

W치환 2205 이상 스테인리스강의 크리프 특성 평가에 관한 연구

Evaluation of Creep Properties of W-substituted 2205 Duplex Stainless Steel

김기엽*, 최병호*, 남기우**, 안용식**†

Gi-Yeob Kim*, Byong-Ho Choi*, Ki-Woo Nam** and Yong-Sik Ahn**†

초 록 22Cr-5Ni 2상 스테인리스강의 합금원소 중 몰리브덴(Mo) 원소를 텅스텐(W)으로 치환하여 크리프거동에 미치는 영향을 조사하였다. 크리프시험은 600 °C와 650 °C의 온도에서 실시하였다. 650 °C 크리프 시에는 취약한 금속간화합물인 σ 상이 석출하였으며 이것은 크리프수명을 급격히 감소시키는 역할을 하였다. Mo에 대한 W원소의 치환은 일반적으로 σ 상의 석출을 지연시킨다고 알려져 있으나, 2wt.%까지 W 치환을 실시한 본 연구범위에서는 크리프 수명 및 최소 크리프속도에 뚜렷한 영향을 미치지 못하였다. 크리프손상의 정도를 평가하기 위하여 크리프 시편에 대한 초음파검사를 실시하였다. 크리프온도 600 °C에서는 크리프시편의 수명이 증가함에 따라 음속이 비례적으로 증가하였으나 650 °C에서는 반대로 감소하였다.

주요용어: 2상 스테인리스강, 텅스텐 치환, 크리프 특성, 미세조직 변화, 초음파 비파괴검사

Abstract The effect of the substitution of Tungsten(W) for Molybdenum(Mo) on the creep behaviour of 22Cr-5Ni duplex stainless steel(DSS) has been investigated. Creep tests were carried out at 600°C and 650°C. Intermetallic σ phase is precipitated during creep at 650 °C, at which creep rupture time was much lower compared with at 600 °C. The substitution of W for Mo in the duplex stainless steel was known to retard the formation of σ phase. Minimum creep rate and creep rupture time, however, were hardly influenced by the substitution of 2wt.% W. An ultrasonic measurement for the creep specimens has been carried out for the evaluation of creep damage. The sound velocity increases proportionally with the increase of creep rupture time at 600 °C of creep temperature. On the contrary, the sound velocity decreases with the increase of rupture time at 650 °C, which can be correlated with the microstructural evolution during creep.

Keywords: duplex stainless steel, W-substitution, creep properties, microstructural evolution, ultrasonic nondestructive evaluation

1. 서 론

Duplex stainless steel(DSS)은 austenite(γ)와 ferrite(δ)가 혼재하는 미세조직상의 특성으로 인하

여 austenite, ferrite단상으로는 얻을 수 없는 우수한 내식성과 기계적인 특성을 가지고 있어 그 사용량 및 활용도가 점차 증가하고 있는 추세에 있다. 기존의 오스테나이트계 스테인리스강은 면심입방구

조를 가지므로 인성과 연성이 우수한 반면에 항복 강도가 낮은 단점을 지니고 있으며, 페라이트계 스테인리스강은 체심입방구조를 가지므로 항복 강도가 높은 반면에 인성과 연성이 떨어지는 특성을 지니고 있다. 이상 스테인리스강은 이러한 오스테나이트와 페라이트가 공존하여 양 쪽의 장점을 포함하는 우수한 내식성과 고온강도 등을 동시에 가지고 있어 화학 설비, 석유, 발전 설비 등의 분야에 많이 적용되고 있다. 또한, 산업이 고도화됨으로 인해 소재의 사용 환경이 점점 열악해짐에 따라 부식 저항성 및 기계적인 성질을 향상시키기 위해 고합금화 경향을 띄게 된다[1].

이상 스테인리스강은 다른 강종에 비해 합금 원소들이 다량 첨가 되어있기 때문에 제조 및 열처리 시 다양한 석출상이 생성됨으로 인해 취화를 야기하기 쉬운 단점이 있다. 특히 600℃~950℃의 고온에서 석출되는 σ 상은 매우 취약한 금속간 화합물로서 이상스테인리스강의 내식성과 고온강도를 저하시키는 가장 큰 요인으로 알려져 있다[2]. 이상 스테인리스강에 첨가되어 있는 중요 합금 성분 중의 하나인 Mo은 PRE(pitting resistance equivalent) 지수를 상승시켜 내식성을 향상시키는 원소이나, 고온에서 σ 상의 형성을 촉진한다. 이러한 2차상은 합금의 충격인성을 감소시키고 내식성을 급격히 저하하므로 이러한 현상을 억제할 목적으로 Mo 대신에 W을 치환하는 것에 관한 많은 연구가 수행되어 왔다. W은 주기율표상에서 Mo와 같은 족에 속해 있는 원소로서 물리적, 화학적인 성질이 거의 비슷하며 가격도 Mo에 비해 저렴하므로 Mo를 대체할 수 있는 원소로 주목받고 있다.

