

## 일정 변형률 시험에 의한 TRIP강의 수소 지연파괴 특성연구

조 정 현 · 이 종 권<sup>†</sup>

순천향대학교 디스플레이 신소재공학과  
(2011년 3월 31일 접수, 2011년 8월 22일 수정, 2011년 8월 22일 채택)

### Study on the Hydrogen Delayed Fracture Property of TRIP Steel by Slow Strain Rate Testing Method

J. H. Cho and J. K. Lee<sup>†</sup>

Department of Display Materials Engineering, Soonchunhyang University  
(Received March 31, 2011; Revised August 22, 2011; Accepted August 22, 2011)

The demands of high-strength steel have been steadily increased to reduce the weight of vehicles. Although the TRIP steel has been the promising candidate material for the purpose, high strength hinders the application due to the susceptibility to hydrogen delayed fracture in the corrosive environment. Moreover, the testing method was not specified in the ISO standards. In this work, the test method to evaluate the susceptibility of hydrogen delayed fracture was studied by slow strain rate testing technique. The four test experimental parameters were studied : strain rate, hydrogen charging time, holding time after hydrogen charging, and holding time after cadmium plating. The steel was fractured by hydrogen in case the strain rate was in the range of  $1 \times 10^{-4} \sim 5 \times 10^{-7} / \text{sec}$ . It was confirmed that the slow strain rate test is effective method to evaluate the susceptibility to hydrogen delayed fracture. The holding time over 24 hrs after hydrogen charging, nullified the hydrogen effect, that is, the specimen was no more susceptible to hydrogen after 24 hrs even though the specimen was fully hydrogen-charged. Moreover, cadmium electroplating could not prevent from diffusing out the hydrogen from the steel in the experiment. The effective experimental procedures were discussed.

**Keywords :** TRIP steel, hydrogen delayed fracture, hydrogen embrittlement, testing method, slow strain rate test, cadmium plating

### 1. 서 론

자동차 부품용 강판 제조에 있어서 프레스 성형이나 굽힘 가공에 의한 제조는 우수한 강도와 연성이 필요한데, 차량설계에 있어 부품에 적용할 강판의 종류와 두께를 설계하는 일은 매우 중요하다. 차체 부품 중에는 외관상 또는 기능상 복잡한 형상이 요구되는 것이 있고, 반면 충돌 시의 안전에 대비하여 높은 강성이 요구되는 것이 있다.<sup>1)-2)</sup> 즉, 실제로 충돌이 발생할 경우, 차체 프레임은 충돌 시에 되도록 많은 충돌에너지를 변형을 통해 흡수해야 하지만, 반대로 다른 한편으로는 운전자의 안전을 위해 차량 내부 공간으로는 변형이 일어나지 않도록 충분히 견고해야 한다. 특히, 최근에는 자동차 등의 차체중량 경량화에 의한 연비의 경감이나 충돌시에 발생하는 안전성의 확보를 위하여 TRIP (Transformed induced plasticity)강과 같은 고강도 강판의 수요가 계속적으로 증가되고 있다.<sup>1)-2)</sup>

이러한 TRIP강은 일반적으로 상온에서 준 안정적인 오스테나이트를 포함하고 있기 때문에 변형되는 동안 마르텐사이트로 변태되는 과정을 통하여 우수한 강도와 연성을 가지고 있으며 잔류 오스테나이트의 변형유기변태에 의한 소성 변형시 응력 집중의 완화로 인하여 necking의 발생을 높은 변형률 영역까지 연장하게 됨으로써 높은 균일 연신율과 가공경화지수 및 소성 변형비를 나타내어 우수한 성형성을 가지는 것으로 평가되고 있다

하지만, 980 MPa급 이상의 고강도 강판에 있어서는 부품 성형성의 저하가 발생하기 때문에 복잡한 형상의 성형을 하기 어렵고 성형시 잔류응력 역시 증가하여 지연파괴가 쉽게 발생할 수 있다. 이러한 지연파괴는 고강도 강판에서 부식분위기 환경 내의 수소가 강재의 전위나 공공, 입계 등으로 확산되어 재료를 취화하므로써 강재의 연성과 인성에 막대한 영향을 가져오게 되며 특히, 강재에 응력이 부가되었을 때 쉽게 파괴를 발생 시 키게 된다.<sup>3)-9)</sup>

따라서 본 실험은 constant extension rate 시험 장치를 이용하여 slow strain rate로 인장하여 980 MPa급 이상의

<sup>†</sup> Corresponding author: jklee@sch.ac.kr

TRIP강의 일정 응력 하에서의 수소 지연파괴 감수성을 평가하고 그에 따른 가속 실험방법을 정립하고자 하였다.

