



디스크 시험 및 수소처리 인장시험에 의한 수소배관용 고질소 스테인리스강의 내수소취성 평가 연구

신동원 · 이민경 · 김정환 · 서호성 · †이재훈

한국가스안전공사 가스안전연구원

(2022년 11월 10일 접수, 2022년 12월 8일 수정, 2022년 12월 9일 채택)

Investigation on Resistance to Hydrogen Embrittlement of High Nitrogen Austenitic Steels for Hydrogen Pipe by the Disc Pressure Test and the Tensile Test on Hydrogen Pre-charged Specimens

Dong-won Shin · Min-kyung Lee · Jeong Hwan Kim · Ho-seong Seo · †Jae-hun Lee

Safety Research Division, Korea Gas Safety Corporation, Eumseong 27738,

Republic of Korea.

(Received November 10, 2022; Revised December 8, 2022; Accepted December 9, 2022)

요약

본 연구에서는 디스크와 인장시험 등을 통해 수소취성에 대한 재료 특성을 평가하고자 하였다. 이를 위해 니켈 당량이 28.5 이상인 합금 조성, 이와 유사한 상용 합금 조성 2종에 대해 합금을 제조하였고, 각 합금은 진공유도용해로(Vacuum Induction Melting, VIM)에서 개발 합금(이하 #1)과 상용 배관(이하 각각 #2, #3)을 채용하여 주조재료로 제조하였고, 주조 합금은 단조 및 압연하여 판재로 제조하였다. 디스크형태의 시편은 0.1~1000 bar/min의 속도로 수소와 헬륨으로 가압하여 파열압력을 측정하여 수소에 대한 특성을 평가하였고, 전기화학적 방법으로 수소처리한 인장시편과 비교군에 대해 항복강도, 인장강도, 연신률, 단면적 감소율을 확인하였다. 또한 인장시편은 주사전사현미경을 통해 파단면을 확인하였다. 디스크파열시험과 수소처리 한 시편의 인장시험을 통해, 본 연구를 통해 개발된 강종의 경우 상용 강종과 비교하여 유사한 수소취성 특성을 갖고 있음을 확인하였고, 파단면 또한 미세한 두께의 벽개파괴 특성을 보였지만 기계적 강도에 큰 영향을 미치지 않음에 따라 개발된 고질소 스테인리스강은 내수소취성이 우수한 것으로 평가 할 수 있었다.

Abstract - In this study, characteristics of effect on hydrogen gas was investigated to hydrogen embrittlement by disk and tensile tests. The developed and commercial alloy was fabricated to a plate material made from an alloy ingot. The prepared materials were processed in the form of a disk to measure rupture pressure by hydrogen and helium gas at a rate of 0.1 to 1,000 bar/min. In the hydrogen pre-charged tensile test, a specimen was hydrogenated using an anode charging method, and the yield strength, ultimate tensile strength, elongation, and reduction in area rate were carried by a strain rate test. Also, the microstructure was observed to the fracture surface of the tensile test specimen. As a result, the developed materials satisfied enduring hydrogen embrittlement, and the fractured surface showed a brittleness fracture surface with a depth of several μm , but dimple due to ductile fracture could be observed.

Key words : hydrogen pipe, high nitrogen austenitic steel, hydrogen embrittlement, disc pressure test, hydrogen pre-charging

†Corresponding author: sasimi@kgs.or.kr

Copyright © 2022 by The Korean Institute of Gas

I. 서론

전 세계적인 탄소중립(Net zero) 노력에 따라 탄소 배출량을 줄일 수 있는 현실적인 대안으로 수소가 주목받고 있다.[1] 이에 따라 우리나라는 수소경제이행 기본계획에 의해 수소전기자동차의 보급을 위한 필수 요소인 수소충전소를 2040년까지 전국에 1,200여 개소로 확충할 계획에 있다. 이러한 수소충전소는 수소의 공급-압축-저장-냉각-충전 단계로 구성되어 있으며, 수소는 각 단계마다 수소 배관을 통해서 전송된다.[2] 이 때, 수소 배관은 최대 80MPa의 설계 압력과 수소취성 영향을 고려하여, 현재 수소충전소의 배관 소재는 스테인리스 304 또는 316 계열이 사용되고 있다.[3-6]

수소 충전소에서 주로 고압 수소용 배관 소재로 사용 중인 스테인리스 316(STS 316) 합금은 10~14%의 니켈(Ni)을 함유하고 있어, 탄소강에 비해 수소취성에 강하고[7] 항복강도가 높아 내압성능이 우수한 것으로 알려져 있다.[8-10] 그러나, 니켈은 오스테나이트 조직의 안정성에 기여하지만[11] 제조단가를 상승 시키기 때문에, 니켈, 망간, 질소 등 첨가원소에 따른 합금 조성에 관한 연구가 진행되고 있다. 최근 발표된 연구에 따르면, 고질소 스테인리스강은 니켈과 탄소의 함량을 낮추고 망간과 질소를 증가시켜, 고강도 안정화 오스테나이트계 합금 제조함으로써 우수한 내수소취성과 기계적 물성을 보여준다.[12-15] 산업에서는 대표적으로 일본에서 개발된 강재와 우리나라에서 개발된 소재가 수소 충전소 배관으로 적용되어 상용화에 성공한 바 있다.[16]

