가역투자율에 의한 첨단 페라이트강의 잔여수명에 대한 비파괴평가

Nondestructive Characterization for Remanent Life of Advanced Ferritic Steel by Reversible Permeability

홍승표*, 류권상**, 김정석***[†]

Seung-pyo Hong*, Kwon-Sang Ryu** and Chung-Seok Kim***[†]

초 록 가역투자율을 이용하여 차세대 에너지 설비 재료로 사용되는 첨단 페라이트강의 잔여수명을 비파괴 적으로 평가하고자 하였다. 가역투자율 측정법은 가역투자율 값이 자기 히스테리시스 루프의 미분과 동일하 다는 이론을 기반으로 하게 된다. 측정 원리는 한 가진진동수로 가변된 락-인 증폭기를 사용하여 탐지코일 에 유도된 조화성분들의 진폭 값을 기본으로 한다. 가역투자율의 피크 간격, 비이커스 경도 그리고 인장강도 는 시효된 샘플들에서 시효시간이 증가함에 따라서 감소하였다. 가역투자율의 피크 간격과 라손-밀러 파라 미터의 관계를 통해 첨단 페라이트강의 잔여수명을 비파괴적으로 예측하는 것이 가능해진다.

주요용어: 비파괴적 평가, 가역투자율, 첨단 페라이트강, 잔여수명

Abstract We present nondestructive characterization for remanent life of advanced ferritic steels, next-gen energy facility materials by reversible permeability. The reversible permeability is based on the theory that the value of reversible permeability is the same differential of the hysteresis loop. The measurement principle is based on the foundation of harmonics voltage induced in a sensing coil using a lock-in amplifier tuned to the frequency of the exciting one. The peak interval of reversible permeability(PIRP), Vickers hardness, and tensile strength(TS) of the aged samples decreased with aging time. We could estimate the remanent life of advanced ferritic steel by using the relationship between the peak interval of reversible permeability and Larson-Miller parameter(LMP), non-destructively.

Keywords: Nondestructive Evaluation, Reversible Permeability, Advanced Ferritic Steel, Lemanent Life

1. 서 론

발전설비의 고효율화를 위해 고온과 고압화의 실현이 필수적이며 사용 조건에 따라서 발전설비 소재는 크리프강도, 고온 내산화성 및 내식성 또 는 내수소침식 등의 우수한 특성을 필요로 하지 만 특히 고온 안정성과 강도 개선이 무엇보다 중 요하다고 하겠다. 고온과 고압하의 열효율 향상 을 위해서 초초임계압 발전설비의 보일러와 터빈 등의 기존소재로 널리 쓰이는 저 크롬 페라이트 계 강보다도 높은 크리프강도와 열적 안정성이 요구되고 있다. 따라서 고 크롬 페라이트계 강이 초초임계압 발전설비의 보일러와 증기터빈 등에 널리 사용되고 있으며 현재 차세대 원전 재료의 크리프강도 및 고온 안전성 향상을 위해 많은 활 발한 연구가 진행되고 있다[1-3]. 이러한 구조용 강종들은 템퍼드 마르텐사이트 래스구조를 나타 내며 Nb, V 그리고 N 등을 첨가함으로써 석출 강화 효과를 향상시키고 Cr, Mo 그리고 W 등을 첨가함으로써 고용 강화 효과를 향상한 강종이라 할 수 있다. 최근 Mo 대신 W을 대치함으로써 크리프강도를 향상시킨 고 크롬 페라이트 강들이 보고되고 있으며 몇몇 발전설비에 적용되고 있 다. 하지만 고온에서 장시간 사용할 경우 다양하

[접수일: 2013. 3. 22, 수정일: 2013. 4. 17, 게재확정일: 2013. 4. 19] *조선대학교 대학원 첨단소재공학과, **한국 표준과학연구원, ***조선대학교 금속재료공학과, ⁺Corresponding Author: Department of Metallurgical Material Engineering, Chosun University, Gwangju 501-759, Korea (E-mail: chs2865@chosun.ac.kr) ⓒ 2013, Korean Society for Nondestructive Testing 고 복잡한 미세조직의 변화현상으로 인해 크리프 강도 및 파괴인성 등의 기계적 성질이 저하되는 재료열화현상이 발생하게 된다. 그러므로 발전 설비의 건전성과 안전성 향상을 위한 모니터링을 위해 무엇보다 미시역학적인 이해로서 미세조직 에 대한 이해와 이들의 변화를 측정하고 모니터 링하는 기술이 선행되어야 할 필요성이 크다.

