<연구논문>

한국표면공학회지
J. Kor. Inst. Surf. Eng.
Vol. 45, No. 6, 2012.

<http://dx.doi.org/10.5695/JKISE.2012.45.6.284>

다상조직강의 조직 분율에 따른 수소주입의 영향

김한상^{a*}, 강계명^{b**}

^a가천대학교 기계·자동차공학과, ^b서울과학기술대학교 신소재공학과

The Influence of Hydrogen Charging with the Volume Fraction of Phases in Dual Phase Steels

Han-Sang Kim^{a*}, Kae-Myung Kang^{b**}

^aDept. of Mechanical and Automotive Engineering, Gachon University, Gyeonggi-do 461-701, Korea

^bDept. of Materials Science and Engineering, Seoul National University of Science & Technology, Seoul 139-743, Korea

(Received December 12, 2012 ; revised December 28, 2012 ; accepted December 30, 2012)

Abstract

A study on microstructure control of multi-phase steel have been implemented to higher strength with improved formability. However, it is well known that the high strength of steel are susceptible to hydrogen embrittlement. The mechanisms of hydrogen embrittlement is caused by complex interactions. In this paper, the test specimens were fabricated to 5 type of 590DP steels at different levels of volume fraction. The hydrogen charging was conducted by electrochemical hydrogen-charge method with varying charging time. The relationship between hydrogen concentration and volume fraction of 590DP steel was established by SP test and SEM-fractography. It was shown that the hydrogen amounts charged in 590DP steels increased with increasing the volume fraction of austenite. The maximum loads of the 590DP steels in SP test were sharply decreased with increasing hydrogen charging time. The results of SEM-fractography investigation showed typical brittle-fracture surfaces for hydrogen-charged 590DP steels.

Keywords : Hydrogen embrittlement, Hydrogen charging, Volume fraction

1. 서 론

차체 경량화와 더불어 충돌 안정성을 동시에 만족시키기 위한 자동차용 고강도 강판재의 요구가 증대되면서, 고강도 다상조직강에 대한 관심이 커지고 있다. 대표적인 고강도 다상조직강으로 이상조직(DP, Dual Phase)강과 변태유기소성(TRIP, Transformation Induced Plasticity)강 등이 있으며, 이들 고강도 다상조직강의 미세조직제어를 통해 고강도와 고성형성을 동시에 확보하고자 하는 연구가 지속적으로 이루어지고 있다¹⁾.

강재의 고강도화에 따라 발생하는 수소취성현상은 재료에 부가되는 응력과 온도, 수소 분위기 및 수소침투량 등의 영향을 받게 된다. 또한 재료 내부로의 수소침투는 소재의 미세조직과 미세조직 분포 및 형상 등에 따라 복합적으로 수소취화가 진행되어 결국 파괴로 발전한다고 연구, 보고되고 있다²⁻⁵⁾. 그러나 수소침투에 따른 수소지연파괴에 관한 연구는 수소침투량의 분석의 부정확성과 침투된 수소거동 해석의 난관으로 수소침투현상과 파괴에 이르는 정성적 해석은 미흡한 실정으로 있다. 따라서 고강도 강판재에 관한 연구로서, 수소취화의 원인 및 수소거동 메커니즘의 명확한 규명을 위한 연구가 필요하다.

본 연구에서는 자동차용 고강도 박강판재로 연구

*Corresponding author. E-mail : hskim70@gachon.ac.kr

**Corresponding author. E-mail : littbird@seoultech.ac.kr

중인 590DP강을 본 연구의 시험재로 선정하여, 전기화학적인 방법으로 수소를 강제 장입시켜 DP강 마르텐사이트 조직분율에 따른 재료 내 수소장입량 및 수소취성파괴와의 상관관계를 비교, 검토하고자 하였다. 수소취성은 Small Punch(SP) 시험법을 적용하였고, SP시험 후 시험편의 파단면을 SEM으로 관찰, 조사하여 수소취성에 대한 미세조직과의 상관관계 규명에 기초적 자료를 제시하고자 하였다.

2. 실험 방법

자동차용 고강도 다상조직강판재로 연구중인 590MPa급 DP강을 본 연구의 시험재로 정하였고, 이들 DP강의 화학적 조성은 표 1에 나타내었다. 이들 5종의 DP강 시험재에 Dilatometer를 통한 선팽창곡선 분석(Dilatometric analysis)으로 800°C에서의 오스테나이트 부피분율을 정량 분석하였다.

수소장입용 시험편의 제작은 와이어 커팅기를 이용하여 가로, 세로 길이 10 mm 크기로 제작하여 수소장입실험에 사용하였다. 수소장입 시험 전 절단한 시험편의 표면과 절단면을 샌드페이퍼 #100에서 #600까지 고르게 연마하여 최종 두께가 0.5 mm가 되도록 하였고, 연마 후는 에탄올로 세척하여 수소장입실험에 사용하였다.

