템퍼링 조건이 마르텐사이트계 고강도강의 수소확산거동에 미치는 영향

박 진 성¹ · 황 은 혜¹ · 이 만 재² · 김 성 진^{1,†}

¹순천대학교 신소재공학과, 전라남도 순천시 중앙로 255 ²포항산업과학연구원 분석평가그룹, 경상북도 포항시 남구 동해안로 6261 (2018년 8월 25일 접수, 2018년 9월 20일 수정, 2018년 10월 03일 채택)

Effect of Tempering Condition on Hydrogen Diffusion Behavior of Martensitic High-Strength Steel

Jin-seong Park¹, Eun Hye Hwang¹, Man Jae Lee², and Sung Jin Kim^{1,†}

¹Department of Advanced Materials Engineering, Sunchon National University, Jungang-ro, Suncheon 57922, Republic of Korea ²Analysis and Assessment Group, Research Institute of Industrial Science and Technology (RIST), Donghaean-Ro, Pohang 37859, Republic of Korea (Received August 25, 2018; Revised September 20, 2018; Accepted October 03, 2018)

Martensitic high-strength steels revealed superior mechanical properties of high tensile strength exceeding 1000 Mpa, and have been applied in a variety of industries. When the steels are exposed to corrosive environments, however, they are susceptible to hydrogen embrittlement (HE), resulting in catastrophic cracking failure. To improve resistance to HE, it is crucial to obtain significant insight into the exact physical nature associated with hydrogen diffusion behavior in the steel. For martensitic steels, tempering condition should be adjusted carefully to improve toughness. The tempering process involves microstructural modifications, that provide changes in hydrogen diffusion/trapping behavior in the steels. From this perspective, this study examined the relationship between tempering condition and hydrogen diffusion behavior in the steels. Results based on glycerin measurements and hydrogen permeation evaluations indicated that hydrogen diffusion/trapping behavior was strongly affected by the characteristics of precipitates, as well as by metallurgical defects such as dislocation. Tempering condition should be adjusted properly by considering required mechanical properties and resistance to HE.

Keywords: Tempering, &-carbide, Cementite, Hydrogen diffusion, Martensitic high-strength steel

1. 서론

마르텐사이트계 철강소재는 고강도 성능을 기반으로 자 동차, 건축, 조선 및 에너지 산업에 이르기까지 다양한 산업 영역에 사용되며 점차 그 적용 영역을 확대하고 있다 [1,2]. 일반적으로 마르텐사이트계 강재는 1 GPa 이상의 인장강 도를 바탕으로, 구조체 내에 적용되는 소재의 두께를 현저 히 감소시켜 생산비 절감효과를 얻을 수 있을 뿐 아니라, 높은 구조적 안전성을 확보할 수 있다는 장점을 갖는다 [3,4]. 특히 자동차용 부품의 경우, 강판의 두께 감소를 통 한 차체의 경량화와 그에 따른 주행 연비 향상효과로 인해 높은 수요를 나타낸다 [5]. 마르텐사이트계 강재는 A₃ 변태 온도 이상에서 일정시간 유지 및 급냉을 통하여 경한 마르텐 사이트 조직을 형성한 후, 적절한 인성을 부여하기 위해 A₁ 온도 이하에서 일정시간 동안 템퍼링을 부가적으로 실시하 여 고강도 및 고인성의 우수한 기계적 물성보증이 가능하도 록 제조한다 [6]. 이렇듯 우수한 기계적 특성에도 불구하고, 타 소재대비 현저히 낮은 내식성 및 수소취화저항성은 산업 내 구조체로의 적용에 있어 크나큰 걸림돌로 지적되고 있다 [7,8]. 특히, 부품 제조과정 중 인성향상을 목적으로 수행되 는 템퍼링 과정을 통해 강재 내 탄화물 (Fe₂₄C/Fe₃C 등)의 석출이 수반되는데, 탄화물의 경우 기지조직 대비 전기화학 적 전위가 높아, 음극 (Cathode) 역할을 하여 강재 표면 기지조직의 양극용해 반응 (Fe → Fe²⁺ + 2e⁻)을 촉진시킨 다 [9]. 또한 낮은 수소과전위 특성에 [10] 기인하여, 표면 수소환원 및 강재 내부로의 유입/확산을 용이하게 만드는

⁺ Corresponding author: sjkim56@scnu.ac.kr



Fig. 1 Electrochemical cell used for hydrogen charging to the specimen.