본 연구에서는 Fe-22Cr-5Ni-3Mo를 기본 조성으로 하여 Mo의 일부를 2.0wt% W으로 치환하여 제조한 합금을 온도와 하중을 달리하여 일정 하중 크리프 실험을 수행하였다. 크리프 시험 후 온도와 하중에 따른 크리프 특성 즉, 크리프 응력에 따른 크리프 수명, 균열전파 양상 및 미세조직 변화를 관찰하였으며 시험결과로부터 응력지수(n)등을 구하여 이 재료의 고온 크리프 변형 특성을 조사하고자 하였다.

실제 구조재료의 취화정도를 직접적으로 측정할 수 있는 신뢰도 있는 비파괴적 평가기술의 개발이 요구되고 있으며 이를 위해 이상 스테인리스강에서 발생하는 여러 상변태의 검출신호에 대한 영향을 규명하며 크리프에 따른 기계적 성질변화와 초음파 신호 특성과의 상관관계를 규명하고자 하였다.

2. 실험 방법

본 연구에 사용된 시편은 22Cr-5Ni을 기본조성으로 하고, W 이 Mo 을 2% 치환한 2가지 합금을 진공유도용해로(ULVAC)에서 30kg 잉곳으로 제조하였으며 각 합금들의 합금성분은 Table 1에 나타내었다.

제조된 잉곳은 1300℃에서 2시간동안 재가열한 후에 최종 두께가 12 mm가 되도록 열간 압연하였다. 또한 1100℃에서 30 min동안 용체화 처리를 실시하여 오스테나이트와 페라이트의 비율이 약 50:50 이 되도록 하였다.

시험편은 용체화 처리한 모재에서 압연방향에 평행하도록 총 길이 78.5 mm, 표점간 거리 40 mm, 게이지부 지름 6 mm 가 되는 봉상 형태로 가공하였다. 크리프 시험은 대기 중에서 일정하중 방식으로 600℃와 650℃에서 264 MPa~300 MPa의 응력으로 실시하였고, 시험 시작 시에는 일정온도에 도달할 때까지 약 2시간 동안 5 MPa의 하중을 부과하여 전체의 축이 팽팽한 상태를 유지하도록 한 후 시험하중을 부과하였다. 시편의 양쪽 끝에는 LVDT(linear variable differential transformer)를 부착하여 변형량을 측정하였다.

크리프 전후의 미세조직 변화는 광학 현미경(OM), 주사전자 현미경(SEM)을 이용하여 관찰하였다. 광학현미경 및 SEM 관찰용 시편은 40% NaOH 용액에서 전류밀도 2-3 A/cm²으로 약 10-30 초 동안 전해 에칭하였다. δ/γ 의 상분율은 광학현미경에 부착된 image analyzer를 이용하여 측정하였다.

구조부재의 장기 사용에 따른 재료의 열화도를 측정하기 위해 비파괴적인 평가를 이용하였다. 일반적으로 초음파를 이용한 측정에서는 재료의 압전현상

Table 1 The composition of duplex stainless steels (wt%)

Element Specimen	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	W	Cu	N
3Mo	0.026	0.40	1.49	0.020	0.003	22.27	6.03	2.92	-	0.20	0.18
1.6Mo-2W	0.022	0.45	1.45	0.019	0.003	22.07	5.4	1.65	1.96	0.18	0.175

을 이용하여 소자의 진동을 재료에 전달하는 접촉식 탐상법이 주로 이용된다. 접촉식 탐상법은 탐촉자와 재료 사이의 초음파의 전달을 위해 접촉 매질을 이용하는데 본 실험에서는 오일을 재료에 얇게 바른 상태에서 측정하는 직접 접촉식을 이용하였다. 접촉 매질은 점성이나 음향 임피던스, 접촉 매질의 두께 및 온도 등의 영향에 따른 초음파의 변환특성을 고려하여 ZG-F를 사용하였다. 초음파 시험용 장치는 독일 Krautkammer Branson사의 Model USD 15 디지털 초음파 탐상기이었으며, GAGE사의 Model CS2125 고속 A/D변환기를 이용하여 실시간으로 초음파 신호를 계측하였다. 계측 시 사용한 탐촉자는 중심주파수가 5 MHz인 광대역 센서를 사용하였고 sampling rate는 30 MHz로 측정하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1. 미세 조직

Fig. 1(a,b)는 용체화 처리 후의 미세조직을 보여 주고 있다. 조직에서 보면 어두운 부분의 페라이트상과 밝은 부분의 오스테나이트상이 길게 분포하고 있으며, 다른 금속간 화합물은 관찰되지 않고 있다. 2종류의 시편은 미세조직 상으로 볼 때 W치환강의 결정립이 약간 미세한 점을 제외하고는 페라이트와 오스테나이트상의 분율 등에서 뚜렷한 차이점이 구분되지 않고 있다.

