

研 究 論 文

大韓熔接學會誌
第5卷第2號 1987年 6月
Journal of the Korean
Welding Society
Vol. 5, No. 2, Jun., 1987

전자비임 용접한 250 및 300 Grade 18% Ni Maraging 강의 수소취화 거동에 관한 연구

윤 한 상* · 정 병 호**

A Study of Hydrogen Embrittlement Behavior in E. B Welded 250, 300 Grade 18% Ni Maraging Steel

H. S. Yoon · B. H. Jung

Key word; Constant Load Tensile Testing(정하중 인장시험). Cathodic Charging with Hydrogen(음극전해 수소주입), E.B(Electron Beam, 전자비임), Delayed Failure(지연파괴), Intergranular Fracture(입계 파괴)

Abstract

The effect of applied stress, current density and heat-treatment after welding on the time to fracture, fracture behavior was investigated by the method of constant load tensile testing under cathodic charging with hydrogen in E.B. welded 250, 300 Grade 18% Ni Maraging steel sheet.

The main results obtained are as follows;

1. All specimen showed the characteristic delayed failure and the time to fracture showed decreasing tendency with the increase in current density and applied stress.
2. Hydrogen embrittlement susceptibility of notched specimen after solution-treatment and aging after welding was more increased than that of aged smooth specimen and as welded specimen.
3. Fracture surface showed a typical intergranular fracture on the border, a dimple pattern in the center of specimen and some quasi-cleavage fracture between the intergranular and the dimple.

1. 서 론

Maraging 강은 150~280kg/mm² 까지의 여러 강도 수준을 가지는 강이 개발되어 있으며 이러한 강이 구조용 재료로 사용될 때는 용접시공의 유무, 사용 환경, 응력집중의 정도 등을 고려해서 적절한 수준의 강을 선택해야 한다. 이 강은 일반적으로 용접을

실시한 후 수소가 존재하는 환경에서 사용되는 경우가 많은데도 불구하고 용접이음부의 수소취화에 대한 보고¹⁾는 적으며 주로 용접되지 않은 재료의 수소취화 감수성에 미치는 시효조직의 영향,²⁾ 수소균열에 미치는 시효전 냉간가공의 효과,³⁾ 저온 및 고온시효에 의한 수소취화 감수성의 증가문제⁴⁾ 등 연구방법도 수소가스 분위기하에서의 인장시험이 주를 이

* 부산대학교 금속공학과, 정회원

** 부산개방대학 금속공학과, 정회원

Table. 1. Chemical composition and tensile strength of alloy used.

specimen	Chemical Composition(wt%)											Tensile Strength After Solution Treatment & Aging		
	C	Si	Mn	P	S	Ni	Co	Mo	Ti	Al	Fe	UTS(kg/mm ²)	NTS(kg/mm ²)	NSR
250 Grade	0.01	0.03	0.03	0.008	0.006	18.65	8.16	5.07	0.37	0.12	Bal	175	208	1.19
300 Grade	0.01	0.03	0.03	0.008	0.006	18.80	8.26	5.16	0.61	0.12	Bal	205	238	1.16

루고 있다.

따라서 본 연구에서는 수소취화 감수성을 정량적으로 검토하는 방법의 하나인 경하중하에서 수소를 주입하는 방법을 이용, 250 및 300 Grade 18% Ni Maraging강 전자비임(Electron Beam, E. B) 용접부의 파단시간, 파괴거동에 미치는 부가응력, 전류밀도, 용접후 열처리의 영향을 비교 조사하였다.

