<연구논문>

한국표면공학회지

J. Kor. Inst. Surf. Eng.

Vol. 46, No. 5, 2013.

<http://dx.doi.org/10.5695/JKISE.2013.46.5.229>

수소주입된 고강도 DP 박강판의 소형펀치시험결과 분석

최영철^a, 박재우^b, 강계명^{c*}

^a서울과학기술대학교 산업대학원 재료공학과, ^b서울과학기술대학교 에너지환경대학원 신에너지공학과,
^c서울과학기술대학교 신소재공학과

An Analysis of Small Punch Test Conducted with the High Strength Dual Phase Sheet Steels Charged with Hydrogen

Young-Cheul Choi^a, Jae-Woo Park^b, Kae-Myung Kang^{c*}^aDept. of Materials Science & Engineering, Graduate School of Industry & Engineering,^bDept. of New Energy Engineering, Graduate School of Energy & Environment,^cDept. of Materials Science & Engineering, Seoul National University of Science & Technology, Seoul 139-743, Korea

(Received October 23, 2013 ; revised October 23, 2013 ; accepted October 26, 2013)

Abstract

The small punch(SP) tests that can be applied to high strength sheet steel in automobile were carried out to evaluate the behavior of hydrogen embrittlement of DP sheet steels. In order to charge hydrogen at DP sheet steels, DP sheet steels were treated by the electrochemical hydrogen charging method under the charging conditions of current densities of 100, 150 and 200 mA/cm² for charging times of 5, 10, 25 and 50 hrs. Respectively, After hydrogen charging with experimental conditions, SP tests were performed. From the SP results, the correlations between the variation of bulb diameters and bulb heights with the hydrogen charging conditions were analysed. It was shown that the variation of bulb diameters were not significant with the hydrogen embrittlement due to the amounts of hydrogen charging. On the other hand, the bulb heights were observed to decrease with increasing hydrogen contents. It was thought that these results of the variation of bulb shapes after SP tests would be estimated as the index of evaluation of hydrogen embrittlement.

Keywords : Hydrogen embrittlement, SP test, DP sheet steels, Hydrogen charging

1. 서 론

수소는 금속재료 내부로 침투하여 기계적 물성 저하 및 취화 손상을 유발하고, 최종적으로 파괴를 야기하여 제품의 사용수명에 직접적인 영향을 끼친다. 이러한 수소취성의 문제는, 특히 고강도 강재에 더욱 민감하게 나타나는 것으로 보고되고 있다^{1,2)}.

따라서 재료 내부로 침투, 확산된 수소의 수소량 분석과 더불어 확산 수소에 의해 야기되는 재료의 취성평가 및 그 해석 연구는 고강도 강재 개발에 주요 연구 과제로 부각되었다. 즉, 외부환경에 노출

된 고강도 강재의 경우 수소에 기인한 수소취성 영향 평가가 고강도 강재 개발을 위한 필수 연구물로 평가되고 있다.

앞서 저자들은 고강도 DP강의 수소취성 평가를 위하여 다양한 연구를 수행하였다^{3,4)}. 이들 연구에서 DP강 표면하 subsurface zone의 수소주입량에 따른 미소경도 분포 변화로 수소영향을 평가조사하였다³⁾. 또한 이들 수소주입된 DP강판에 소형펀치 (Small Punch, SP) 시험을 통해 정성적으로 DP강의 기계적 거동에 미치는 수소취성거동을 연구 보고한 바 있다⁴⁾.

본 연구에서는 앞선 연구의 수소취성 특성을 파괴양상에 따라 그 파괴형태를 분석하고자 하였다.