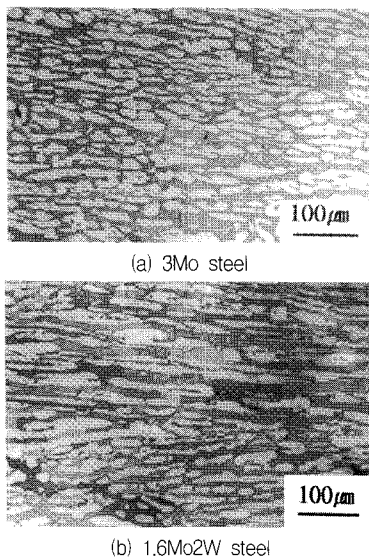


Fig. 1 Optical micrographs of 3Mo DSSs after solution annealing treatment at 1,100 °C for 30 min

3.2. 크리프 특성

Fig. 2는 600 °C에서 시험된 시편들의 크리프곡선을 나타내고 있다. 그림에서 초기변형(ϵ_0)이 높게 나타나는데 이것은 시험 시 부과중이 높았기 때문이라고 판단된다. 또한 시험 중 변형을 측정하는 LVDT가 gauge length부분이 아닌 시험편의 양쪽 끝의 길이변화를 감지하고 있으므로 초기에 발생한 변형 중 일부는 시편자체의 변형 외에 시험기계에서 LVDT 주변에 있는 축의 신장 등에 의한 변형도 함께 변형량에 포함되어 있으리라 생각된다. 그림에서 보면 부과중이 300 MPa로 높았던 경우 3Mo강의 크리프속도가 상대적으로 빠르고 파단시간이 약간 짧았던 것으로 나타나지만 부과중이 264 MPa의 경우 W치환강과 3Mo강의 크리프 거동에서 뚜렷한 차이점을 발견할 수 없었다.

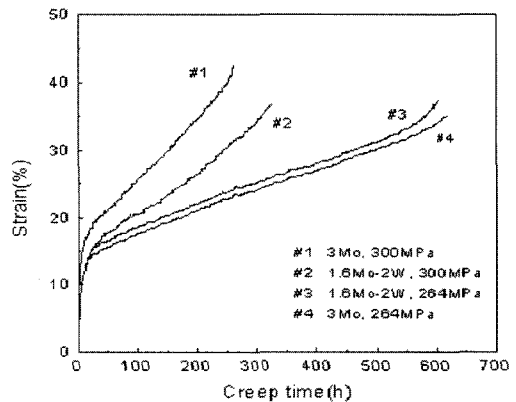


Fig. 2 Creep curves of duplex stainless steels at 600 °C

Fig. 3과 4에서는 크리프온도 600 °C, 650 °C에서 인가응력에 따른 파단시간 및 minimum creep rate($\dot{\epsilon}_m$)의 변화를 나타내고 있다. 그림에서 볼 수 있듯이 인가응력에 따라서 파단시간 및 $\dot{\epsilon}_m$ 은 3Mo강과 1.6Mo2W강 사이에 별다른 차이점이 발견되지 않고 있다. 특히 650 °C에서 시험하였을 때가 600 °C에서 보다 파단시간이 급격히 짧음을 알 수 있는데, 이것은 동일한 재료를 가지고 수행한 이전의 연구[3]에서 나타난 결과로서 예견될 수 있었던 결과이다. 즉 600 °C에서는 장시간 시효열처리를 실시하여도 내부의 δ 또는 γ 상의 상변화가 일부 소량만 발생하거나 또는 발생하지 않았으나, 650 °C에서 30 시간 이상 장시간 시효하였을 때에는 많은

량의 δ 상이 σ 상으로 변태하였으며 이렇게 변태된 σ 상이 재료의 인성 및 내식성을 저하시키는 결과를 가져왔다는 Ahn[3] 등의 연구결과와 잘 일치하고 있다.

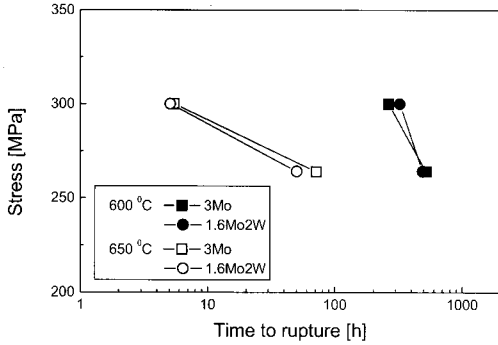


Fig. 3 Rupture time under applied stress at the creep temperatures of 600 °C and 650 °C