2. 실험재료 및 실험방법

실험에 사용된 재료의 화학성분 및 인장강도는 Table. 1과 같으며 모든 시료는 진공 고주파 용해로에서 용해 제조 후 1150°C에서 4시간 균질화처리하고 열간단조 및 압연을 실시하였으며 820°C에서 1시간 용체화처리후 실험실용 냉간압연기를 이용, 압하율을 75~80% 정도로 하여 1.1mm의 박판으로 가공하였다. 가공된 판재는 적절크기로 절단한 후 E. B 용접기를 이용, 7.5×10⁻³ Torr의 진공 Chamber 내에서 압연방향으로 Bead on plate 용접을 실시하였다. 용접조건은 가속전압 50KV, E.B전류 12mA, 용접속도 1cm/sec로 일정하게 하였다. 용접된 판재는 열영향에 주의하여 표면과 이면의 덧살을 연삭제거하여 최종 두께 1mm로 하였으며 압연방향과 직각으로 용접부가 시편의 중심에 오도록 Fig. 1과 같이 평활 및 Notch 인장시험편을 제작하였다. 각 시험편은 진

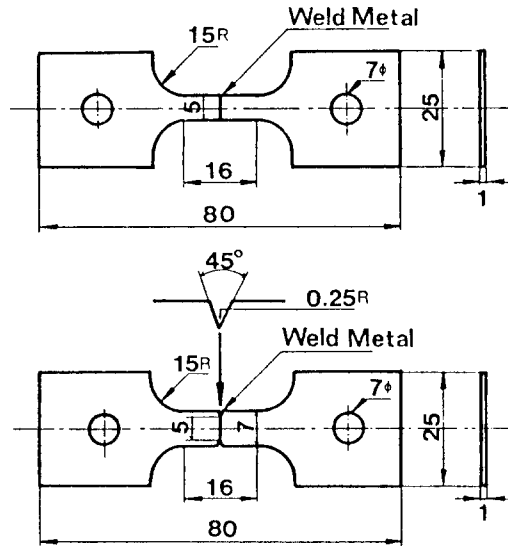
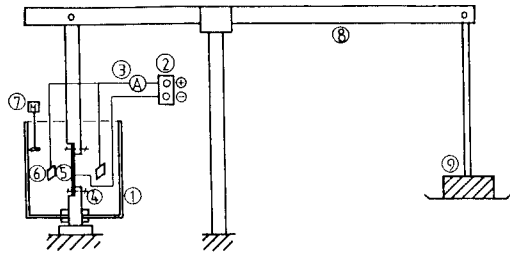


Fig. 1. Dimensions of Smooth and Notched tensile specimens

공 열처리로서 200°C로 20시간 탈수소처리후 480°C에서 4시간 시효열처리 후 수냉하는 방법과 820°C에서 1시간 용체화처리 후 수냉하고 480°C에서 4시간 시효열처리후 수냉하는 2가지의 열처리방법을 채택하였다. 용접후 열처리된 각 시편들의 기계적 성질은 Table. 2와 같으며 인장시험시 cross head speed는 1mm/min으로 일정하게 하였다. 수소취화시험은

Table. 2. Mechanical properties of welded joint (at 600 J/cm)

Specimen	Heat Treatment	Smooth Specimen						Notched Specimen		
		UTS (kg/mm ²)	Elongation (%)	RA (%)	Joint Efficiency (%)	Micro Hardness(Hv, Load 500g)			NTS (kg/mm ²)	NSR
						weld Metal	HAZ	Base Metal		
250 Grade	As welded	90	5.1	19		300			102	1.13
	Aging only Solution-Treatment & Aging	154	4.3	12	93	480-490	500-510	540-550	185	1.21
		167	3.5	11	96	500-505	500-505	530-540	197	1.17
300 Grade	As welded	107	5.5	13		300-310			115	1.07
	Aging only Solution-Treatment & Aging	178	3.4	5	89	510-540	550-580	560-580	192	1.08
		189	3.1	4	94	530-550	560-580	560-585	212	1.12



1. pyrex tube, 2. constant current power supply
3. milli-amperemeter, 4. pin, 5. specimen,
6. pt anode, 7. stirrer, 8. lever, 9. load

Fig.2. Schematic diagram of electrolytic hydrogen charging cell under constant load.