지금까지 발전설비의 손상진단에 관한 기존의 많은 비파괴평가기법 연구들이 보고되고 있다. 특히, 강자성체에 있어서 입계, 석출물, 전위 등 과 같은 미세조직은 자벽 고착이나 자벽 이동에 중요한 역할을 함으로서 자기적 성질에 큰 영향 을 미치는 것으로 잘 알려져 있다. 이러한 자기 적 특성 중 보자력 및 바크하우젠 노이즈는 미소 한 미세조직의 변화에도 매우 민감하게 변화하므 로 재료의 특성 평가 연구에 다양하게 적용된다.

Ryu 등은 이미 터빈 로터용 합금의 기계적 물 성변화와 1차 고조파에서 구한 보자력을 이용하 여 경도와의 상관성을 보고하였고, 자동차용 강 판의 항복강도 및 인장강도의 변화를 가역투자율 을 측정하여 실험적으로 강도 변화와 가역투자율 의 경험적인 상관성을 보고한바 있다[4,5]. 직류 자기장에 교류의 섭동자기장을 인가해 주면 주자 화 곡선은 부자화 곡선을 따라 변하게 되고 이때 자속밀도와 인가자기장의 미소변화비가 증분투자 율 (ΔB/ΔH)이다[6]. 특히, ΔH=0일 때가 가역투자 율이 된다. 그리고 가역투자율의 최대 피이크간 의 간격은 동적보자력으로 가역투자율을 측정함 으로써 보자력을 구하는 것이 가능하게 된다. 지 금까지 비록 많은 연구가들이 이론적 및 실험적 으로 재료의 미세조직 변화를 자기적 평가법을 이용하여 연구를 했지만 대부분의 보고들과 기술 들은 실제현장에 응용하기는 매우 제한적이다 [7-9]. 이들 진동시료자속계나 바크하우젠 노이즈 법은 보자력이나 자기적 변수를 매우 정밀하게 측정할 수 있으나 측정에 대한 시편이 별도로 필 요하게 되므로 현장 구조물을 검사하고 상시 모 니터링 하는데 어려움이 따르게 된다. 그러므로 높은 결함 검출 특성을 나타내며 실제 응용이 가 능한 비파괴평가기술의 개발이 절실한 실정이다. 따라서 본 연구의 목적은 장시간 고온 열처리 하여 재료열화가 나타난 첨단 페이이트기 12Cr 내열강에 대해 경도, 인장강도 및 투자율을 측정 하고 가역투자율의 첨두간격(peak interval of reversible permeability; PIRP)과 라손-밀러 파라미 터간의 상관성을 토대로 하여 잔여수명 예측에 대한 기초 자료를 제공하는데 있다.

2. 실 험

본 연구에 사용된 초내열강은 진공유도로 공정 을 통하여 용해 주조하여 제조하였다. 1100℃에 서 단조를 하고 4시간 노말라이징 처리 후 750℃ 에서 10시간 템퍼링 처리를 하였다. 이렇게 제조 된 12Cr 초내열강은 유도결합플라즈마 성분분석 기를 이용하여 화학적 조성을 정성 및 정량분석 하여 Table 1에 나타내었다. 재료열화를 가속화시 켜 시간에 따른 미세조직의 변화를 평가하기 위 해 700℃에서 최대 4000시간까지 시효 열처리를 수행하였다. 열처리 시간은 25, 50, 75, 100, 250, 500, 1,000, 2,000, 3,000, 그리고 4,000 시간이고 이는 실제 610℃의 스팀터빈온도에서 사용되어진 미세조직을 시뮬레이션하고자 하였으며 테이블에 나타낸 바와 같다. 그러므로 10단계의 서로 다른

(wt.%)

Tabla	1	Chemical	composition	of	boneybe	forritio	ctool
rapie		Chemical	composition	OI.	auvanceu	iemuc	steer

С	C Si M		Ni	Cr	Mo	W	V	Nb	В	Ν	Co	Cu	Al	Fe
0.19	19 0.06 0.13		0.52	11.0	0.09	3.45	0.21	0.06	0.01	0.033	2.97	0.01 0	0.004	bal.
Table 2	Table 2 Determi		of agir	ng tim	e at 700	°C for	equivalen	t micro	structu	ure servio	ed at 61	0 °C.		
Aging at 700	time ℃(h)	25	50		75	100	250	50	0	1,000	2,000	3,000	4	,000
Service time at 610℃(h)		3,790	8,14	40	12,710	17,470	,470 47,930 102,910 2		220,943	474,356	740,900	1,0	18,420	
Larson-Miller		20,820	21,1	13	21,284	21,406	21,793	22,0)86	22,379	22,672	22,843	22	2,965

열화단계를 갖는 재료열화재를 준비하였다. 특히 열처리시간은 라손-밀러 파라미터(Larson-Miller parameter)를 기반으로 선택하였다.