데에 직접적으로 기여할 수도 있다. 이와 같이 템퍼링 과정 을 통한 탄화물의 석출이 [11] 강재의 부식유기 수소취화 특성에 [12,13] 민감한 영향을 끼칠 것으로 간주된다. 하지 만 템퍼링 조건에 따라 조직 내 석출되는 탄화물의 종류, 형태, 크기 및 분포 등의 특성은 크게 변화되며 [14], 이에 따라 수소원자의 확산거동 및 수소취화 저항성 또한 크게 달라질 것으로 판단된다. 따라서, 본 연구에서는 템퍼링 조 건의 변화에 따라 조직 내 석출되는 탄화물의 종류 및 특성 을 파악한 후, 각각에 대한 수소원자의 확산거동을 분석함 으로써, 마르텐사이트계 고강도 강재의 수소취화특성 연구 를 위한 이론적 토대를 확립하고자 한다.

2. 실험방법

2.1 시험편 준비 및 미세조직 관찰

본 실험에 사용된 시험편은 0.3 ~ 0.4wt%의 C, 1 ~ 1.3wt%의 Mn 및 0.2 ~ 0.3wt%의 Si을 주 성분으로 하는 탄소강 계열이며 1 GPa 이상의 인장강도를 갖는 마르텐사 이트계 고강도 강재이다. 시험편은 1200 ℃ 에서 2시간 유지 후 열간 및 냉간 압연을 거쳐 최종 두께 2 t의 판재로 제작되었다. 이후, 고강도 특성 확보를 위해 필수적인 마르 텐사이트 조직을 형성시키기 위해, A3 온도 이상인 오스테 나이트 단상 영역 (930 ℃)에서 7분간 유지한 후 급냉 (Q) 처리하였다. 그 결과, 과포화된 탄소에 기인하여 조직 내 높은 전위밀도 및 잔류응력이 존재할 것으로 판단되며, 이 후 높은 잔류응력 및 결함의 감소를 목적으로 실시한 템퍼링 은 200 °C (QT₁)와 600 °C (QT₂)에서 각각 30분, 15분 간 유지하였다. 열처리 조건 별 형성된 미세조직 및 조직 내 석출된 탄화물을 관찰/분석하기 위해 전계 방사형 주사 전자현미경 (field emission scanning electron microscopy, FE-SEM)과 후방산란전자회절 (electron backscatter diffraction, EBSD)를 사용하였고, 시편 내 존재하 는 미세석출물의 형상을 관찰 및 분석을 위해 thin foil로 제작한 시편을 투과전자현미경 (transmission electron microscopy, TEM)으로 관찰하였다.

2.2 확산성 수소량 측정

템퍼링 조건에 따른 강재 내부의 확산성 수소량을 측정하



Fig. 2 Experimental procedure for measuring the diffusible hydrogen content in pre-charged specimen.



Fig. 3 Electrochemical hydrogen permeation test equipment [17].

기 위해 JIS Z3113에 [15] 입각하여 글리세린 시험법을 활용하였다. 강재 내부에 전기화학적으로 수소를 주입하기 위해 potentiostat 장비 (Gamry reference 600)를 사용 하였다. 60 mm x 20 mm x 2 mm로 가공한 강재를 #2000 까지 연마한 이후 수소 주입 용액 (1M NaH₂PO₄ + 0.1M H₃PO₄ + 0.3% NH₄SCN)에 장입하고 15 mA/cm²의 음극 전류밀도를 정전류분극 (Galvanostatic polarization) 방 식으로 3600초 동안 인가하였다. Fig. 1는 강재 내부에 수 소를 주입하기 위해 활용한 cell의 간단한 모식도를 나타낸 다. 이후 수소 주입이 완료된 시편을 곧바로 45 ℃로 유지되 어 있는 글리세린 용액에 장입하여 48시간 동안 강재 외부 로 배출되어 나온 확산성 수소량을 측정하였다. Fig. 2은 글리세린 시험법을 통해 확산성 수소량을 측정하는 방법에 대한 간단한 모식도를 나타낸다. 측정된 확산성 수소량은 equation (1)에 의해 정량적 도출되었으며 wt%로 환산하 여 비교·평가하였다.