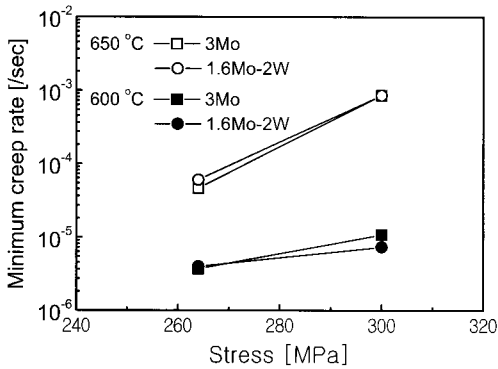


Fig. 4 Minimum creep rate vs. creep stress of duplex stainless steels

650 °C에서 발생하는 금속간화합물상인 σ 상은 기지조직에 비하여 훨씬 단단하고 취약하므로 크리프 변형 시 주위의 소성변형에 적응하지 못하고 탄성적으로만 변형하므로 σ 상 주위는 잔류응력을 가지게 된다. 이러한 잔류응력은 전위밀도를 상승시키고 이 때 발생하는 미소공동(microcrack)은 열적으로 불안정하므로 고온에서 공공(vacancy)을 응축시킨다. 응축된 공공은 공동(void 또는 cavity)으로 성장하고 서로 연결하여 재료의 크리프수명을 급격히 감소시키게 된다[4].

최소 크리프 속도는 응력 및 온도에 의존하는데, power law 크리프에서 응력 지수와 최소 크리프

속도 및 응력(σ)의 관계식은 식 (1)과 같이 표시할 수 있으며, 최소 크리프 속도의 온도 의존성은 식 (2)와 같이 표시된다.

$$n = \left(\frac{\partial \ln \dot{\epsilon}_m}{\partial \ln \sigma} \right)_T \tag{1}$$

$$Q_c = \left[\frac{\partial \ln \dot{\epsilon}_m}{\partial (-1/RT)} \right]_\sigma \tag{2}$$

여기서, n 은 응력 지수, Q_c 는 활성화 에너지 (kJ/mol), $\dot{\epsilon}_m$ 은 최소 크리프 속도, σ 는 인가응력 (MPa), R 은 기체상수, T 는 절대온도이다. 본 실험에서 얻어진 결과로부터 앞의 두 식을 이용하여 구한 n 과 Q_c 값을 table 2에 나타내었다.

Table 2 Stress exponent(n) and activation energy of DSSs

	Stress exponent (n)		Activation energy (Q_c , kJ/mol)	
	600 °C	650 °C	264 MPa	300 MPa
3Mo	8.4	22.7	340	585
1.6Mo-2W	5.1	20.8	365	638

650 °C에서 응력지수 n 은 대부분 10 이상으로서 보통 power law 크리프에서 관찰되는 4~6[5]에 비해 높게 나타났으며, 실험온도가 변화함에 따라 n 값이 변화했다. 응력지수 n 값은 크리프 강화기구와 관련이 있으므로 n 값이 변한다는 것은 크리프 변형 기구가 변한다는 것을 의미한다. 이 재료의 크리프 강화기구는 전위조직과 석출물의 안정성과 많은 관련이 있다. 따라서 650 °C로 증가함에 따라 n 값이 증가한 것은 미세조직의 열적 안정성이 감소하였다는 것을 의미한다. 이것은 응력변화에 따른 파단 시간의 차이가 적어서 미세조직의 열화가 크지 않았기 때문이다.

본 실험에서 얻어진 활성화 에너지 Q_c 도 table 2에서 보듯이 Fe의 자기확산에너지인 240 kJ/mol 보다 높게 나타났다. 이것은 여러 석출경화 합금에서와 마찬가지로 이 재료의 크리프 변형과정이 원자의 체확산에 의해 지배되는 과정이 아님을 나타낸다[6,7]. 이에 대해 Roesler와 Arzi[7]는 석출경화 합금에서 크리프 속도의 온도 의존성을 전위의 열 활성화 분리과정을 포함한 식 (3)과 같은 새로운 식으로 제안하였다.

$$\dot{\epsilon}_m = CD_v \exp \left[-\frac{E_d}{kT} \right] \quad (3)$$

여기서 C는 구조인자, D_v는 체확산계수, E_d는 전위를 석출물에서 분리시키는데 필요한 활성화 에너지, k는 볼츠만 상수, T는 절대온도이다. 또한 전위를 석출물에서 분리시키는데 필요한 활성화 에너지 E_d는 식 (4)와 같이 표현된다.

$$E_d = Gb^2 [(1 - k_R)(1 - \tau/\tau_d)]^{3/2} \quad (4)$$

여기서 G는 전단계수, b는 버거스 벡터, r은 석출물 반지름, k_R은 이완인자, τ는 전단응력, τ_d는 전위를 석출물에서 분리시키는데 필요한 전단응력이다. E_d는 높은 응력 의존성을 보이며, 인가응력이 증가할수록 감소한다. 본 실험의 경우, 3Mo와 1.6Mo-2W의 경우에 있어서는 인가응력이 증가할수록 활성화 에너지가 증가하였다.

활성화 에너지는 석출물의 크기와 체적분율에도 관련이 있다. 즉 작은 석출물일수록 열 활성화 분리 과정이 발생할 확률이 높아지고, 또한 같은 크기에서는 체적분율이 클수록 Orowan응력이 커진다. 따라서, 석출물이 너무 작아 전위의 장애물로서 역할을 하지 못하는 경우를 제외하고는 석출물의 크기가 작고 체적분율이 클수록 활성화 에너지는 높아진다.