 $LMP = T(C + \log t) \tag{6}$

여기서 T는 열처리온도(K), C는 재료상수 그리고 t는 열처리시간(h).

라손-밀러파라미터의 변화가 시간과 온도의 함 수이기 때문에, 일반적으로 현재값은 주어진 운 용시간에 대한 동일열적이력을 추정하는 것으로 사용된다. 이후 추정온도는 잔존수명을 추정하는 표준 응력-파단 데이터와 관련하여 사용될 수 있 다. 시효시간은 Table 2에 정리하여 나타내었다.

열화시간에 따른 미세조직 관찰과 석출물의 크 기 및 분포를 결정하기 위해 비엘라시약으로 부 식 후 주사전자현미경을 이용하여 관찰하였다. 석출물은 약 1000 여개의 석출물에 대해 이미지 분석기를 사용하여 단위면적당 개수와 평균크기 를 통계적으로 분석하였다. 전위구조와 마르텐사 이트 래스를 관찰하기 위해 투과전자현미경 분석 을 이용하였으며 분석을 위한 박판의 시험편은 지름 3 mm 디스크로 가공 후 25%의 퍼크로릭 전해액으로 -15℃, 60 V에서 전해 연마하여 준비 하였다. 전위밀도는 Williamson-Hall 방법에 의한 측정하였다[10].

인장강도시편은 게이지 부분이 6.4 mm × 25.4 mm로 준비하고 ASTM E8에 따라 수행하였다. 미소경도시험은 비커스 경도시험기(Future Tech., HMV-2000)를 사용하여 500 gf의 시험하중, 10초의 유지시간으로 시험하였다. 측정된 기계적물성과 미세조직적 변화 그리고 전위밀도의 변화를 Table 3에 정리하여 나타내었다.

비파괴적으로 가역투자율을 측정하기 위해서 페라이트 코어의 표면형 프로브를 사용하였다. 페라이트 요크는 열림자기회로에 대한 자기소거 효과를 최소화하기 위해서 사용하였다. 요크형의 페라이트를 이용하여 탐지코일, AC 섭동코일, 그 리고 DC 자화코일을 권선하여 사용하였다. 직류 는 I/O acquisition 보드(National Instrument PCI-MIO-16XE-10)에서 발생한 파형을 전력증폭기 (Tecron 7562)로 증폭하여 인가하였고, 교류자기 장은 함수발생기(HP 3325B)로 인가하였다. 탐지 코일에 유도되는 교류자화율은 섭동자기장을 참 조신호로 하여 록-인 증폭기(EG&G PAR 5210)를 이용하여 측정하였다. 시험편은 폭 10 mm, 길이 20 mm 두께 10 mm로 와이어 정밀 가공하였다. 가공 후 가공면에 존재하는 잔류응력을 제거하기 위해서 각 전해연마를 수행하였다. 자화는 최대 자기장을 12 kA/m로 0.05 Hz의 사인파를 인가하 고, 섭동자기장으로 80 A/m, 40 Hz를 부가하였 다. 이들 실험장치에 대한 구체적인 개략도를 Fig. 1에 나타내었다.



Fig. 1 Schematic diagram of reversible permeability system

	Table 3	Variations	in	microstructural	features	of	thermal	aged	samples
--	---------	------------	----	-----------------	----------	----	---------	------	---------

Aging time at 700℃(h)	0	25	50	75	100	250	500	1,000	2,000	3,000	4,000
Tensile strengh(MPa)	943	856	884	848	820	772	761	741	731	715	678
Vickers hardness	324	313	295	289	288	285	270	271	268	257	256
No. of precipitate, N (count/ μ m ²)	6.6	6.5	5.3	4.8	4.1	3.5	3.1	2.1	1.6	1.4	1.4
Size of precipitate, d (nm)	95	96	101	109	118	122	152	191	210	221	222
Dislocation density, ρ (×10 ¹⁴ /m ²)	21.32	19.00	20.49	16.78	18.42	13.41	11.97	10.86	10.94	10.77	10.78