$$V(ml) = \frac{(h_{1,G} - h_G)V_1 273.15}{8.2(273.15 + T_1(^{\circ}C))}$$
(1)

여기서 V₁ = 강재 외부로 배출되어 측정된 확산성 수소량 (ml) 8.2 = 1기압(= 760mm Hg), 0 ℃에서 글리세린의 높이 h_{1.G} = 1기압 0 ℃에서 측정된 글리세린의 높이 h_G = 1기압 *T*₁ 온도에서 측정된 글리세린의 높이 *T*₁ = 측정된 온도

2.3 전기화학적 수소투과실험

강재 내부 수소확산거동을 평가하기 위해 ISO 17081 표준 시험법에 [16] 입각한 전기화학적 수소투과실험 (Hydrogen permeation test)을 실시하였다. Fig. 3은 본 실험에서 사 용한 전기화학적 수소 투과 cell의 간단한 모식도를 나타낸 다 [17]. 수소투과실험용 cell은 중심에 위치한 시편을 기준 으로 우측의 수소주입부와 좌측의 수소검출부로 구분되며, 수소원자는 전기화학적 수소주입을 통해 시편을 투과하여 검출부로 배출되는 원리를 갖는다. 우선, 수소검출부에서 검출되는 수소 산화 효율을 향상시키며, 투과전류의 신뢰성 을 확보하기 위해 검출부의 시편 표면에 팔라듐 (Pd)을 균 일하게 도금시키는 작업이 필요하다. 이를 위해 시편은 #2000까지 연마하고, 염산 용액 내에서 산세를 실시한 후, Pd 도금욕 (500 mL NH4OH + 2.54 g PdCl₂) 내에서 2.7 mA/cm²의 음극전류밀도를 150초 동안 인가하는 정전류분 극 (Glavanostatic polarization) 처리를 수행하여 검출부 에 노출되는 시편표면에 대략 100 nm 두께의 Pd 도금층을 형성시켰다. 이후 시편을 수소투과시험 cell에 장착하고 탈 기된 0.1M NaOH 용액으로 채워진 수소검출부 내에 270 mV_{SCE}의 일정한 양극전위를 정전위분극 (Potentiostatic polarization) 방식으로 인가하며 0.1 μA/cm² 이하의 배 경전류를 획득하였다. 수소주입부에는 3.5% NaCl + 0.3% NH4SCN 용액을 주입한 후 1 mA/cm²의 음극전류를 정전 류분극 (Galvanostatic polarization) 방식으로 인가하여 수소주입을 시작하였다. 수소투과 그래프의 산화전류 값이 EFFECT OF TEMPERING CONDITION ON HYDROGEN DIFFUSION BEHAVIOR OF MARTENSITIC HIGH-STRENGTH STEEL



Fig. 4 Microstructure observation after (a) rolling, (b) quenching, (c) quenching and tempering at 200 $^{\circ}$ C (QT₁), (d) quenching and tempering at 600 $^{\circ}$ C (QT₂).

정상상태 (Steady-state condition)에 도달하게 되면 실 험을 종료하고, 시편 내, 수소원자의 trapping occupancy 가 bulk diffusion 대비 상당히 낮은 수준임을 가정하여, 수소확산계수, 투과도 및 용해도 값을 equation (2), (3), (4)을 통해 정량적으로 도출하고자 하였다.

