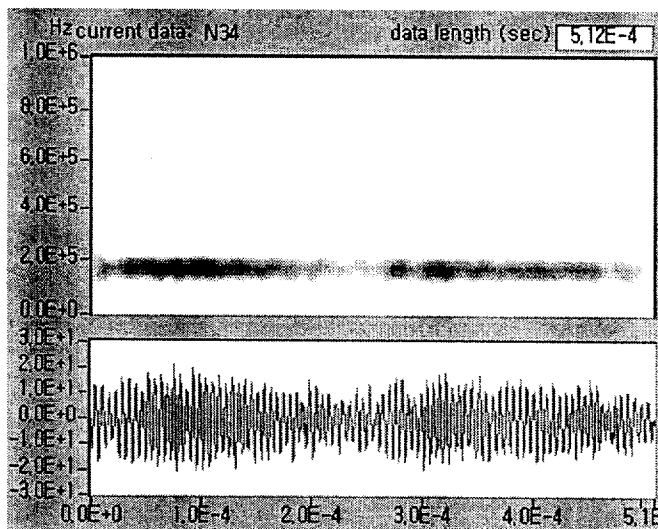
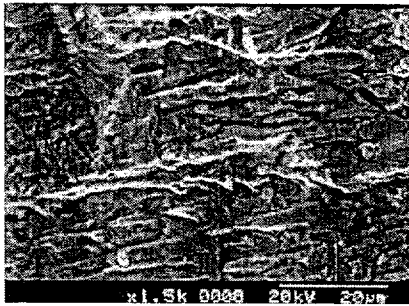


Fig. 3.13 Waveform and frequency range of noise signal.

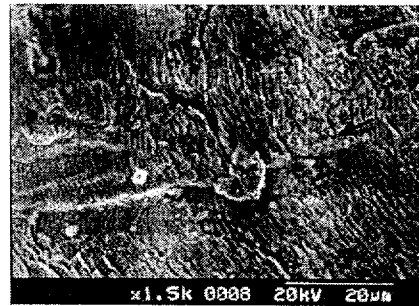
Fig. 3.14은 각 시험편의 파단면에서 균열길이 25mm, 35mm 부근의 전자현미경 사진을 나타내었다. 사진에서 알 수 있듯이 각 시험편의 균열길이에서 오스테나이트 조직의 체적분율, 즉 열처리 온도에 관계없이 스트라이에이션을 관찰할 수 있다. 더욱이 균열길이 35mm에서는 스트라이에이션 이외에 개재물의 분리, 덩플 및 파면분리 등을 관찰할 수 있었다.

Fig. 3.15은 각 시험편에서 피로균열이 성장하기 시작하는 25mm와 균열성장속도가 빠른 35mm에서의 음향방출 신호를 검출하여 시간-주파수 분석한 대표적인 결과를 나타낸 것이다. 25mm와 35mm에서 얻어진 음향방출 신호를 주파수 분석한 결과, 열처리온도나 균열길이에 관계없이 200~300kHz 사이에서 주요주파수 신호를 얻을 수 있었다.

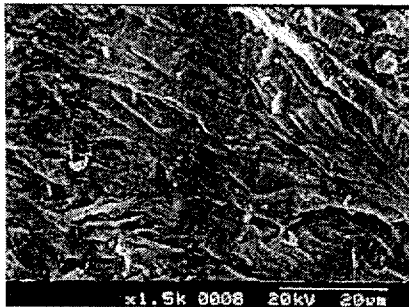
이 주파수 영역은 전 실험동안에 검출되고 있으므로 피로균열 진전에 의한 음향방출 신호로 판단된다. 그리고 균열길이 25mm의 신호에서 1050℃ 시험편은 450kHz영역에서도 뛰어난 주파수를 얻을 수 있었으나, 열처리온도가 높아질수록 450kHz 주파수 영역의 검출빈도가 적은 것을 알 수 있다. 이것은 Fig. 3.4에서도 알 수 있듯이 결정립의 조대화에 기인된 것으로 판단되지만, 이것에 대하여는 금후 연구의 대상이라 생각한다. 한편 균열길이 35mm근방에서는 25mm에서 보다도 미세하나마 500kHz 이상의 고주파수 영역이 나타났음을 알 수 있다. 이것은 균열진전이 빨라짐에 따라서 스트라이에이션 이외에 덩플, 벽개파괴 또는 개재물의 분리 등의 파괴기구가 상당수 포함되기 때문이라고 판단되며, 이것은 Fig. 3.14의 전자현미경 사진을 통하여 확인하였다.



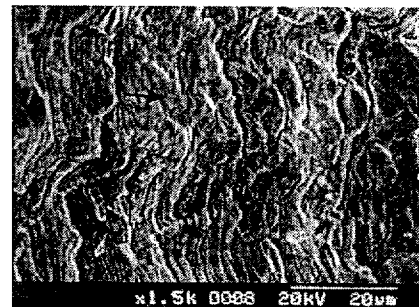
(a) Temp. : 1050°C
crack length : 25mm



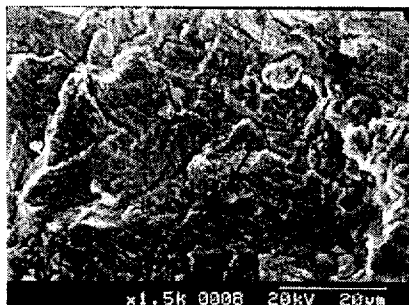
(b) Temp. : 1050°C
crack length : 35mm



(c) Temp. : 1200°C
crack length : 25mm



(d) Temp. : 1200°C
crack length : 35mm

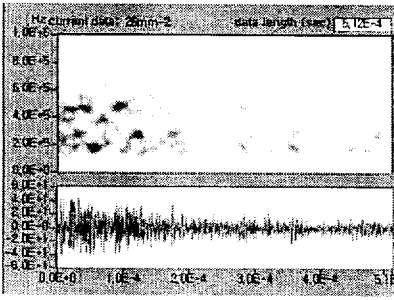


(e) Temp. : 1300°C
crack length : 25mm

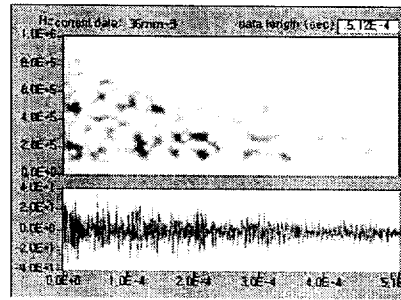


(f) Temp. : 1300°C
crack length : 35mm

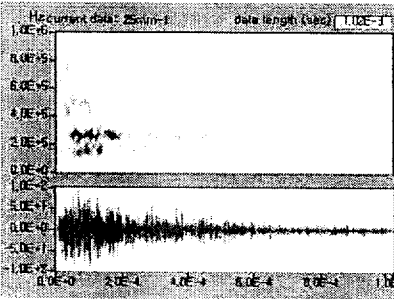
Fig. 3.14 Fracture surfaces at each crack length.



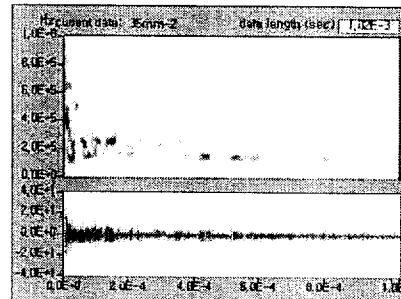
(a) Temp. : 1050°C
crack length : 25mm



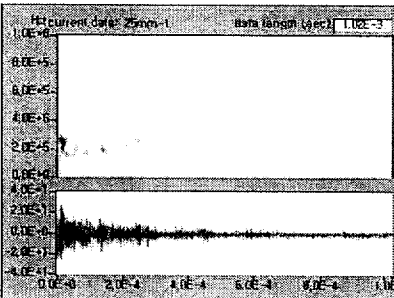
(b) Temp. : 1050°C
crack length : 35mm



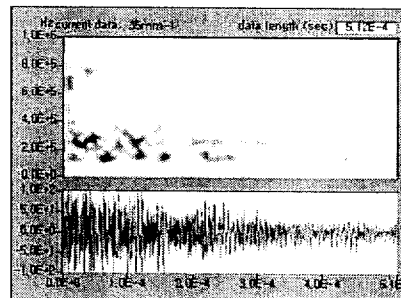
(c) Temp. : 1200°C
crack length : 25mm



(d) Temp. : 1200°C
crack length : 35mm



(e) Temp. : 1300°C
crack length : 25mm



(f) Temp. : 1300°C
crack length : 35mm

Fig. 3.15 Time-frequency analysis of acoustic emission signals obtained at each crack length.

3.4 결 언

본 연구에서는 슈퍼 2상 스테인리스강에서 열처리 온도 및 경로를 달리하여 오스테나이트 조직의 체적분율 및 분포상태를 변화시킨 후, 기계적 특성과 피로 균열 진전 특성을 규명한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

- (1) 섬유상을 갖는 경우가 냉간가공에 의하여 축적된 에너지가 오스테나이트 조직의 형성을 촉진하는데 기인되어 동일 열처리 온도에서 분산상보다 오스테나이트 조직의 체적분율이 높게 나타났다.
- (2) 오스테나이트 조직의 체적분율이 증가함에 따라 인장강도와 연신율은 증가하고, 경도값은 낮게 나타났으며, 섬유상의 경우가 분산상보다도 인장강도와 연신율이 높게 나타났다.
- (3) 섬유상에서는 압연방향과 평행한 노치방향이 수직인 것보다 피로수명이 짧게 나타났다. 또한 분산상의 피로수명은 압연방향과 평행한 섬유상보다 길고, 수직인 섬유상보다는 짧게 나타났다.
- (4) 오스테나이트 조직의 체적분율이 감소할수록 조직의 이방성에 따른 피로수명의 차이는 적게 나타났고, 피로균열 진전속도는 섬유상의 경우가 분산상에 비해 빠르게 나타났다.
- (5) 피로균열 진전시 발생하는 음향방출 신호는 섬유상과 분산상 및 균열길이에 관계없이 200~300kHz의 주파수영역을 얻을 수 있었으며, 이 주파수영역은 균열진전시 나타나는 것으로 판단된다. 그리고 균열이 진전함에 따라서 개재물 분리 및 파면분리등에 의한 500kHz이상의 고주파수 영역도 나타났다.

第 4 章

σ 상 석출에 따른 피로균열 진전 특성과 음향방출 특성

4.1 서언

2상 스테인리스강에서 내식성과 기계적 성질을 향상시키기 위한 Cr, N, Mo, W과 같은 합금원소의 첨가는 여러 가지 문제점들을 유발하게 된다. 그 중에서 가장 심각한 문제점이 600~900℃의 온도영역에 노출시 σ 상 및 χ 상 등과 같은 고온 2차상의 석출에 의해 발생하는 σ 상 취성과 250~550℃의 비교적 저온에서 발생하는 475℃ 취성이다. σ 상 취성과 475℃ 취성 모두 재료의 인성을 급격히 떨어뜨려 기계적 성질을 저하시키면서 부식환경에서의 내식성 저하를 초래하게 된다. 특히 σ 상 및 χ 상의 경우는 소량만 형성되어도 2상 스테인리스강의 기계적 성질과 내식성을 크게 저하시키는 것으로 알려져 있다^{30~31)}. 따라서 이들 합금 원소의 첨가량을 적절히 조절하거나, 다른 합금 원소들을 첨가하여 이러한 2차상의 석출을 억제함과 동시에 원하는 내식성과 강도를 얻기 위한 많은 연구가 진행되고 있다^{32,38,42,45)}.

본 연구에서는 슈퍼 2상 스테인리스강의 기계적 성질 및 내식성에 영향을 줄 수 있는 두 상의 체적분율 변화 및 σ 상의 석출이 피로균열진전특성에 미치는 영향을 조사하였다. 그리고, 균열 진전시 발생하는 음향방출 신호의 시간-주파수 분석을 실시하여 재료내부에서 일어나는 변화와 주파수 특성과의 상호관계를 규명함으로써 주파수 특성에 미치는 내부변화 등에 기인되는 여러 인자들의 영향을 함께 규명하였다.

4.2 시험편 및 실험방법

4.2.1 시험편

본 장에서 사용된 재료는 3장에 사용된 것과 동일하며, 섬유상을 갖는 시험편의 노치는 압연방향에 대하여 수직한 방향으로 삽입하였다.

4.2.2 열처리

σ 상을 석출시키기 위하여 Fig. 3.2와 같은 열처리과정을 거쳐 Fig. 3.4와 같은 미세조직을 얻었다. 이와 같은 조직을 Fig. 4.1 (a), (b)와 같은 열처리과정을 통하여 σ 상을 석출시켰다. (a)는 냉간압연한 시험편을 2상 공존구간인 1050℃, 1200℃, 1300℃에서 15분간 유지 후 수냉한 것으로, 오스테나이트 조직이 일방향으로 길게 뻗은 섬유상을 얻은 다음, σ 상 석출온도인 600℃에서 10hr 및 24hr 유지한 뒤 수냉하였다. (b)는 1350℃에서 30분간 가열 후 수냉하여 페라이트 단상조직을 얻은 다음, 오스테나이트 조직과 페라이트 조직이 공존하는 1050℃, 1200℃, 1300℃의 온도에서 15분간 유지 후 급랭시킴으로서 페라이트 기지에 오스테나이트 조직이 분산된 조직을 얻은 후, σ 상 석출온도인 600℃에서 10hr 및 24hr 유지한 뒤 수냉하였다.

4.2.3 실험장치

피로시험 및 음향방출 신호를 검출하기 위한 장치는 3장과 동일하다.

4.2.4 실험방법

미세조직 관찰, 페라이트 조직과 오스테나이트 조직의 체적분을 측정, 피로시험

및 음향방출 신호 검출은 3장과 동일한 방법으로 하였다. 한편, 미세 석출상(σ 상)의 동정을 위하여 전자미소분석기(EPMA)를 사용한 점분석과 선분석에 의해 조사함과 동시에 박막을 이용한 투과형 전자현미경(TEM, Hitachi, E13-1800)분석을 하였다.

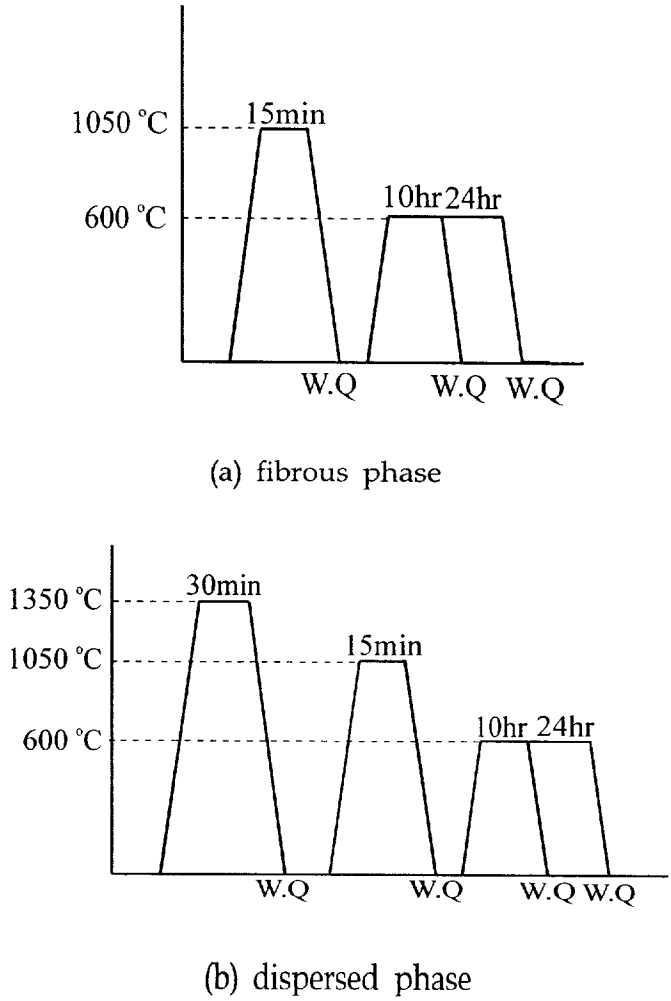


Fig. 4.1 Schematic diagrams of heat treatment cycle to obtain σ phase.

