

표면복제 표준절차 개발

박중서, 이해무

한국표준과학연구원 시설안전계측연구센터

Development of Standard Procedures for Surface Replication

Jong Seo Park and Hae Moo Lee

Center for Structural Integrity Measurement, KRISS

1. 서론

고온·고압의 사용 환경에서 사용되는 각종 플랜트 설비들은 사용과 함께 점차 열화되어 가고, 이로 인하여 손상도 및 위험도도 함께 증가하게 되므로, 경년 설비들의 건전성 확보 및 수명 연장을 위하여 이들의 정밀진단 및 수명평가가 국내외적으로 많이 이루어지고 있다.

재질 손상을 평가하는 방법은 크게 물리적 성질의 변화와 금속조직학적 변화를 측정하는 방법으로 나눌 수 있는데 이중에서 금속조직학적 방법은 손상을 직접 육안으로 검출할 수 있어서 실용성이 크고, 높은 정확도의 수명 평가가 가능하기 때문에 많이 이용되고 있다. 특히 보일러 재질의 경우에는 용접성을 높이기 위하여 탄소 함유량이 낮은 재질을 많이 사용하는데 이러한 재질에서는 물리적 성질의 변화가 작기 때문에 금속조직의 변화를 관찰하는 것이 손상평가에 더 적합한 것으로 알려져 있다.

그러나 대부분의 설비 진단 시에는 설비로부터 금속조직을 관찰하기 위한 시험편 채취가 어려우므로, 이러한 제약 조건을 해결하기 위해 일차적으로는 이동이 가능한 소형 포터블 연마기와 이동식 현미경을 사용하여 설비 표면에서 조직을 직접 관찰한다. 그러나 이 방법은 해석 능력이 떨어지고, 경우에 따라서는 설비 구조상 조직의 직접 관찰이 불가능한 경우가 생기기도 한다. 이와 같은 이유 때문에 금속조직을 다른 물질에 전사(轉寫)시켜 복제(複製)시킨 후, 이를 실험실로 가져와 여기에 전사되어 나타난 조직을 관찰, 분석함으로써 설비의 상태를 판단하게 되는데, 이를 관찰 방법의 이름을 따 표면복제법(surface replication technique)이라 부르고 있으며, 이것은 설비의 정밀진단 및 수명평가를 위하여 사용되고 있는 많은 기법 중 가장 보편적으로 사용되고 있는 방법이다.

레플리카의 채취 및 관찰 요령에 대해서는 1974년에 제정된 국제규격 ISO 3057 (Non-destructive Testing — Metallographic Replica Techniques of Surface Examination)[1]이 있으며, 미국의 경우에는 1987년에 ASTM E 12의 긴급규격이 제정되어 1990년에 정식 규격화된 ASTM E 1351 (Standard Practice for Production and Evaluation of Field Metallographic Replicas)[2]이 있다. 이들 규격은 레플리카

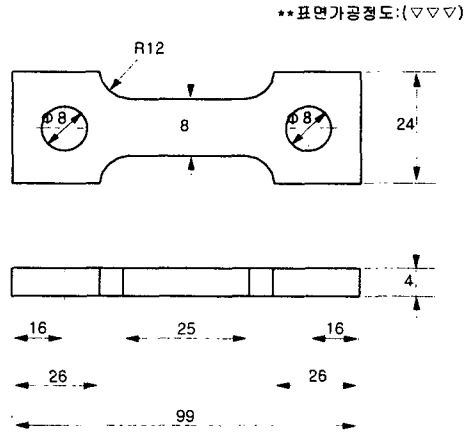


Fig. 1. Geometry of creep specimen.

채취를 위한 금속 표면 준비법, 채취 기법, 레플리카 검사시 현미경 배율 및 해석법 등에 대해 설명하고 있다. 그러나 이들 규격에서 언급된 표면복제 절차에 대한 설명만으로는 현장 적용이 쉽지 않기 때문에, 미국을 비롯한 유럽의 여러 수명평가 전문기관은 나름대로 표면복제 절차를 구체적으로 설정하여 사용[3]하고 있으며 일본에서도 이에 대한 필요성을 인식하여 관련 연구를 수행[4]한 바 있다.