수소장입실험은 전기화학적 방법인 음극전기분해법(Cathodic Electrolytic Method)을 이용하여 각각의 DP강 시험편에 수소를 강제 장입시켰다. 음극전기분해법은 수소분극장치와 전기화학 계측 장비(Potentiostat/ Galvanostat, 263A, EG&G)로 구성되며, 본 실험장치의 개략도를 그림 1에 나타내었다. 이때 0.5 mol의 황산 수용액(H_2SO_4)을 전해액(Electrolyte)으로 사용하였고, 기준전극으로 포화칼로멜전극(Saturated Calomel Electrode; SCE)을 사용하여 일정 전위값을 유지하도록 하였다. 수소장입 실험은 상온, 150 mA/cm²의 일정 전류밀도 조건 하에서 5 h, 10 h, 25 h, 50 h의 장입시간을 변화시켜 장입 실험하였다.

수소장입시킨 590DP강의 수소장입량 측정은 그

림 2와 같은 수소 분석기(Hydrogen Determinator, OHN836, LECO)로 정량 분석하였고, 수소장입시킨 590DP강의 수소장입조건에 따른 수소취성 거동의

Fig. 1. Schematic diagram of hydrogen charging by electrochemical polarization method.

Fig. 2. Hydrogen analysis apparatus.

Fig. 3. Schematic diagram of small punch test.

Table 1. Chemical compositions of 590DP steels

	Chemical compositions (wt.%)							
	C	Si	Mn	P	Al	Cr	Mo	B(ppm)
No.1	0.06	0.03	2.0	0.01	0.03			
No.2	0.06	0.03	2.0	0.01	0.03		0.2	
No.3	0.06	0.03	2.0	0.01	0.03	0.3	0.2	
No.4	0.06	0.03	2.0	0.01	0.03		0.2	10
No.5	0.06	0.03	2.0	0.01	0.3		0.2	

평가는 ASTM E 643에 의거한 소형펀치(Small Punch) 시험으로 수소취성을 평가하였다⁶⁾. 그림 3에 나타난 바와 같이 SP시험은 판상의 시험편 중심에 압입하중을 가하여 하중-변위 곡선과 SP흡수 에너지를 계산하였다. SP시험 조건은 0.5 mm/min의 일정 부하속도로 실험하였다. SP시험 후 파단부위는 주사전자현미경(SEM, Scanning Electron Microscope)을 사용하여 표면과 파단면을 관찰, 조사하였다.

3. 실험결과 및 고찰

DP강은 페라이트 기지에 마르텐사이트 상이 분산, 분포된 이상조직강으로서, 오스테나이트상을 급냉에 의해서 마르텐사이트로 상변태시킨 페라이트+마르텐사이트상의 이상조직으로 구성된 강이다. 이에 고온 안정상인 오스테나이트상은 800°C에서의 오스테나이트 부피분율이므로 800°C에서 오스테나이트 부피분율을 측정하였다. 그림 4는 Thermo-Calc 프로그램과 선팽창곡선 분석법을 통하여 오스테나이트 부피분율을 측정한 결과이다. DP강 시험편에 따라 오스테나이트 부피분율은 36 vol.%(이하 v/o)에서 49.7 v/o로 조사되었다. 그림에서 볼 수 있듯이 마르텐사이트 부피분율은 1번 시험편 36 v/o, 2번 시험편 47.6 v/o, 3번 시험편 46.5 v/o, 4번 시험편 48.9 v/o, 5번 시험편 49.7 v/o로 이들 오스테나이트상이 급냉 후 마르텐사이트 조직으로 변태된 DP강으로 하여 본 실험의 수소장입용 시험편으로 준비하였다.

그림 5는 5종의 DP강 시험편의 수소장입시간에 따른 수소장입량 변화를 비교한 결과이다. 수소장입시간이 증가함에 따라 DP강 시험편 모두에서 수소 함량은 급격하게 증가하였다. 이는 DP강에 장입된 수소가 표면층으로부터 침투, 확산되어 체심

Fig. 4. Austenite volume fraction of 590DP steels at 800°C.

Fig. 5. The amounts of the charged hydrogen in 590DP steels with charging times.

정방(Body-Centered Tetragonal; BCT) 구조인 마르텐사이트의 침입형 자리에 트랩되기 때문이다. Yokoyama 등의 수소 지연파괴 거동에 관한 연구에서도 표면으로부터 침투된 수소가 마르텐사이트 침입형 자리에 우선적으로 트랩, 집중되어 취하를 야기한다고 보고하고 있다⁷⁻⁹⁾.