한편, 소재의 수소취성은 소재의 수소를 다양한 방법으로 주입하고,[17] 소형 편치(SP)시험을 통해서 수소 저장 용기 소재와 수소 배관용 소재의 안전성이 연구되어 왔다.[18, 19] 여기서, 소형 편치시험은 수소 분위기에서의 일반 시험이나 전기화학적 방법에 의해 수소 처리(hydrogen pre-charging)된[20] 소재를 일정 부하속도로 하중이 가해진 강구(steel ball)에 의한 파괴 거동을 분석하여 내수소취성을 평가한다. SP 시험은 수소취성 연구에 많이 이용되고 있지만, 고압 수소 가스의 영향을 판단하기에는 어려움이 있다. 따라서, 국제표준화기구(ISO)는 고압 수소 가스에 의한 금속 디스크 파열 시험을 통해서 고압 수소 가스에 의한 파열압력으로 내수소취성을 평가하는 방법을 제시하였고,[21] 이와 관련 연구가 일부 보고된 바 있지만 [22-24] 아직까지 많은 연구가 진행되고 있지 않다.

따라서, 본 연구에서는 최대 80MPa 압력의 고압 수소를 운용하는 수소충전소의 배관으로 적용 가능한 오스테나이트계 스테인리스강 소재를 개발함에 따

라, 개발된 소재의 수소 안전성을 확인하기 위하여 국제표준화기구(ISO 11114-4)에서 제시한 배관의 내수소취성 시험을 수행하였다. 소재의 내수소취성은 소재의 고압수소에 의한 파열압력과, 수소 처리된 금속 시험편의 기계적 물성 및 미세조직의 변화를 각각 비교 분석하여 평가하였다. 그리고, 평가 결과를 근거로 하여 개발된 고질소 스테인리스강의 수소충전소의 고압수소배관 소재로의 사용 가능 여부를 검토하였다.

II. 실험 방법

2.1 사용 재료

본 연구에 사용된 합금은 2012년 일본 일반 고압 가스 보안 규칙 관련 기준 개정안에 제시된 수소환경용 스테인리스강의 니켈 당량(Nieq) 규정을 이용하여 합금 조성을 개발하였으며, 니켈 당량 식은 다음과 같다.

$$\text{Nieq} = \text{Ni} + 0.65\text{Cr} + 0.98\text{Mo} + 1.05\text{Mn} + 0.35\text{Si} + 12.6\text{C} \quad (1)$$

위 식을 이용하여 니켈 당량이 28.5 이상인 합금 조성, 이와 유사한 상용 합금 조성 2종에 대해 합금을 제조하였고, 각 합금의 조성은 Table 1에 정리하였다. 각 합금은 진공유도용해로(Vacuum Induction Melting, VIM)에서 개발 합금(이하 #1)과 상용 배관(이하 각각 #2, #3)을 재용해하여 주조제로 제조하였고, 주조 합금은 1,523 K의 고온에서 단조 및 압연하여 판재로 제조하였다.

2.2 시험 및 분석

제조된 고질소 스테인리스강 판재는 디스크 파열 시험과 수소처리(Hydrogen Pre-charged) 인장시험을 이용하여 내수소취성을 평가하였다. 디스크 파열 시험은 한국가스안전공사 에너지안전실중연구센터(강원도 영월 소재)에서 자체 제작한 디스크 파열 시험장치를 이용하여 고압 수소와 헬륨 가스에 의한 스테인리스강 디스크 시험편의 파열압력을 측정하였으며, 시험 장치의 모식도는 Fig. 1-(a)에 나타났다. 디스크 파열

Table 1. Composition of the high nitrogen stainless steels for hydrogen piping materials

	C	Si	Mn	Ni	Cr	N	Mo	V	Nb	Fe
#1	0.03	0.5	3	10	23	0.35	-	-	0.3	bal.
#2	0.03	0.5	5	12.5	22	0.30	2	0.2	0.2	bal.
#3	0.03	0.5	3	10	22	0.25	-	-	0.5	bal.

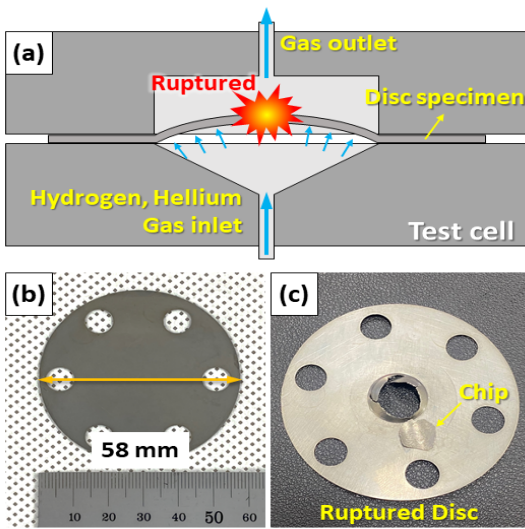


Fig. 1. (a) Schematic of a test cell for resistant to hydrogen embrittlement by high pressure gaseous hydrogen, (b) Morphology of a disc specimen for the test, (c) Ruptured disc and chip by a high pressure hydrogen.