## 2. 실험시편 및 실험방법

### 2.1 냉연강판의 열처리

냉연강판들은 진공유도용해, 열간압연 및 냉간압연을 거쳐 최종 두께 1.2~1.4 mm로 제조되었다. 두 냉연강판을 잔류 오스테 나이트와 페라이트의 부피 비율이 거의 40:60 이 되는 710 °C의 온도에 따른 열처리 조건을 선택하였다.

즉, 710 °C에서 2분 이상 이상영역 열처리를 실시하였으며, 항온변태처리는 Ms부근의 온도인 400 °C에서 7분 이상 실시한 후 냉각하였다. 그림 1은 냉연강판 열처리 공정의 모식도이다.<sup>10)</sup>

### 2.2 시편의 화학적 조성 및 형태

망간이 6.85%, 그리고 알루미늄이 1.5% 포함된 TRIP강으로 시험하였으며 표 1에 냉연강판의 화학적 조성을 나타내었다. 또한 시편의 형태는 판상형태로 되어 있으며 폭 2.5 mm, 길이 270 mm, 두께 1.2~1.4 mm, Gage length 20 mm로 제작하였다. 그림 2에 시편의 크기와 형태를 나타내었다.

### 2.3 실험절차

실험을 하기 전에 시편을 긴 가로방향으로 가공하였으며

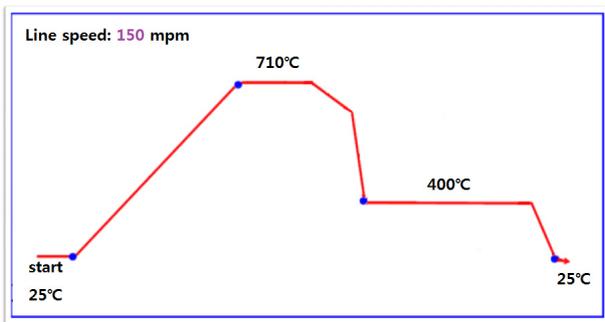


Fig. 1. Schematic drawing of heat treatment.

Table 1. Mechanical properties & chemical compositions of specimen (wt.%)

| C                  | Si    | Mn       | P              | S            | N      | Al     |
|--------------------|-------|----------|----------------|--------------|--------|--------|
| 0.145              | 0.107 | 6.854    | 0.011          | 0.0075       | 0.0044 | 1.5200 |
| 0.2% off-set (Mpa) |       | TS (Mpa) | Uniform-EL (%) | Total EL (%) |        |        |
| 970                |       | 1223     | 17.6           | 19.6         |        |        |

### Specimen [plate type]

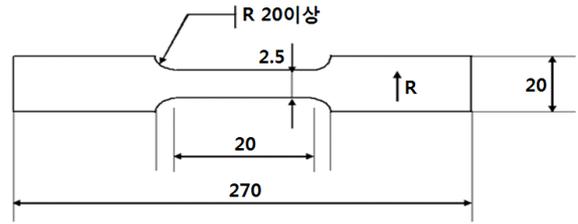


Fig. 2. Shape & dimension of SSRT specimen.

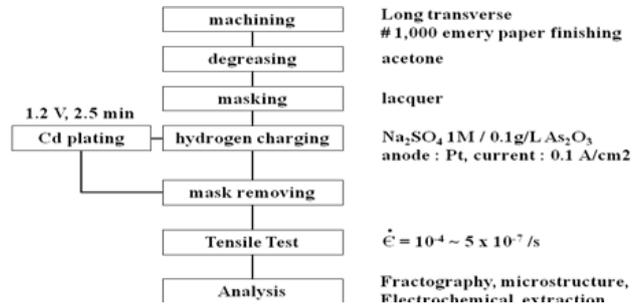


Fig. 3. Schematic drawing of experimental procedure.

표면은 #1,000의 emery paper를 이용하여 연마 후, 아세톤을 이용하여 표면의 기름성분을 제거하였다. 그 후 lacquer를 사용하여 gage section을 제외한 다른 부위를 masking 하고 전해질 용액에서 수소를 장입하였다. 그림 3은 전체 시험절차를 모식적으로 나타낸 것이다.