4.3 결과 및 고찰

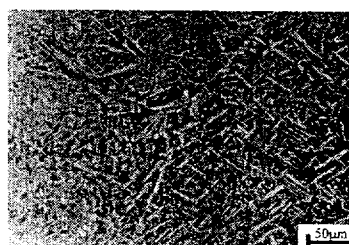
4.3.1 미세조직관찰

Fig. 4.1(a), (b)와 같은 열처리 과정을 통하여 600℃에서 σ 상이 석출된 미세조직 사진을 Fig. 4.2 (c)~(f)에 나타내었다. (c), (d)는 10시간 시효시킨 것이고, (e), (f)는 24시간 시효시켜 얻은 조직사진이다. 사진에서 밝은 색으로 나타나는 것은 오스테나이트 조직이며, 어두운 색은 페라이트 조직, 그리고 검은색 점이 석출물이다. 석출물은 electron probe X-ray micro analysis(EPMA)를 통해 σ 상임을 확인하였으며, 그 결과를 Fig. 4.3에 나타내었다. 또한, 석출된 σ 상을 상세하게 관찰을 위하여 600℃에서 10시간 시효처리한 시험편을 투과형 전자현미경(TEM)에 의해 조사하여 Fig. 4.4에 나타내었다. 이 그림으로부터 σ 상이 페라이트 결정립내에서 석출되고 있음을 알 수 있다. Fig. 4.2에서 알 수 있듯이 섬유상과 분산상에서, 페라이트 조직과 오스테나이트 조직의 계면 및 페라이트 조직 입내에 σ 상이 석출되어 있고, 시효시간이 길어질수록 σ 상의 석출이 증가하고 있음을 알 수 있었다.

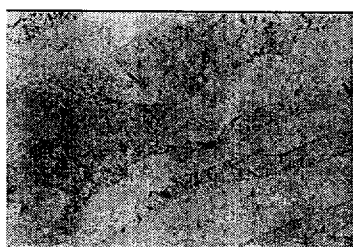
Fig. 4.5는 시효시간에 따른 각 상의 체적분율 변화를 나타낸 것이다. 이 그림에서 알 수 있는 바와 같이 1050℃에서 열처리한 섬유상과 분산상 모두 오스테나이트 조직과 페라이트 조직의 체적분율은 약 50:50이었으며, 시효시간이 증가함에 따라 페라이트 조직의 체적분율이 감소하는데 반하여, σ 상의 석출량이 증가하였다. 이것은 σ 상의 경우, 오스테나이트 조직보다 Cr, Mo 등의 고용도가 높은 페라이트 조직에서 주로 석출되기 때문에⁴³⁾ 페라이트 조직의 체적분율은 감소하고, σ 상의 체적분율은 증가한다고 생각된다. 그리고, 섬유상보다 분산상에서의 σ 상 체적분율이 높게 나타났는데, 이것은 Fig. 4.2에 나타난 것과 같이 섬유상보다 분산상의 결정립이 더 미세함으로서, σ 상의 석출이 용이한 핵생성자리수가 많아지기 때문이다⁴³⁾.



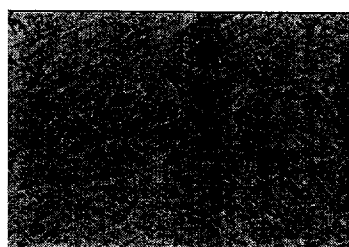
(a) Fibrous 0hr ($\times 200$)



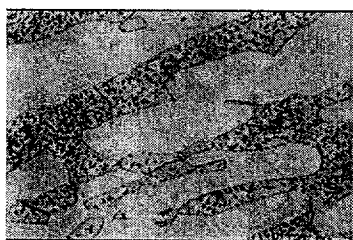
(b) Dispersed 0hr ($\times 200$)



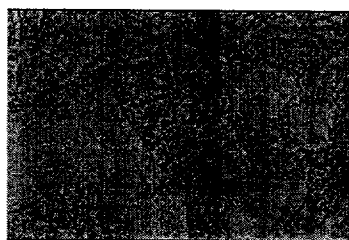
(c) Fibrous 10hr ($\times 1000$)



(d) Dispersed 10hr ($\times 1000$)



(e) Fibrous 24hr ($\times 1000$)



(f) Dispersed 24hr ($\times 1000$)

Fig. 4.2 Optical microstructures of fibrous and dispersed phase in super duplex stainless steel.

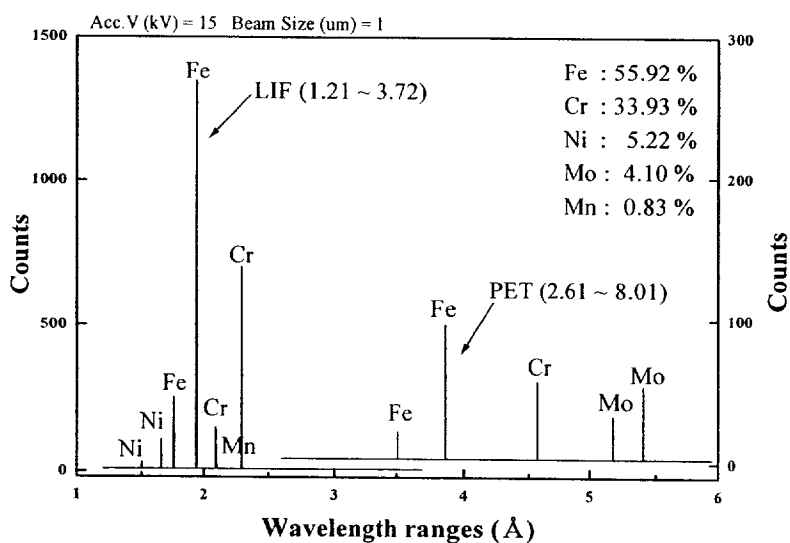


Fig. 4.3 EPMA of σ phase in super duplex stainless steel.

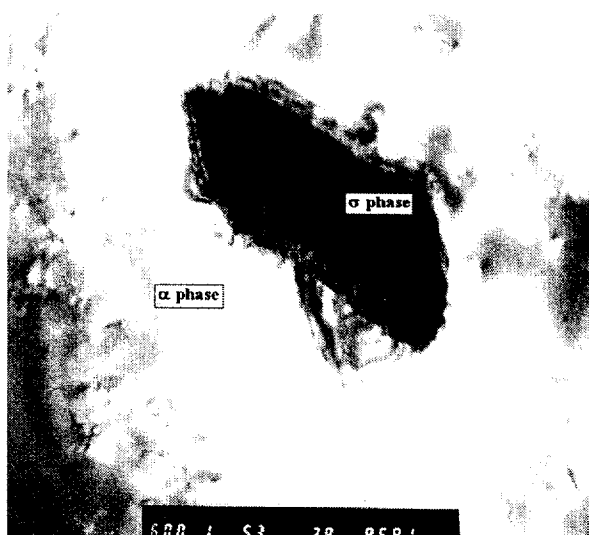


Fig. 4.4 TEM micrograph of σ phase in super duplex stainless steel.

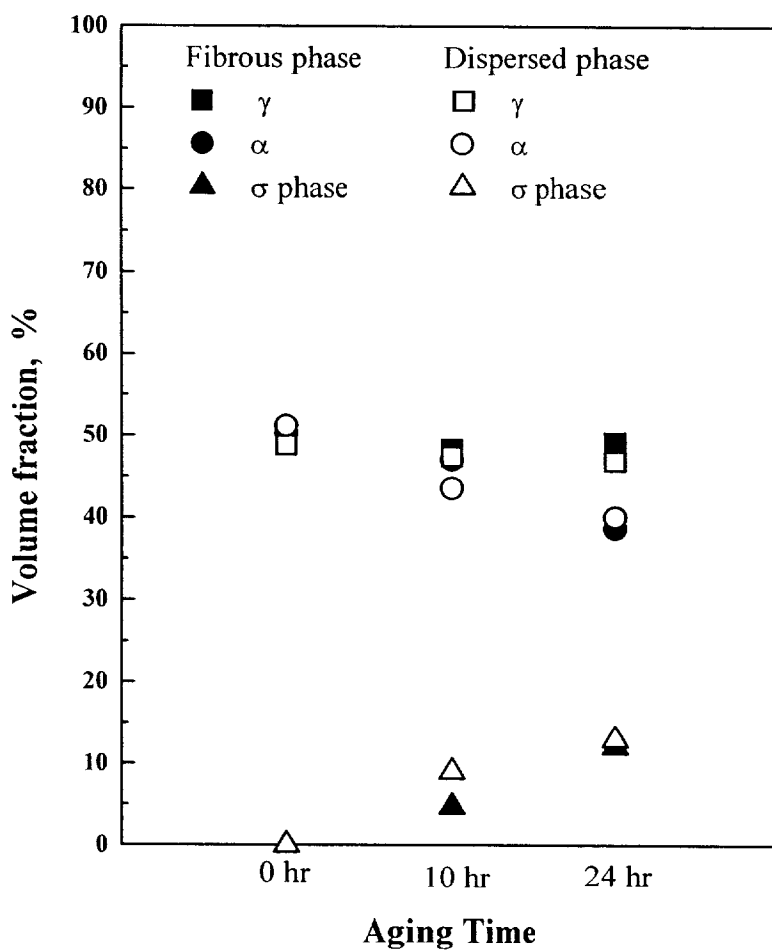


Fig. 4.5 Effect of aging time on the volume fraction of austenite, ferrite and σ phase in super duplex stainless steels.

4.3.2 피로균열 진전특성

Fig. 4.6은 시효시간에 따른 슈퍼 2상 스테인리스강의 균열진전속도(da/dN)와 응력확대계수 변동폭(ΔK)과의 관계를 나타낸 것이다. 섬유상과 분산상 모두 시효시간이 길어짐에 따라 σ 상 취화에 의해 피로균열진전속도가 빨라졌음을 알 수 있다. 그리고, 섬유상을 갖는 시편에서 σ 상이 석출되지 않은 경우(Fib-0hr)는 균열진전속도가 가장 느리게 나타나고 있으나, 시효시간이 증가할수록 균열진전속도의 증가폭이 분산상 보다 크게 나타나고 있음을 알 수 있다. 또한 피로균열진전속도식인 paris식의 C와 m값을 구하여 그 결과를 그림 중에 나타내었다. 섬유상과 분산상 모두 시효시간이 증가할수록 σ 상 석출의 영향으로 m값이 증가하며, C값은 감소함을 알 수 있다.

Table 4.1의 C값과 m값을 편대수상에 나타낸 결과가 Fig. 4.7이다. 그림중의 섬유상과 분산상의 데이터는 σ 상이 석출하지 않은 것으로 3장의 Fig. 3.12를 참고한 것이다. 이 그림에서 m과 $\log C$ 사이에는 직선관계가 성립함을 알 수 있다. 즉, m과 C사이에는 서로 독립적이 아니고, 양자의 사이에는 $C = A \cdot B^m$ 의 관계가 있다⁴⁴⁾. 여기서 A와 B는 정수이고, 본 실험의 결과에서 최소자승법으로 얻어진 A와 B의 값은 $A=1/8000\text{mm/cycle}$, $B=1/35\text{ MPa}\sqrt{m}$ 이다.

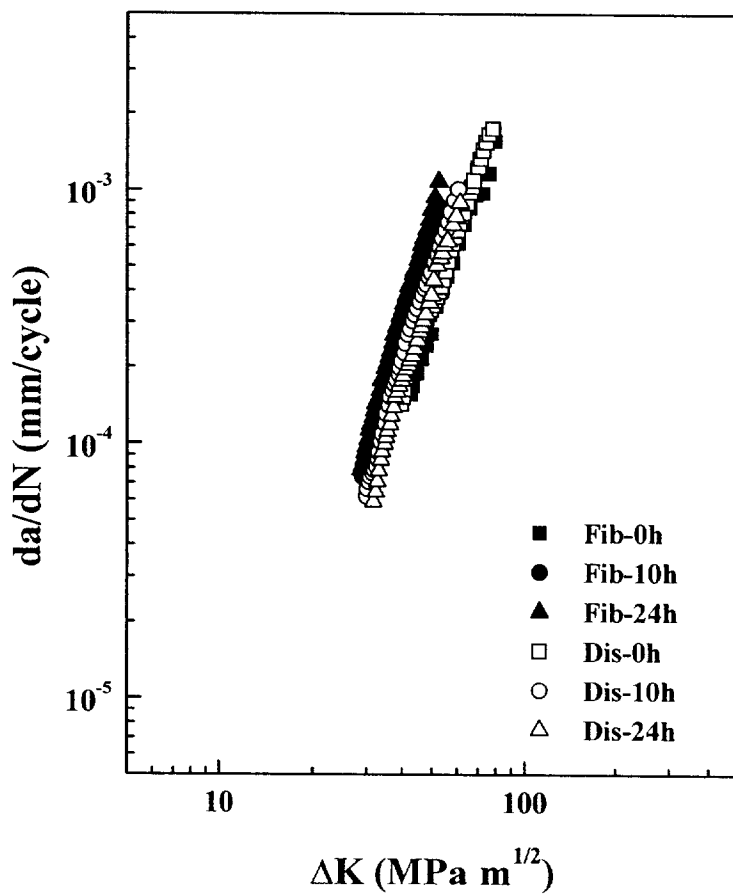


Fig. 4.6 Fatigue crack growth rate versus stress intensity factor range by aging time.

Table 4.1 C and m obtained by Paris' law

Condition	C	m
Fib-0hr	1.78×10^{-10}	3.65
Fib-10hr	3.67×10^{-10}	3.69
Fib-24hr	8.53×10^{-11}	4.12
Dis-0hr	3.58×10^{-10}	3.58
Dis-10hr	3.88×10^{-9}	3.88
Dis-24hr	3.93×10^{-11}	3.93

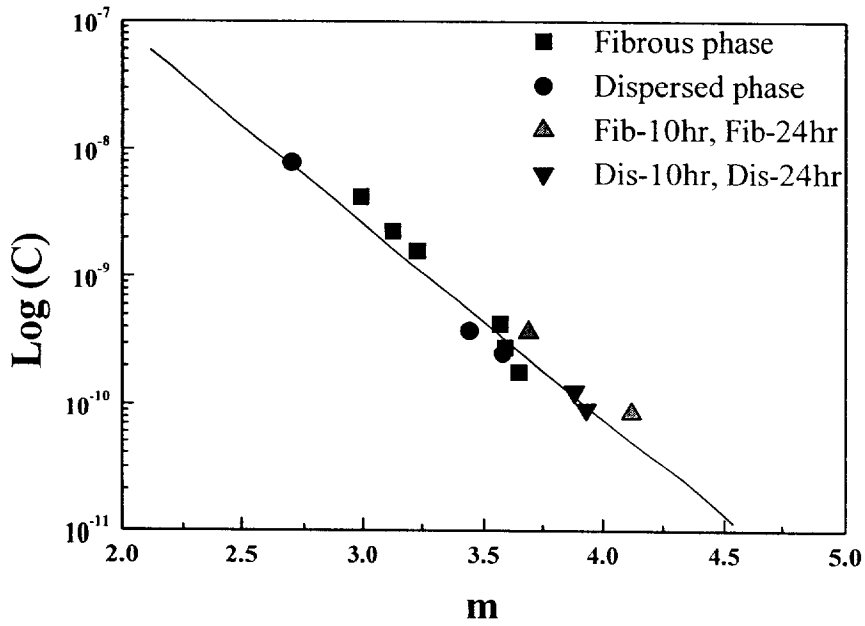


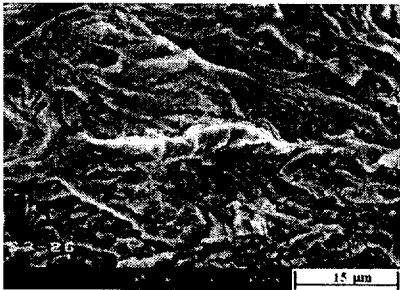
Fig. 4.7 Correlation of "m" and "C" from Paris' law.