국내의 경우에는 외국 기관에서 사용하는 절차들을 그대로 사용하고 있으며, 작업의 편리성 및 작업 시간의 최소화 등의 이유로 제안된 여러 방법 중 주로 가장 간단한 방법을 채택하려는 경향이 많다. 그러나 현재 사용되고 있는 방법들에 대한 검증이 이루어진 바 없으므로 먼저 이들에 대한 검증이 필요하며, 그 결과에 따라 국내에서 공통으로 사용할 수 있는 통일된 절차를 마련해야 한다. 이러한 이유로 박 등[5]에 의해 표면복제 절차 수립 관련 기초 연구가 수행된 바 있는데, 그들은 pearlite화 한 탄소강을 이용하여 0.034 mm cellulose acetate film에 미세조직을 전사시킨 뒤 Au를 2분 정도 증착시키는 것이 최적 조건임을 밝혔다. 그러나 크리프 기공을 관찰하고자 할 경우 시험편 표면 준비에 대한 필요 요건에 대해서는 보고된 바가 없으며, 이로 인하여 아직 표준화 단계까지는 이르지 못한 상태이다. 따라서 정확한 손상 평가를 하기 위하여 기존에 사용되고 있는 표면복제절차의 검증이 필요하며, 이들의 장단점을 파악하여 표면복제에 필요한 최적 조건을 설정하고 이를 바탕으로 한 절차표준화가 바람직하다.

2. 실험방법

기공의 정확한 관찰을 위한 표면복제 절차를 확립하기 위해서는 손상을 입은 사용재가 필요하지만, 각 손상 단계에 해당되는 사용재를 구하기란 그리 쉽지 않다. 한편 크리프 기공에 의한 손상은 주로 용접열영향부(HAZ)에서 발생되고 있

Table 1. Chemical composition of 2¼Cr-1Mo steel (wt. %).

Element	C	Si	S	P	Mn	Cr	Mo	Ni	Cu	V
Concentration	0.11	0.38	0.02	0.014	0.47	2.34	1.03	0.33	0.139	0.003

다.

따라서 본 연구에서는 Table 1과 같은 화학적 조성 및 Photo 1의 미세조직을 갖는 2¼Cr-1Mo강을 이용하여 기공이 존재하는 열화재를 모사·제작하고 이를 이용하여 기공을 정확히 관찰할 수 있는 시험편 준비 절차를 확립하고자 하였다. 이를 위하여 먼저 1,300 °C에서 5분간 유지시킨 후 유냉하여 HAZ를 모사시킨 모사재를 제작^{주1)}하였는데, 경도는 Hv(1kgf) 336이었으며 미세조직을 Photo 2에 나타내었다. 이 모사재를 2¼Cr-1Mo 강외 파괴기구영역도(fracture-mechanism map)[6]를 참조하여 575 °C에서 120 MPa의 응력을 가하여 크리프 시험(크리프파단시간 : 3,232 시간)함으로써 인위적으로 기공을 생성시킨 열화재를 작성하였다. 사용된 크리프 시험편의 형상을 Fig. 1에 나타내었다.

Grinding 및 polishing에는 회전속도 조절이 가능한 덴마크 Struers사의 휴대용 연마기를 사용하였고, 미세조직 관찰 및 사진 촬영에는 독일 Leitz사의 광학현미경을 사용하였다.

실험 방법은 조직 관찰을 위해 통상적으로 사용되는 방법과, 검증은 되지 않았지만 크리프 기공 관찰시 국내에서 그동안 많이 사용하여 오던 방법을 함께 적용하여, 크리프 기공이 생성된 시험편을 조사·비교하였다.

전자의 방법은 pearlite화 시킨 STC6강을 이용하여 레플리카 채취 절차 결정을 위한 예비 시험을 할 때 사용되었던 방법[5]과 동일하므로 설명을 생략한다.

반면에 후자의 방법은 전자의 방법과는 달리 각 grinding 및 polishing 단계의 중간마다 시험편을 etching시켜 주고 최종 polishing도 세 번 반복 실시하여 작업면에 발생될 수 있는 변형층을 충분히 제거함으로써 변형층에 의해 기공이 묻혀 버리는 것을 방지하는 효과를 기대하였는데, 그 순서를 자세히 정리하면 다음과 같다.