#### 2.3.1 시험속도 변화에 따른 지연파괴 감수성 평가

시편을 음극으로, anode는 pt 전극으로 하여 Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1M의 수용액에서 0.1 A/cm<sup>2</sup>의 전류를 인가하여 1시간 동안 hydrogen charging을 한 후 다양한 속도의 strain rate로 인장 실험하여 연신율을 측정하였다. 강 내부로 수소의 침투를 위하여 수용액에 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 를 0.1 g/l 첨가하였다. 그 결과를 hydrogen charging을 하지 않은 시편과 비교 평가하였다.

#### 2.3.2 일정속도에서의 수소장입시간에 따른 지연파괴 감수성 평가

시편에 대하여 0.1 A/cm<sup>2</sup>의 전류를 인가하여 10분, 1시간, 24시간, 72시간 등 4가지 hydrogen charging시간 조건을 만족한 후 1.0x10<sup>-5</sup> /sec의 속도로 인장하여 연신율을 평가하였다.

#### 2.3.3 Cd 도금후의 시간지연에 따른 지연파괴 감수성 평가

준비된 시편을 강종당 10개씩 별도로 Cd 도금을 Cd

(BF<sub>4</sub>)<sub>2</sub> 427 g, NH<sub>4</sub>BF<sub>4</sub> 48 g, H<sub>3</sub>BO<sub>4</sub> 21.6 g, metal Cd 20 g, H<sub>2</sub>O 460 g의 Bath 내에서 1.2 V, 2.5 min 동안 처리한 후 여러 가지 대기시간을 유지한 후 1x10<sup>-5</sup>/sec 의 stain rate으로 시험 하여 대기시간에 따른 연신율의 변화를 평가하였다.

2.3.4 수소장입 후 시간지연에 따른 지연파괴 감수성 평가  
인장시편에 같은 시간 동안 수소장입 후 대기시간을 다르게 한 후 10<sup>-5</sup>/sec 의 stain rate으로 시험하여 수소장입 후 대기 시간에 따른 연신율의 변화를 평가하였다.

### 3. 결 과

#### 3.1 시험속도의 변화에 따른 지연파괴 감수성 결과

그림 4에서와 같이 수소장입한 시편의 경우, 수소장입을 하지 않은 시편보다 현저하게 연신율이 떨어져 민감한 감수성을 나타내고 있으며, 더 낮은 속도로 갈수록 연신율이 점차 증가 추세를 보이고 있는 것을 알 수 있다. 또한 수소장입 시편에 대하여 1.0x10<sup>-4</sup>/sec 속도에서보다 1.0x10<sup>-5</sup>/sec

Table 2. 시험속도에 따른 연신율의 변화

| 번호 | 수소 장입 시간 (hr) | 연신속도 (sec <sup>-1</sup> ) | 연신 (mm) | 파단시간 (min.) |
|----|---------------|---------------------------|---------|-------------|
| 1  | 0             | 1.0x10 <sup>-4</sup>      | 6.36    | 53          |
| 2  | 0             | 1.0x10 <sup>-5</sup>      | 4.74    | 395         |
| 3  | 0             | 5.0x10 <sup>-6</sup>      | 5.232   | 872         |
| 4  | 0             | 1.0x10 <sup>-6</sup>      | 5.851   | 10148       |
| 5  | 0             | 5.0x10 <sup>-7</sup>      | 6.089   | 4876        |
| 6  | 1             | 1.0x10 <sup>-4</sup>      | 1.56    | 13          |
| 7  | 1             | 1.0x10 <sup>-5</sup>      | 1.416   | 118         |
| 8  | 1             | 1.0x10 <sup>-6</sup>      | 2.716   | 2263        |
| 9  | 1             | 5.0x10 <sup>-7</sup>      | 4.148   | 6913        |

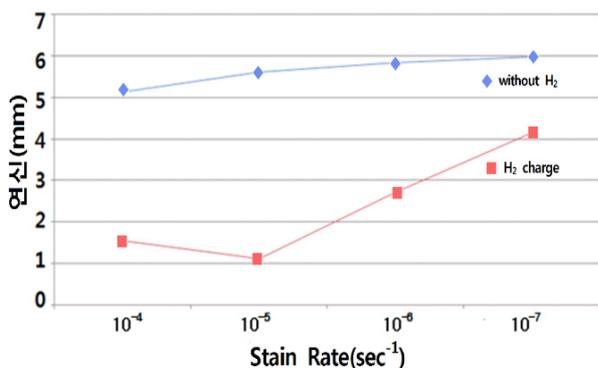


Fig. 4. 시험속도에 따른 연신율.