$$D_{app} = \frac{L^2}{15.3 \cdot t_{bt}} \tag{2}$$

$$J_{ss} = \frac{i_{ss}L}{nF} \tag{3}$$

$$C_{app} = \frac{J_{ssL}}{D_{app}} \tag{4}$$

3. 결과 및 고찰

3.1 미세조직 및 탄화물 관찰

Fig. 4a는 압연 (R) 후 시편 내 형성된 미세조직 (Ferrite/ Pearlite), Fig. 4b는 퀜칭 (Q) 처리를 통해 형성된 미세조 직 (Martensite), Fig. 4c와 d는 각각 200 °C (QT₁)와 600 °C (QT₂)에서 부가적인 템퍼링 처리 후 시편의 표면 미세조직을 FE-SEM으로 관찰한 결과를 나타낸다. QT1 처리 시편의 경우, 퀜칭 처리 직 후 형성된 마르텐사이트 lath의 형태가 대부분 그대로 유지되었고, FE-SEM으로 탄화물의 존재를 명확히 확인할 수 없었다. 반면, QT2 처리 시편의 경우, 템퍼링 과정을 통해 lath 형태의 마르텐사이트 로부터 ferrite와 구형의 탄화물 형태로 변화되었음을 확인 할 수 있었다. 선행연구에 [18] 따르면, 80 °C의 템퍼링 온도를 기준으로 마르텐사이트 내 과포화 되어있던 탄소가 탄화물의 형태로 석출되기 시작하고, 대략 200 °C까지 천이 탄화물의 일종으로 준안정상인 ε-Fe_{2.4}C의 석출이 가능 하며, 그 이상의 온도영역에서는 ε-Fe_{2.4}C가 Fe₃C로 변화 되며 성장함을 보고하고 있다. QT1 처리 시편 내 탄화물의 존재를 확인하기 위해 시편을 thin foil 형태로 가공하여 TEM으로 관찰하였고, 이를 Fig. 5a에 나타내었다. 마르텐 사이트 lath 내 대략 150 ~ 200 nm 길이를 가진 침상형의



Fig. 5 (a) TEM images showing carbide particles distributed in QT_1 , and (b) EBSD phase colored map of QT_1 (Color in phase map: Red-Ferrite; Yellow green-Fe_{2.4}C [19].



Fig. 6 TEM images showing carbide particles distributed in QT₂.



Fig. 7 Diffusible hydrogen contents measured by glycerin method.

탄화물이 석출되어 있음을 확인할 수 있었다. 아울러, EBSD를 통해, 시편 내 존재하는 *ε*-Fe_{2.4}C와 Fe₃C의 분율 (Fig. 5b)이 각각 2.1%와 0.2%임을 분석하였다. EBSD를 통한 미세석출물 분석은 본질적으로 측정/분석 오류를 수반 할 수 있으므로 앞서 제시된 정량분석치는 대략적 참고치 정도로 판단하는 것이 바람직할 것이다. 미세 침상형태를 가지는 *ε* -Fe_{2.4}C의 TEM diffraction spot의 획득 역시 극히 어려운 것으로 간주되지만, 200 ℃ 이하에서 수행되는 템퍼링을 통해 마르텐사이트 lath 내 석출되는 200 nm 이 하의 미세 탄화물을 *ε* -Fe_{2.4}C로 판단하는 것이 합리적임 은 선행연구 [19,21]를 통해서도 언급된 바 있다. 반면 QT₂ 처리 후, 조직 내 석출된 탄화물의 경우 (Fig. 6), 상대적으 로 조대한 크기를 가지는 구상형태의 Fe₃C임을 TEM diffraction spot 분석을 통해 확인하였다.

3.2 확산성 수소량 측정

강재의 취화 및 균열 전파를 유발하는 데에 직접적으로 기여하는 확산성 수소량은 수소취성파괴 현상에 대한 민감 도를 우선적으로 예측할 수 있는 척도로 간주할 수 있다 [22]. Fig. 7는 두 가지 템퍼링 조건 별 측정된 시편의 확산 성 수소량을 정량적으로 도출한 결과를 보여준다. QT1 시편 내에서 측정된 확산성 수소량은 2.089 wt ppm으로, QT2 시편의 그것 (0.511 wt ppm)에 비해 높게 나타났다. 이는 QT1 시편의 미세조직 내 존재하는 많은 lath 계면과 높은 전위밀도 및 잔류응력, 그리고 앞서 제시한 바와 같이 lath 내 존재하는 미세침상형태의 *ε*−Fe_{2.4}C의 존재로 이해될 수 있다. 우선 lath 계면과 전위의 경우, 수소원자와의 결합 에너지가 각각 28.1 kJmol⁻¹, 19.2 kJmol⁻¹로 [23] 낮은 편으로, 가역 트랩의 일종으로 분류되며 확산성 수소량을 증가시키는 데에 기여할 수 있다. 아울러, 수소원자는 응력 이 높은 영역으로 우선적으로 확산 (응력유기확산)하여 [24,25] 계 내 형성된 에너지구배를 감소시키려 하므로, 다른 변수가 동일하다면 높은 잔류응력을 가질 것으로 짐작 되는 QT1 시편 내에서 측정된 확산성 수소량이 보다 높을 것으로 쉽게 예상할 수 있다.