- ① #50 연마지로 스케일 제거 → very heavy etching → alcohol 세척
- ② #120 연마지로 grinding → heavy etching → alcohol 세척
- ③ #220 연마지로 grinding → heavy etching → alcohol 세척
- ④ #400 연마지로 grinding → heavy etching → alcohol 세척

주1) 용접열영향부(HAZ)를 모사하기 위해서는 일반적으로 HAZ 재현 열처리 후 응력제거열처리(예: 720 °C × 6 hr AC)를 실시한다. 이러한 경우 크리프 파단에 이르는 시간이 매우 길어질 것으로 예상되는데, 본 연구의 경우에는 크리프 기공을 생성시키는 것이 주목적이므로 연구 기간을 고려하여 응력제거열처리는 생략하였다.

- ⑤ #800 연마지로 grinding → medium etching → alcohol 세척
- ⑥ #1200 연마지로 grinding → medium etching → alcohol 세척
- ⑦ 6 μm polishing (6 μm diamond paste, polishing cloth, lubricant 사용)
→ acetone 세척 → medium etching → alcohol 세척
- ⑧ 1 μm polishing (1 μm diamond paste, polishing cloth, lubricant 사용)
→ acetone 세척 → light etching → alcohol 세척 → 1 μm polishing
→ acetone 세척 → light etching → alcohol 세척 → 1 μm polishing
→ acetone 세척 → medium etching → alcohol 세척 → 레플리카 채취

단, 다음 단계의 grinding이나 polishing 시에는 그 방향이 전 단계의 방향과 수직이 되도록 하였다.

3. 실험결과 및 고찰

기공의 크기는 수 μm 이하인 반면에 grinding과 polishing에 의한 두께 감소는 보통 $20\mu\text{m} \sim 30\mu\text{m}$ 정도 감소[7]된다. 따라서 독립기공의 경우에는 한번 확인되었던 기공도 grinding과 polishing을 다시 하면 그 위치에서 다시는 그 기공을 확인할 수 없었으므로 중간 etching의 필요성을 직접 확인할 수는 없었다. 그렇지만 시험편 전체에 대한 전반적인 관찰 결과는 중간 etching의 필요성에 대한 확증을 갖게 해주었으며, 이 점은 다음과 같이 연결기공에 대한 관찰 결과로 직접 입증될 수 있었다.

Photo 3은 연결기공 발생 영역을 레플리카 채취한 뒤 2분간 Au를 증착시킨 뒤 관찰한 결과이다. Photo 3(b)로부터 뚜렷하게 나타난 많은 크리프 기공(예를 흰색 화살표로 표시)을 관찰할 수 있다. 반면에 Photo 4는 Photo 3과 동일한 영역을 중간 etching 없이 관찰한 결과로서, 연결기공이라고 판단되기보다는 마치 결정입계 처럼 오인될 수 있도록 나타나 있음을 볼 수 있다. 따라서 크리프 기공을 정확히 관찰하기 위해서는 조직 관찰에 사용되는 통상적인 방법을 사용하여서는 안되고, 중간 etching이 포함된 grinding 및 3회 반복의 polishing이 필요하다는 것을 알 수 있다. 또한 미시균열의 경우에도 이와 같은 경향이 나타남을 확인할 수 있었다.[7]

한편 현장에서 레플리카를 채취할 경우에는 etching액 농도나 etching 시간을 일정하게 하더라도 작업 환경에 따라 etching 정도가 크게 좌우되어 항상 일정한 품질의 레플리카를 얻을 수 있는 것은 아니다. 또한 현장 작업이 끝난 뒤 etching 정도가 적절치 않아 양질의 레플리카를 얻을 수 없었다고 판단되더라도 현장 특성상 다시 레플리카를 채취할 수 있는 경우는 흔치 않다. 따라서 이러한 점을 보완하기 위해서는 현장에서 레플리카를 채취할 경우 최종 etching을 3 단계(light, medium, heavy)로 함으로써 적어도 한 개는 양질의 레플리카를 얻을 수 있도록 하는 것이 좋을 것이다. 따라서 현장에서의 레플리카 채취 절차는 다음과 같이

설정하는 것이 좋다고 판단된다.