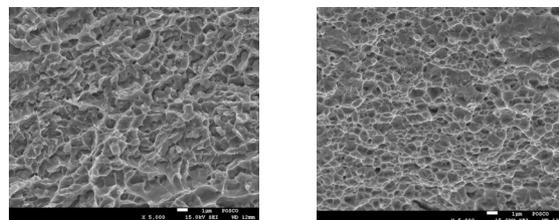


Fig. 5. 수소장입에 따른 파단면의 변화.

이하의 속도에서 연신율의 변화가 크게 나타나므로 수소 지연파괴의 감수성 평가를 하는데 있어서는 1.0x10<sup>-5</sup> 이하의 속도가 적당할 것으로 판단 된다.

또한 수소를 장입하지 않은 시편과 수소를 장입한 시편의 시험속도 변화에 따른 시험 전과 시험 후의 파면 비교결과, 수소장입한 시편의 경우, 그림 5에서와 같이 수소를 장입하지 않은 시편보다 brittle fracture양상을 많이 보이고 있다.

#### 3.2 수소장입시간에 따른 지연파괴 감수성 평가

Austenite steel은 수소장입에 따른 인장시험동안 수소 열화로부터 영향을 받는다고 알려져 있다.<sup>11)-14)</sup> 표 3과 그림 6에는 수소 장입 시간에 따른 연신율의 변화를 나타 내었다. 그림에서와 같이 10분 동안 수소장입할 경우 수소 장입하지 않은 시편에 비하여 약 20%의 연신율 감소가 나타났다. 이에 비하여 1시간이상 수소장입한 시편을 같은 속도의 strain rate test를 실시한 결과, 1시간이상 수소 장입한 시편의 연신율이 급격히 감소하는 것을 알 수 있었으며 이보다 더 시간을 증가하여 1일동안 장입하면 연신율은 더욱 감소하였다. 그러나 1일 이상 장입할 경우에는 더 이상의 가속 효과는 없었다.

이것으로 보아 수소장입 시간은 수소에 의한 지연파괴에 매우 큰 영향을 미치며 본 실험의 조건(0.1 A/cm<sup>2</sup>의 전류밀도) 에서 10분간 장입할 경우에는 충분한 량의 수소가 철강 내부로 침투하지 않아 최대의 수소취성 효과를 얻기 어렵으나 1시간 장입할 경우 거의 최대에 달할 정도로 수소 노출에 따른 지연 파괴의 감수성이 매우 예민한 것으로 판단된다. 24시간 장입할 경우 취성파괴 속도를 더욱 가속화시킬 수 있으나 실험의 시간과 노력을 절약하기 위하여 1시간의 수소장입으로도 충분히 재료의 수소지연파괴 민감 특성을 평가할 수 있는 것으로 생각 된다. 또한 24~72시간 장입한 시편은 1시간 장입한 시편과 비교하여 거의 유사한 값을 가지고 있어 24시간 동안 수소를 장입하면 시편내부로 수소의 확산이 마무리 된 것으로 생각할 수 있다. 수소장입에 대한 감수성은 수소에 노출될 경우 짧은 시간인 경우일지라도 상당히 민감해지는 것을 알 수 있다.

Table 3. 수소장입시간에 따른 연신율의 변화

| 번호 | 수소 장입 시간 (hr) | 연신속도 (sec <sup>-1</sup> ) | 연신 (mm) | 파단시간 (min.) |
|----|---------------|---------------------------|---------|-------------|
| 1  | 0.167         | 1.0x10 <sup>-5</sup>      | 4.044   | 337         |
| 2  | 1             | 1.0x10 <sup>-5</sup>      | 1.572   | 131         |
| 3  | 24            | 1.0x10 <sup>-5</sup>      | 0.792   | 66          |
| 4  | 72            | 1.0x10 <sup>-5</sup>      | 0.864   | 72          |

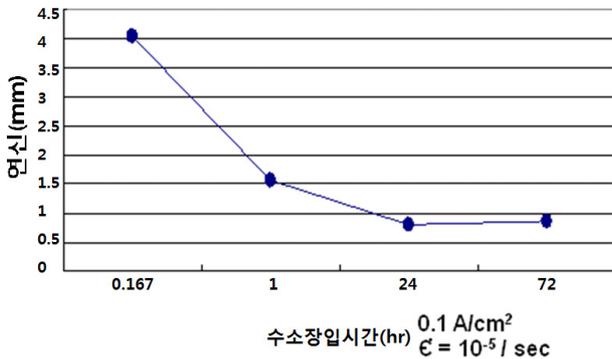


Fig. 6. 수소장입시간에 따른 연신율.