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

이를 위하여 전류밀도 100 mA/cm², 150 mA/cm², 200 mA/cm²와 주입시간 5 hrs, 10 hrs, 25 hrs, 50 hrs에서의 수소주입조건에 따른 DP강의 수소주입량을 분석하였고, 각각의 수소주입조건에 따라 수소주입시킨 DP강 시험편에 SP시험을 수행하여 수소량 변화에 따른 SP시험시 파단되는 bulb 형태를 파괴 양상으로 분석하여 수소취성 거동을 평가하였다. SP 시험편의 파단면 형상 및 SP시험의 펀치 하중에 의해 생긴 bulb의 직경(diameter)과 변형 높이(height)를 비교, 분석하여 DP 박강판의 파괴인성에 미치는 주입수소의 영향을 조사하였다.

2. 실험 방법

시험편은 5종의 DP 박강판재로서, 각각의 화학적 조성과 기계적 특성을 표 1에 나타내었다^{3,4)}. 각각의 시험편은 SP시험을 위하여 10×10 mm의 크기로 시험편을 채취하였다⁵⁾. 이때 시험편의 가공은 가공시 발생하는 열에 의한 재료의 미세조직 변화를 최소화하기 위하여 워터젯 커팅(Water-jet Cutting, OMAX 2652) 방법을 이용하여 절단하였다. 절단 후, 커팅 절단면 및 시험편의 표면을 #220의 연마지에서 #1000의 연마지까지 연마하여 최종 시험편의 두께가 0.5 mm가 되도록 하였다.

시험편의 수소주입은 전기화학적인 방법인 음극 전기분해법을 이용하여, 전기화학 셀에 시험편을 침지시켜 수행하였다^{3,6)}. 전해액은 0.5 mol H₂SO₄ 수용액을 사용하였으며, Potentiostat/ Gavanostat 장비(263A, EDANDG)를 이용하여 전류밀도 100 mA/cm², 150 mA/cm², 200 mA/cm²의 일정 전류밀도에서 5 hrs, 10 hrs, 25 hrs, 50 hrs의 주입시간 조건에 따라 각각의 시험편에 수소를 강제 주입시켰다. 수소주입 후, 수소 주입시킨 시험편의 수소주입량 측정 및 SP시험을 수행하였다. 수소량 측정은 불활성 가스 용해법을 이용한 수소분석기(OXH836, LECO)를 사용하여 ppm 단위로 분석하였다. SP시험은 ASTM E 643 규격에 준하여 자체 제작한 다이(die)

를, 만능재료시험기(Model 8516, Instron)에 장착하여 실험하였다. 제작한 다이의 개략도를 그림 1에 나타내었다. 그림 1에서 보는 바와 같이 하부다이와 상부다이 사이에 시험편을 위치시키고, 4개의 볼트(bolt)로 체결하여 고정시켰다. 그 위에 2.4 mm의 강구체와 펀치를 위치시키고, 0.5 mm/min의 일정 부하속도로 하중을 가하여 SP시험을 실시하였다. SP시험은 최대 하중점을 지난 직후 시험을 중단하였고, SP시험 후 펀치하중에 의해 파단된 bulb를 실체현미경(SMZ-168, Motic)을 이용하여 10배율로 촬영한 사진으로 bulb의 직경과 변형 높이를 측정하였다. 이때 bulb의 직경과 변형 높이의 측정

Fig. 1. Schematic diagram of SP test apparatus.

Fig. 2. Bulb measurement of SP specimen.

Table 1. Chemical compositions and mechanical properties of DP steels

Specimens	Chemical compositions (wt.%)								Mechanical properties		
	C	Si	Mn	P	Al	Cr	Mo	B (ppm)	T.S. (MPa)	Y.S. (MPa)	EL. (%)
DP1	0.06	0.03	2.0	0.01	0.03	-	-	-	475	329	30.9
DP2	0.06	0.03	2.0	0.01	0.03	-	0.2	-	563	323	30
DP3	0.06	0.03	2.0	0.01	0.03	0.3	0.2	-	603	376	26.9
DP4	0.06	0.03	2.0	0.01	0.03	-	0.2	10	624	405	27.1
DP5	0.06	0.03	2.0	0.01	0.3	-	0.2	-	681	405	23.3

은 그림 2에 나타난 바와 같이 측정하였다. bulb 변형 높이의 측정은 네 방향으로 각각 측정하여 그 평균값을 구하였고, bulb 직경 측정도 가로, 세로 방향으로 측정한 값의 평균을 구하여 비교하였다.