Fig.2와 같은 creep형 정하중 시험기를 이용, 음극 전해법에 의해 수소를 주입하면서 실시하였다. 부가 응력은 열처리된 각 시편의 UTS와 NTS 값(Table. 2 참조)의 80%, 60%, 40%에 해당하는 응력을 적용하였고 전류밀도는 0.5, 5, 50 mA/cm²의 3가지로 변화시켰다. 부가응력과 동시에 수소주입을 개시하였고 전해액은 장시간 시험시 시편부식억제를 고려하여 0.1N H₂SO₄의 수용액(20±5°C 유지)을 사용하였다. 이때 양극은 2개의 백금판(순도 99.9%)을 사

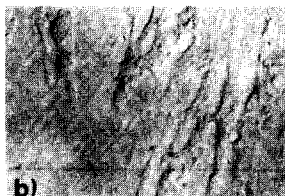
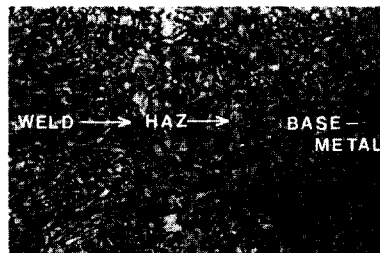
용하였고 시편은 음극으로 하였다. 정하중 수소취화 시험시 시편의 평행부는 #1200의 Emery paper로 연마하고 용접부의 평행부 근처를 제외하고는 전부 Teplon Tape로 감아 수소의 침입을 막았으며 파단된 시편은 즉시 수세하고 Aceton으로 초음파세척 후 파면을 관찰하였다. 또 파단부위는 Ni 도금후 연마하여 Etching(Nital 또는 Pry 시약 이용)하고 광학현미경 관찰을 실시하였다. 정하중 수소취화시험시 파단시간은 200시간을 한도로 하였다.

3. 실험결과 및 고찰

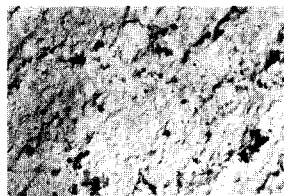
3.1. 용접부의 미세조직 및 대기중

이음강도 특성

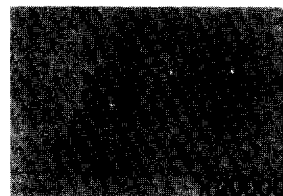
Photo. 1은 용접후 480°C에서 시효열처리한 용접부 횡단면의 미세조직으로 Table. 2의 평균경도값에서 알 수 있는 바와 같이 용접금속은 시효경화된 Martensite의 수직상 조직이며 용접부 및 모재는 전부 Martensite 기지임을 추정할 수 있다. Replica법에 의한 미세조직에서도 열영향부(HAZ)나 모재부에 금속간화합물로 추정되며 수소의 Trap site가 적은



1



2



3



60

Photo.1. Cross section microstructure and fracture surface after tensile test.

- a) Microstructure of weldment b) Replica electron micrographs of weldment (1 : weld metal
- 2 : HAZ 3 : Base metal) c) Fracture surface

것으로 알려진 비정합상⁸⁾의 Ni₃Mo, Ni₃Ti, FeMo 등의 석출물⁷⁾이 Martensite 기지내에 미세하게 분포되어 있음을 알 수 있다. 河部義邦 등의 연구^{2),4)}에 의하면 최적시효온도인 480°C에서의 시효조직과 저탄소 Martensite 기지조직은 수소취화감수성이 이보다 더 저온 또는 고온의 시효조직보다 가장 낮은 것으로 평가되고 있으며, 또 시효전 냉간가공효과³⁾로 인해 본 시편의 수소 취화감수성은 더욱 낮아질 것으로 보나 용접에 의해 형성된 용접금속 및 열영향부 조립역의 구 Austenite 입계의 존재⁸⁾에 의해 수소취화는 촉진되어 질 것으로 사료된다. 또 대기중 이음강도는 Table. 2에서와 같이 용접후 용체화처리하고 시효처리한 시편의 이음강도가 시효처리만한 경우보다 더 컸으며 이러한 이음강도는 시효전의 냉간가공과 시효열처리에 의한 강화작용이 가산적으로 나타난 결과임을 알 수 있다. 파괴는 강한 모재와 열영향부의 소성구속⁹⁾으로 인하여 전부 용접금속에서 발생되었고 파면의 형상은 Photo. 1-(c)와 같이 얇은 Dimple를 보여 주었다.