4.3.3 음향방출신호의 시간-주파수 분석

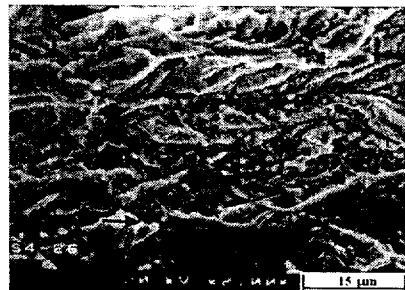
음향방출 실험에 있어서 노이즈 등에 의한 잡음의 처리 문제가 가장 중요하다. 본 실험에 있어서도 3장에서 언급하였듯이, 균열진전이 없는 상태에서 신호를 검출하여 시간-주파수 분석하였다. 그 결과, 3장의 Fig. 3.13과 마찬가지로 균열진전이 없는 상태에서 검출된 신호의 모든 주파수대역은 200kHz 이하로 분류되었다. 따라서 음향방출 신호를 처리하는데 있어서 200kHz이하의 주파수 영역은 기계적 잡음 등의 노이즈에 의한 것으로 분류하였다.

Fig. 4.8은 피로실험 후, 각 시험편의 10hr 및 24hr 시효시간에 따른 파단면을 전자현미경 사진으로 나타내었으며, σ 상 석출로 인한 취화현상 및 석출물 분리 등을 관찰할 수 있었다.

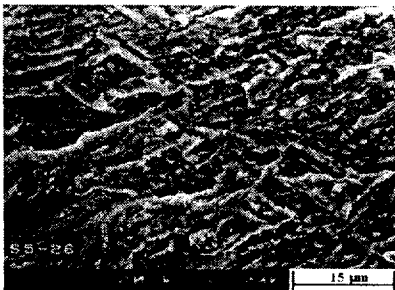
Fig. 4.9은 600°C에서의 시효시간에 따른 균열길이 25 mm에서 검출된 음향방출 신호의 시간-주파수 분석 결과이다. (a)와 (b)는 600°C에서 시효처리를 하지 않은 시험편이며, (c), (d)는 10hr, (e), (f)는 24hr의 시효처리를 실시한 것이다. Fig. 3.15에 나타나듯이, 시효처리를 하지 않은 시험편의 경우는 균열길이 25 mm의 균열진전 초기에서의 중심주파수 영역은 200~300kHz로 나타나고 있다. 600°C 시효처리로 인해 σ 상이 석출된 시험편의 경우에는 σ 상의 석출로 인해 Fig. 4.9의 (a), (b)와 같은 200~300kHz의 주파수 영역뿐만 아니라, Fig. 3.15의 균열길이 35 mm에서 얻어진 주파수 영역과 유사한 400kHz 이상의 고주파수 영역을 균열진전 초기부터 확인할 수 있었다.



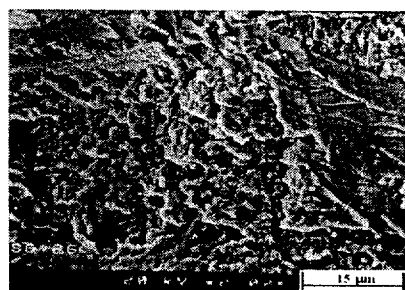
(a) Fibrous phase
aging time : 10hr



(b) Fibrous phase
aging time : 24hr

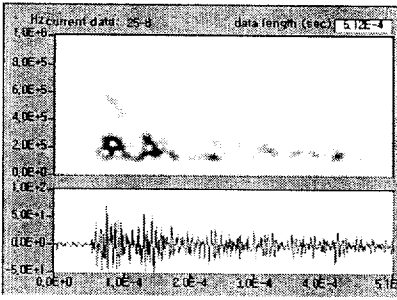


(c) Dispersed phase
aging time : 10hr

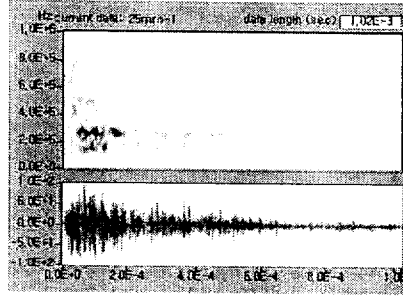


(d) Dispersed phase
aging time : 24hr

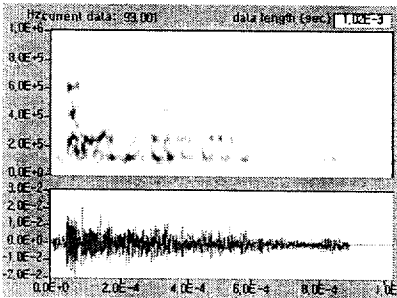
Fig. 4.8 Fracture surface at 25mm of crack length.



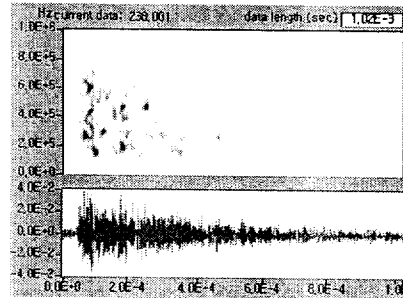
(a) Fibrous phase
aging time : 0hr



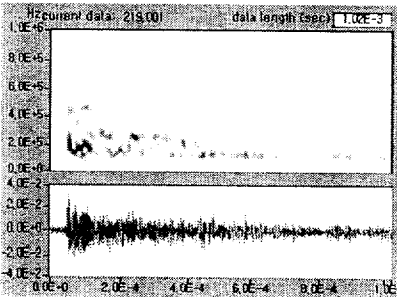
(b) Dispersed phase
aging time : 0hr



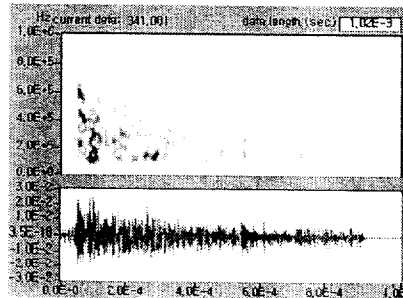
(c) Fibrous phase
aging time : 10hr



(d) Dispersed phase
aging time : 10hr



(e) Fibrous phase
aging time : 24hr



(f) Dispersed phase
aging time : 24hr

Fig. 4.9 Time-frequency analysis of acoustic emission signals obtained at 25mm of crack length.

4.4 결 언

슈퍼 2상 스테인리스강의 기계적 성질 및 내식성에 영향을 줄 수 있는 두 상의 체적분을 변화 및 σ 상의 석출이 피로균열진전특성에 미치는 영향을 조사하고, 균열 진전시 발생하는 음향방출 신호의 시간-주파수 분석을 실시하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

- (1) 2상 공존 온도영역에서 열처리온도가 높아질수록 오스테나이트 조직의 체적분율은 낮아지며, 조직은 조대화되었다. 그리고 600℃에서 시효시간의 증가에 따라서 σ 상의 석출량은 증가하였으며, 분산상이 섬유상보다 더 높게 나타났다.
- (2) 피로균열 진전속도는 2상 공존 온도영역에서 열처리 온도가 높을수록 균열진전 속도가 늦게 나타났다. σ 상이 석출된 섬유상과 분산상 모두 시효시간이 길어짐에 따라 피로균열 진전속도가 빨라졌으며, 섬유상을 갖는 시편이 분산상을 갖는 시편보다 균열진전속도의 증가폭이 크게 나타났다.
- (3) 음향방출 신호의 시간-주파수 분석을 실시한 결과, σ 상이 석출된 시편은 피로균열이 성장하기 시작하는 균열길이 25mm에서 200~300kHz의 주파수 뿐만 아니라, 균열진전 초기부터 석출상의 분리 등에 의하여 400kHz이상의 고주파수 영역도 나타났다.

第 5 章

용접 열영향부의 피로균열 진전과 음향방출 특성

5.1. 서언

재료가 정적, 동적 혹은 복합적인 하중을 받는 경우에 용접부 같은 응력집중부에서 국부적인 소성유동을 일으켜 재료의 파단이 일어나며, 특히 반복변형을 받는 경우 피로손상이나 입계균열, 공동현상, 크리프손상등 사용되는 분위기 효과를 단독 또는 복합적으로 받아 재료의 파단이 급속히 일어나는 원인이 되고 있다. 일반적으로 대형 구조물은 용접으로 제작됨으로서 많은 문제점을 포함하고 있고, 모재와는 다른 피로거동을 보이므로 구조물의 경제성과 안정성을 위해서는 피로거동에 미치는 용접영향 등을 고려해야한다. 반복하중을 받는 큰 구조물 내에서 크랙과 같은 결함은 피로균열성장으로 인해 불안정 금속파괴를 일으킨다. 특히 용접부 내에서도 그 주변금속 즉, 열영향부는 용접과정이거나 사용 중에 이러한 결함을 내포할 수 있다⁴⁶⁾.

따라서, 본 연구에서는 가스금속아크용접(GMAW)법으로 용접한 2상 스테인리스강의 용접열영향부에 대한 피로균열전파특성을 조사하였고, 동시에 피로파괴시 나타나는 음향방출 신호의 주파수 특성을 평가하고자 하였다.

5.2 시험편 및 실험방법

5.2.1 시험편

본 장에서 사용된 재료는 3장에 사용된 것과 동일하다. 시험편의 노치는 열 영향부에 가공하였으며, 섬유상은 압연방향에 대하여 각각 수직(LT) 및 평행(TL)한 방향으로 삽입하였다.

5.2.2 열처리 및 용접 조건

Fig. 5.1의 (a)는 냉간압연한 시험편을 직접 페라이트 조직과 오스테나이트 조직이 공존하는 1050℃~1300℃의 이상 영역 구간으로 가열하여 15분 유지 후 급냉함으로서, 오스테나이트 조직이 일방향으로 배열되어 있는 조직을 얻기 위한 열처리로서 본 실험에서는 이 조직을 섬유상이라 부른다. (b)는 1350℃에서 30분 가열 후 수냉하여 페라이트 단상조직을 얻은 다음, 페라이트 조직과 오스테나이트 조직이 공존하는 1050℃~1300℃ 사이의 온도에서 15분 유지 후 급랭시킴으로서 페라이트 기지에 오스테나이트 조직이 분산된 조직을 얻기 위한 과정이며 이 조직을 분산상이라 부른다.

용접은 GMAW(Gas metal arc welding)법으로 하였으며, 용접조건은 Table 5.1과 같고, 용가재료는 슈퍼 2상 스테인리스강을 사용했다. 용접 Groove의 형상을 Fig. 5.2에 나타내었다.

5.2.3 실험장치

피로 시험과 음향방출 신호를 검출하기 위한 장비는 3장과 동일하다.

5.2.4 실험방법

시험편의 모재 및 용접부의 조직은 3장에서 같은 부식액으로 부식시켜 광학현미경으로 관찰하였으며, 경도측정은 마이크로 비커스경도기를 사용하여 5회 측정한 후 평균하였다. 피로 시험은 3장에서와 같은 방법으로 실시하였다. 단 반복하중은 $P=4.90$ kN을 사용하였다.

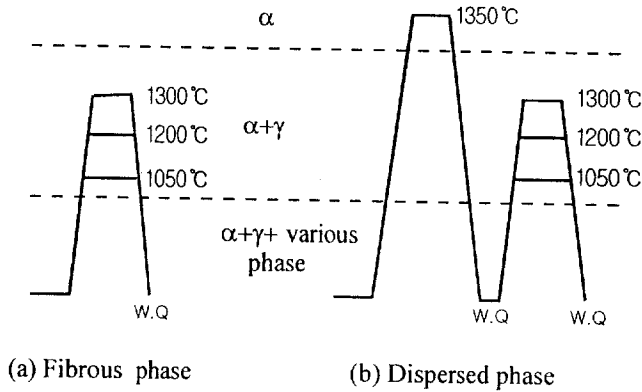


Fig. 5.1 Schematic diagram of heat treatment cycle.

Table 5.1 Welding conditions of super duplex stainless steel

Voltage (V)	Current (A)	Speed (cm/min)	Heat input (kJ/cm)
27 ~ 28	150	22	11

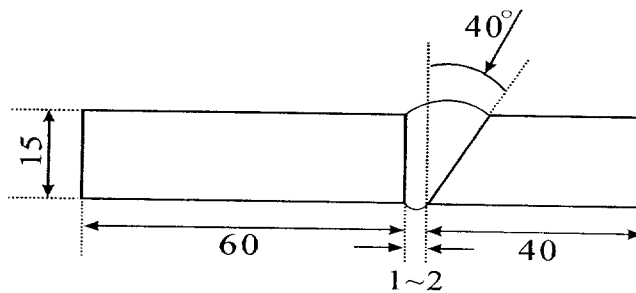


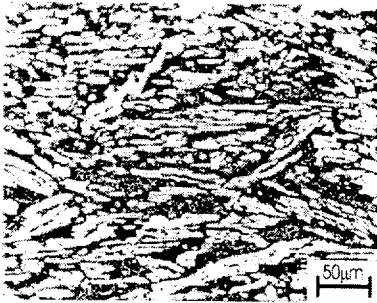
Fig. 5.2 Dimensions and shape of welding groove (unit : mm).

5.3 결과 및 고찰

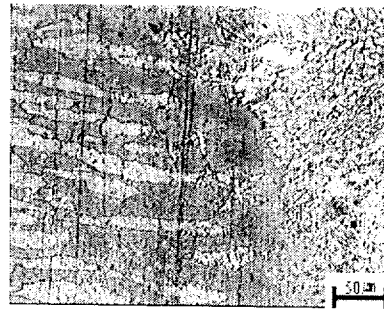
5.3.1 미세 조직 관찰

Fig. 5.3와 Fig. 5.4은 용접열영향을 받은 슈퍼 2상 스테인리스강의 광학현미경으로 관찰한 조직을 모재와 비교한 것으로 흰색 부분은 오스테나이트 조직을, 검은색은 페라이트 조직을 나타내었다. Fig. 5.3은 섬유상을 나타낸 것으로서 압연방향을 따라 길게 연신되어 있는 것을 보여주고 있다. 2상 영역의 열처리 온도가 높아짐에 따라 연속상으로 존재하던 오스테나이트 조직이 끊어진 상태로 존재하고 있고, Fig. 5.3(d)~(f) 나타낸 용접 열영향부는 모재에 비해 그 조직의 형태는 비슷하나 오스테나이트 조직과 페라이트 조직 모두가 용접시 열영향에 의해 조대화 되어진 것을 볼 수 있다. Fig. 5.4은 분상상의 모재와 용접열영향부를 나타내었다. 모재 (a)~(c)의 경우 열처리 온도가 높을수록 분산된 조직들이 조대화 되는 것을 볼 수 있고, 용접열영향부 (d)~(f)의 경우 용접시 열영향에 의해 조직들이 모재에 비해 더욱 조대화된 것을 관찰할 수 있다.

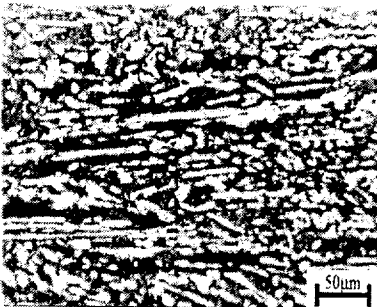
이와 같은 조직의 조대화는 용접시 입열에 의한 용접피이크 온도, 냉각속도 등에 기인된 결과로 나타났으며, 조대화된 경질의 페라이트 조직은 슈퍼 2상 스테인리스강의 기계적 특성에 영향을 미칠 것으로 판단된다.