Serra [26] 와 Bahadeshia [27]는 QT₁ 처리와 같이 저 온 템퍼링을 실시한 시편 내에서 석출된 ε -Fe_{2.4}C는 수소 결합에너지가 대략 65 kJmol⁻¹의 높은 수준으로, 확산성 수소의 확산속도를 효과적으로 감소시키며 초기 균열 site 로 수소의 집중을 억제하여 수소취화저항성을 향상시킬 수 있음을 보고한 바 있다. 하지만, ε -Fe_{2.4}C가 가지는 확산 성 수소의 확산속도 저감효과는 강재 내부로의 수소 charging 초기 (즉, 수소로 채워진 ε -Fe_{2.4}C가 한국는 확신 지 않은 조건)에 큰 효과를 가져오지만, 수소 charging이 지속적으로 이루어져, 대부분의 ε -Fe_{2.4}C가 수소로 채워 진 조건 하에서는 확산성 수소의 확산속도 및 수소량 저감효 과가 미미할 것으로 판단된다. 본 연구에서 사용한 Glycerin 시험법 역시, 15 mA/cm²의 음극전류밀도를

	D_{app} (m ² /s)	$J_{ss}L \pmod{m \cdot s}$	C_{app} (mol/m ³)
R	2.095 x 10 ⁻¹⁰	1.572 x 10 ⁻⁹	7.5036
Q	1.037 x 10 ⁻¹⁰	9.432 x 10 ⁻¹⁰	9.0955
QT ₁	1.255 x 10 ⁻¹⁰	8.482 x 10 ⁻¹⁰	6.7586
QT ₂	3.245 x 10 ⁻¹⁰	1.726 x 10 ⁻⁹	5.319

Table 1 Hydrogen permeation parameters of four tested specimens (R: Rolled, Q: Quenched, QT_1 : Quenched and tempered at 200 °C, and QT_2 : Quenched and tempered at 600 °C)

3600초 동안 지속적으로 인가하여 수소를 charging 하는 조건 하에서는 ε -Fe_{2.4}C의 확산성 수소량 저감효과를 기 대하기는 힘들 것이다.

반면, QT₂ 처리와 같이 고온 템퍼링을 실시한 시편의 경 우, 내부 전위밀도와 잔류응력 수준이 낮아, 확산성 수소량



Fig. 8 (a) Hydrogen permeation curves of four tested specimens: R, Q, QT1, and QT2, and (b) Rising transients of the permeation curves.

이 상대적으로 적을 것으로 예상할 수 있다. 물론 조직 내 생성되는 정합성의 Fe₃C의 경우, 일반적으로 수소 결합에 너지가 대략 8.4 - 13.71 kJmol⁻¹로 낮은 수준으로 [28-30], 확산성 수소량을 증가시키는 데에 기여할 수 있 는 요인이 될 수 있다. 하지만, 조직 내 석출된 Fe₃C 그 자체 보다 Fe₃C와 기지조직의 계면이 수소 trap의 위치로 간주 되며, 따라서 기지조직과 Fe₃C의 계면적이 중요하게 고려 되어야 할 요인이 된다. 앞서 언급한 바와 같이 고온 템퍼링 과정을 통해, 조직 내 존재하는 조대한 크기의 구상화된 Fe₃C의 경우, 기지조직과의 계면적이 감소하여 확산성 수 소량을 증가시키는 데에 제한적임을 추측할 수 있다.

3.3 전기화학적 수소투과실험

압연 (R), Q 처리, QT₁, 그리고 QT₂ 처리 후 시편 각각의 수소확산거동을 평가하기 위해 전기화학적 수소투과실험 을 수행하였고, 전체적인 결과를 Fig. 8a에 나타내었다. Fig. 8b는 열처리 조건 별 수소투과 상승곡선을 나타내며, Table 1는 equation (2), (3), (4) 을 통해 도출된, 각 시편 의 수소확산계수, 수소투과도 및 수소용해도를 나타낸다. 압연시편 (R) 대비 Q 처리 시편의 경우, break-through time (t_{bt})이 크며, 즉, 수소확산계수가 크게 감소했고 내부 용해도는 크게 증가하였다.