3.3. 크리프 후 미세조직 변화

이상스테인리스강은 ferrite상과 austenite상으로 되어 있는데, austenite상은 ferrite상에 비하여 slip 계가 다양하고 slip에 필요한 임계분해전단응력이 낮아 소성변형이 상대적으로 쉽게 발생하기 때문에 더 큰 연성을 지닌다. 한편 페라이트상은 높은 응력부식저항성을 가지며 강도가 높으나 고온(650 ~ 1000 °C)에서 취약한 2차상(σ, χ, nitride 등)으로의 변태가 발생하기 쉬우며, 변태 시 내식성을 저하시키고 충격인성을 감소시킨다고 알려져 있다 [8]. 따라서 본 연구에서는 미세조직의 변화가 크리프 특성에 미치는 영향을 고찰할 목적으로 크리프 시험이 끝난 시편을 가지고 SEM-EDS분석을 실시하여 각 상의 성분 및 부피분율을 조사하였다.

일부시편에서는 Fig. 5에서 나타내는 바와 같이 크리프시험 후 δ와 γ-상 이외에도 금속간화합물 형태의 σ상이 관찰되었다. Table 3에서는 크리프 시험 후 각 상의 SEM-EDS분석 결과를 나타내고

있다. Ferrite 안정화 원소인 Cr, Mo 등의 함량은 δ-ferrite상에서 높게 나타나고 있으며, austenite 안정화 원소인 Ni은 γ-austenite에서 높게 나타났다. 3Mo강에 비해 1.6Mo-2W강의 ferrite 상에서 Cr, Mo함량이 상대적으로 낮게 나타났다. 이러한 결과는 이전의 연구[3,9]에서 나타난 결과와 잘 일치하고 있다. Table 4에서는 각 상들의 부피분율을 조사하여 나타내었다. 크리프 전의 미세조직에서는 γ와 δ-상의 부피분율이 대략적으로 50:50 이었으나 크리프 시험 후에는 각상들의 성분분율의 변화가 발생하였다. Table 4에서 나타난 흥미로운 사실 중 하나는 600 °C 크리프 후에는 미세조직 상의 상변화가 뚜렷하지 않았으나, 650 °C, 265 MPa 크리프 후(크리프 파단시간: 50-70 시간)에는 δ상이 급격히 감소하고 σ상이 증가하였다는 것이다. 이것은 다른 연구[3,9]에서 나타난 결과와 유사한 경향을 나타내고 있으며 Ahn[3] 등은 650 °C의 낮은 온도에서도 30시간 이상 장시간 열처리 시 δ → γ + σ의 변태과정에 의해 δ 페라이트가 분해하면서 새로운 금속간화합물상인 σ상을 형성한다고 하였다. 그의 연구에 의하면 650 °C는 변태속도가 느린 구간이어서 변태량이 많지 않았다고 하였지만, 본 크리프시험에서는 부과된 응력이 있고 전위밀도가 높기 때문에 원소의 확산속도가 빨라져 변태속도가 증가하게 되므로 순수한 열처리 시보다 많은 σ상이 석출되었다고 생각된다. 이와 같이 취약한 σ상의 석출은 석출상 주위에 미소공동의 형성을 발생시켜 크리프수명을 단축시키므로 650 °C에서의 응력지수 n값이 급격히 증가하였다고 생각된다.

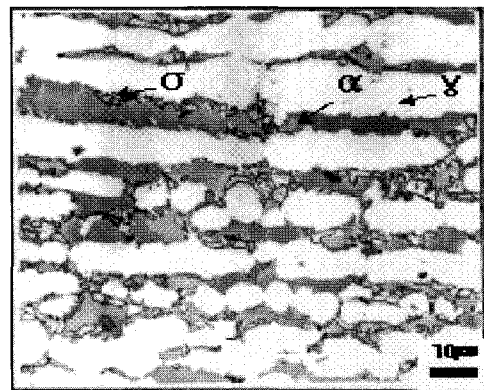


Fig. 5 The SEM micrograph of 3Mo DSS crept at 650 °C and 300 MPa

Table 3 SEM-EDS analysis of each phase in duplex stainless steel (wt%)

Steel	Phase	Cr	Ni	Mo	W	Fe
3Mo	δ	22.31	5.4	4.45	-	bal.
	γ	20.9	7.56	2.54	-	bal.
	σ	29.8	3.37	5.74	-	bal.
1.6Mo-2W	δ	21.64	4.96	1.08	1.68	bal.
	γ	21.58	7.18	1.11	1.97	bal.
	σ	30.13	3.57	5.65	3.04	bal.