3. 결과 및 고찰

그림 3은 전류밀도 및 주입시간의 수소주입조건

에 따라 수소주입시킨 5종 DP 박강판의 수소량을 ppm 단위로 측정하여 나타난 결과이다. 그림 3(a)의 전류밀도 100 mA/cm^2 에서 각각의 DP강 시험편은 주입시간이 5 hrs에서 10 hrs, 25 hrs로 증가함에 따라 수소량이 점차적으로 증가함을 보이다가, 25 hrs에서 50 hrs로 주입시간이 증가할 때에는 더 이상 수소량의 증가가 나타나지 않고 일정한 값으로 유지되는 것을 확인할 수 있었다. DP5 시험편의 경

Fig. 3. Hydrogen amounts charged in DP steels with charging time at each current density of (a) 100 mA/cm^2 , (b) 150 mA/cm^2 and (c) 200 mA/cm^2 .

Table 2. The variation of bulb diameters and bulb height with hydrogen charging conditions

Current density : 100 mA/cm^2

Specimens \ Charging time	Diameter (mm)				Height (mm)			
	5 hrs	10 hrs	25 hrs	50 hrs	5 hrs	10 hrs	25 hrs	50 hrs
DP1	4.05	4.07	4.06	4.06	1.78	1.69	1.79	1.86
DP2	4.05	4.06	4.06	4.07	1.80	1.60	1.97	1.68
DP3	4.07	4.06	4.09	4.06	1.65	1.74	1.75	1.72
DP4	4.06	4.04	4.03	4.04	1.93	1.52	1.66	1.60
DP5	4.08	4.05	4.08	4.06	1.70	1.80	1.66	1.68

Current density : 150 mA/cm^2

Specimens \ Charging time	Diameter (mm)				Height (mm)			
	5 hrs	10 hrs	25 hrs	50 hrs	5 hrs	10 hrs	25 hrs	50 hrs
DP1	4.06	4.03	4.04	4.06	1.63	1.75	1.73	1.66
DP2	4.00	4.06	4.07	4.07	1.42	1.92	1.70	1.74
DP3	4.06	4.07	4.07	4.07	1.80	1.80	1.63	1.67
DP4	4.04	4.06	4.06	4.04	1.68	1.69	1.67	1.66
DP5	4.06	4.07	4.07	4.08	1.65	1.72	1.78	1.63

Current density : 200 mA/cm^2

Specimens \ Charging time	Diameter (mm)				Height (mm)			
	5 hrs	10 hrs	25 hrs	50 hrs	5 hrs	10 hrs	25 hrs	50 hrs
DP1	4.03	4.04	4.01	4.03	1.89	1.91	2.10	1.86
DP2	4.04	4.04	4.05	4.06	1.91	1.82	1.84	1.81
DP3	4.04	4.05	4.05	4.04	1.79	1.81	2.13	1.61
DP4	4.07	4.06	4.06	4.07	1.65	1.86	1.83	1.69
DP5	4.06	4.06	4.07	4.06	1.79	1.80	1.83	1.76

우, 주입시간이 5 hrs에서 10 hrs, 25 hrs로 증가함에 따라 수소량이 16 ppm에서 19 ppm, 50 ppm으로 각각 증가하였고, 50 hrs에서는 48 ppm으로 조사되었다. 이러한 수소량 측정결과는 전류밀도 150 mA/cm^2 , 200 mA/cm^2 에서도 유사한 경향으로 조사되었다. 이는 앞서 저자들의 논문에서 언급한 바 있는 내용으로서, 재료 특성과는 무관하게 재료 내 주입되는 수소량의 한계 즉, 포화값이 존재하는 것을 확인할 수 있었다^{4,7)}.