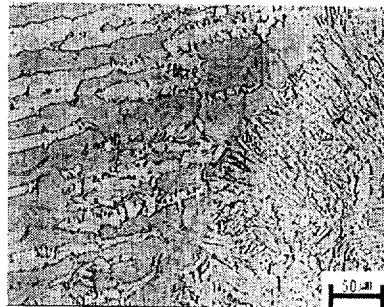
(a) Temp. : 1050°C



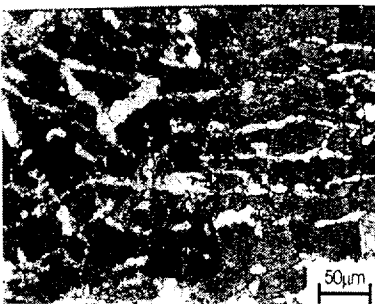
(d) Temp. : 1050°C



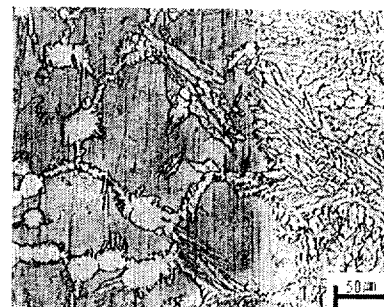
(b) Temp. : 1200°C



(e) Temp. : 1200°C



(c) Temp. : 1300°C

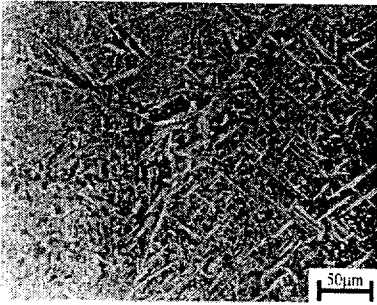


(f) Temp. : 1300°C

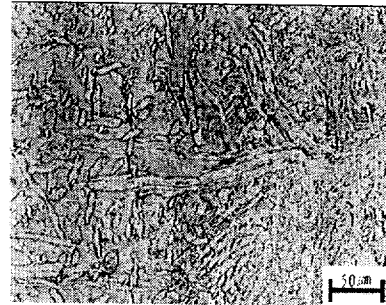
Base metal(BM)

Heat affected zone(HAZ)

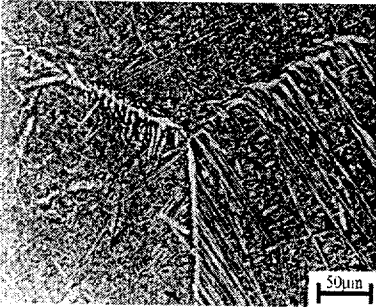
Fig. 5.3 Optical micrographs of base metal(BM) and heat affected zone(HAZ) showing the effect of heat treatment temperature on the fibrous phase.



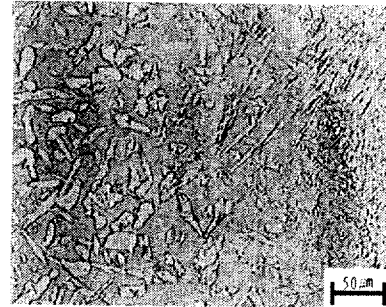
(a) Temp. : 1050°C



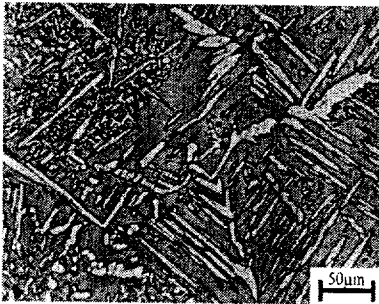
(d) Temp. : 1050°C



(b) Temp. : 1200°C



(e) Temp. : 1200°C



(c) Temp. : 1300°C



(f) Temp. : 1300°C

Base metal(BM)

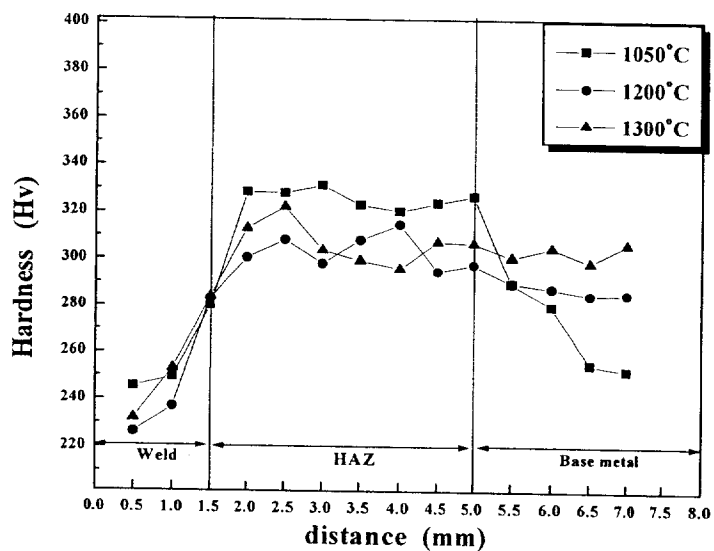
Heat affected zone(HAZ)

Fig. 5.4 Optical micrographs of base metal(BM) and heat affected zone(HAZ) showing the effect of heat treatment temperature on the dispersed phase.

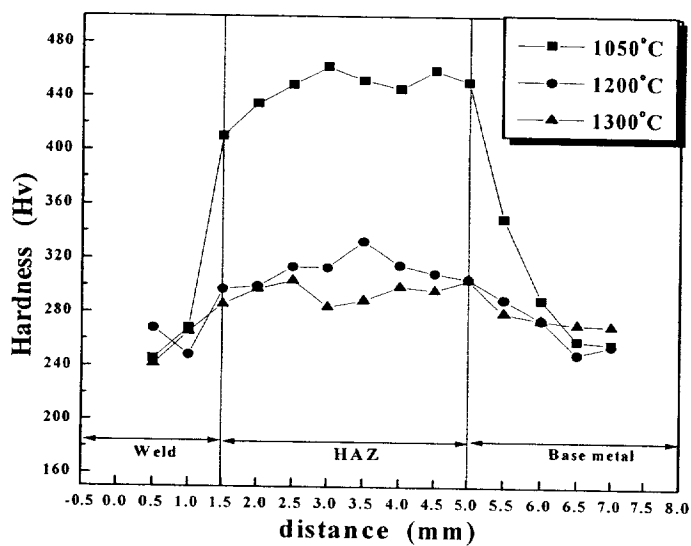
5.3.2 경도측정

용접에 따른 경도값의 특성을 조사하기 위하여 마이크로 비커스 경도계를 이용하여 측정한 모재, 용접 열영향부 및 용착부의 경도를 Fig. 5.5에 나타내었다. 섬유상과 분산상 모두 용접 열영향부의 경도가 용착부와 모재 보다 높게 나타났다. 모재의 경우 열처리온도가 높을수록 많은 양의 탄화물과 질화물들이 분해되고, 이러한 탄화물 및 질화물들이 페라이트 조직과 오스테나이트 조직으로 확산되어 고용강화를 일으켜 열처리 온도가 높을수록 경도가 높게 나타난 것으로 여겨진다.

모재와는 달리 용접 열영향부의 경도는 용접시 열영향에 따른 경질 페라이트 조직의 증가로 모재의 경도보다 높게 나타났다. 섬유상 및 분산상의 열처리 온도 1200℃와 1300℃의 용접 열영향부와 모재와의 경도차는 적게 나타났다. 이에 반해 열처리 온도 1050℃의 용접 열영향부와 모재와의 경도차는 크게 나타났다. 이와 같이 열처리 온도 1200℃, 1300℃의 경우가 1050℃보다 모재와의 경도차가 적게 나타난 이유는 경질인 페라이트의 영향과 동시에 용접전의 열처리에 따른 탄화물, 질화물의 고용강화의 영향을 더욱 많이 받는 것으로 판단된다.



(a) Fibrous phase



(b) Dispersed phase

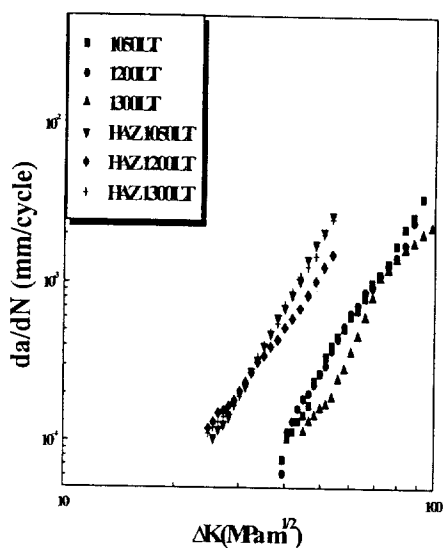
Fig. 5.5 Micro vickers hardness of welded super duplex stainless steel.

5.3.3 피로균열진전특성

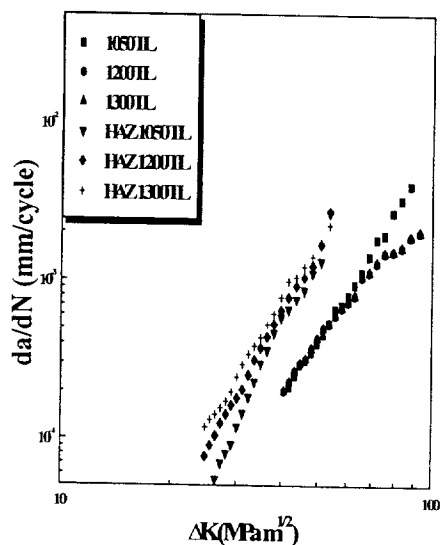
슈퍼 2상 스테인리스강의 열처리온도에 따른 용접 열영향부의 균열진전속도(da/dN)과 응력확대계수변동폭(ΔK)의 관계를 Fig. 5.6에 나타내었다.

Fig. 5.6 (a), (b) 및 (c)는 섬유상 LT방향, 섬유상 TL방향 및 분산상의 모재와 용접 열영향부의 균열진전속도(da/dN)과 응력확대계수의 관계를 비교하여 나타낸 것이다. Fig. 5.6 (a), (b) 및 (c)에서 나타나는 것처럼 모두 모재에 비해 용접 열영향부가 더 빠른 균열진전속도를 나타내었다⁴⁷⁾. 이것은 Fig. 5.3와 Fig. 5.4의 조직사진에서 보이는 것과 같이 모재에 비해 용접 열영향부의 조직이 조대화되고 경질의 페라이트 조직이 증가됨으로서 모재에 비하여 더욱 빠른 균열전파가 나타난 것으로 생각된다. 용접 열영향부의 피로균열진전특성을 알아보기 위해 Paris식을 이용하여 C와 m값을 구하여 Table 5.2에 나타내었다. 오스테나이트 조직과 페라이트 조직의 계면을 따라 균열이 진전하는 모재는 섬유상의 오스테나이트 조직의 분율이 낮은 1300℃의 경우를 제외하면 균열방향과 평행한 LT방향이 균열에 수직인 TL방향보다 m값이 높게 나타났으나, 용접 열영향부의 경우는 열영향에 따른 조직의 조대화로 이러한 방향성이 없어져 1050℃, 1200℃, 1300℃의 m값이 LT방향과 TL방향에 관계없이 불규칙적이게 나타난 것으로 판단된다. 분산상의 경우 모재는 열처리 온도가 낮을수록 m값이 증가하며, 균열진전속도가 빠르게 나타나고 있음을 알 수 있다. 이와 같은 현상은 얻어진 분산상의 오스테나이트 조직의 체적분율 범위 내에서는 오스테나이트 조직의 체적분율이 증가할수록 균열의 진전통로가 되는 페라이트 조직과 오스테나이트 조직의 계면이 증가하기 때문이라 판단된다²⁹⁾.

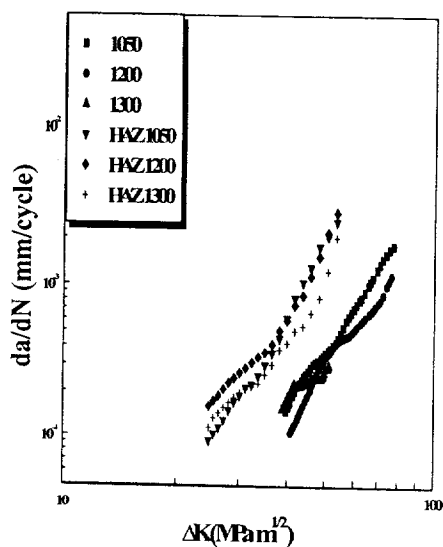
용접 열영향부의 피로시험 결과 C와 m의 관계가 직선적인 관계가 성립함을 Fig. 5.7에서 확인할 수 있었다. 여기에서 C와 m의 관계는 독립적이 아니고 양자의 사이에는 $C = A/B^m$ 으로 나타내어지고, 본 실험에서는 $A = 4.446 \times 10^{-8} \text{ m/cycle}$, $B = 21.34 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 로 나타났다⁴⁸⁾.



(a) LT-direction in fibrous phase



(b) TL-direction in fibrous phase



(c) Dispersed phase

Fig. 5.6 Fatigue crack growth rate versus stress intensity factor range of base metal(BM) and HAZ by the annealing temperature.

Table 5.2 C and m obtained by Paris' law

Specimens	C(HAZ)	C(base)	m(HAZ)	m(base)
1050LT	5.24×10^{-11}	1.78×10^{-10}	4.45	3.65
1050TL	4.62×10^{-12}	2.76×10^{-10}	5.02	3.59
1200LT	3.54×10^{-9}	4.25×10^{-10}	3.23	3.57
1200TL	1.09×10^{-10}	1.58×10^{-9}	4.21	3.23
1300LT	1.51×10^{-10}	4.20×10^{-9}	4.16	2.99
1300TL	5.04×10^{-10}	2.25×10^{-9}	3.84	3.13
1050dis	5.99×10^{-11}	2.50×10^{-10}	4.38	3.58
1200dis	1.77×10^{-9}	3.75×10^{-10}	3.49	3.44
1300dis	3.69×10^{-9}	7.85×10^{-9}	3.18	2.70

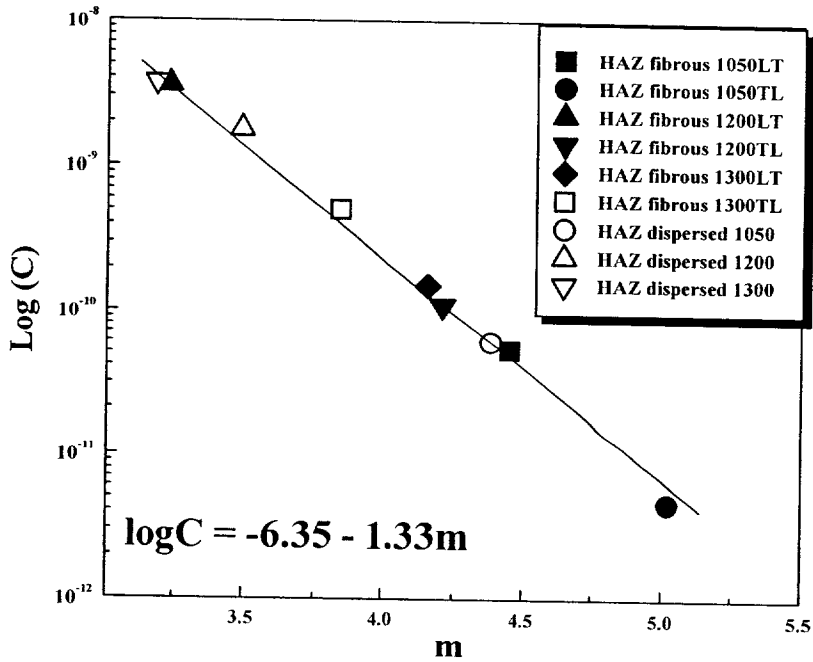
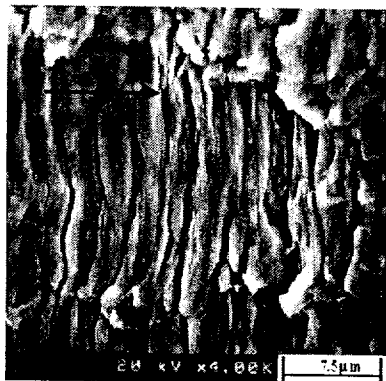
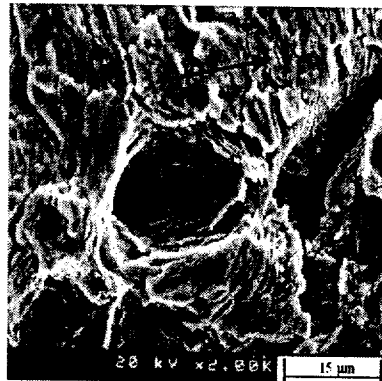


Fig. 5.7 Correlation of "m" and "C" from Paris' law.