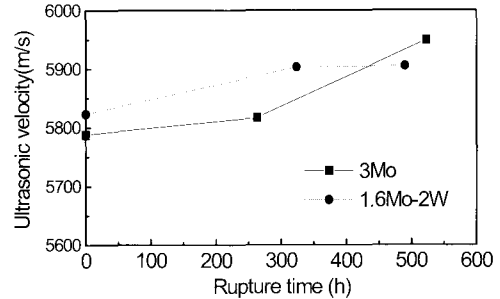
Table 4 The volume fraction(%) of each phase in duplex stainless steels after creep

Steel	Phase	Creep temperature			
		600 °C		650 °C	
		264 MPa	300 MPa	264 MPa	300 MPa
3Mo	δ	44.0	49.4	26.5	45.6
	γ	53.1	50.6	59.3	51.6
	σ	2.2	-	14.2	2.8
1.6Mo-2W	δ	42.6	48.2	30.5	47.2
	γ	55.4	51.8	57.8	51.5
	σ	2.0	-	11.7	1.3

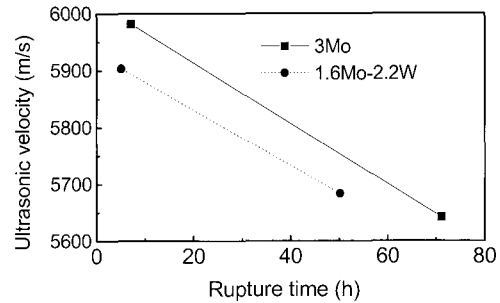
3.4. 크리프 수명에 따른 음속의 변화

Fig. 6은 음속의 변화를 나타내고 있다. 600 °C에서는 수명이 증가함에 따라 음속이 증가하는 경향을 나타내었다. 일반적인 경우에 있어서는 크리프 파단 시간이 증가할수록, 크리프에서 조직변화인 결정립내의 아결정립 및 이들 입계의 다수 형성에 의해 음속이 감소한다는 보고가 있다[10,11]. 그러나, 본 연구에서는 Fig. 7의 (c), (d)에 나타내었듯이 크리프 수명이 증가함에 따라서 조직이 미세화되어 음속이 증가되었다고 여겨진다. 한편 그림의 (a), (b)에서 보여주는 바와 같이 650 °C에서 실험한 경우에 있어서는 크리프 수명의 증가와 더불어 조직이 조대화 됨으로서 초음파의 음속이 감소하였다. 이것은 결정립이 조대화 하면 음속의 감소에 큰 영향을 미친다고 보고한 결과와 잘 일치한다[12,13].

그리고, 용체화처리 후의 시편을 비교해본 결과 W이 함유될수록 즉, ferrite의 분율이 높을수록 음속이 높게 나타남을 알 수 있었다.



(a) 600 °C



(b) 650 °C

Fig. 6 Variation of sound velocity with rupture time

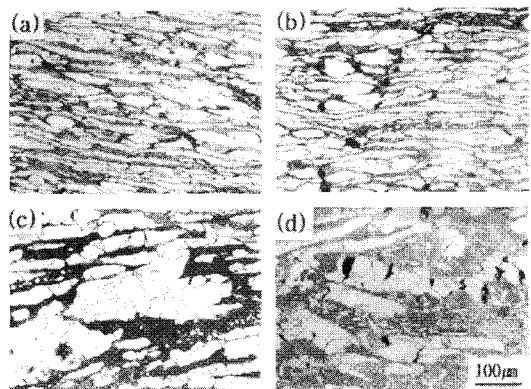


Fig. 7 Optical micrographs of 3Mo with creep rupture time. (a) $t_r = 5.45$ h (650 °C, 300 MPa), (b) $t_r = 71.08$ h (650 °C, 264 MPa), (c) $t_r = 263.12$ h (600 °C, 300 MPa), (d) $t_r = 522.47$ h (600 °C, 264 MPa)

3.5. 크리프 수명에 따른 주파수 변화

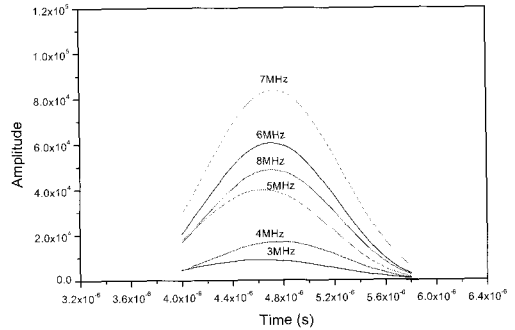
본 연구에 사용된 중심 주파수 5 MHz 광대역 탐촉자의 경우 초음파의 파장은 약 1 mm이고 사용된 탐촉자의 파장이 결정립 크기(10~30 μm)에 비해 15배 이상 크므로 Rayleigh 산란 영역에 속하게 된다. 따라서, 결정립 크기가 증가됨에 따라 초음파 감쇠는 증가되어야 한다.