표 2는 SP시험 후에 생성된 bulb의 직경과 변형 높이를 측정한 결과를 나타낸 표로서, SP시험편의 파단된 bulb는 SP시험에 사용된 2.4 mm의 강구에 의해 생성되며, SP시험 시마다 강구를 교체하여 시험을 수행하였다. 측정결과, 표 2에서 알 수 있듯이 5종의 DP강 시험편 bulb의 직경은 100 mA/cm^2 , 150 mA/cm^2 , 200 mA/cm^2 의 전류밀도와 5 hrs, 10 hrs, 25 hrs, 50 hrs 주입시간의 수소주입조건 변화에 따라 최소 4.03 mm에서부터 최대 4.08 mm로 조사되었다. 이를 통해 bulb 직경변화는 미세하게 조사되어 전류밀도의 변화에 큰 영향을 받지 않는 것으로 나타났다.

그러나 수소주입조건에 따른 각각의 SP시험편의 bulb 변형 높이에서는 그 변화를 확인할 수 있었다. 표 2의 bulb 변형 높이는 전류밀도 100 mA/cm^2 에서 DP5 시험편의 경우, 주입시간의 증가에 따라

5 hrs에서 1.70 mm, 10 hrs에서 1.80 mm, 25 hrs에서 1.66 mm, 50 hrs에서 1.68 mm로 조사되었다. 이는 시험편 내 수소량 증가에 따라 강구에 의해 bulb의 생성 시 bulb의 균열 생성 및 전파 속도에 영향을 주어, bulb가 더 깊게 생성되지 않은 것으로 판단되었다. 전류밀도 150 mA/cm^2 에서 DP5 시험편의 bulb 변형 높이는 주입시간이 5 hrs에서 50 hrs로 증가함에 따라, 각각 1.65 mm, 1.72 mm, 1.78 mm, 1.63 mm로 조사되어 전류밀도 100 mA/cm^2 조건에서의 측정 결과와 유사한 경향으로 나타났다. 본 실험 측정에서 bulb의 변형 높이 측정은 시험편에 따라 다르게 생성되는 bulb의 생성 균열에 따라 그 변형 높이의 영향이 있음을 알 수 있었으나, 전류밀도의 증가가 변형 높이의 변화 폭에 미치는 영향은 적은 것으로 조사되었다. 전류밀도 200 mA/cm^2 의 경우는 앞서 전류밀도 $100, 150 \text{ mA/cm}^2$ 의 bulb 변형 높이 변화에 비해 더욱 크게 변화되었으나, 주입시간의 증가는 변형 높이의 감소로 나타난 것으로 판단할 때, 수소량의 증가에 기인한 수소취성의 영향이 큰 것을 확인할 수 있었다.

그림 4는 표 2의 bulb 직경과 변형 높이 변화의 결과로 관찰된 bulb의 실제 현미경 사진이다. 본 사진은 전류밀도 100 mA/cm^2 , 150 mA/cm^2 , 200 mA/cm^2 와 5 hrs, 50 hrs의 주입시간에 따른 bulb 실제 현미경 사진으로서, 앞서 표 2에서 언급한 바와 같

Fig. 4. Steroscopic photographs of bulbs after SP tests according to charging conditions.