Ferrite/pearlite 조직을 가지는 압연시편 (R) 대비 Q 시 편은 급냉 시 마르텐사이트 변태에 의한 높은 전위밀도 및 lath 계면이 수소원자의 확산속도를 감소시키며 내부 용해 도를 증가시킨 것으로 판단된다. QT₁ 시편의 경우, Q 시편 대비 t_{bt}의 경우, 유의한 차이를 보이지 않았으며, 투과도 및 내부 용해도의 경우 다소 감소하는 경향을 보였다. 이는 수소원자와 높은 결합에너지를 가지는 *ε*-Fe_{2.4}C가 저온 템퍼링 과정을 통해 QT₁ 시편 내 석출되어, 단위부피당 투 과되는 수소량을 감소시킨 데에 따른 결과로 판단된다. 반 면, 고온 템퍼링을 실시한 QT₂ 시편의 경우, 수소확산속도 가 가장 높았으며 내부 용해도는 가장 낮은 수준으로 나타났 다. 앞서 언급한 바와 같이, QT₂ 시편의 미세조직 내 탄화물 은 Fe₃C로, 수소원자와 낮은 결합에너지를 가져 수소의 확 산을 억제하지 못해 내부 수소용해도를 증가시킬 수 있을 것으로 생각된다. 하지만 석출된 Fe₃C는 조대한 크기의 구 상형태로, 기지와의 계면적 분율이 감소된 만큼 내부 수소 용해도 증가에는 제한적으로 기여했을 것으로 판단된다. 기 지와 탄화물 계면적 분율의 감소는 수소 trap site를 효과적 으로 감소시켜 수소원자의 주된 확산 경로가 격자확산이 되어 타 시편대비 높은 확산계수와 낮은 용해도 값이 도출된 것으로 이해할 수 있다. 아울러, 마르텐사이트 lath가 분해 되며, 내부 잔류응력과 전류밀도가 큰 폭으로 감소하는 고 온 템퍼링의 일반적 과정이, 큰 폭으로 감소하는 수소용해 도 값을 설명해주는 이론이 될 수 있다. 본 연구를 통해 제시 된 미세조직과 수소확산거동 간 상관관계를 토대로, 마르텐 사이트계 고강도 강재의 높은 수소취화저항성 보증을 위해 서는 고온 템퍼링 조건이 요구됨을 확인할 수 있으나, 고온 템퍼링을 통한 소재 자체의 강도저하 가능성을 배제할 수 없으므로, 산업 내 적용코자 하는 구조체의 요구물성 특성 이 충분히 고려된 방식으로 제조조건을 확립할 필요가 있다.

4. 결론

본 연구에서는 자동차, 건축 및 조선 산업 등 다양한 산업 분야에 적용, 및 적용이 고려되고 있는 마르텐사이트계 고 강도 강재를 대상으로 템퍼링 조건 (200 ℃와 600 ℃)에 따른 수소확산거동에 대한 연구를 수행하였다. 200 ℃ 템퍼 링 결과 미세조직 내 150 nm 길이의 침상형의 탄화물 (ε -Fe2.4C)이 석출된 반면, 600 ℃ 템퍼링 후에는 상대적으 로 조대한 크기의 구상형 탄화물 (Fe₃C)이 석출되었다. 석 출물과 수소원자의 반응성은 석출물의 종류, 형태, 크기에 크게 의존하며, 본 연구에서는 저온 템퍼링 시편의 경우 수 소원자와 높은 결합에너지를 갖는 *ε* -Fe_{2.4}C의 석출에 기 인하여 수소투과도 및 내부 수소용해도가 감소하는 거동이 확인되었다. 반면 고온 템퍼링 시편의 경우 조대한 크기의 구상형태로 석출된 Fe3C에 의해 가역트랩의 전체적 계면적 이 감소하여 수소원자의 주된 확산경로가 격자확산이 되어, 타 시편 대비 높은 확산계수와 낮은 내부 용해도 값이 도출 된 것으로 분석되었다. 본 연구결과는 초고강도급 마르텐사 이트계 철강소재의 적용 시, 수소원자의 확산거동 및 수소 취화 민감도를 고려하여 최적 템퍼링 조건을 확립해야 함을 시사한다.