3. 실험결과 및 고찰

Fig. 2는 대표적인 몇몇 시편에서의 PIRP의 변 화를 나타내었다. 결과에서처럼 시효시간이 증가 함에 따라서 가역투자율 피크의 폭이 좁아지면서 점점 뚜렷해지는 경향을 보였다. 이러한 결과로 두 첨두값 사이의 간격인 PIRP는 감소하였다. 일 반적으로 PIRP는 보자력의 두배가 되며 따라서 시효시간이 증가하여 재료열화가 진행됨에 따라 서 보자력이 감소함을 알 수 있다. 이러한 현상 은 강자성체에서 고온 열처리에 따라서 탄화물, 석출물이 조대화 되고 이로 인해 자화과정 중 자 구이동의 방해물로 작용하던 고착현상의 감소의 결과로 자기연화(magnetic softening)로 설명될 수 있다. Fig. 3는 장시간 열처리시간에 따른 다양한 물리적 특성의 변화를 열처리 전의 값으로 노말 라이징하여 나타내었다. 결과에서처럼 인장강도, 비이커스경도, 그리고 PIRP는 500시간 이내에 급



Fig. 2 RP profiles for aging times (a) 0 h, (b) 50 hrs, (c) 500 hrs, (d) 2,000, and (e) 4,000 hrs



Fig. 3 Normalized (a) PIRP, (b) Vickers hardness, and (c) tensile strength on aging time

격하게 감소하였다. 하지만 이후 장시간 열처리 시간에 대해서는 그 변화가 적게 나타났다. Fig. 4에서 전위밀도는 매우 짧은 열화시간에 급격한 감소를 보였다. 하지만 그 이후 장시간 열처리 시간동안 거의 변화를 보이지 않았고 본 연구에 서는 X선 회절에 의해 장시간 열화에 따른 전위 밀도의 변화를 구별하지 못했다.

격자결함인 전위는 결정격자의 격자 변형에 큰 영향을 미치게 된다. 그러므로 PIRP는 열화시간 에 따른 전위밀도의 변화에 영향을 받으며 또한, 이미 언급한 바와 같이 석출물에 의한 자벽이동 의 지연효과 영향도 받게 된다.

Fig. 3에 나타낸 것처럼 기계적물성의 연화현 상은 물리적으로 고온에서 장시간 노출되면 금속 재료에서 나타나는 일반적인 현상이다. 이러한 고온 장시간 열처리에 의한 페라이트기 내열재료 의 열화는 주로 Cr23C6 와 Fe2W의 급격한 조대 화와 전위밀도의 감소 그리고 래스 하부조직의 붕괴로 기계적 강도가 크게 감소하는 것으로 나 타나게 된다. Table 3 과 Fig. 4는 대표적인 미세 조직적 특성과 전위밀도의 변화를 나타내었다. 미세조직적 특성으로는 석출물의 크기를 정량적 으로 평가하여 석출물의 크기, 개수로 나타내었 고 전위밀도 등으로 나타내었다. 전위밀도와 석 출물의 개수는 짧은 시간에 급속하게 감소하였 다. 하지만 더 이상의 열처리시간에서는 그 감소 율이 점차 작아짐을 보였다. 석출물의 크기는 점 차 증가하였다.

재료열화 정도를 평가하고 구조물의 상태를 진 단하며 더 나아가 잔존수명을 예측하기 위해서는 기계적인 물성 즉, 경도나 인장강도, 항복강도 등



Fig. 4 Change of (a) dislocation density, (b) number of precipitate, and (c) size of precipitate on aging time

이 측정되고 평가되어져야 한다. 하지만 이는 현 실적으로 어려운 문제이며 따라서 비파괴적으로 이들 물성값을 평가하는 것이 상태진단과 수명예 측을 하여 구조물의 안전성을 확보하는데 중요하 게 되었다. 본 연구에서는 PIRP를 측정하여 중요 한 기계적 물성인 인장강도 등을 비파괴적으로 추정하는데 사용하고자 하였다. 인장강도, 경도 그리고 PIRP의 변화를 LMP의 변화에 따라 Fig. 5에 나내었다. 인장강도, 경도 그리고 PIRP는 모 두 LMP에 따라서 반비례적으로 나타났다. 이들 에 대한 성관성을 선형분석하여 다음의 관계식으 로 정리하여 나타내었다.

 $TS = A_3 - B_3 LMP \tag{2}$

 $Hv = A_4 - B_4 LMP$ (3)

 $PIRP = A_5 - B_5 LMP \tag{4}$

여기서 A₃, A₄, A₅, B₃, B₄, 그리고 B₅는 각각 2.67 × 10³, 7.76 × 10², 4.46, 8.60 × 10⁻², 2.27 × 10⁻², 그리고 1.44이다.

이들 결과들은 수명 추정 파라미터 LMP와 PIRP사이의 상관관계로부터 잔여수명을 예측하 는 것이 가능함을 보여준다.