이 전류밀도 변화와 주입시간의 변화는 bulb 형상의 변화에 큰 영향은 없는 것을 볼 수 있다. 그러나 5 hrs와 50 hrs의 주입시간에서 나타내는 bulb 표면과 bulb 원주 경계상에 균열이 50 hrs의 경우 그 관찰빈도와 균열의 크기가 큰 것을 볼 수 있었다. 이는 앞서 그림 3의 수소주입조건에 따른 수소량의 증가가 SP시험의 bulb 형상 및 표면과 원주 경계상 균열의 발달로 나타남을 알 수 있겠다. 이는 앞서 저자들이 연구보고한 수소주입량의 증가가 SP시험의 SP에너지 변화와도 일치하는 연구결과임을 재차 확인할 수 있었다³⁾. 이는 SP시험의 bulb 변형높이의 수소주입량의 증가가 변형 높이의 감소로 나타난 표 2의 결과를 간접적으로 보여주는 증거로 판단된다. 수소주입시간과 다소 불일치되는 점은 실제현미경 사진결과에서 bulb 돌출부에 대한 변화를 그대로 적용하여 본 연구 결과에 영향을 나타낸 결과로 판단된다. 추후 보완된 실험을 통해 주입수소와 SP시험의 bulb 형상 변화, 파면 및 균열의 총 길이와 갯수 변화와 상관관계 등으로 수소취성평가 연구를 지속적으로 수행하고자 한다.

한편 50 hrs의 주입시간 동안 수소주입 시킨 시험편은 균열의 전파에 의해 파단에 이르는 것을 확인할 수 있었다. 이는 앞서 저자들의 수소주입시킨 DP 박강판의 미소경도분포 측정을 통하여 얻은 수소침투깊이를 평가한 연구결과와도 부합하며⁸⁾, 재료 내부로 주입된 수소량의 증가로 인해 재료가 더욱 취약해져, 임계응력 저하되면서 SP 하중에 의해 파괴거동을 보인 것으로 판단된다.

4. 결 론

본 연구에서는 전류밀도 변화와 수소주입시간의 수소주입조건을 달리한 5종의 고강도 DP강에 대하여 SP시험을 행한 후에 생성된 bulb의 직경과 변형 높이를 측정하고 파괴양상을 관찰하였다. 이를 통하여 주입된 수소에 의한 DP강의 수소 취성거동을 bulb 형상의 변화로 평가하고자 하였다. 전류밀도 100 mA/cm²에서의 수소주입량은 전류밀도 150,

200 mA/cm² 보다 적은 양으로 조사되었다. 그러나 주입시간의 증가는 수소주입량을 증가시켰으나 25 hrs 이후 수소주입량이 포화되는 것을 확인할 수 있었다. SP시험의 bulb의 표면과 원주 경계 위에 나타나는 균열의 빈도와 길이는 수소량의 증가에 따라 영향을 받았으며, bulb 형상의 변화 관점에서 bulb 직경의 경우 5종 DP 시험편 모두에서 수소주입조건 변화에 비하여 그 변화 폭은 미미하였음을 알 수 있었다. 그러나 bulb의 변형 높이의 경우에는 수소주입량의 증가가 bulb의 변형 높이의 감소로 나타나는 것을 확인할 수 있었고, bulb 표면과 원주 경계 위의 균열 수의 증가로 관찰되었다. 따라서 고강도 강재의 경우, SP시험결과와 SP에너지 변화는 bulb 변화에서 bulb 변형 높이의 변화로 주입수소에 따른 수소취성평가가 가능한 것으로 생각된다.

후 기

본 연구는 서울과학기술대학교 교내학술연구비 지원으로 수행되었으며, 이에 감사드립니다.

References

1. J. Watanabe, T. Takai, M. Nagumo, J. Iron Steel Inst. Jpn., 82 (1996) 947.
2. G. Katano, K. Ueyama, M. Mori, J. Mater. Sci., 36 (2001) 2277.
3. J. W. Park, K. M. Kang, Kor. J. Mater. Res., 22 (2012) 29.
4. J. U. Choi, J. W. Park, K. M. Kang, Kor. J. Mater. Res., 21 (2011) 581.
5. X. Mao, T. Shoji, H. Takahashi, J. Test. Eval., 15 (1987) 30.
6. H. Matsui, H. Kimura, Mater. Sci. Eng., 40 (1979) 227.
7. M. Wang, E. Akiyama, K. Tsuzaki, Corros. Sci., 49 (2007) 4081.
8. J. U. Choi, J. W. Park, K. M. Kang, J. Kor. Inst. Surf. Eng., 41 (2013) 126.