감사의 글

이 논문은 2018년 순천대학교 학술연구비III로 연구되었음.

References

- H. Karbasian and A. E. Tekkaya, J. Mater. Process. Tech., 210, 2103 (2010).
- S. L. Gibbons, R. A. Abrahams, M. W. Vaughan, R. E. Barber, R. C. Harris, and R. Arroyave, *Mater. Sci. Eng.* A, **725**, 57 (2018).
- Z. J. Xie, C. J. Shang, X. L. Wang, X. P. Ma, S. V. Subramanian, and R. D. K. Misra, *Mater. Sci. Eng. A*, 727, 200 (2018).
- 4. T. Schaffner, A. Hartmaier, V. Kokotin, and M. Pohl, J. *Alloy. Comp.*, **746**, 557 (2018).
- 5. S. Takagi, Y. Toji, M. Yoshino, and K. Hasegawa, *ISIJ. Inter.*, **52**, 316 (2012).
- H. J. Kang, J. S. Yoo, J. T. Park, S. T. Ahn, N. Kang, and K. M. Cho, *Mater. Sci. Eng. A*, **543**, 6 (2016).
- M. B. Djukic, V. S. Zeravcic, G. M. Bakic, A. Sedmak, and B. Rajicic, *Eng. Fail. Anal.*, **58**, 485 (2015).
- J. L. Gu, K. D. Chang, H. S. Fang, and B. Z. Bal, *ISIJ. Int.*, 42, 1560 (2002).
- U. R. Evans and C. V. King, J. Electrochem. Soc., 108, 94 (1961).
- A. V. Syugaev, N. V. Lyalina, S. F. Lomaeva, and S. M. Reshetnikov, *Prot. Met. Phys. Chem. Surf.*, 48, 429 (2012).
- J. H. Jang, I. G. Kim, and H. K. D. H. Bhadeshia, *Scripta Mater.*, 63, 121 (2010).
- 12. C. Zapffe and C. Sims, Trans. AIME, 145, 225 (1941).
- 13. A. R. Troiano, Trans. ASM., 52, 54 (1960).
- 14. A. Nagao, K. Hayashi, K. Oi, and S. Mitao, *ISIJ. Int.*, **52**, 213 (2012).
- JIS Z 3113, Method of Measurement for Hydorgen evolved from Steel Welds, Japan Standards Association (1983).
- ISO 17081:2004 (E), Method of Measurement of Hydrogen Permeation and Determination of Hydrogen Uptake and Transport in Metals by an Electrochemical Technique, ISO, Switzerland (2004).
- J. S. Park, H. J. Lee, and S. J. Kim, *Korean J. Mater. Res.*, 28, 286 (2018).
- G. Malakondaiah, M. Srinivas, and P. R. Rao., *Progr. Mater. Sci.*, 42, 209 (1997).
- E. H. Hwang, H. G. Seong, and S. J. Kim, *Korean J. Met. Mater.*, 56, 570 (2018).
- 20. G. R. Speich, Trans. Metall. Soc. AIME 245, 2553 (1969).
- S. J. Kim, J. S. Park, E. H. Hwang, S. M. Ryu, H. G. Seong, and Y. R. Cho, *Int. J. Hydro. Ener.*, Accepted (2018).
- 22. G. M. Evans, Welding J., 59-8, 67 (1980).
- J. L. Gu, K. D. Chang, H. S. Fang, and B. Z. Bal, *ISIJ Int.*, 42, 1560 (2002).
- 24. C. D. Beachem, Metal. Trans. A, 3, 307 (1972).
- 25. J. Eastman, F. Heubaum, T. Matsumoto, and H. K. Bimbaum, *Acta. Metall.*, **30**, 1579 (1982).
- E. Serra, A. Perujo, and G. Benamati, J. Nucl. Mater., 245, 108 (1997).
- 27. H. K. D. H. Bahadeshia, ISIJ. Int., 56, 24 (2016).
- 28. G. W. Hong and J. Y. Lee, J. Mater. Sci., 18, 271 (1983).
- 29. G. W. Hong and J. Y. Lee, Metall. Trans. A, 14, 156 (1983).
- 30. D. G. Enos and J. R. Scully, *Metall. Mater. Trans. A*, **33**, 1151 (2002).