초음파의 저면 에코 주파수는 결정립의 크기, 결정립계의 석출물 및 표면의 거칠기 등에 영향을 받기 쉬우며, 고주파수일수록 그 영향은 더 커진다. 본 연구에서는 시험편의 제1저면 에코의 높이를 탐상기의 CRT화면의 80 %로 일정하게 조정한 후, 제 1 저면 에코의 주파수 변화를 시간-주파수 해석법을 이용하여 분석하였다. 주파수가 높을수록 열화 손상에 따른 결정립이 조대화와 석출물 등에 의한 산란 및 감쇠의 영향을 받기 쉽기 때문에, 고주파수 성분은 열화 시간의 증가에 따라 급속히 감소되고, 중심주파수도 저하되는 경향을 나타낸다. 또한, 고체내부를 전파하는 초음파는 일반적으로 분산성을 가지며, 재료의 점탄성 특징과 미세적인 구조에 의하여 분산성은 현저하게 달라질 수 있다.

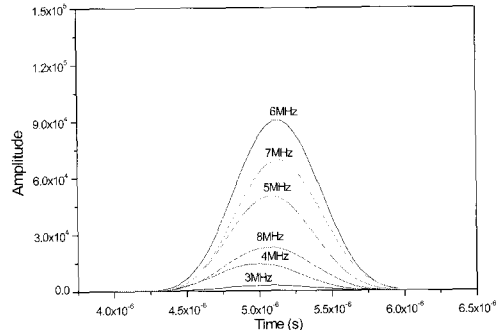
보통 초음파 펄스는 어느 유한의 대역폭을 지니며 그 대역에 포함된 여러 종류의 주파수 성분으로 구성되기 때문에 재료의 조직변화에 따른 에코 파형에 포함된 각 주파수 성분은 영향을 받기 쉽다. 따라서, 에코 파형에 포함된 각 주파수 성분의 조직변화에 따른 영향을 조사하기 위해, 모재와 크리프 파단이 일어난 시험편을 제 1저면 에코를 기준으로 각 주파수 성분의 변화를 측정하였다.

Fig. 8은 650 $^{\circ}\text{C}$ 에서 264 MPa과 300 MPa의 응력으로 크리프 테스트한 3Mo 시험편의 크리프 수명에 따른 진폭의 변화를 나타낸 것이다. (a)는 크리프 시험 전의 시험편으로 시험한 결과이며 주파수 성분의 진폭이 7 MHz, 6 MHz, 8 MHz의 순으로 나타나고 있다. (b)의 5.45시간 파단재는 6 MHz의 성분이 7 MHz 성분보다 높게 나타나고 있다. (c)의 71.08 시간 파단재부는 5 MHz의 성분이 6 MHz를 초과하여 가장 높게 나타나고 있다. 이와 같이 크리프 수명이 길어질수록 저 주파수 대역 성분들의 진폭이 높게 나타나고 있다. 이것은 열화에 따른 조직의 조대화와 석출물 등에 의하여 고주파 성분의 감쇠가 저주파보다 더 크게 일어나기 때문이라 여겨진다.

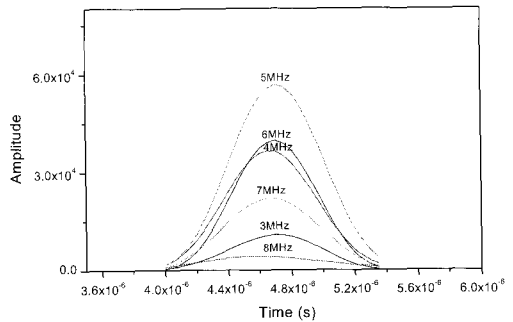
Fig. 9는 1.6Mo-2W 시험편의 경우로, (a)의 모재는 7 MHz, 6 MHz, 8 MHz의 순으로 나타나고 있다. (b)의 5.08시간 파단재는 6 MHz의 성분이 7 MHz 성분보다 높게 나타났다. (c)의 50.16시간 파단재는 (b)와 유사한 경향을 나타내었다. 이것은 W 첨가로 인해 3Mo강보다는 미세조직의 안정성이 향상되어졌기 때문이라 여겨진다.



(a) before creep

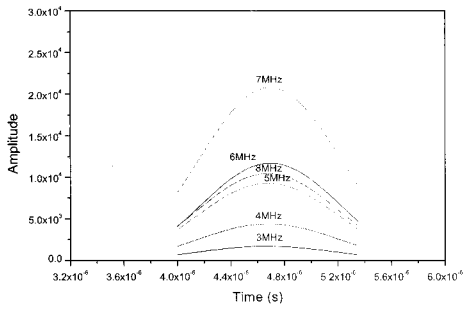


(b) $t_f = 5.45 \text{ h}$

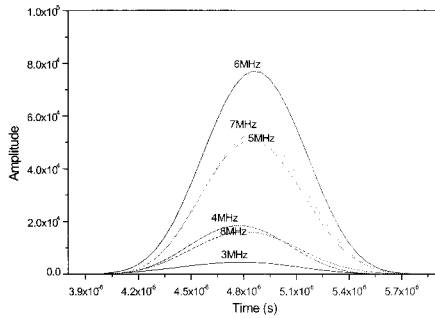


(c) $t_f = 71.08 \text{ h}$

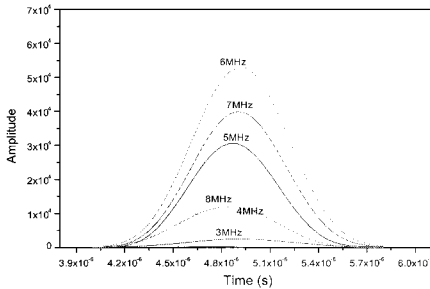
Fig. 8 Variation of amplitude for 3Mo according to time: (a) before creep, (b) 650 $^{\circ}\text{C}$, 300 MPa, (c) 650 $^{\circ}\text{C}$, 264 MPa