시험의 시편은 Fig. 1-(b)와 같이 ISO 11114-4에 따라 직경 58 mm, 두께 0.75 mm 이하의 디스크 형태로 가공하여 사용하였으며, 시험 조건은 0.1 ~ 1,000 bar/min의 속도로 가압된 수소 및 헬륨 가스에 의해 Fig. 1-(c)와 같이 디스크가 파열될 때의 압력을 측정하였다. 측정된 파열 압력은 수소가스에서의 파열압력(PH₂)에 대한 헬륨가스에서의 파열압력(PHe)의 비를 수소취성 지수로 산출하여 각 소재의 내수소취성을 평가하였다.

수소처리 인장시험은 합금을 인장시험 시편으로 가공하여 수소처리한 후에, 인장시험에 의해 기계적 강도를 측정하였다. 먼저, Fig. 2와 같이 ASTM E8M 규격 (직경 = 6mm, 표점거리 = 30 mm)의 환봉 형태로 제조된 판재를 인장시험 시편으로 가공하였다. 시편의 수소처리는 ISO 16573 절차에 따라 진행하였으며, NaCl + NH₄SCN + DI water 혼합용액에서 340 K, 5 mA/cm² 전류 밀도를 이용하여 72시간 동안 시편에 수소처리 하였다. Fig. 2의 수소처리 된 인장시험 시편과 처리 되지 않은 인장시험 시편은 각각 만능재료시험기 (AG-Retrofit, SHIMADZU, 일본)를 이용하여 수소처리 후 즉시 인장시험을 실시하였으며, 인장시험 조건은 250 kN 로드셀, 500 mm/min 속도로 2회 이상 상온에서 시험을 실시하였다. 인장시험이 끝난 각각의 시편은 주사전자현미경(MIRA LMH, TESCAN, 체코)

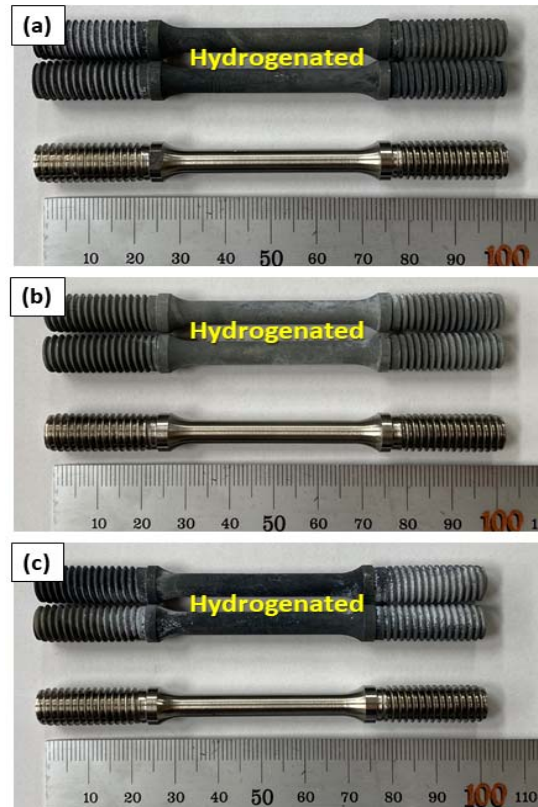


Fig. 2. Specimen for the strain rate test of the light grey and the dark grey with hydrogen charging (a) #1 alloy, (b) #2 alloy, (c) #3 alloy

을 이용하여 수소취성에 의한 시편의 파괴 영향을 확인하기 위해 파단면을 관찰하였다.

III. 실험 결과

3.1 디스크 파열 시험(Disc Test)

#1, #2, #3 합금에 대해 고압의 수소와 헬륨 가스에 의한 디스크의 파열압력 측정 결과는 Fig. 3과 같이 수소취성지수로 나타났다. 수소취성지수는 먼저 고압의 수소 및 헬륨 가스에 의한 파열압력을 디스크의 두께에 따라 보정하여 아래의 식 (2)와 같이 보정파열압력 값을 산출하였고, 산출된 수소 가스의 보정파열압력과 헬륨 가스의 보정파열압력은 ISO 11114-4의 내수소취성 평가 방법에 따라 식 (3)에 대입하여 수소취성지수를 계산 하였다.