### 3.3 수소장입후 대기시간에 따른 지연파괴 감수성

수소장입 후 시험할 때까지 지연 시간에 따른 수소취성 민감도를 측정하기 위하여 72시간까지 대기하여 연신율을 측정하였다. 그 결과를 표 4와 그림 7에 나타내었다. 그림에 나타난 바와 같이 1시간 이상 대기 할 경우 연신율은 시간에 관계없이 약 5% 정도로 거의 비슷하였다. 이 값은 수소를 장입하지 않은 시편과 비슷한 값으로 이것은 수소장입 후 일정시간 본 실험에서는 1시간 이상이 지연될 경우 수소에 의한 지연파괴의 감수성이 거의 나타나지 않는 것을 알 수 있다. 그러므로 수소 민감성을 시험 할 경우에는 수소장입 후 지체없이 인장시험을 하여야 좋은 결과를 얻을 수 있다. 이 원칙을 지키는 것은 재료의 수소 민감도를 측정하는 데 매우 중요한 인자임은 아무리 강조하여도 지나치지 않는다고 생각된다.

### 3.4 Cd 도금후의 대기시간에 따른 지연파괴 감수성 결과

앞의 결과에서 나타난 것처럼 수소장입후 대기시간이 수소 민감도에 미치는 영향이 너무 크기 때문에 그 효과를 완화시키는 방법으로 수소장입 후 카드뮴도금을 하고 연신율을 측정하였다. 그 결과를 표 5와 그림 8에 나타내었다. 그림을 보면 Cd 도금 후 즉시 시험을 하면 2%의 낮은 연신율을 보이거나 대기시간이 24시간이 경과 후에는 연신율이

크게 증가하였고 그 이상 대기할 경우에도 연신율의 변화가 거의 없는 것을 알 수 있다. 이것은 Cd 도금 후 대기시간에 따라 수소취성이 감소하며 실온에서 24시간 정도만 유지하여도 대부분의 수소가 빠져나가 수소취성 특성을 평가하기에 적당하지 않다는 것을 의미한다. 이 결과는 Cd 도금을 하면 수소가 외부로 빠져나가는 것을 막는 효과가 있다고 한 다른 보고와는 상이한 결과를 보이고 있다. 따라서 수소 지연 파괴 특성을 연구하기 위하여 수소의 외부 확산을 막기 위하여 Cd 도금을 하는 것은 큰 효과는 없는 것을 알 수 있다.

Table 4. 수소장입시간후 대기시간에 따른 연신율

| 번호 | 장입 시간 (hr) | 시험 속도 (sec <sup>-1</sup> ) | 연신 (mm) | 파단 시간 (min.) | 비 고        |
|----|------------|----------------------------|---------|--------------|------------|
| 1  | 1          | 1.0x10 <sup>-5</sup>       | 5.952   | 496          | 수소 장입후 1hr |
| 2  | 1          | 1.0x10 <sup>-5</sup>       | 4.044   | 337          | 수소 장입후 1d  |
| 3  | 1          | 1.0x10 <sup>-5</sup>       | 5.82    | 485          | 수소 장입후 3d  |

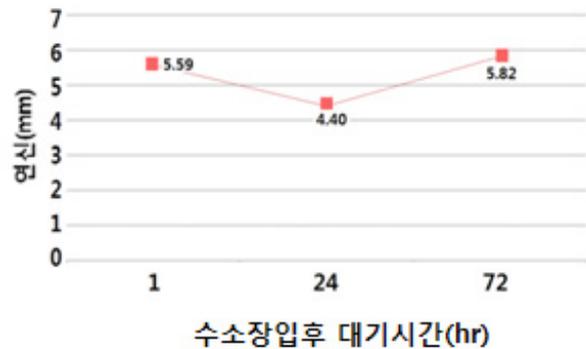


Fig. 7. 일정 수소장입 후 대기시간에 따른 연신율.