Fig. 5에 나타낸 대로 LMP는 파괴적시험에 의 해 정량적으로 측정된 인장강도(TS)에 의해 추정 되고 또한, 미소경도와 비파괴적으로 측정되어진 PIRP에 의해서도 얻을 수 있다. 이미 언급했듯 이, 현실적으로 파괴시험은 에너지 발전설비의 구조용 기계 재료에 사용 중에 장치를 설치하고



Fig. 5 Relationship of (a) tensile strength, (b) Vickers hardness, and (c) PIRP on LMP

시험을 수행하는 것이 불가능하다. 더욱이 시험 을 위한 시험편을 구조물로부터 구조물의 손상이 없이 채취하는 것 역시 불가능하다. 이에 반해서 PIRP와 같은 비파괴시험은 발전설비 구조용 기 계 재료의 손상없이 구조물의 표면에서 측정하는 것이 가능하며 실험결과에서 제시했듯이 LMP와 의 상관관계를 이용하여 잔여수명을 예측하는데 사용될 수 있다.

4. 결 론

가역투자율을 이용하여 에너지 발전설비 구조 용 강인 첨단 페라이트 강의 장시간 열화재의 잔 여수명을 비파괴적으로 평가하는 기법을 제시하 고자 하였다. 가역투자율 신호는 페라이트 코어 를 갖는 표면형 프로브를 이용하여 측정하였다. 그리고 가역투자율로부터 측정한 PIRP는 열화시 간이 증가함에 따라서 감소하였다. 인장강도와 표면에서의 미소경도는 라손-밀러파라미터(LMP) 가 증가함에 따라서 모두 감소하였다. 특히, 가역 투자율의 첨두값과 LMP간에는 양호한 선형의 상관관계를 보였으며 이로부터 고온 장시간 열화 된 첨단 페라이트 강의 잔여수명 예측에 유효한 비파괴기법으로 기대할 수 있다.

참고문헌

- F. Abe, "Bainitic and martensitic creepresistant steels," *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, Vol. 8, No. 3-4, pp. 305-311 (2004)
- [2] P. J. Szabó, "Microstructure development of creep resistant ferritic steel during creep," *Materials Science and Engineering A*, Vol. 387-389, pp. 710-715 (2004)
- [3] M. Kimura, K. Yamaguchi, M. Hayakawa, K. Kobayashi and K. Kanazawa, "Microstructures of creep-fatigued 9-12% Cr ferritic heatresisting steels," *International Journal of Fatigue*, Vol. 28, No. 3, pp. 300-308 (2006)
- [4] K. S. Ryu, S. H. Nahm, Y. B. Kim, K. M. Yu and D. Son, "Dependence of magnetic properties on isothermal heat treatment time for

1Cr-1Mo-0.25 V steel," Journal of Magnetism and Magnetic Materials, Vol. 222, No. 1-2, pp. 128-132 (2000)

- [5] K. S. Ryu, S. H. Nahm, Y. I. Kim, K. M. Yu, Y. B. Kim, Y. Cho and D. Son, "Nondestructive evaluation of residual life of 1Cr-1Mo-0.25V steel by reversible magnetic permeability," *Journal of Magnetics*, Vol. 6, No. 1, pp. 27-30 (2001)
- [6] C. S. Kim, C. J. Lissenden, I. K. Park and K. S. Ryu, "Dynamic coercivity of advanced ferritic steel during long-term isothermal ageing," *Materials Transactions*, Vol 50, No. 11, pp. 2691-2694 (2009)
- [7] A. Mitra, J. N. Mohapatra, J. Swaminathan, M. Ghosh, A. K. Panda and R. N. Ghosh,

"Magnetic evaluation of creep in modified 9Cr-1Mo steel," *Scripta Mater.*, Vol. 57, No. 9, pp. 813-816 (2007)

- [8] J. Degauque, B. Astie, J. L. Porteseil and R. Vergne, "Influence of the grain size on the magnetic and magnetomechanical properties of high-purity iron," *J. Magn. Magn. Mater.*, Vol. 26, No. 1-3, pp. 261-263 (1982)
- M. J. Sablik, "Modeling the effect of grain size and dislocation density on hysteretic magnetic properties in steels," *J. Appl. Phys.*, Vol. 89, No. 10, pp. 5610-5613 (2001)
- [10] C. S. Kim, "Characterization of reversible permeability in advanced USC steel during thermal aging," *Physica Status Solidi A*, Vol. 207, No. 1, pp. 97-100 (2010)