3.2. 수소 Charge에 의한 지연파괴시간

3.2.1. 수소 Charge 전류밀도의 영향

전해 수소 Charge에서는 Charge 전류밀도가 Charge에 대한 수소가스압에 대응한다.¹⁰⁾ Fig.3, 4는 용접후 열처리된 각 시편의 UTS와 NTS 값의 80%에 해당되는 부가응력하에서 전류밀도와 파단시간과의 관계를 나타낸 것으로 전류밀도가 증가될수록 파단시간은 짧아지는 경향을 보이고 있으며 Notch 시편에서 이의 영향이 더 크게 나타나는 것은 Notch의 효과¹¹⁾가 수소취화감수성을 증가시키는 것으로 설명될 수 있다. 용접한 그대로의(As Welded) 250 Grade 평활재 시편에서는 전류밀도의 변화에 관계없이 파단한계시간인 200시간을 지나도 파단되지 않아 용접후 열처리시와 비교해 수소취화감수성에 큰 차이를

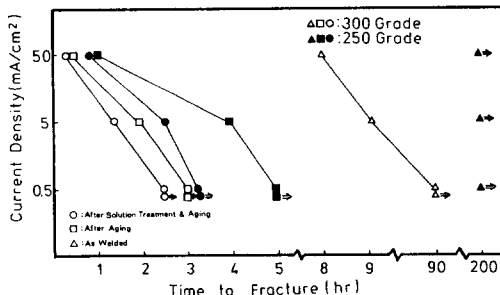


Fig.3. Effect of current density on time to fracture of smooth specimens during hydrogen charging (Applied stress; 80% for each UTS)

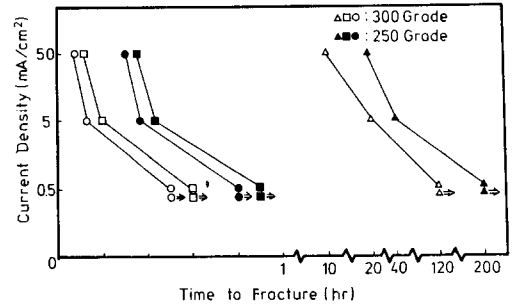


Fig.4. Effect of current density on time to fracture of Notched specimens during hydrogen charging (Applied stress; 80% for each NTS)

보여주고 있고 열처리의 변화에 의한 파단시간은 약간 차이가 있으나 큰 차이는 보여주고 있지 않으며 강도가 더 큰 300 Grade 시편쪽이 파단시간이 더 짧았다. 또 부가응력이 60%, 40%로 감소되어도 전류밀도변화와 파단시간과의 관계는 부가응력이 80%일 때와 유사한 경향을 보여줌이 확인되었다. 수소취화감수성을 나타내는 수소취화도(Hydrogen Embrittlement Index)는 경도에 의한 방법 등 여러가지 방법으로 나타낼 수 있으며 본 실험에서는 $R_A \text{ loss} = \frac{R_A - R_{AH}}{R_A}$ ¹²⁾ 값을 구하기 위하여 수소취화전의 시편 단면적과 수소취화후 파단면의 R_{AH} 값을 Jons가 제안한 방법¹³⁾을 이용, 측정 비교한 결과 전류밀도 증가시 $R_A \text{ loss}$ 값은 증가하는 경향을 보였으나 박판 판재 인장시험편에서 이의 정확한 값을 plot 하기가 어려웠다.