① ~ ⑦ 단계는 동일

⑧ 1 μm polishing (1 μm diamond paste, polishing cloth, lubricant 사용)

→ acetone 세척 → light etching → alcohol 세척 → 1 μm polishing

→ acetone 세척 → light etching → alcohol 세척 → 1 μm polishing

→ acetone 세척 → light etching → alcohol 세척 → 레플리카 채취

→ alcohol 세척 → medium etching → alcohol 세척 → 레플리카 채취

→ alcohol 세척 → heavy etching → alcohol 세척 → 레플리카 채취

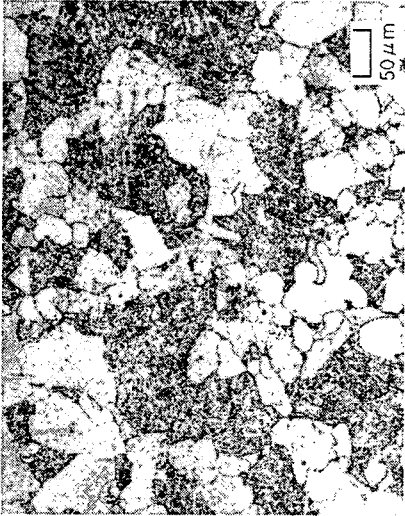
4. 결 론

2.25Cr-1Mo강 용접열영향부 모사재를 제작(1,300℃에서 5분간 유지 후 유냉)하고 이 모사재에 대한 크리프시험(575℃, 120 MPa)을 통하여 인위적으로 기공을 생성시킨 열화재를 작성한 뒤, 이를 이용하여 레플리카 채취에 적합한 최상의 조건을 구함으로써 이를 표면복제 표준절차로 설정하고자 하였으며 그 결과를 요약하면 다음과 같다.

- (1) 크리프 기공을 정확히 관찰하기 위해서는 조직 관찰에 사용되는 통상적인 방법을 사용하여서는 안되고, 중간 etching을 포함한 grinding 및 3회 반복의 polishing이 필요하다.
- (2) 현장에서 레플리카를 채취할 경우에는 양질의 레플리카를 적어도 한 개는 얻어야 하므로, 현장 특성상 최종 etching을 3 단계(light, medium, heavy)로 하는 것이 좋다.

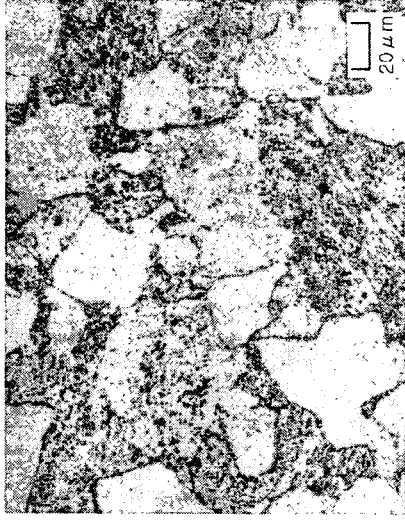
참 고 문 헌

1. ISO 3057 (1998)
2. ASTM E 1351 (1996)
3. D. W. Gandy and S. J. Findlan : EPRI TR-103592-V1, Electric Power Research Institute, pp.3-A-1 - 3-A-19 (1996)
4. 田中良平 外 : 日本鉄鋼協会 特定基礎研究会 構造材料の信頼性評価技術部会 高温強度WG 研究成果報告書 (1991)
5. 박종서, 이해무, 백운봉 : 제12회 재료강도 심포지엄 및 가스터빈재료 워크숍, 대한금속학회, 1998년 1월, 창원, pp.521 - 527 (1998)
6. R. J. Fields, T. Weerasooriya, and M. F. Ashby : Met. Trans. A, Vol. 11A, pp.333 - 347 (1980)
7. 문한규 외 : KRIS-99-060-IR, 한국표준과학연구원 (1999)