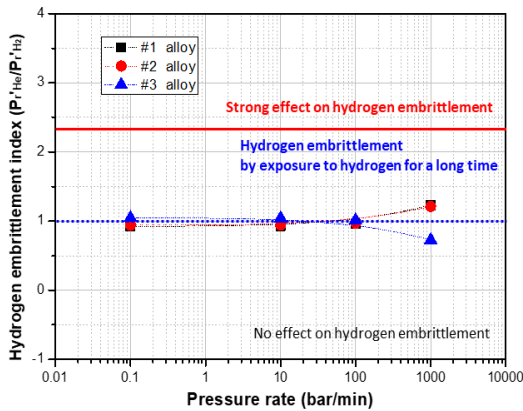


Fig. 3. Hydrogen embrittlement index from the disc test results

$$P_r' = \frac{P_r \times 0.75}{e_m} \quad (2)$$

$$P_r'_{He} / P_r'_{H_2} \quad (3)$$

위 식에서 P_r 은 디스크 시험으로 얻은 과열압력 값, e_m 은 시험에 사용된 평균 디스크 두께를 의미하고, $P_r'H_2$ 은 수소 보정과열압력, $P_r'He$ 은 헬륨 보정과열압력이다. Fig. 3의 결과로부터, 100 bar/min 가압속도 이하에서는 각각의 합금이 1.0으로 수소취성지수가 유사하게 나타났으며, 1000 bar/min의 높은 가압속도에서 #3번 합금은 0.72, #1과 #2 합금은 1.2 수소취성지수를 나타냈다.

3.2 수소처리 인장시험(Hydrogen Pre-charged Strain Rate Test)

수소처리 인장시험에 사용된 인장시험 시편은 수소처리 후 시편으로부터 수소의 방출을 막기 위해서 Zn 코팅을 진행하였으며, Fig. 2-(a)~(c)와 같이 표면이 검게 변하는 것을 확인할 수 있다. Fig. 2에 나타난 수소처리 한 시편과 수소처리하지 않은 시편의 인장시험 결과는 Fig. 4의 변형률-응력(Strain-Stress) 그래프와 Table 2의 표에 0.2 % 항복강도(Yield Strength), 최대인장강도(Ultimate Tensile Strength), 연신율(Elongation), 단면감소율(Reduction in Area)을 정리하였다.

Fig. 4의 변형률-응력 그래프에서 #1과 #2의 결과는 수소처리 여부에 관계없이 거의 동일한 형태의 곡선을 나타냈고, #3의 그래프는 #1과 #2의 그래프에 비해 변형률-응력 그래프의 경향이 다르게 나타났다. 수소처리하지 않은 #1, #2, #3 합금은 각각 591 MPa, 557 MPa, 498 MPa의 항복강도와 890 MPa, 881 MPa, 798

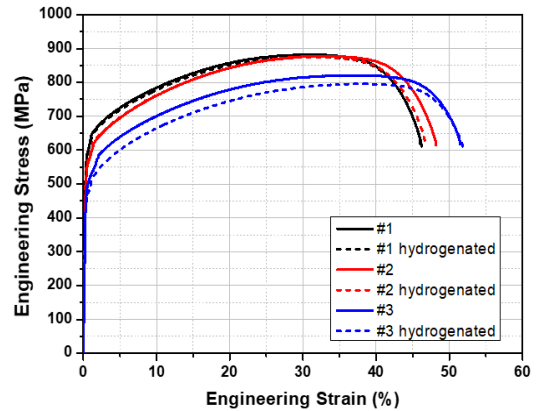


Fig. 4. Strain-stress curves of alloys for hydrogen piping with no treatment, and with hydrogen pre-charging by electro charging method

Table 2. Yield strength and ultimate tensile strength of alloys for hydrogen piping, the elongation and rate of reduction in area calculated by respect to tensile test specimen

	Yield strength (Std.Err.) [MPa]	Tensile strength (Std.Err.) [MPa]	Elongation (Std.Err.) [%]	RA [%]
#1	591.66 (±11.17)	890.81 (±6.68)	39.91 (±1.06)	43.89
#1 hydrogenated	586.27 (±5.72)	880.72 (±4.53)	38.87 (±1.63)	43.59
#2	557.65 (±7.45)	881.21 (±2.39)	41.20 (±0.34)	44.33
#2 hydrogenated	559.40 (±3.10)	874.04 (±0.32)	39.82 (±0.82)	42.58
#3	498.77 (±7.86)	825.07 (±4.18)	43.76 (±0.61)	42.28
#3 hydrogenated	463.23 (±5.79)	798.22 (±3.06)	44.90 (±0.5)	41.0

MPa의 인장강도를 나타냈다. 한편, 수소처리 한 #1과 #2 합금의 항복강도는 각각 586 MPa과 559 MPa를 나타냈고, 인장강도는 880 MPa과 874 MPa를 나타냈다. 그러나, #3 합금의 항복강도는 463 MPa를 나타냈으며, 인장강도는 798 MPa를 나타냈다. 인장시험 결과를 바탕으로 변형된 시편의 길이와 단면적을 이용하