Table 5. Cd 도금후의 대기시간에 따른 연신율의 변화

| 번호 | 수소 장입 시간 (hr) | 시험속도 (sec <sup>-1</sup> ) | 연신 (mm) | 파단 시간 (min.) | 비 고        |
|----|---------------|---------------------------|---------|--------------|------------|
| 1  | 1             | 1.0x10 <sup>-5</sup>      | 1.86    | 155          | Cd 도금후 즉시  |
| 2  | 1             | 1.0x10 <sup>-5</sup>      | 4.824   | 402          | Cd 도금후 1d  |
| 3  | 1             | 1.0x10 <sup>-5</sup>      | 4.392   | 366          | Cd 도금후 3d  |
| 4  | 1             | 1.0x10 <sup>-5</sup>      | 4.956   | 413          | Cd 도금후 7d  |
| 5  | 1             | 1.0x10 <sup>-5</sup>      | 4.716   | 393          | Cd 도금후 30d |

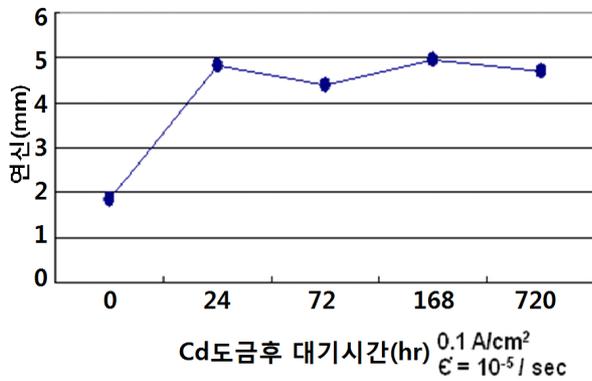


Fig. 8. Cd 도금후의 대기시간에 따른 연신율.

#### 4. 결 론

SSRT를 통한 TRIP강의 수소지연파괴특성 평가와 관련하여 다음과 같은 결론을 얻을 수 있다.

저속인장 ( $10^{-4} \sim 5 \times 10^{-7}/\text{sec}$ )할 경우에 수소 지연파괴를 인위적으로 유발시킬 수 있다. 저속인장시험은 수소취성 민감도를 측정하는 좋은 시험 방법이며 수소취성을 측정하는 최적 연신율은  $10^{-5}/\text{sec}$  이다.

Cd 도금 후, 대기 시간이 지남에 따라 수소에 의한 취화가 감소한다

수소장입 후 시간이 지남에 따라 수소의 확산이 점차적으로 진행되어 감수성이 달라지므로, 수소 주입 후 실험 시까지 대기 시간의 결정이 매우 중요하다

저속인장에 의한 가속화 실험으로 TRIP강의 수소지연파괴 감수성을 확인할 수 있었다.

#### 감사의 글

본 논문은 2009년도 순천향대학교 교수 연구년제에 의하여 연구 하였음.

#### 참 고 문 헌

1. O. Grässel, L. Krüger, G. Frommeyer, and L. W. Meyer, *Int. J. Plast.*, **16**, 1391 (2000).
2. G. Frommeyer, U. Brück, and P. Neumann, *ISIJ Int.*, **43**, 438 (2003).
3. Dong Bin Im, Chang Gil Lee, Sung Joon Kim, and Ik Min Park, *J. Korea Inst. Met & Mater*, **40**, 8 (2002).
4. J. F. Lessar and W. W. Gerberich, *Metall. Trans. A*, **7A**, 953 (1976).
5. M. Nagumo, *ISIJ Int.*, **41**, 590 (2001).
6. M. R. Louthan, G. R. Caskey, J. A. Donovan, and D. E. Rawl, *Mater. Sci. Eng.*, **10**, 357 (1972).
7. J. P. Hirth, *Metall. Trans. A*, **11A**, 861 (1980).
8. N. R. Moody, S. L. Robinson, and W. M. Garrison Jr., *Res. Mec.*, **30**, 143 (1990).
9. W. Y. Choo and J. Y. Lee, *Metall. Trans. A*, **13A**, 135 (1982).
10. Sung Joon Kim, Trends in Metals and Materials Engineering, **16**, 103 (2003).
11. E. Gold and T. J. Koppelaar, *ASM Trans.*, **62**, 607 (1969).
12. R. A. McCoy and W. W. Gerberich, *Metall. Trans.*, **4**, 539 (1973).
13. Q. Yang and J. L. Luo, *Mater. Sci. Eng. A*, **288**, 75 (2000).
14. L. Zhang, M. Wen, M. Imade, S. Fukuyama, and K. Yokogawa, *Acta Mater.*, **56**, 3414 (2008).