또한 수소장입시간 25h 이후부터는 수소장입량이 더 이상 증가하지 않고 일정하게 유지되는 것이 관찰되어 DP강 내 수소농도가 포화상태인 것으로 판단된다. 수소농도가 어느 임계값 이후부터 일정하게 유지되어 재료 내에서 포화상태를 유지하는 것으로 나타나는 본 연구의 결과는 Murakami가 연구한 수소 농도와 수소의 확산계수와의 상관관계에 대한 연구 내용과도 합치한다¹⁰⁾. 그림 6에 나타난 오스테나이트 부피분율과 수소장입량과의 상관관계를 보면, 오스테나이트 부피분율과 수소함량은 20 ppm에서 75 ppm으로 비례하여 증가하는 것을 확

Fig. 6. The relationship with hydrogen amount and austenite volume fraction of 590DP steels.

Fig. 7. The relationship with maximum load and hydrogen charging time at SP test.

인할 수 있었다.

그림 7은 SP시험으로부터 얻어진 수소장입시간에 따른 최대하중의 변화를 결과이다. 수소장입시간이 증가함에 따라 최대하중은 급격히 감소하는 것으로 조사되었다. 특히 1번 시험편은 25 h의 장입시간동안 최대하중이 191.4 kgf에서 104.1 kgf로 급격하게 감소하였고, 이후 장입시간에서는 큰 변화를 보이지 않았다. 하지만 그 외의 시험편은 장입시간이 증가함에 따라 최대하중이 점차적으로 감소하는 것으로

로 조사되었다.

SP시험한 시험편 중 3번 시험편에 대한 파단면을 거시적, 미시적 관찰 결과를 그림 8과 그림 9에 각각 나타내었다. 그림 8에서 볼 수 있듯이 SP 시험에 의해 생긴 거시적 균열을 관찰할 수 있었고, 이들 균열은 수소장입시간이 증가함에 따라 더욱 현저하게 관찰되었다. 파단면의 관찰을 위하여 시험편 스테이지를 틸팅하여 미시적 관찰을 실시하였다. 그림 9에서 관찰된 3번 시험편의 5 h의 수소장입조건에서는 파면에서 상대적으로 많은 딬플(Dimple)이 관찰되었지만, 25 h의 수소장입조건에서는 딬플의 수가 급격히 적어지고 딬플의 크기가 성장된 것을 관찰할 수 있었다. 이는 재료 내부 미세결함 및 계면으로부터 트랩되는 수소에 의해 생성된 미세공동과 수소화물이 재료의 취화 원인으로 생각되며, 본 관찰결과에서도 수소장입이 파단면의 변화를 가져와 주입시간의 증가가 딬플의 수와 크기에 영향을 미치어 상대적 취성파단면의 형태로 나타난 것으로 판단된다¹¹⁾.

5. 결 론

본 연구에서는 고강도 다상조직강인 590DP강재의 조직분율에 따른 수소 장입특성 및 수소취화 거

Fig. 8. SEM photographs of No. 3 specimen at (a) 5 h and (b) 25 h charging time after SP test.

Fig. 9. SEM fractography of No. 3 specimen at (a) 5 h and (b) 25 h charging time after SP test.

동을 평가하였다. DP강 내 수소장입량은 장입시간 조건과 DP강의 오스테나이트상의 부피분율이 증가함에 따라 20 ppm에서 75 ppm으로 비례하여 증가하는 것으로 조사되었다. 이는 마르텐사이트 부피분율의 변화에 기인한 것으로서, 마르텐사이트 조직이 수소의 집적에 주요한 site임을 알 수 있었다. 25 h 수소장입시간 조건에서 수소장입량이 일정하게 유지되어 수소포화상태를 확인하였다. 또한 SP 시험에서 재료 내에 트랩된 수소에 의해 최대하중이 191.4 kgf에서 104.1 kgf로 크게 감소하는 것으로 조사되었고, SP시험 파단면 관찰에서 수소장입량에 따라 딥플의 개수가 점차 감소하고, 그 크기가 커지는 취성파괴의 형태를 확인할 수 있었다.

참고문헌

1. R. P. Gangloff and R. P. Wei, Metall. Trans. 8A (1977) 1043-105.
2. B. G. Pound, Acta Metall. Mater. 38 (1990) 2373-2381.
3. T. Kushida, H. Matsumoto, N. Kuratomi, T. Tsumura, F. Nakasato, T. Kudo, Tetsu-to-Hagane, 82 (1996) 297-302.
4. J. P. Hirth, Metall. Mater. Trans., 11A (1980) 861-890.
5. T. Zhang, W. Chu, K. Gao, L. Qiao, Mater. Sci. Eng. A 347 (2003) 291-299.
6. G. E. Lucas, Metall. Mater. Trans., 21A (1990) 1105.
7. Y. H. Kim, J. W. Morris, J. Metall. Mater. Trans., 14A (1983) 1883.
8. K. Yokoyama, M. Tomita, J. Sakai, Acta Mater., 57 (2009) 1875.
9. J. W. Park, K. M. Kang, KIGAS, 14(6) (2010) 38-43.
10. Kota Murakami, Nobuaki Yabe, ASME, 6 (2006) 563.
11. J. W. Park, K. M. Kang, Kor. J. Mater. Res., 22(1) (2012) 29-34.