3.2.2. 부가응력의 영향

Fig.5, 6은 전류밀도 범위중 고찰이 비교적 용이한 5mA/cm²의 일정 전류밀도에 대한 부가응력과 파단시간과의 관계를 나타낸 것으로 부가응력은 열처리된 각 시편의 UTS, NTS값의 80%, 60%, 40%의 응력하에서 주로 시험을 실시하였다. 각 시편은 용접후 열처리시 전부 부가응력에 비례하여 파단까지

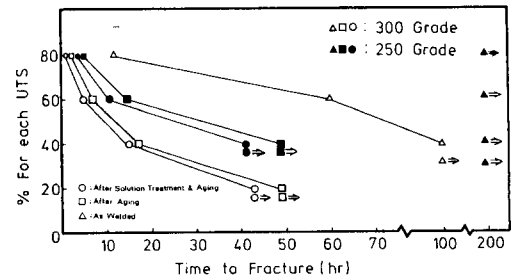


Fig.5. Relation between applied stress(% for each UTS) and time to fracture in smooth specimens during hydrogen charging (current density; 5mA/cm²)

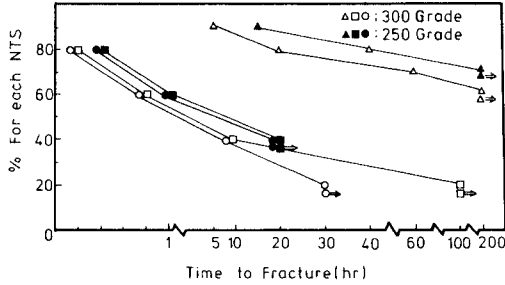


Fig. 6. Relation between applied stress(% for each NTS) and time to fracture in notched specimens during hydrogen charging (current density; $5mA/cm^2$)

의 시간이 응력에 의존되는 지연파괴거동을 나타내고 있으며 지연파괴시간은 용접한 그대로의 시편이 가장 길었고(250 Grade 평활시편은 파단한계시간 200 시간 이상에서도 파단이 없었음) 시효처리만 한 시편보다 용체화처리하고 시효처리한 시편이 약간 짧았으나 큰 차이는 보이고 있지 않으며 부가응력이 증가될수록 파단까지의 시간이 짧아지는 경향을 보이고 있다. 이러한 경향은 Notch 시편이 평활시편보다 더 크게 나타나고 있음을 알 수 있다. 또 용접후 열처리한 시편들은 Fig. 5, 6에서 알 수 있는 바와 같이 상한 한계응력을 나타내는 수평부도 존재하지 않으며 파단이 일어나지 않는 하한 한계응력은 본 실험의 연구범위에서 불명확하나 $5mA/cm^2$ 의 전류밀도에서 300 Grade 시편(용체화 처리후 시효처리시)은 20% 이하의 부가응력이 될 것으로 추정된다.

3. 3. 파단부위 및 파괴거동

3.3.1. 파단부위

Photo. 2는 용접후 시효열처리한 평활시편의 수소 취화시점후 파단부위이다.

용접금속에 Notch를 준 시편은 부가응력, 전류밀도, 열처리의 변화에 관계없이 전부 용접금속에서 파단이 일어났으며, Photo. 2-(b)와 같이 수지상정 경계를 따라 균열의 발생이 일어났음을 알 수 있다.