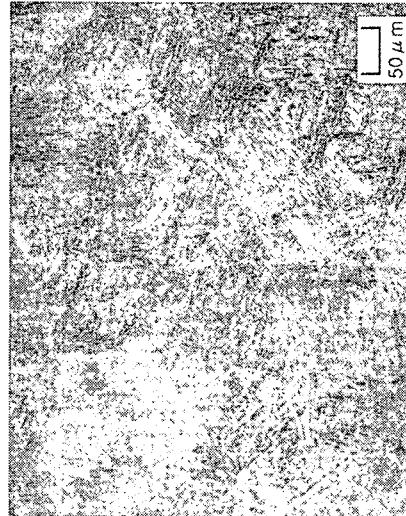


(a)

Photo 1. Optical micrographs of as-received $2\frac{1}{4}$ Cr-1Mo steel.



(b)

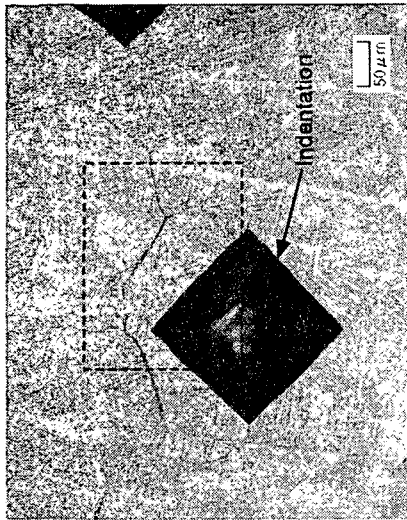


(a)

Photo 2. Optical micrographs of simulated HAZ for $2\frac{1}{4}$ Cr-1Mo steel.

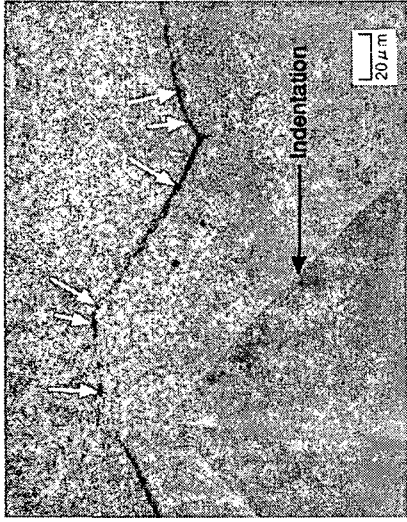


(b)

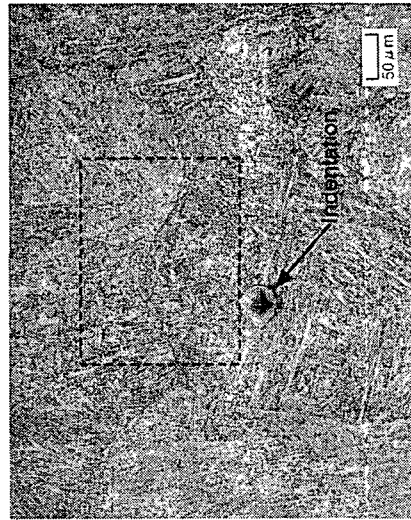


(a)

Photo 3. Optical micrographs of replica taken after three polishing/etching cycles, showing cavities(white arrows).

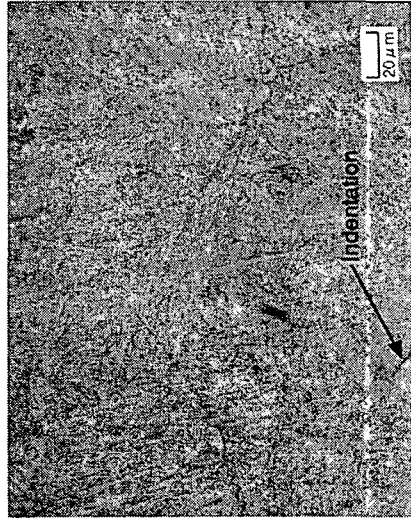


(b)



(a)

Photo 4. Same section as shown in Photo 3, but after further grinding and polishing without interstage etching. Apparently no cavities are recognized.



(b)