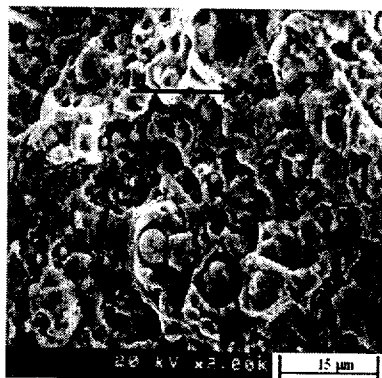
용접 열영향부의 피로시험 후 피로파면을 주사전자현미경(SEM)으로 관찰한 사진을 Fig. 5.8에 나타내었다. Fig. 5.8에서 화살표는 피로균열전파방향을 나타낸다. Fig. 5.8 (a)는 피로파괴 초기(25mm)에 관찰한 것으로 피로파괴의 대표적인 형태인 스트라이에이션이 관찰되었다. 피로파괴 말기(35mm)에서는 덤플과 개재물의 분리 등이 Fig. 5.8 (b), (c), (d)에 나타난 것과 같이 관찰되었다. 이는 슈퍼 2상 스테인리스강에서 오스테나이트 조직과 페라이트 조직을 만들기 위한 열처리로 인해 탄화물, 질화물들이 생성되는데 이러한 탄화물, 질화물들에 의한 것으로 판단되고, 이러한 피로파괴말기에 나타나는 덤플, 개재물의 분리 등이 음향방출 신호에 영향을 미칠 것으로 판단된다.



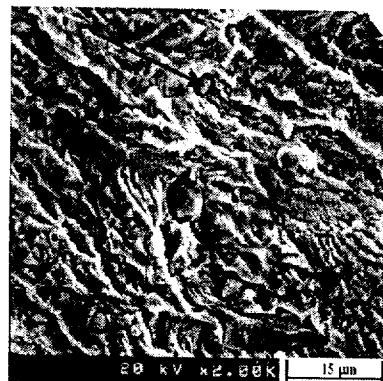
(a) Fibrous phase at crack length of 25mm



(b) Fibrous phase at crack length of 35 mm



(c) Fibrous phase at crack length of 35 mm

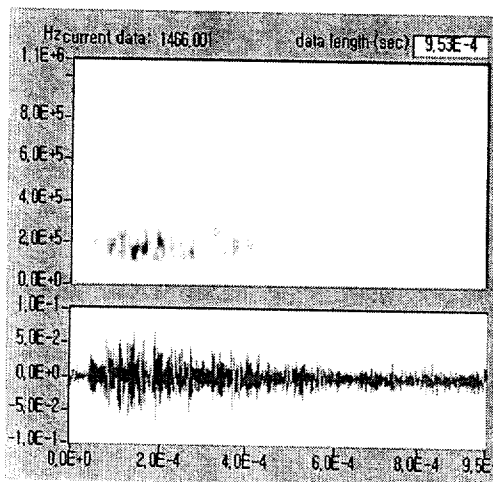


(d) Dispersed phase at crack length of 35 mm

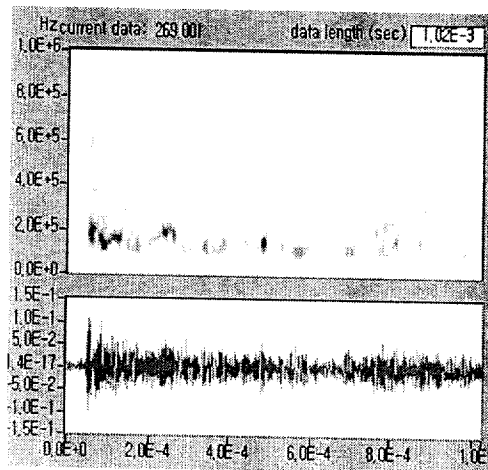
Fig. 5.8 Fracture surfaces of the fibrous and dispersed phase at each crack length.

5.3.4 음향방출신호의 시간-주파수 분석

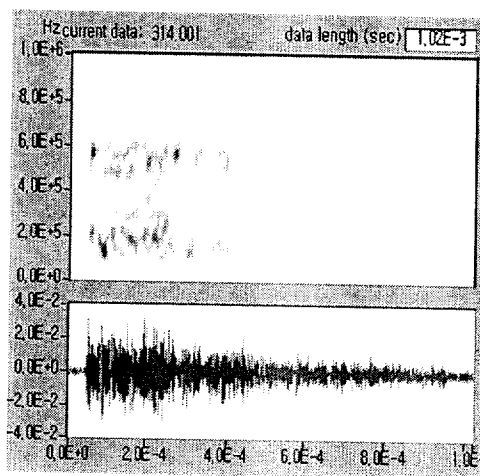
Fig. 5.9은 용접 열영향부의 섬유상과 분산상의 피로균열이 성장하기 시작하는 25mm, 균열이 안정적으로 성장하는 30mm, 균열성장속도가 가장 빠른 35mm에서의 음향방출 신호를 검출해서 시간-주파수 분석을 한 대표적인 결과를 나타낸 것이다. 용접 열영향부의 중심 주파수 대역은 균열성장길이에 관계없이 모재와 유사한 200~300kHz로 나타났다. 피로파괴 초기인 25mm나 30mm의 경우에 저주파수가 주를 이루었는데, 이는 Fig. 5.8의 파면 사진에 나타난 것과 같은 피로균열 초기의 스트라이에이션에 의해 나타나는 신호로 판단된다. 피로균열 말기에서는 Fig. 5.8의 (b), (c), (d)와 같은 덩플이나 개재물의 분리 등이 관찰되었는데, 균열진전이 빨라짐에 따라 스트라이에이션 이외의 덩플, 벽개파괴, 또는 개재물의 분리 등의 파괴로 인해 피로균열전파의 전 영역에서 나타나는 200~300kHz 신호 외에 500kHz 영역의 고주파수가 나타난다고 판단된다⁴⁹⁾.



(a) 25mm



(b) 30mm



(c) 35mm

Fig. 5.9 Time-frequency analysis of acoustic emission signals obtained at each crack length of HAZ in the fibrous and dispersed phase.

5.4 결 언

본 연구에서는 슈퍼 2상 스테인리스강의 용접 열영향부(HAZ)의 피로균열진전특성과 피로균열진전시 발생하는 음향방출신호를 시간-주파수 분석한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

- (1) 2상영역 열처리 온도가 높아짐에 따라서 오스테나이트조직과 페라이트조직 모두 열영향에 의해 조직이 조대화된다. 또한 용접 열영향부의 경도가 경질 페라이트 조직의 조대화에 의해 모재와 용착부 보다 높게 나타났다.
- (2) 용접 열영향부(HAZ)의 피로균열진전속도(da/dN)가 모재보다 1 order 정도 빠르게 나타났다.
- (3) Paris식의 기울기를 결정하는 m 값은 모재의 m 값(2.7~3.6)보다 용접 열영향부(HAZ)의 m 값(3.2~5.0)이 높게 나타났다.
- (4) 균열진전시 발생하는 음향방출 신호를 시간-주파수 분석법으로 해석한 결과, 200~300kHz의 중심주파수를 구할 수 있었다.
- (5) 복합적인 파괴기구를 보이는 균열길이 35mm에서는 안정한 피로균열진전시 발생하는 중심주파수 200~300kHz와 500 kHz의 고주파수가 검출되었다.

第 6 章

결 론

최근 원자력, 화력 발전소와 같은 에너지 산업의 성장과 석유, 화학 산업의 설비확장으로 인해 이들 산업의 구조재료로 사용되는 내식성강의 수요가 급증하고 있다. 이러한 내식성강에 사용되는 기존의 재료로는 300계열의 오스테나이트 스테인리스강이 사용되고 있지만, 이러한 강들은 염화물 분위기에서 공식, 틸부식 및 응력부식에 취약한 문제점을 나타내고 있다. 2상 스테인리스강은 페라이트와 오스테나이트의 혼합조직을 가진 스테인리스강으로서, 기존의 오스테나이트 스테인리스강의 내식성과 페라이트 스테인리스강의 고강도 특성을 겸비한 고강도 내식성 재료로 활용되고 있다.

2상 스테인리스강이 내식성과 강도를 현저히 개선한 강종이지만 과학기술의 발달에 의해 수반되는 산업의 발달에 따라 더욱 가혹한 환경에서 오랜 수명을 유지할 수 있는 우수한 특성을 갖는 새로운 강종의 필요성이 증가되고 있다. 이에 개발된 2상 스테인리스 강종이 25%Cr에 고질소를 갖는 슈퍼 2상 스테인리스강이다. 슈퍼 2상 스테인리스강은 PREN값이 40이상을 갖기 때문에 내식성과 기계적 성질이 기존의 2상 스테인리스강에 비하여 대단히 우수하다.

본 논문에서는 피로 실험 및 음향방출 실험을 통하여 슈퍼 2상 스테인리스강의 페라이트 조직과 오스테나이트 조직의 체적분율 및 분포상태, σ 상의 석출 등에 따른 피로특성과 용접 열영향부에서의 피로특성을 조사하였다. 그리고 균열진전시 발생하는 음향방출 신호의 시간-주파수 분석을 실시하여, 이러한 두 상의 체적분율 변화 및 분포상태, σ 상의 석출, 용접 열영향부 등의 재료 내부에 일어나는 변화와 주파수 특성과의 상호관계를 규명함으로써 주파수 특성에 미치는 내부변화 등에 기인되는 여러 인자들의 영향을 고려하여 다음과 같은 결과를 얻었다.

슈퍼 2상 스테인리스강을 사용하여 열처리 온도 및 방법을 달리하여 오스테나이트 조직의 분포상태와 체적분율을 변화시킨 후, 오스테나이트 조직의 분포상태 및 체적분율 변화에 따른 피로균열 진전특성과 AE 신호의 시간-주파수 해석도 함께 실시한 결과 섬유상을 갖는 경우가 냉간 가공에 의하여 축적된 에너지가 오스테나이트 조직의 형성을 촉진하는데 기인되어 동일온도에서의 분산상

보다 오스테나이트 조직의 체적분율이 높게 나타났으며, 체적분율이 증가함에 따라 인장강도와 연신율은 증가하고 경도값은 낮게 나타났다. 피로수명의 경우, 오스테나이트 조직이 압연방향과 평행한 섬유상을 갖는 경우가 수직한 섬유상을 갖는 경우보다 피로수명이 짧게 나타났다. 또한 분산상을 갖는 경우의 피로수명은 압연방향과 평행한 섬유상을 갖는 경우보다는 길고, 수직한 섬유상을 갖는 경우보다는 짧게 나타났다. 오스테나이트 조직의 체적분율이 감소할수록 조직의 이방성에 따른 피로수명의 차이는 적게 나타났고, 피로균열 진전속도는 섬유상의 경우가 분산상에 비해 빠르게 나타났다. 피로균열 진전시 발생하는 음향방출 신호를 시간-주파수 분석을 실시한 결과, 섬유상과 분산상 및 균열길이에 관계없이 200~300kHz의 주파수 영역을 얻을 수 있었으며 이 주파수영역은 균열진전시 나타나는 것으로 판단된다. 그리고 균열이 진전함에 따라서 200~300kHz의 주파수 영역 외에 개재물 분리, 덩플 및 파면분리 등에 의한 500kHz 이상의 고주파수 영역도 나타났다.

2상 공존 온도영역에서 열처리온도가 높아질수록 오스테나이트 조직의 체적분율은 낮아지며, 조직은 조대화 되었다. 그리고 600℃에서 시효처리를 실시한 결과 석출되는 σ 상의 석출량은 증가하였으며, 분산상이 섬유상보다 더 높게 나타났다. 2상 공존 온도영역에서 열처리하여 두 상의 체적분율이 다른 분산상 시편의 경우, 피로균열 진전속도는, 열처리 온도가 높을수록 균열진전 속도가 늦게 나타났다. 600℃ 시효처리를 하여 σ 상이 석출된 섬유상과 분산상 모두 시효시간이 길어짐에 따라 피로균열 진전속도가 빨라졌으며, 섬유상을 갖는 시편이 분산상을 갖는 시편보다 균열진전속도의 증가폭이 크게 나타났다. 600℃에서 시효처리를 한 시편에서 피로균열이 진전할 때 검출된 AE 신호의 시간-주파수 분석을 실시한 결과, σ 상이 석출된 시편에서는 피로균열이 성장하기 시작하는 균열길이 25mm에서 200~300kHz의 주파수뿐만 아니라, 400kHz이상의 고주파수 영역도 나타났다. 따라서 σ 상이 석출됨에 따라, 균열진전 초기부터 석출상의 분리 등에 의해 고주파수 영역이 나타나고 있었다.

용접 열영향부의 피로시험 결과, 용접 열영향부의 경도가 경질 페라이트 조직의 조대화에 의해 모재와 용착부보다 높게 나타났으며, 용접 열영향부의 피로균열진전속도(da/dN)가 모재에 비해 높게 나타났다. Paris식의 기울기를 결정하는 m 값은 모재의 m 값(2.7~3.6)보다 용접 열영향부의 m 값(3.2~5.0)이 높게 나타났다. 피로 균열이 진전할 때 검출한 음향방출 신호를 시간-주파수 분석법으로 해석한 결과, 균열진전시 발생하는 중심주파수대역(200~300kHz)을 구할 수 있었고, 복합적인 파괴기구를 보이는 피로균열말기(35mm)에서의 주파수 대역(500 kHz)과 안정한 피로균열진전을 하는 중심주파수(200~300kHz)의 구분이 가능하였다.

본 연구를 통하여 슈퍼 2상 스테인리스강의 열처리 조건에 따른 섬유상 및 분산상의 오스테나이트 조직, 페라이트 조직의 분율차이에 따른 기계적 성질 및 피로특성을 얻을 수 있었다. 그리고 600℃ 온도에서 각각의 시험편을 시효함으로써 σ 상의 석출, 그에 따른 피로특성과 용접 열영향부의 피로특성을 알 수 있었다. 균열진전시 음향방출 실험을 통하여 얻은 신호를 시간-주파수 분석을 행한 결과 피로균열진전시 발생하는 주파수 대역의 구분이 가능하였다.

이러한 연구결과는 여러 가지 가혹한 환경 하에서 사용될 수 있는 고강도 내식성을 가진 재료 개발의 필요성이 대두되고 있는 시점에서, 슈퍼 2상 스테인리스강은 강도 및 내식성이 요구되는 여러 분야의 재료로 활용될 수 있으리라 여겨진다. 그리고, 비파괴 실험의 하나인 음향방출 신호의 주파수 분석을 활용하여, 구조물의 안전성을 평가할 수 있으리라 판단된다.