또 용접한 그대로의 평활시편에서도 부가응력, 전류 밀도에 관계없이 전부 용접금속에서 파단이 일어났는데 이것은 용접후 열처리한 시편보다 용접금속에서 더 큰 연신이 일어나기 때문에 하중부가와 더불어 생긴 큰 변형에 의해 수소의 침입이 신생표면으로 용이하게 침투¹⁴⁾하므로 Bond 부근의 조대한 구 Austenite 입계에서 보다 용접금속에서 파단이 일어난 것으로 사료된다. 용접후 열처리한 평활 시편은 전류밀도가 큰 $50mA/cm^2$ 일 때 Photo.2-(b)와 같은 용접금속에서의 파단이 주로 많았고 $0.5mA/cm^2$ 의 전류밀도하에서는 부가응력, 열처리변화에 따라 용접금속 또는 Bond부의 조대한 구 Austenite 입계를 따라 균열이 발생되어 파단이 일어났는데 주로 Photo. 2-(a)와 같은 Bond부근의 조립역 입계파단이 많았고 Photo.2-(c)와 같이 Bond부근의 구 Austenite입계를 따라 균열이 전진되어 최종 용접금속에서 파단된 것도 나타났다. 이러한 이유를 살펴보면 Bond 부근은 조대한 구 Austenite 입계가 존재함과 동시에 수소의 침입확산이 결정립이 클수록, 또 입내보다 입계로의 확산이 일어나기 쉽고¹⁵⁾ 용접금속의 cell 수지상은 구 Austenite립보다 결정립이 작아 수소침투의 장벽이 많기 때문에 Bond 부근의 조립역에서 파단이 일어나고 또 용접금속에서의 파단은 Bond에서의 수소에 의한 취화촉진¹⁾에 의한 것으로 사료되어 어느 일정한 장소에서의 파단만이 일어난다고는 생각되지 않았다.

3.3.2. 파괴거동

Photo.3은 Bond 부근의 조립역에서 파단된 열처리된 평활시편의 파면을 파단면 가장자리에서 중심부 쪽으로 관찰된 SEM 파면으로 수소취화의 전형적인 입계파괴(Photo.3-a)에서 수소취화 의벽개파면(Photo. 3-b)을 거쳐 최종 기계적 파단면인 Dimple 파면(Photo.3-c)으로 변화된 것을 나타내고 있다. 입계 파면은 시편의 가장자리 부근에서나 Notch 아래에서 주로 나타났고 시편 중심부로 갈수록 Dimple 파면이 주로 나타났으며 Photo.3-(b)와 같은 천이형태의 수

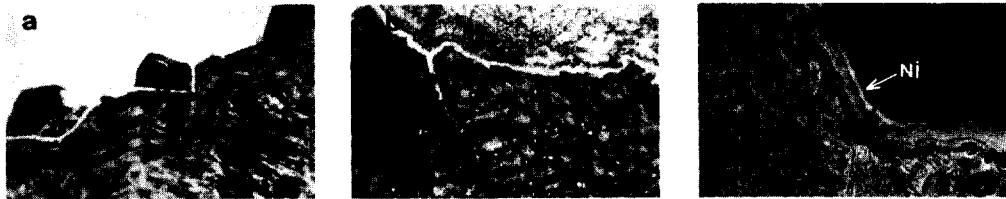


Photo.2. Fracture topography (a; $0.5mA/cm^2$, Aging only b; $50mA/cm^2$, Aging only c; $5mA/cm^2$, Aging only)

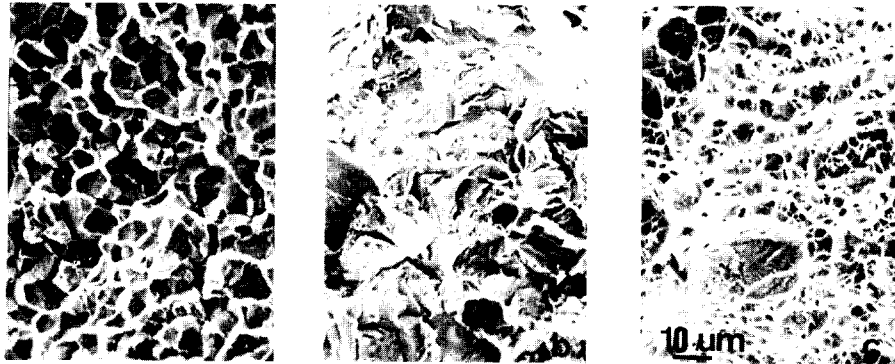


Photo.3. Scanning electron fractographs of aged smooth specimen (300 Grade, applied-stress 80%, current density $5mA/cm^2$)

a) Intergranular (IG) fracture on the border of specimen. b) Quasi-cleavage fracture in a transient area between (a) and (b). c) Dimple fracture in the center of specimen.