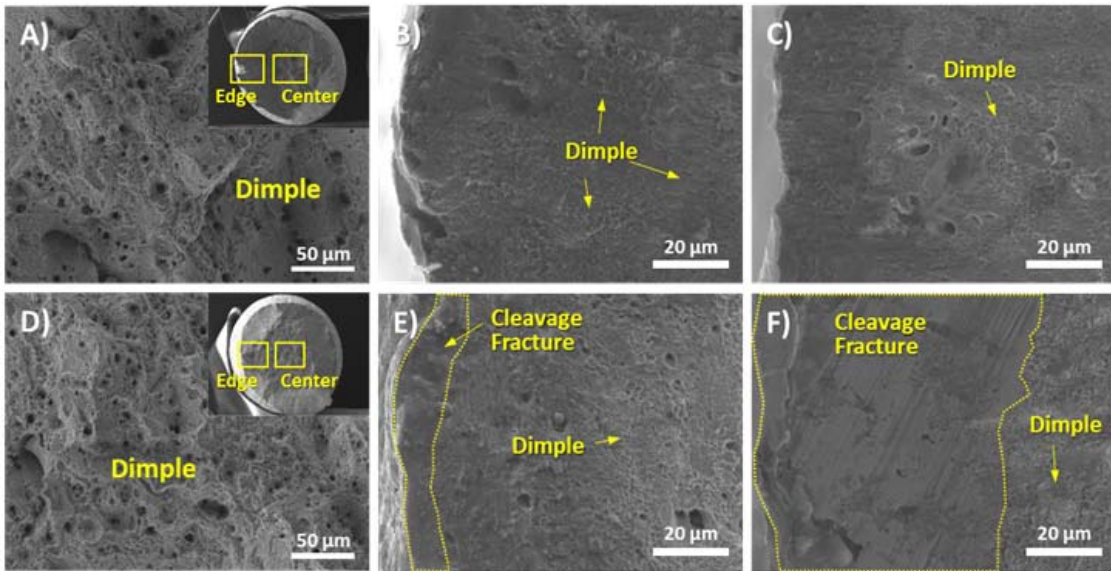


Fig. 5. Fractography of tensile test specimen, (a) Center area of #1 alloy with no treatment, (b) Edge area of #1 with no treatment, (c) Edge area of #3 with no treatment, (d) Center area of #1 alloy with hydrogenated, (e) Edge area of #1 with hydrogenated, (f) Edge area of #3 with hydrogenated

여 각 합금의 연신율과 단면적 감소율을 산출하였고, 그 결과는 Table 2에 정리하여 나타냈다. 수소처리하지 않은 #1, #2, #3 합금의 연신율은 각각 39%, 41%, 43%를 나타냈고, 수소처리 한 #1, #2, #3 합금의 연신율은 각각 38%, 39%, 44%를 나타냈다. 그리고, 수소처리 한 #1, #2, #3 합금의 단면적 감소율은 각각 43%, 44%, 42%를 나타냈고, 수소처리하지 않은 #1, #2, #3 합금의 단면적 감소율은 각각 43%, 42%, 41%를 나타냈다.

3.3 인장시험 시편의 파단면 특성 (Fractured surface)

Fig. 5-(a)와 Fig. 5-(d)는 인장시험 파단면의 가운데 부분을 관찰한 결과이며, 오른쪽 상단에 가운데와 끝부분의 관찰 부위를 표시하였다. Fig. 5-(a), (b), (c)는 수소처리하지 않은 인장시험 시편이고 Fig. 5-(d), (e), (f)는 수소처리 한 인장시험 시편의 파단면을 나타냈다. 파단면 미세조직은 결정립계(Grain Boundary)에 의해 딴플(Dimple)이 형성된 것을 확인할 수 있었으며[25], 오스테나이트계 스테인리스의 미세조직 내에 존재하는 석출물에 의한 기공도 함께 관찰되었다[26]. Fig. 5-(b)와 Fig. 5-(c)는 수소 처리되지 않은 인장시험의 파단면을 나타낸 것이며, Fig. 5-(a)의 미세조직과 유사하게 기공과 딴플이 관찰되었다. 한편, 수소 처리된 인장시험의 결과는 Fig. 5-(d), (e), (f)에 나타냈으

며, Fig. 5-(d)는 시편의 가운데를 관찰한 결과이다. Fig. 5-(d)의 파단면 미세조직은 Fig. 5-(a)와 유사하게 딴플과 석출물에 의한 미세조직을 관찰할 수 있었다. 반면에, Fig. 5-(e)와 Fig. 5-(f)의 미세조직은 수소 처리에 의해 수소에 의한 영향으로 수소취성에 의한 벽개 파괴(quasi-cleavage fracture)가 나타나는 것을 확인할 수 있었으며, Fig. 5-(f)는 Fig. 5-(e)에 비하여 벽개 파괴 영역이 비교적 넓게 나타나는 것을 확인할 수 있었다. 수소 처리된 인장시험의 파단면은 표면으로부터 벽개 파괴면이 나타났지만 여전히 딴플이 형성된 미세조직도 함께 나타나는 것을 확인할 수 있다.