<부록>

STS 316L의 피로균열 진전 거동과 음향방출신호의 주파수 특성

1. 서 론

오스테나이트계 스테인리스강은 기계적 성질과 내식성이 우수하기 때문에 극저온에서 고온에 이르기까지 광범위한 온도 범위와 다양한 사용조건에서 폭 넓게 사용되고 있다. 그러나 이들 용접 구조물에서는 조성 및 조직의 불균일과 균열같은 결함으로 인해 반복응력을 받으면 이것을 기점으로 피로균열의 발생 및 성장이 일어나 파괴되므로 문제시되고 있다. 그러므로 반복하중을 받는 구조물의 피로 수명에 대한 용접의 영향은 경제적인 관점에서 또는 안전한 설계를 위해 고려되어야 한다. 그러나 지금까지는 주로 용접 잔류응력, 용착 금속부의 조성, 용접균열 및 용접부의 피로거동에 관해서만 다루어져 왔고^{1~10)}, 용접부의 피로거동에 관련된 비파괴적 평가에 관한 연구는 거의 없는 실정이다. 최근에는 하중이 가해지는 고체 내부에서 발생하는 변형에너지인 미세한 응력파를 검출하여 구조물의 안전성을 평가하는 음향방출법이 가동 중 구조물의 결함 검출법으로서 유력시되고 있다.^{11~16)} 따라서 본 연구에서는 316L 스테인리스강의 모재, 열영향부 및 용착금속부의 피로균열진전 특성을 조사하고, 균열진전시 발생하는 음향방출 신호를 검출하여 시간-주파수 분석을 통해 비파괴적 특성을 조사하였다.

2. 실험방법

316L 스테인리스강과 용접봉의 화학조성은 Table 1에 나타내었다. 그리고 316L 스테인리스강의 기계적 성질은 Table 2에 나타내었다. 용접조건은 Table 3에 나타내었고, Fig. 1에 용접 그루우브의 모양을 나타내었다. 피로균열진전 거동과 균열 진전에 따르는 음향방출을 검출하기 위하여 Fig. 2와 같이, 노치를 열영향부에 가공한 것(HAZ)과, 용착부, 열영향부, 모재순으로 진전하도록 가공한 것(WT), 그리고 압연방향에 대하여 수직(LT) 및 수평(TL)하게 가공한 시험편을 채취하였다. 조직관찰은 에칭후 광학현미경으로 관찰하였고, 경도측정은 비커스 경도기를 사용하여 모재, 열영향부, 용착부의 경도값을 측정하였다.

316L 스테인리스강의 피로균열진전 특성을 평가하기 위한 피로시험은 용량 10톤의 만능피로시험기(Model : EHF-ED10, Shimadzu)를 사용하여 실온·대기중에서 정현파를 이용하여, 하중반복수 10Hz, 응력비 $R=0.1$ 에서 실시하였다. 모든 시험편에 하중 $P_{max}=1100\text{kgf}$ 에서 예비균열을 25mm까지 삽입한 후, 본 실험에서 $P_{max}=1200\text{kgf}$ 의 일정하중으로 실시하였다. 본 실험에 사용한 CT 시험편의 형상을 Fig. 3에 나타내었다.

피로시험 중에 발생하는 음향방출신호는 Fig. 4에 나타낸 것과 같은 방법으로 검출하였다. 음향방출신호를 검출하기 위해서 PAC사의 1200A model을 사용하였고, 주파수 특성을 파악하기 위해서 1MHz광대역센서를 이용하였다. 그리고 시험편에서 발생하는 신호를 민감하게 측정하기 위해서 시험편과 센서 사이에 접촉매질을 얇게 바른 후 테이프로 압착하였고, 전기적 노이즈를 제거하기 위해 아날로그 필터링 처리를 하였다. 검출된 음향방출신호는 음향방출 system을 통해 PC와 인터페이스 된 GAGE사의 CS2125 고속 A/D 변환기를 이용하여 디지털화 시킨 후, 시간-주파수해석을 수행할 수 있는 프로그램으로 실시간적으로 분석하고 데이터를 저장하였다.

Table 1 Chemical compositions of 316L stainless steel and weld wire (wt%)

	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	Cu	Ti	N
316L	0.026	0.66	0.89	0.023	0.008	17.41	12.20	2.38	0.18	0.03	0.038
Weld wire	0.03	0.72	1.08	-	-	18.4	12.5	2.3	-	-	-

Table 2 Mechanical properties

Ultimate Strength (MPa)	Yield Strength (MPa)	Elongation (%)	Reduction of area (%)	Young's Modulus (GPa)
576	228	56	73	195

Table 3 GMAW Welding condition

Welding method	Current (A)	Voltage (V)	Welding speed (mm/min)	Heat Input (KJ/cm)
GMAW	150	27-28	220	11

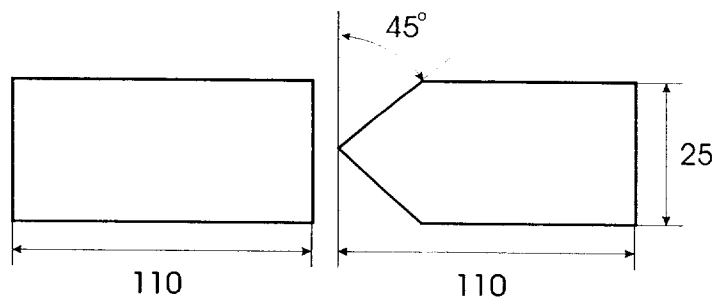


Fig. 1 Groove shape for GMAW.

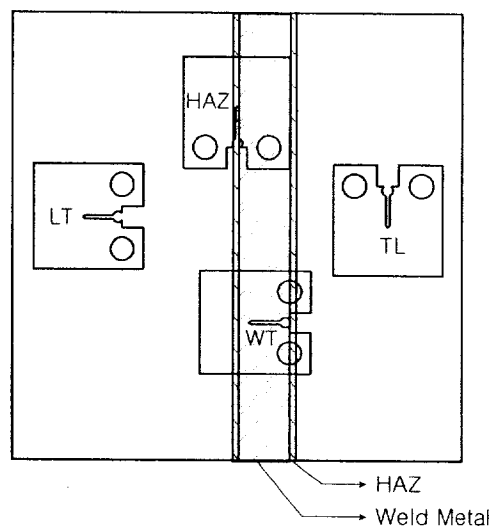


Fig. 2 Specimen location and orientation in weld plate.

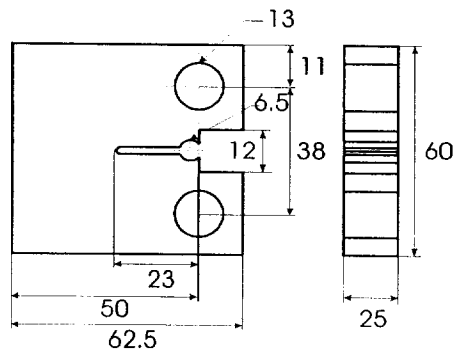


Fig. 3 Dimension of specimens (unit: mm).

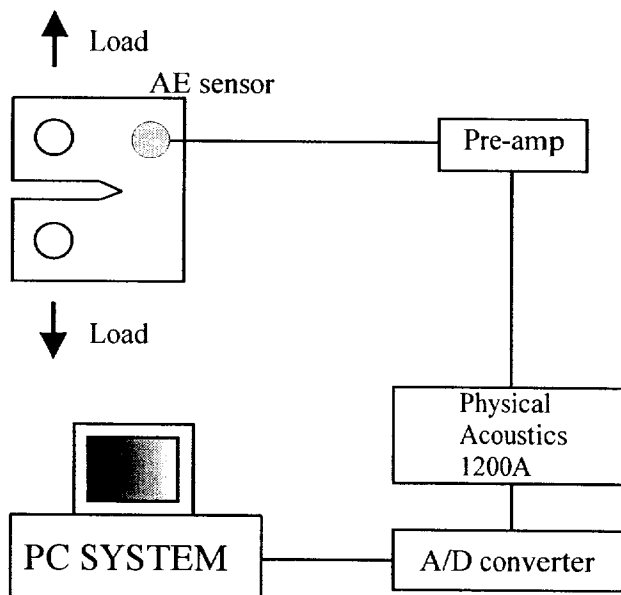
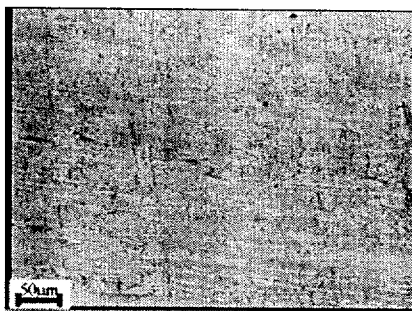


Fig. 4 Measurement system of acoustic emission.

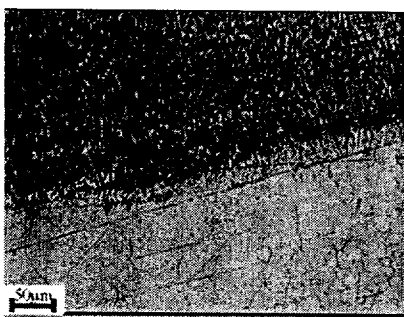
3. 결과 및 고찰

3.1 미세조직 관찰

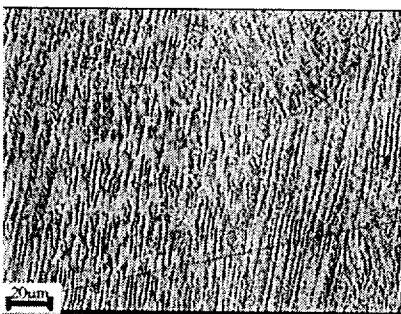
각 부분의 조직을 관찰하기 위하여 marble용액을 사용하여 에칭한후 광학현미경에서 관찰하였다. Fig. 5는 모재, 접합부, 용착금속부의 조직사진을 나타낸 것이다. (a)는 316L 스테인리스강의 모재부로서 압연방향에 따라 조직이 길게 신연되어 있다. (b)는 접합부로서 용착금속부, 열영향부 조직을 나타내고 있다. 용착금속은 오스테나이트-페라이트의 2상 조직을 이루고 있으며, 열영향부는 조직이 조대화 되었음을 알 수 있다. (c)는 용착금속부의 조직사진으로, 침상(acicular) 페라이트와 래시(lathy) 페라이트, 그리고 버미쿨러(vermicular) 페라이트등이 관찰되었다.⁴⁾



(a) base metal



(b) bond region



(c) weld metal

Fig. 5 Micrographs of specimens.

3.2 경도 측정

모재, 열영향부 및 용착금속부의 경도값을 측정하기 위해서 비커스 경도시험기를 사용하였고, 그 결과를 Fig. 6에 나타내었다. 용착금속부 및 열영향부의 경도값은 모재에 비해 낮게 나타났다. 일반적으로 용착금속부 및 열영향부의 경도값은 모재에 비해 높게 나타나지만, 오스테나이트계 스테인리스강의 경우 마르텐사이트 변태가 없기 때문에 연화되어 경도값이 낮아진 것으로 판단된다.¹⁷⁾

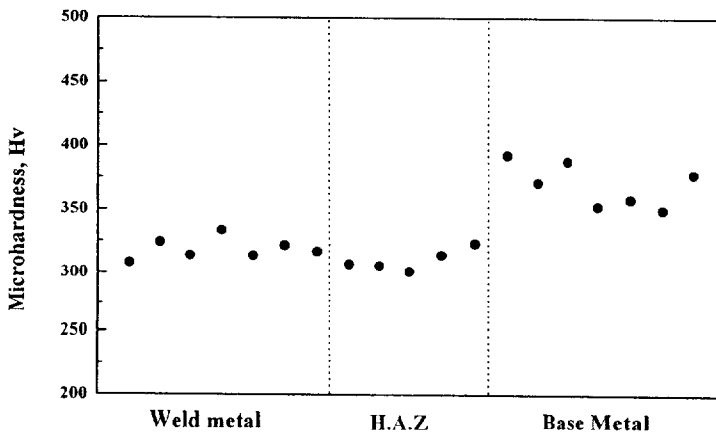


Fig. 6 Vickers hardness distribution of welded 316L stainless steel.

3.3 피로균열 진전특성

모재와 용접재의 피로균열 성장거동(a-N선도)을 Fig. 7에 나타내었다. 모재 (TL, LT)에 비해 HAZ시험편, WT시험편의 피로수명이 더 길게 나타났다. 특히 균열이 열영향부를 따라서 진전하는 시험편이 가장 긴 피로수명을 나타냈다. 이는 Fig. 6의 경도값에서도 나타나듯이 용착부나 열영향부의 경도값이 모재에 비하여 낮게 나타났기 때문으로 판단된다. 그리고 모재에서는 압연방향과 균열 진전 방향이 수직인 LT시험편보다 평행인 TL시험편이 가장 빠른 피로 파괴가 나타났다. 이것은 Fig. 5(a)에서 나타났듯이 모재의 조직이 압연방향에 대해 길게 신연되어 있어서, TL 시험편의 경우 균열진전이 조직의 경계를 통해서 더 용이하게 진전한 것으로 보여진다.

Fig. 8은 HAZ, WT, 모재에서의 균열진전속도 da/dN 과 응력확대계수 변동폭 ΔK 의 관계를 나타낸 것이다. 모재부의 균열진전속도가 HAZ시험편이나 WT시험편보다 더 빠르며, 모재의 경우에는 TL시험편의 균열진전속도가 더 빠르게 나타났다. 이는 Fig. 5와 Fig. 6에서 설명한 것과 같은 이유라고 판단된다. 또, 열영향부를 따라 균열이 진전하는 HAZ시험편과 용착부-열영향부-모재 순으로 균열이 진전하는 WT시험편을 비교해 보면, 저 ΔK 영역에서는 균열진전속도가 비슷한 경향을 보였다. 그러나, 고 ΔK 영역에서는 WT시험편이 HAZ 시험편보다 균열진전속도가 더 빠르게 나타났다. 그 원인으로, 저 ΔK 영역에서는 WT시험편의 경우 균열진전이 용착부-열영향부를 따라 진전하기 때문에 열영향부를 따라 균열이 진전하는 HAZ시험편과 균열진전속도가 비슷하게 나타나게 되지만 고 ΔK 영역에서는 WT시험편의 경우 용착부-열영향부를 통과한 균열이 모재부를 따라 진전하기 때문에 HAZ시험편과 균열진전속도에서 차이가 났으며, 모재의 LT 시험편과 균열진전속도는 유사하게 나타났다.

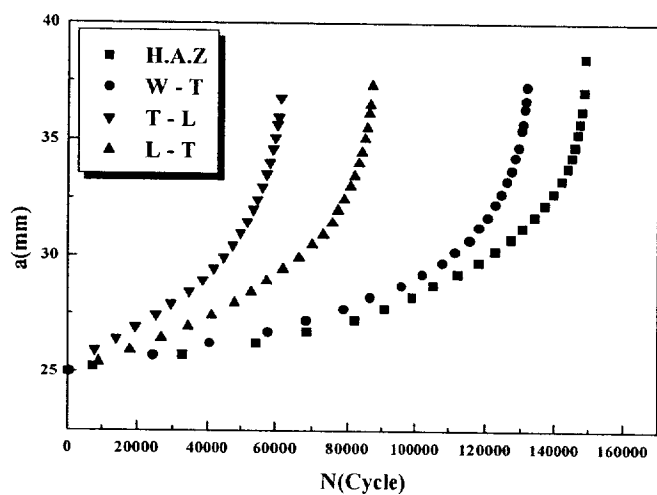


Fig. 7 a-N curves for welded 316L stainless steel.

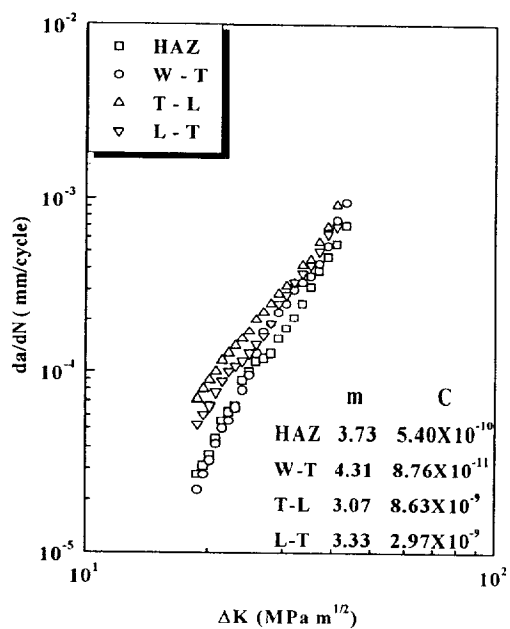


Fig. 8 Fatigue crack growth rate versus stress intensity factor range.