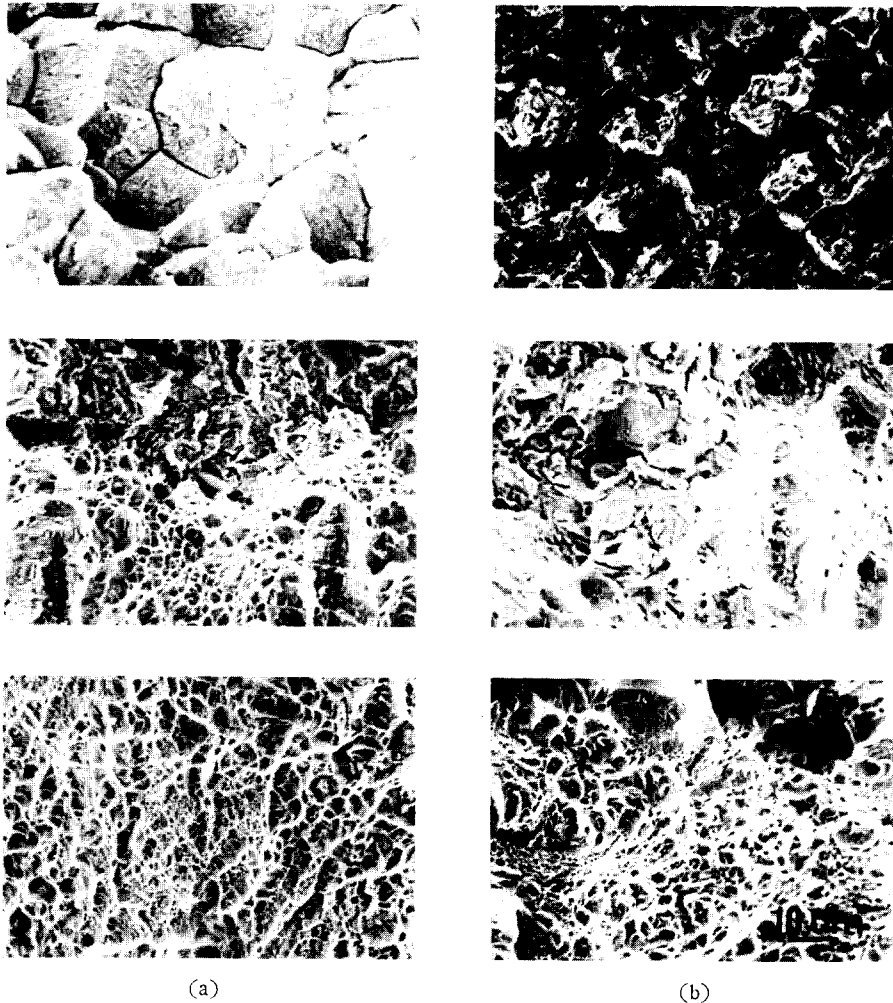


Photo.4. Scanning electron fractographs (a; Aging only, b; Solution-treatment & Aging)

수취화 의벽개 파면이 관찰되었다. 그러나 이러한 칩이구역은 아주 적었고 강도가 낮은 250 Grade에서는 거의 나타나지 않았다.

Photo. 4는 5mA의 전류밀도에서 수소취화감수성이 큰 80%의 부가응력을 주었을 때 300 Grade 평활시편의 파단면을 시편 가장자리와 칩이구역의 중심부쪽으로 나타낸 것으로 Photo. 4-(a)는 Bond 부근에서 파단된 시편이고 Photo. 4-(b)는 용접금속에서 파단된 시편으로 전부 Photo. 3과 같은 형태의 파면상태를 보여 주고 있으며 용접금속에서 파단된 시편도 시편 가장자리 근처에서 수직상정 경계를 따라 파단된 입계파면 형태를 나타내고 있다.