IV. 고찰

디스크 파열 시험은 금속의 수소 저항성(또는 감수성)을 평가하기 위해 고압의 고순도 수소와 헬륨 가스를 이용하여 가압 속도에 따른 파열 압력을 측정하고 기준 가스인 헬륨에 대한 수소 가스 파열압력을 평가하는 시험이다. 파열압력은 ISO 11114-4에 제시된 시험 기준 두께인 0.75mm에서 실제 시편의 두께의 오차를 보정하기 위해서 위에 제시된 식(2), (3)을 이용하여 각 합금의 보정파열압력 값과 수소취성지수를 계산하였다. Fig. 3에서 각 합금은 수소취성지수가 2 이하를 나타냈으며, 산출 결과로부터 각 합금은 ISO 11114-4 및 ASTM F1459의 수소 저항성 판단 기준에

따라 고압수소에 의해 발생하는 수소취성에 민감하지 않지만 수소에 장시간 노출됨에 따라 수소취성이 발생할 가능성이 있는 것으로 판단될 수 있다. 디스크 파열 시험으로 얻은 결과는 수소가스와 헬륨가스의 파열압력에 의한 수소취성지수로써 수소취성을 정성적으로 판단할 수 있기 때문에, 소재의 내수소취성을 좀 더 면밀하게 관찰하기 위해서 가혹한 조건 하에서 수소 가스에 장시간 노출시킨 합금의 기계적 특성을 관찰하였다. 세 가지 합금의 기계적 강도를 측정된 결과, 수소 영향에 관계없이 #3 합금의 응력-변형률 그래프의 기울기와 최대인장강도는 #1과 #2 합금에 비해 다소 낮은 것을 확인할 수 있다. 그러나, 각 합금의 수소영향에 따른 항복강도와 인장강도는 수소처리된 시편이 약간 감소하였으나, 거의 동일한 결과를 나타냈다. 한편, 수소처리 되지 않은 인장시험 시편과 비교하여 항복강도와 인장강도가 약간 감소함에 따라, 연신율과 단면적 감소율은 약간 감소하는 경향을 나타냈다. 이러한 결과를 나타내는 이유는 인장시험의 방법에 따라 수소취성 영향이 다른 경향을 나타낼 수 있으며, 일반적으로 수소취성 영향에 따른 기계적 강도 변화를 분석하기 위해서는 저속변형률 인장시험 (slow strain rate test)을 실시하는 것으로 알려져 있다. 하지만, T. Chida의 연구에 따르면 저속하중시험 (constant load test, CLT), SSRT, CSRT 비교 시험에서 시편에 수소를 충분히 확산시켰을 때 각각의 시험으로부터 얻은 파괴응력은 유사한 관계를 나타낸다는 결과를 발표한 바 있다.[27] 따라서, 본 연구에서는 시편에 수소를 충분히 확산시킬 수 있는 조건을 이용하였고, 이에 따라 CSRT로 기계적 특성을 분석하였다. 결과적으로, 수소 처리에 의한 수소취성은 고질소 스테인리스 시편에 큰 영향을 미치지 못한 것으로 판단되며, 이에 따라 수소 처리되지 않은 시편과 비교하여 항복강도와 인장강도의 변화가 거의 없음에 따라 내수소취성이 우수한 것을 알 수 있다.

파열압력에 의한 수소취성지수와 기계적 강도의 변화는 시편의 미세조직 관찰 결과와 비교하여 상관성을 검토해볼 수 있다. 미세조직의 파단면은 수소 처리와 관계없이 파단면의 중간영역에서 연성파괴에서 볼 수 있는 덤플과 석출물에 의한 기공을 관찰할 수 있었다. 그리고, 수소처리된 시편의 표면은 가혹한 수소환경 노출에 의해 수소취성에 의한 벽개파괴 (quasi-cleavage fracture)가 나타나는 것을 확인할 수 있었지만, 전반적으로 균일한 취성영역은 나타나지 않았고, 국소적으로 표면으로부터 수 마이크로의 미세한 두께가 영향을 받은 것으로 보인다. 일반적으로 수소 취성은 구조용 강재에서 수소의 확산에 따라 수

소 침투에 의한 전위(dislocation)의 증가에 따른 취성 파괴가 나타나는 특징이 있다.[28] 이에 따라 가혹한 수소 환경 또는 지속적인 수소의 노출에 의해 수소배관소재는 수소와의 상호 작용(interaction)으로 소재에 수소 취성이 발현되기 쉽지만, 본 연구에 사용된 오스테나이트계 합금은 질소 첨가에 따른 미세조직의 안정화에 따라 수소 확산 및 침투에 대해 저항성을 가지고 있다.[12] 또한, 합금 내 질소 고용에 따른 석출물에 의하여 내수소취성 특성이 나타난다.[12] 이러한 이유로, 본 연구에서 사용된 개발된 합금 및 상용 합금은 수소취성에 의한 기계적 특성 저하가 나타나지 않은 것으로 판단된다.