3.4 시간-주파수 해석

Fig. 9는 각 시험편의 피로시험시 발생하는 음향방출 신호의 시간-주파수 분석결과를 균열길이에 따라 나타낸 것이다. 균열진전이 없는 상태에서 검출된 신호의 주파수 분석결과는 200KHz 이하의 영역으로 나타났다. 따라서 이 영역이하의 주파수는 기계적 잡음등의 noise로 분류하였다. 그리고 균열진전시에 검출된 신호의 주파수는 시험편의 종류, 균열길이에 관계없이 항상 200~300KHz 영역의 신호를 얻을 수 있었다. 이것은 피로균열 진전에 의하여 발생하는 음향방출 신호로 판단된다. 그러나, 피로균열이 진전하여 파단에 가까워지므로써 200~300KHz 주파수 영역 이외에도 500KHz 이상의 고주파영역이 나타났다. 이는 IIc단계의 파단직전 피로균열 양상에 있어서 스트라이에이션 이외의 덤플, 벽개파괴, 개재물의 분리 및 파면의 분리 등의 파괴기구가 상당수 포함되기 때문이라고 판단된다. 이러한 현상은 고주파수영역이 나타나는 파단직전 뿐만 아니라, IIb 단계의 균열진전이 진행할 때에도 가끔 발생하였다.

대표적인 결과를 Fig. 10에 나타내었다. 이와같은 고주파수를 발생시키는 대표적인 파단면의 사진을 Fig. 11에 나타낸다. 그림(a)는 압연방향에 수직하게 노치를 가공한 시험편(TL)에서 얻어진 것으로, 피로파면의 대표적인 양상을 나타내는 스트라이에이션이 관찰되고 있다. 이와 같은 파면이 형성 될 때는 균열 길이에 관계없이 200-300kHz의 주파수 영역에서 음향방출 신호가 발생한다고 생각된다. 그림(b) 역시 TL시험편에서 얻어진 것으로, 벽개형 파면의 관찰되고 있다. 그리고 그림(c)는 WT시험편에서 얻어진 것으로 개재물의 분리와 파면의 분리(separation) 현상을 관찰 할 수 있다. 그림(b), (c)와 같은 현상이 발생할 때, 500kHz이상의 고주파수가 나타난다고 생각된다. 이와 같이 피로파괴에 있어서 음향방출을 발생시키는 여러 가지 복합적인 파괴기구에 대한 주파수 분석에 있어서는 좀 더 많은 연구가 필요할 것으로 생각된다.

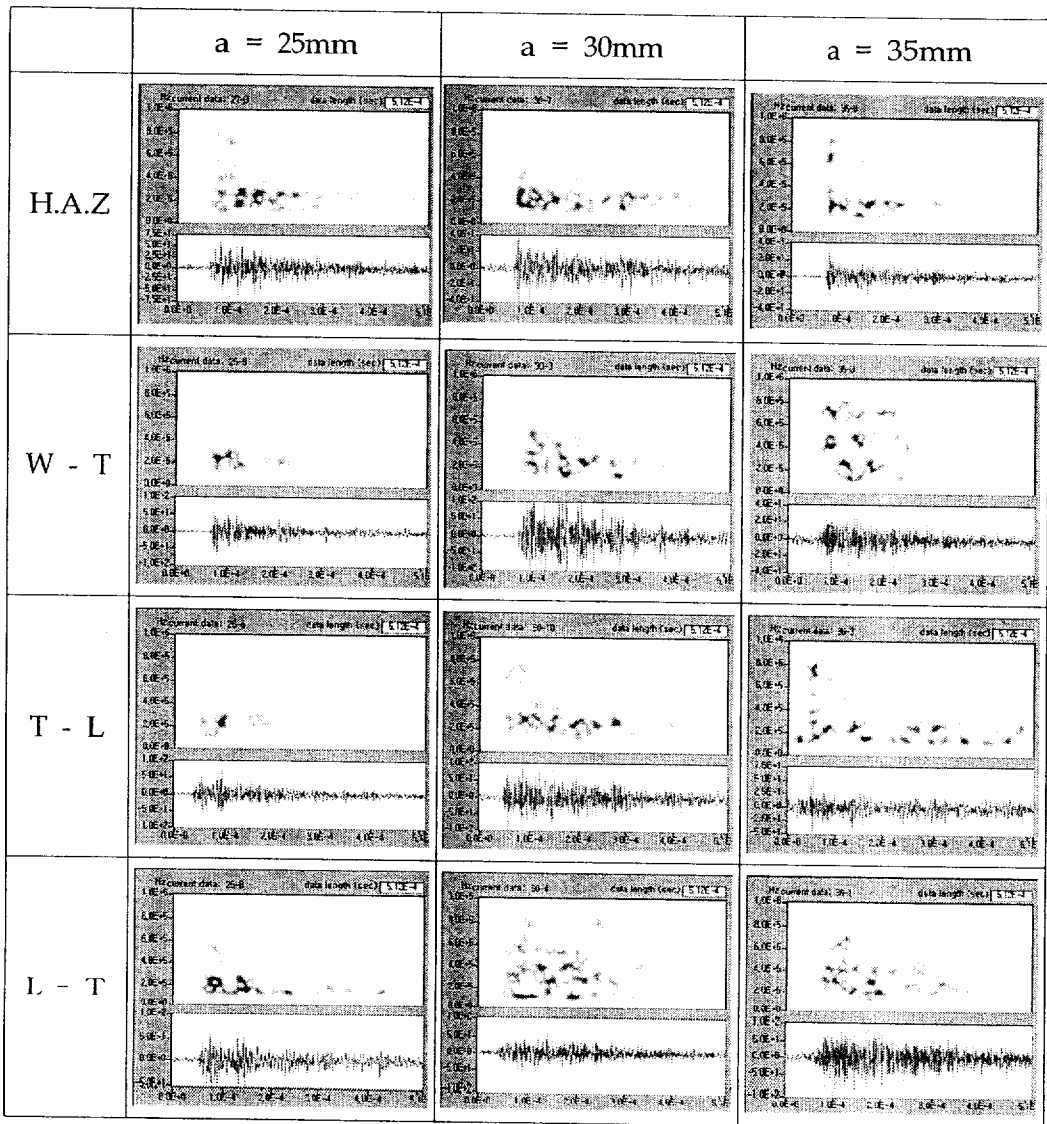


Fig. 9 Time-frequency analysis of AE signals obtained at each crack length.

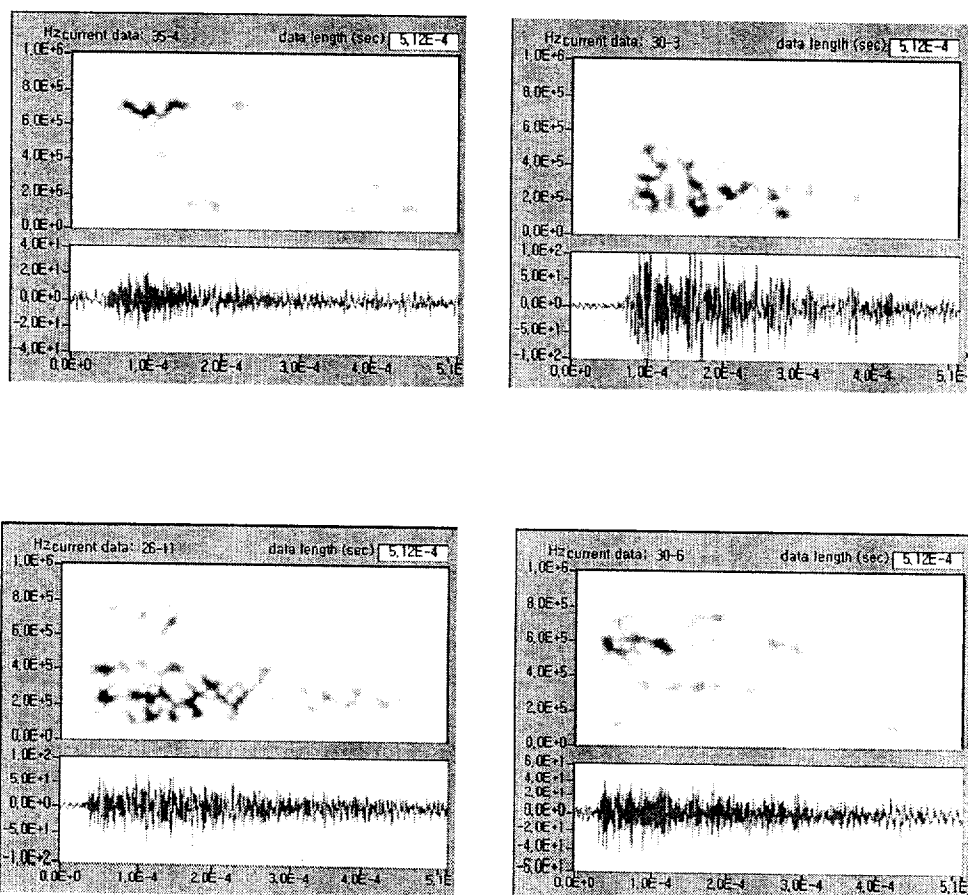
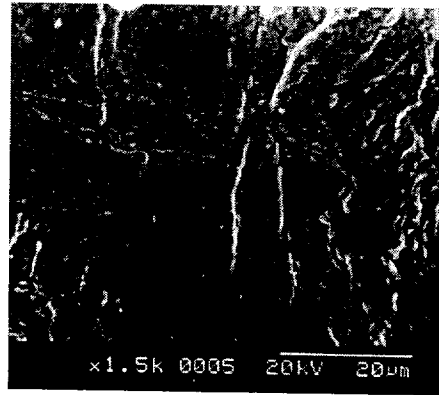
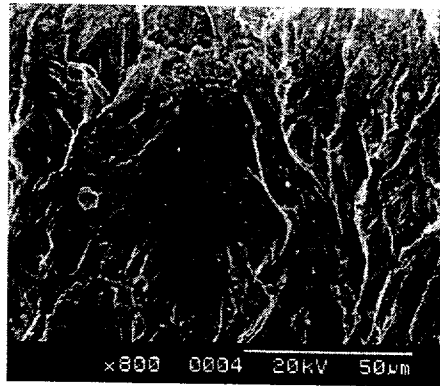


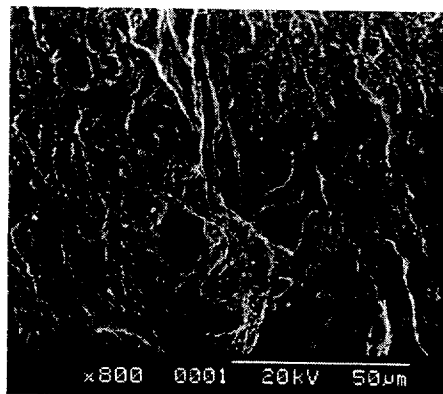
Fig. 10 Time-frequency analysis of unique signals obtained in fatigue crack propagation.



(a)



(b)



(c)

Fig. 11 Fracture surface ; (a) $a=30\text{mm}$ of TL specimen, (b) $a=26\text{mm}$ of TL specimen, (c) $a=30\text{mm}$ of WT specimen.

4. 결 론

316L 스테인리스강의 모재, WT시험편, HAZ시험편을 사용하여 피로균열 진전특성을 평가하고, 균열진전시 발생하는 음향방출 신호를 시간-주파수 방법으로 분석한 결과, 다음과 같은 결론을 얻었다.

- (1) 316L 스테인리스강의 모재, 열영향부 및 용착금속부의 경도값은 모재가 용착금속부 및 열영향부의 경도값보다 낮게 나타났다.
- (2) 균열이 열영향부를 따라서 진전하는 HAZ시험편이 가장 긴 피로수명을 보였으며, HAZ시험편과 WT시험편이 모재보다 더 긴 피로수명을 나타냈다. 그리고 모재중에서 압연방향과 균열진전 방향이 수직인 LT시험편이 평행인 TL시험편보다 긴 수명을 나타내었다.
- (3) 피로균열진전속도 da/dN 과 응력확대계수 변동폭 ΔK 의 관계를 조사한 결과, HAZ시험편과 WT시험편이 모재 보다 더 느리게 나타났다. 모재의 경우는 TL시험편의 균열진전속도가 더 빠르게 나타났다.
- (4) 피로시험시 검출된 음향방출 신호를 시간-주파수 분석결과, 시험편의 상태, 균열길이 관계없이 항상 200~300 kHz의 영역의 신호를 얻을 수 있었다. 그리고, 피로균열이 진전함에 따라서 발생하는 벽개파괴, 개재물 및 파면의 분리 현상 등으로 500kHz 이상의 고주파영역이 나타났다. 그러나, 파괴파괴에 있어서 여러 가지 복합적인 파괴기구의 주파수 분석에 있어서는 좀 더 많은 연구가 필요할 것으로 생각된다.

<부록 참고문헌>

- 1) N. R. Nagarafa Rao and Lambert Tall, Welding Research Supplement, 40, pp.468-S, 1961
- 2) 伊藤義康 外3, "SUS304 오스테나이트스텐레스鋼鎔接金屬의 低사이클 疲勞特性", 日本機械學會論文集, Vol. 54, No. 502, pp. 1199~1204, 1987
- 3) J. C. Lippold and W. F. Savage, Welding Research Supplement, 48-S, 1980
- 4) 정기승, 강인찬, "용접한 AISI 304 스테인리스강의 피로균열 성장거동", 대한금속학회지, Vol. 27, No. 6, pp. 503~512, 1989
- 5) A. A. Tavassoli, A. Bisson and P. Soulat, Metal Science, 18, pp. 345, 1984
- 6) 渡辺健産 外 2, 오스테나이트스텐레스鋼鎔接熱影響部の結晶粒成長舉動と鎔接金屬との關係", 鎔接學會論文集, Vol. 13, No. 2, pp. 262~269. 1995
- 7) 이택순, 양현태, "SUS304강 용접부의 잔류응력이 피로균열진전속도에 미치는 영향", 대한용접학회지, Vol. 15, No. 4, pp.413~419, 1997
- 8) J. A. Brooks, A. W. Thompson and J. C. Williams, Welding Research Supplement, 63, 71-S, 1984
- 9) 西本和俊, "스텐레스鋼의 鎔接", 鎔接學會誌, Vol. 66, No. 3, pp. 156~173, 1997
- 10) 김대한외 3, "질소를 첨가한 316L 스테인리스강의 고온저주기 피로균열 생성", 대한금속학회지, Vol. 37, No. 5, pp. 539~542, 1999
- 11) 정희돈외 2, "용접부검사법으로서의 Acoustic Emission", 대한용접학회지, Vol. 11, No. 2, pp. 1~12, 1993
- 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, Vol. 30, No. 11, pp. 903~910, 1980

- 13) 岸輝雄外 2, “AE原波形解析手法の確立と破壊の動的舉動解明への適用”, 日本非破壊検査學會, Vol. 30, No. 11, pp. 911~917, 1980
- 14) KiWoo Nam “Acoustic Emission from Surface Fatigue Cracks in SS41 Steel, Fatigue” Fract. Engng. Mater. Struct., Vol.22, No.12, PP. 1103-1109 1999
- 15) 이건찬, 오정환, 남기우, 이주석 “열화된 SUS316강의 시간-주파수 해석에 의한 비파괴평가”, 비파괴검사학회지, pp. 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, pp. 67-74, 1999
- 17) 오세규, 정순억, “최신용접공학”, 진성각, pp.206, 1998