Photo. 3, 4에서와 같이 수소취화 의벽개 파면이 칩이구역으로 존재하는 것은 수소농도의 불균일과 부분적으로 수소농도가 높은 장소에서 이러한 형태가 일어난다고 보며 거꾸로 농도가 낮은 장소에서는 기계적 파단면인 Dimple이 존재하는 것으로 사료되며, 또 입내파괴를 일으킬만한 충분한 수소량이 없을 때는 약간의 소성변형이 진행되면 이것에 의해 결정입계의 정합성이 저하되고 전위의 집적에 의한 응력집중과 전위에 의해 운반된 수소의 작용에 의해 입계 파괴가 생긴다고 연구되고 있다.⁶⁾

따라서 이러한 파면형태의 변화는 재료 특성 이상으로 흡수 수소량에 의해 지배된다고 생각되며, 특히 용접후 열처리된 시편은 용접한 그대로의 시편보다 단위면적당 받는 stress가 크고 또 Notch 시편의 예리한 V Notch의 효과¹¹⁾로 인해 수소가 약간의 균열을 주면 균열은 수소에 의한 전파를 보이다가 단면적의 감소로 더 이상 부가응력을 견디지 못해 결국 기계적인 파단을 하게 된다고 사료된다.

4. 결 론

전자비임 용접된 250 및 300 Grade 18% Ni Maraging강을 음극전해법에 의해 정하중 수소취화시험시 파단시간, 파괴거동에 미치는 부가응력, 전류밀도, 용접후 열처리의 영향을 조사한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 모든 시편은 지연파괴거동을 나타내었고 파단 시간은 부가응력 및 전류밀도의 증가에 따라 감소하

는 경향을 나타내었다.

2. 용접후 용체화처리하고 시효한 Notch시편의 수소취화감수성은 용접한 그대로의 시편이나 시효처리한 평활시편보다 더 컸다.

3. 파면은 시편의 가장자리 부근에서 입계파괴, 중심부에서 Dimple 형상이 나타났으며 이의 경계에 약간의 의벽개 파면이 나타났다.

참 고 문 헌

- 1) 藤田充苗·河部義邦外 2, 鐵と鋼(1983), 講演概要, 83-s553, p.237.
- 2) 河部義邦·宗木政一外 1, 鐵と鋼, Vol.68, No. 16, (1982), p.114~120.
- 3) 住友芳夫·古林英一外 1, 鐵と鋼, Vol.69, No. 7, (1983), p.70~77.
- 4) 河部義邦·深町正利外 2, 鐵と鋼, Vol.70, No. 8, (1984), p.130~137.
- 5) 藤田充苗·河部義邦外 2, 鐵と鋼, Vol. 71, No. 2, (1985), p.274~280.
- 6) 戸塚信夫·中井場一, 鐵と鋼(1983), 第105回 講演概要, p.115~116.
- 7) 岡田康孝, 鐵と鋼, Vol.72, No.7, (1986), p. 131~138.
- 8) A.T.D' Annessa, British Welding Journal, (19 67), February, p.63~65.
- 9) 藤田充苗·河部義邦外 2, 鐵と鋼, Vol.69, No.8, (1983), p.104~111.
- 10) 松本卓磨·大塚陸郎, 日本金屬學會誌, Vol.49, No.10, (1985), p.841.
- 11) 下川義雄, 鐵と鋼, Vol. 57, No.12, (1971), p.64.
- 12) Bever, Encyclopedia of Materials Science and Engineering, (1986), MIT Press, p.2242.
- 13) H.E. Davis, G.E. Troxell, G.F.W. Hauck, The Testing of Engineering Materials, 4th ed, p.136~137.
- 14) 大西敬三外 3, 日本金屬學會誌, Vol.40, (1976), p.650~656.
- 15) John K. Tien, Alloy and Microstructural Design, (1976), Academic Press, p.323.