(a) before creep



(b) $t_f = 5.08$ h



(c) $t_f = 50.16$ h

Fig. 9 Variation of amplitude for 1.6Mo-2W according to time: (a) before creep, (b) 650 °C, 300 MPa, (c) 650 °C, 264 MPa

4. 결 론

Fe-22Cr-5Ni-3Mo합금계에서 Mo를 W으로 치환 함에 따라 600 °C와 650 °C 온도구역에서 하중을 달리하며 일정 크리프 시험을 수행하여, 초음파 특성과 비교한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. σ - γ 이상 스테인리스강에서 W의 치환은 600 ~650 °C 크리프 특성에 뚜렷한 영향을 미치

지 않았으며, 이것은 W의 치환이 고온에서 장시간 유지시 발생하는 σ 상의 석출을 방지하는 효과가 적었기 때문이다.

2. 응력지수 n값은 power law creep에서 관찰되는 것보다 높게 나타났으며, 활성화 에너지 Q_c 도 매우 높게 나타났다. 이러한 현상은 상대적으로 높은 온도인 650 °C에서 발생하는 $\delta \rightarrow \sigma$ 변태현상에 의한 영향으로 판단된다.
3. 크리프 손상에 따른 초음파 음속 측정결과 600 °C에서는 크리프 수명이 증가함에 따라 조직의 미세화로 인하여 음속이 증가하였지만, 650 °C에서는 이와는 반대로 조직의 조대화로 인해 음속이 감소하였다.
4. 초음파 신호의 각 주파수 성분의 진폭변화를 측정된 결과, 열화 손상이 클수록 고주파 성분의 감쇠가 크게 나타났다.

후 기

이 논문은 2001학년도 부경대학교 발전기금 연구비에 의하여 연구되었습니다.

참고문헌

- [1] Robert N. Gunn, "Duplex Stainless Steels", Abington publishing, pp. 14-47 (1997)
- [2] J. Li, T. Wu and Y. Riquier, " σ phase precipitation and its effect on the mechanical properties of a super duplex stainless steel", Mater. Sci. Eng., Vol. 174A, No. 2, pp. 149-156 (1994)
- [3] Y. S. Ahn and J. P. Kang, "Effect of aging treatments on microstructure and impact properties of tungsten substituted 2205 duplex stainless steel", Mat. Sci. Technol., V. 14, No. 4, pp. 382-388 (2000)
- [4] M. Kikuchi, K. Shiozawa and J. R. Weertman, "Void nucleation in Astroloy: Theory and Experiment", Acta. Met. Vol. 29, pp. 1747-1758 (1981)
- [5] J. Cadek, "Creep in Metallic Materials", Materials Science Monographs, Elsevier, pp. 60-78 (1988)

- [6] J. Cadek, V. Sustek and M. Pahutova, "The effect of finely dispersed particles on primary recrystallisation textures in Al-Mn-Si alloys", *Mater. Sci. Eng.*, Vol. 225A, No. 1, pp. 22-29 (1997)
- [7] J. Roesler and E. Arzt, "A new model-based creep equation for dispersion strengthened materials", *Acta Metall. Mater.*, Vol. 38, pp. 671-679 (1990)
- [8] J. E. Truman and K. E. Pirt, "Properties of a duplex stainless steel and effect of thermal history", Metals Park, OH, American Society for Metals (1982)
- [9] S. Atamert and J. E. King, "Sigma-phase formation and its prevention in duplex stainless steels", *Journal of materials Science Letters*, Vol. 12, pp. 1144-1151 (1993)
- [10] H. Willems, "Characterization of Creep Damage by means of Ultrasonic Technique", *Int. Conf. Life Assessment and Extension Proc. Ses. 2*, pp. 86-93 (1987)
- [11] 이상국, 정민화, "초음파에 의한 발전소배관재료의 크리프손상평가", *한국해양공학회지*, 제13권 제2호, pp. 99-107 (1999)
- [12] 이건찬, 오정환, 남기우, 이주석, "열화된 SUS 316강의 시간-주파수 해석에 의한 파괴평가", *비파괴검사학회지*, 제19권, 제4호, pp. 270-276 (1999)
- [13] 홍순택, 권숙인, 주용용, "초음파 감쇠측정에 의한 탄소강 미세조직의 비파괴적 평가", *대한금속학회지*, 제37권, 제7호, pp. 754-759 (1999)