결과적으로, 본 연구에서는 새로운 내수소취성 평가 시험 방법을 이용하여 고질소 스테인리스강의 내수소취성 특성을 살펴보고자 하였으며, 고질소 스테인리스강의 인장시험 시편의 파단면과 디스크 파열 압력을 통하여 내수소취성을 평가할 수 있었다. 추가적으로, 소재의 합금 소재의 수소취성 특성을 좀 더 면밀하게 분석하기 위해서는 고압수소의 영향을 상호 작용을 높인 저속하중시험(constant load test, CLT), 저속변형률인장시험(slow strain rate test, SSRT)등과 같은 시험에 의한 기계적 특성 변화 분석이 필요하다.

V. 결론

본 연구에서 개발된 #1 합금과 상용 합금 #2, #3에 대해 디스크 시험과 수소 인장시험을 통해서 내수소취성 특성을 평가하였으며, 요약된 결과는 다음과 같다.

1) 디스크 파열 시험을 통해서 3종의 합금은 수소취성지수가 0.72~1.2를 나타냈으며, 고압 수소 가스에 의한 수소취성은 뚜렷하게 나타나지 않지만 장시간 수소에 노출됨에 따라 수소취성이 발생할 가능성이 존재한다.

2) 따라서, 수소 장시간 노출에 따른 소재의 특성변화를 관찰하기 위해서 각각의 합금을 가혹한 수소환경 하에서 수소 전처리를 진행하여 인장시험(CSRT)을 실시하였다. 그 결과, 고질소 스테인리스강의 항복강도와 인장강도는 각각 586 MPa, 880 MPa을 나타냈고, 상용 합금과 비교하여 연신율과 단면적 감소율(RA)은 유사한 값을 나타냈다. 결국, 장시간 수소에 노출된 환경에도 고질소 스테인리스강의 기계적 강도 변화가 거의 없는 것을 확인하였다.

3) 인장시험 시편의 미세조직 관찰 결과, 수소취성에 의한 벽개파괴는 수소 처리된 인장시험 시편의 일부 영역에서 미세한 두께로 나타났지만, 기계적 강도에

거의 영향을 미치지 않음에 따라 개발된 고질소 스테인리스강은 내수소취성이 우수한 것으로 판단된다.

결론적으로, 본 연구에서 개발된 #1 합금은 디스크 파열 시험과 수소처리 인장시험에 의해 내수소취성이 우수함을 확인할 수 있었고, 이에 따라 수소충전소 고압수소배관 소재로 사용이 가능할 것으로 판단된다.

감사의 글

본 연구는 2021년도 산업통상자원부의 재원으로 한국에너지기술평가원(KETEP)의 지원을 받아 수행한 연구과제입니다. (No.20203030040020)

REFERENCES

- [1] A. Midillia and I. Dincer, "Key strategies of hydrogen energy systems for sustainability", *Int. J. Hydrogen Energy*, 32, 511-524, (2007)
- [2] D. Apostolou and G. Xydis, "A literature review on hydrogen refuelling stations and infrastructure. Current status and future prospects", *Renew. Sustain. Energy Rev.*, 113, 109292, (2019)
- [3] K. Xu, and R., "Tensile and fracture properties of carbon and low alloy steels in high pressure hydrogen", *Mahendra, International Hydrogen Conference (Materials Park, OH: ASM International, 2008)*, 349-356, (2009)
- [4] S. Kikukawa, F. Yamaga, and H. Mitsuhashi, "Risk assessment of hydrogen fueling stations for 70 MPa FCVs", *Int. J. Hydrogen Energy*, 33, 7129-7136, (2008)
- [5] M. Dadfarnia, A. Nagao, S. Wang, M. L. Martin, B. P. Somerday, and P. Sofronis, "Recent advances on hydrogen embrittlement of structural materials", *Int. J. Fract.*, 196, 223-243, (2015)
- [6] B. H. Choe, S. W. Lee, J. K. Ahn, J. H. Lee, and T. W. Lim, "Hydrogen Induced Cracks in Stainless Steel 304 in Hydrogen Pressure and Stress Corrosive Atmosphere", *Korea J. Met. Mater.*, 58, 653-659, (2020)
- [7] D. M. Bromley, *Hydrogen Embrittlement Testing Of Austenitic Stainless Steels SUS 316 And 316L*, Master thesis, 1-23, The University of British Columbia, Canada, (2005)
- [8] T. Michler, C. S. Marchi, J. Naumann, S. Weber, and M. Martin, "Hydrogen environment embrittlement of stable austenitic steels", *Int. J. Hydrogen Energy*, 37, 16231-16246, (2012)
- [9] D. G. Ulmer and C. J. Altstetter, "Phase relations in the hydrogen-austenite system", *Acta Mater.*, 41, 2235-2241, (1993)
- [10] S. M. Teus, V. N. Shyvanuk, and V. G. Gavrilyuk, "Hydrogen-induced $\gamma \rightarrow \epsilon$ transformation and the role of ϵ -martensite in hydrogen embrittlement of austenitic steels", *J. Mater. Sci. Eng. A*, 497, 290-294, (2008).
- [11] V. Kain, "5 - Stress corrosion cracking (SCC) in stainless steels", *Stress Corrosion Cracking*, Woodhead Publishing, Elsevier, 199-244, (2011)
- [12] M. Y. Panchenko, G. G. Mainer, I. A. Tumbusova, S. V. Astafurov, E. V. Melnikov, V. A. Moskvina, A. G. Burlachenko, Y. A. Mirovoy, Y. P. Mironov, N. K. Galchenko, and E. G. Astafurova, "The effect of age-hardening mechanism on hydrogen embrittlement in high-nitrogen steels", *Int. J. Hydrogen Energy*, 44, 20529-20544, (2019)
- [13] K. S. Kim, J. H. Kang, and S. J. Kim, "Nitrogen effect on hydrogen diffusivity and hydrogen embrittlement behavior in austenitic stainless steels", *Scr. Mater.*, 184, 70-73, (2020)
- [14] M. F. Shehata, S. Schwarz, H. J. Engelmann, and M. Uhlemann, "Influence of hydrogen on mechanical properties of nitrogen supersaturated austenitic stainless steels", *Mater. Sci. Tech.*, 13, 1016-1022, (1997)
- [15] M. P. Phaniraj, H. J. Kim, J. Y. Suh, J. H. Shim, S. J. Park, and T. H. Lee, "Hydrogen embrittlement in high interstitial alloyed 18Cr10Mn austenitic stainless steels", *Int. J. Hydrogen Energy*, 40, 13635-13642, (2015)
- [16] H. Kobayashi, T. Sano, H. Kobayashi, S. Matsuo-ka, and H. Tsujigami, "Current Status of Evaluation and Selecting of Materials to Be Used for Hydrogen Refueling Station Equipment in Japan", *ASME 2017 Pressure Vessels and Piping Conference*, 1A, 1-7, (2017)
- [17] S. Y. Lee and B. C. Hwang, "Hydrogen Embrittlement of Three High-Manganese Steels Tested by Different Hydrogen Charging Methods", *Korea J. Met. Mater.*, 55, 695-702, (2017)
- [18] N. H. Kim, Y. J. Kim, K. B. Yoon, and Y. H. Ma, "Estimation of Elastic Plastic Behavior Fracture Toughness Under Hydrogen Condition of Inconel