참고문헌

- 1) A. J. Sedriks : Corrosion 42, pp. 376, 1986
- 2) H. R. Copson : Physical Metallurgy of SCC Fracture, Interscience, New York, pp. 247, 1959
- 3) ASM Specialty Handbooks Steels, J. R. Davis(Ed.), ASM International, Oh, pp. 13, 1994
- 4) Guo, D., Mal, A. and Ono, K., "Wave Theory of Acoustic Emission in Composite Laminate" J. of Acoustic Emission, 14, s19-s46, 1996
- 5) Kiwoo Nam, Ajit Mal, "Characteristics of Elastic Waves Generated by Crack Initiation in Aluminum Alloys under Fatigue Loading," Journal of Materials Research, Vol. 16, No. 6, pp. 1745~1751, 2001
- 6) 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, 1998
- 7) 新妻弘明 外2, "周波数解析にもとづくAE発生パターンの分類と微示破壊過程," 日本非破壊検査學會, Vol. 30, No. 11, pp. 903~910, 1980
- 8) 岸輝雄外2, "AE元波形解析手法の確立と破壊の動的挙動解明への適用," 日本非破壊検査學會, Vol. 30, No. 11, pp. 911~917, 1980
- 9) Charles J., "Super duplex stainless steels : structure and properties," Proc. of Duplex stainless steels '91, Les editians de physique, France, Vol. 1, pp. 151~168, 1991
- 10) J. Hochmann, A. Desestret, P. Jolly and R. Mayoun : Proceddings of International Conference on Stress Corrosion Cracking and Hydrogen Embrittlement of Iron Base Alloys, Vol. 5, NACE, Unieux-Firminy, France, pp. 956, 1973

- 11) P. Guiraldenq : Mem. Sci. Rev. Met., Vol. 64, pp. 907, 1967
- 12) W. T. De Long : Metal Progress, Vol. 56, pp. 98, 1960
- 13) L. M. Lardon, J. Charles, F. Dupoirion, P. Pugeault and D. Catelin :
Proceedings of the Conference Organized by the Ironmaking and Steel
Making, Metal Science and Corrosion Committees of the Institute of
Metals, York, Uk, pp. 422, 1988
- 14) Nicholls J. M., "Corrosion properties of duplex stainless steels," Fourth
International Conference Duplex Stainless Steels, Scotland, PaperIII, 1994
- 15) J. O. Nilsson : Material Science and Technology, Vol 8, pp. 685, 1992
- 16) R. F. Steigerwald, A. P. Bond, H. J. Dundas and E. A. Lizlovs : Corrosion,
Vol. 33, pp. 279, 1977
- 17) J. O. Nilsson and A. Wilson : Material Science and Technology, Vol 9, pp.
545, 1993
- 18) Charles J., Dr-ring, "Structure and mechanical properties of duplex
stainless steels," Fourth International Conference, Duplex Stainless Steels,
Vol.1, Scotland, Paper K I , 1994
- 19) C. S. Barrent and T. B. Massalski : Structure of Metals 3rd ed., Pergamon
Press, Oxford, England, 1980
- 20) J. S. Kim and H. S. Kwon : Corrosion, Vol. 55, pp. 512, 1999
- 21) R. N. Wright, "Toughness of Ferritic Stainless Steels," ASTM STP 706, Ed.
R. A. Rula, pp. 2
- 22) C. J. Park, J. S. Kim and H. S. Kwon : J. Kor. Inst. Met. & Mater., Vol. 11,
pp. 1390, 1999
- 23) 오세욱, 이치우, 윤한기, 남기우, "재료강도학", 원창출판사, pp. 165~166,
1993
- 24) ASNT., "Nondestructive Testing Handbook - Volumn 5 Acoustic Emission

Testing," 2nd Edition, American Society for Nondestructive Testing, 1987

- 25) Don E. Bray, Roderick, and Stanley, "Nondestructive Evaluation," pp. 179~211, 1989
- 26) "AE", 탄성파이용기술연구회, pp. 4~12
- 27) 이진찬, "시간-주파수 해석법에 의한 초음파와 AE 신호의 비파괴 특성 평가에 관한 연구," 부경대학교 대학원 공학석사 학위논문, pp. 8~20, 1999
- 28) Robert N. Gunn, "Duplex Stainless Steels," Woodhead Publishing. Ltd, pp. 67~72, 1997
- 29) 이상기, 도재윤, 남기우, 강창룡, 이해우, "슈퍼 2상 스테인리스강의 피로균열진전 특성에 미치는 미세조직의 영향," 한국해양공학회지, Vol. 14, No. 2, pp. 65~69, 2000
- 30) 山博之, 白石哲郎, 佃等, " $(\alpha + \gamma)$ 二相ステンレス鋼の引張性質と破壊に及ぼす475℃時効および750℃の影響," 材料, Vol. 41, No. 465, pp. 926~932, 1992
- 31) 黒田敏雄外3, "二相ステンレス鋼溶接部におけるシグマ相ぜい化," 材料, Vol. 46, No. 6, pp. 592~596, 1997
- 32) 김상범, 백경욱, 김영길, "W에 의한 Mo 치환이 850℃에서 시효된 이상 스테인리스강의 취화 특성에 미치는 영향," 대한금속학회지, Vol. 35, No. 12, pp. 1593~1601, 1997
- 33) 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 & Exposition, November 14-19, Nashville, Tennessee, pp. 167-74, 1999
- 34) 이진찬, 오정환, 남기우, 이주석, "열화된 SUS316강의 시간-주파수 해석에 의한 비파괴평가," 비파괴검사학회지, Vol. 19, No. 4, pp. 270-276, 1999

- 35) 이상기, 도재윤, 남기우, 강창룡, 안석환, "316L 스테인리스강의 피로균열 전
전거동과 AE신호의 주파수특성," 한국동력기계공학회지, Vol. 4, No. 2, pp.
52-57, 2000
- 36) B. Boashash, "Note on the Use of the Wigner Distribution for
Time-Frequency Signal Analysis," IEEE Trans. Acoustics, Speech, Signal
Processing, Vol. 36, No. 9, pp. 1518~1521, 1988
- 37) Vinay Dayal, "An Automated Simultaneous Measurement of Thickness
and Wave Velocity by Ultrasound," Experimental Mechanics, September
pp. 197~202, 1992
- 38) 주동원, 강창룡, 성장현, "조직 제어한 2상 스테인리스강의 저온인장거동에
미치는 합금원소의 영향," 대한금속학회지, Vol. 34, No. 10, pp. 1312-1320,
1996
- 39) R. F. Atkinson and R. W. King : Duplex Stainless Steel, R. A. Lula(Ed.),
ASM Metals Park, Ohio, pp. 399, 1983
- 40) H. D. Solomon and T. M. Dedino : Duplex Stainless Steel, R. A. Lula(Ed.),
ASM Metals Park, Ohio, pp. 693, 1983
- 41) T. Katayama and H. Fujita : J. Jpn. Inst. Met. & Mater., Vol. 52, pp. 935,
1988
- 42) 강태형, 이용덕, 이종수, "이상스테인리스강의 합금성분 변화에 따른 피로균
열전파거동," 대한금속학회지, Vol. 36, No. 7, pp. 1038-1045, 1998
- 43) 강창룡, 김효정, 김창규, 김익수, 주동원, 성장현, "25Cr-7Ni-3Mo 2상 스테인
리스강의 미세조직과 기계적성질," 한국열처리공학회지, Vol. 11, No. 3, pp.
192-199, 1998
- 44) H. Kitagawa, "疲勞き裂の成長速度に關する實驗的法則とその關聯理論," 材
料, Vol. 21, No. 227, pp. 108-117, 1972
- 45) 小川和博外5, "二相ステンレス鋼溶接熱影響部の耐孔食性と靱性に及ぼすW

の影響,” 日本銲接學會論文集, Vol. 13, No. 4, pp. 590~596, 1995

- 46) 이수찬, 남수우, “AISI 스테인리스강의 모재와 용접부의 고온저주파 피로 거동”, 대한금속학회지, 제27권, 제1호, pp. 32~39, 1989
- 47) 권종완, 김상태, 이순택, “2상계스테인리스강 용접부의 피로크랙 전파특성 (I)”, 대한기계학회지논문집 제12권 제4호, pp. 738~746, 1988
- 48) 오세욱, 이치우, 윤한기, 남기우, “재료강도학”, 원창출판사, pp. 122~179, 1993
- 49) 김현수, 남기우, 강창룡, “고강도 구조용 내화강의 피로특성 및 음향방출신호의 시간-주파수 해석”, 대한금속·재료학회, 제38권, 제11호, pp. 1478~1482, 2000

발표 및 투고논문

[논문집]

1. 이상기, 도재윤, 남기우, 강창룡, 이해우, 안석환 (2000), “슈퍼 2상 스테인리스강의 피로균열진전 특성에 미치는 미세조직의 영향,” 한국해양공학회지, 제14권, 제2호, pp. 65-69
2. 이상기, 도재윤, 남기우, 강창룡, 안석환 (2000) “316L스테인리스강의 피로균열 진전 거동과 AE신호의 주파수 특성,” 한국동력기계공학회지, 제4권, 제2호, pp. 52-57
3. Ki-Woo Nam, Chang-Yong Kang, Jae-Yoon Do, Seok-Hwan Ahn, Sang-Ki Lee, (2001) “Fatigue Crack Propagation of Super Duplex Stainless Steel with Dispersed Structure and Time-Frequency Analysis of Acoustic Emission,” METALS and MATERIALS Engineering, Vol. 7, No. 3, pp. 227-231
4. 도재윤, 이상기, 안석환, 남기우, 강창룡 (2001) “오스테나이트 분포에 따른 슈퍼 2상 스테인리스강의 기계적특성과 피로균열 진전거동,” 열처리공학회지, 제14권 제4호, pp. 205-211
5. 도재윤, 이상기, 안석환, 남기우, 강창룡, 박인덕 (2001) “슈퍼 2상 스테인리스강의 피로균열 진전시 발생하는 AE신호 특성에 미치는 σ 상 석출의 영향,” 대한금속·재료학회지, 제39권 제12호, pp. 1339-1405
6. 도재윤, 김진환, 안석환, 박인덕, 강창룡, 남기우 (2002) “슈퍼이상스테인리스강 용접열영향부의 피로균열전파거동 및 음향방출 특성,” 대한금속·재료학회지, (인쇄중)

[강연논문집]

1. 이상기, 이진찬, 남기우, 강창룡, 도재운 (1999) 슈퍼 2상 스테인리스강의 피로균열진전 특성에 미치는 미세조직의 영향, 대한기계학회 '99추계학술대회논문집, pp. 999-1003
2. 이상기, 이진찬, 남기우, 강창룡, 도재운 (1999) 슈퍼 2상 스테인리스강의 이방성과 체적분률에 따른 피로균열진전 특성, 대한기계학회 부산지부'99추계학술대회논문집, pp. 13-17
3. 이상기, 도재운, 남기우 (1999) 316L스테인리스강의 피로균열 진전특성, 한국동력기계공학회 '99추계학술대회, pp. 99-105
4. 도재운, 이상기, 남기우, 강창룡 (1999) 오스테나이트 분포에 따른 슈퍼 2상 스테인리스강의 피로균열 진전특성, 대한기계학회 1999년도 추계학술대회 논문집A, pp. 96-101
5. 이상기, 도재운, 남기우, 강창룡 (2000) 슈퍼 2상 스테인리스강의 피로균열 진전특성과 AE신호의 시간-주파수 해석, 대한기계학회 2000년도 추계학술대회 논문집A, pp. 73-78
6. 남기우, 이상기, 도재운, 강창룡 (2000) 시효된 슈퍼 2상 스테인리스강의 피로균열 진전시 발생하는 AE신호의 시간-주파수 해석, 한국해양공학회 2000년도 추계학술대회 논문집, pp. 20-25
7. 김현수, 남기우, 강창룡, 도재운 (2000) 구조용 내화강의 용접특성 및 피로균열 진전특성에 관한 연구, 한국동력기계공학회 2000추계학술대회, pp. 141-147
8. 박주용, 도재운, 남기우 (2000) 석출경화된 15-5 스테인리스강의 피로균열 진전 특성, 한국동력기계공학회 2000추계학술대회, pp. 148-152
9. 박소순, 도재운, 남기우 (2000) 316L 스테인리스강 용접부의 탄성과 특성 및 피로 균열 진전, 한국동력기계공학회 2000추계학술대회, pp. 153-158
10. 김현수, 이시운, 도재운, 강창룡, 남기우 (2001) 시간-주파수해석에 의한 구

조용 내화강의 파괴거동, 한국동력기계공학회 2001년도 춘계학술대회 논문집, pp. 144-149

11. 박소순, 이상기, 도재운, 김종철, 남기우 (2001) 316L 스테인리스강의 초음파 특성, 한국동력기계공학회 2001년도 춘계학술대회 논문집, pp.150-156
12. 박주용, 김현수, 안석환, 도재운, 남기우 (2001) 석출경화형 15-5 스테인리스강의 피로균열전파 거동에 관한 특성, 한국동력기계공학회 2001년도 춘계학술대회 논문집, pp. 164-169
13. 안석환, 남기우, 김선진, 김현수, 김진환, 도재운 (2001) 감육배관의 파괴거동 및 허용한계에 관한 연구, 한국동력기계공학회 2001년도 춘계학술대회 논문집, pp. 211-216
14. Ki-Woo Nam, Chang-Yong Kang, Jae-Yoon Do (2001) "The Characteristics of Ultrasonic of Stainless Steel by Heat Treated Time" Proceedings of The 2001 International Symposium on Advanced Engineering, October 24-25, 2001, Pukyong National University, Busan, Korea, pp. 498-502
15. 안석환, 남기우, 김선진, 김현수, 김진환, 도재운 (2001) "감육배관의 파괴거동 평가" 대한기계학회 2001년도 추계학술대회 논문집A, pp. 61-66
16. 김진환, 도재운, 남기우, 강창룡 (2001) "슈퍼 2상 스테인리스강 용접부의 피로균열전파 및 AE특성" 한국동력기계공학회 2001년도 추계학술대회 논문집, pp. 154-160

感謝의 글

그동안 부족한 학문적 소양에도 불구하고 본 논문이 완성될 수 있도록 세심한 관심과 지도로 많은 가르침을 주신 남기우 지도교수님께 진심으로 감사의 말씀을 드립니다.

논문 심사는 물론 학위과정 동안 본 논문이 완성되기까지 많은 충고와 조언으로 지도해주신 강창용 교수님에게 감사 드리고, 바쁘신 가운데 귀중한 시간을 내시어 논문 심사를 하여주신 멀리 포스코 연구소에 계신 김 기돈 박사님, 김영수 교수님, 김선진 교수님, 그리고 학·연 협동 기계공학부 문창권 교수님을 비롯한 모든 교수님에게 깊은 감사의 말씀을 드립니다.

본 논문이 완성되기까지 시편가공에 협조해주신 기성정밀 서용우 사장님, 몰드링 이수식 사장님에게 감사 드리고, 아울러 가장 가까이에서 헌신적으로 논문 전 과정을 도와준 일본 요코하마 국립대학 박사과정에 있는 이상기군 과 지금도 재료공학 실험실에서 연구에 몰두하면서 논문이 완성될 수 있도록 도와준 김진한 군, 김현수 박사, 박소순 님 외 실험실 석·박사 과정의 모든 분께 감사의 마음을 전합니다.

한편, 학위과정동안 연구에 전념할 수 있도록 격려해주시면서 퇴임하신 부산 기능대학 조정달 학장님에게 진심으로 감사를 드리고, 그리고 조용호 학장님을 비롯한 모든 교수님 및 직원들에게 감사를 드리며 특히, 학문적으로 정신적으로 고뇌할 때 어려움을 같이한 서상하 교수님, 이정식 교수님 그리고 컴퓨터응용기계설계과 교수님에게 고마움을 드립니다.

끝으로 오늘이 있기까지 항상 걱정해주시고 격려해주신 형님, 누님, 형수님 그리고 장모님께 진심으로 감사 드리고 정말 어려운 여건에서도 항상 곁에서 헌신적으로 따뜻한 마음과 정성으로 내조해준 아내와 귀엽고 사랑스런 아들 효석이, 원석이와 이 기쁨을 나누고 싶습니다.

또한, 이 모든 기쁨과 결실을 하늘나라에 계시는 아버님, 어머님 영전에 이 논문을 받칩니다.

도와주신 모든 분께 진심으로 감사 드립니다.

박사학위과정을 마무리하면서

2002 년 7 월

都 在 潤 拜 上