- 617 from Small Punch Test", *Trans. Korean Soc. Mech. Eng. A*, 37, 753-760, (2013)
- [19] H. U. Seo, Y. H. Ma, and K. B. Yoon, "Evaluation of Hydrogen Embrittlement Behavior in INCONEL Alloy 617 by Small Punch Test", *Trans. of the Korean Hydrogen and New Energy Society*, 21, 340-345, (2010)
- [20] ISO 16573, *Measurement method for the evaluation of Hydrogen embrittlement resistance of high strength steels*, (2015)
- [21] ISO 11114-4, *Transportable gas cylinders-Compatibility of cylinder and valve materials with gas contents-Part4: Test methods for selecting steels resistant to hydrogen embrittlement*, (2017)
- [22] L. Briottet, I. Moro, and P. Lemoine, "Quantifying the hydrogen embrittlement of pipeline steels for safety considerations", *Int. J. Hydrogen Energy*, 37, 17616-17623, (2012)
- [23] L. Briottet, R. Batisse, G. de Dinechin, P. Langlois, and L. Thiers, "Recommendations on X80 steel for the design of hydrogen gas transmission pipelines", *Int. J. Hydrogen Energy*, 37, 9423-9430, (2012)
- [24] P. Bortot, M. Bellingardi, and S. Beretta., "Fitness for Purpose Design of a Steel Cylinder for Hydrogen-Natural Gas Blends", *Pressure Vessels and Piping Conference*, 44533, (2011)
- [25] H. Li, Z. Jiang, Z. Zhang, and Y. Yang, "Effect of Grain Size on Mechanical Properties of Nickel-Free High Nitrogen Austenitic Stainless Steel", *J. Iron and Steel Research International*, 16, 58-61, (2009)
- [26] J. T. Barnby, "The initiation of ductile failure by fractured carbides in an austenitic stainless steel", *Acta Metallurgica*, 15, 903-909, (1967)
- [27] T. Chida, Y. Hagihara, E. Akiyama, K. Iwanaga, S. Takagi, M. Hayakawa, H. Ohishi, D. Hirakami, and T. Tarui, "Comparison of Constant Load, SSRT and CSRT Methods for Hydrogen Embrittlement Evaluation Using Round Bar Specimens of High Strength Steels", *Isij International*, 56, 1268-1275, (2016)
- [28] X. Li, X. Ma, J. Zhang, E. Akiyama, Y. Wang, and X. Song, "Review of Hydrogen Embrittlement in Metals: Hydrogen Diffusion, Hydrogen Characterization, Hydrogen Embrittlement Mechanism and Prevention", *X. Acta Metallurgica Sinica (English Letters)*, 33, 759-773, (2020)