



저작자표시 2.0 대한민국

이용자는 아래의 조건을 따르는 경우에 한하여 자유롭게

- 이 저작물을 복제, 배포, 전송, 전시, 공연 및 방송할 수 있습니다.
- 이차적 저작물을 작성할 수 있습니다.
- 이 저작물을 영리 목적으로 이용할 수 있습니다.

다음과 같은 조건을 따라야 합니다:



저작자표시. 귀하는 원저작자를 표시하여야 합니다.

- 귀하는, 이 저작물의 재이용이나 배포의 경우, 이 저작물에 적용된 이용허락조건을 명확하게 나타내어야 합니다.
- 저작권자로부터 별도의 허가를 받으면 이러한 조건들은 적용되지 않습니다.

저작권법에 따른 이용자의 권리는 위의 내용에 의하여 영향을 받지 않습니다.

이것은 [이용허락규약\(Legal Code\)](#)을 이해하기 쉽게 요약한 것입니다.

[Disclaimer](#) 

공 학 석 사 학 위 논 문

9% Ni 강 열영향부의 미세조직과
극저온 충격인성에 미치는
용접 열사이클의 영향 연구

A study on effect of welding heat cycle
on microstructure and cryogenic impact
toughness of heat-affected zone
in 9% Ni steel

울산대학교 대학원
중공업융합기술공학과
엄 해 원

9% Ni 강 열영향부의 미세조직과
극저온 충격인성에 미치는
용접 열사이클의 영향 연구


지도교수 신상용


이 논문을 공학석사학위 논문으로 제출함


2021년 2월

울산대학교 대학원
중공업융합기술공학과
엄해원

엄해원의 공학석사학위 논문을 인준함

심사위원 이 정 구 (인) 

심사위원 윤 성 욱 (인) 

심사위원 신 상 용 (인) 

울산대학교 대학원

2021년 2월

국문 요약

국제해사기구(International maritime organization, IMO)의 강화된 환경규제로 인해 액화천연가스(Liquefied natural gas, LNG)를 연료로 사용하는 LNG 연료추진선의 비중이 증가하고 있다. -162 °C의 매우 낮은 액화점을 가지는 LNG 특성 상, LNG 저장탱크는 극저온에 노출되며, 이에 따라 LNG 저장탱크에 사용되는 소재는 극저온 환경에서 우수한 기계적 특성이 요구된다.

9% Ni 강은 극저온 환경에서 우수한 기계적 특성을 보이는 소재로서 LNG 저장탱크에 널리 활용되고 있다. 하지만 용접 중 형성되는 열영향부(Heat-affected zone)에서 충격인성이 매우 낮아질 수 있으며, 이에 따라 LNG 저장탱크의 안전성이 확보되지 않을 수 있다.

열영향부는 최고 가열온도(Peak temperature)에 따라 분류되며, 그 종류에 따라 미세조직과 충격인성이 달라진다. 그 중 CGHAZ(Coarse grain HAZ)와 IC CGHAZ(Intercritically reheated CGHAZ)는 조대한 결정립이 형성되고 다량의 경질상이 분포함에 따라 충격인성이 매우 낮다고 알려져 있다.

입열량은 열영향부의 특성에 지대한 영향을 미친다. 즉, 입열량에 따라 열영향부에 구현되는 냉각속도가 달라지고, 열영향부의 미세조직과 충격인성은 냉각속도에 따라 달라진다. 하지만 입열량에 따른 열영향부의 특성에 관한 연구는 주로 베이나이트계 조직(Bainitic structure)을 갖는 저탄소강(Low-carbon steel)에서 이루어졌으며, 마르텐사이트(martensite)를 주 조직으로 갖는 9% Ni 강에서는 연구가 미미한 실정이다.

따라서 본 연구에서는 9% Ni 강의 CGHAZ 와 IC CGHAZ 를 다양한 냉각속도로 모사하여 미세조직과 충격인성을 확인하였으며, 각 HAZ 에서 냉각속도와 미세조직 그리고 충격인성 간의 상관관계를 분석하였다. 실험 결과, 9% Ni 강의 CGHAZ 와 IC CGHAZ 의 주 조직은 마르텐사이트(Martensite)였으며, 비교적 연성이 우수한 오토-템퍼드 마르텐사이트(Auto-tempered martensite)와 템퍼드 마르텐사이트(Tempered martensite) 조직이 다소 존재하였다. 또한, 냉각속도가 감소할수록 연성 조직의 분율은 증가하였다. CGHAZ 의 충격인성은 냉각속도에 따라 큰 차이를 보이지 않았다. 하지만 IC CGHAZ 의 충격인성은 가장 느린 냉각속도 조건에서 가장 우수하였는데, 이는 템퍼드 마르텐사이트 조직의 분율이 가장 높았기 때문이다.

목차

1. 서론	1
1.1. 연구 배경	1
1.2. 연구 목적	3
2. 이론적 배경	4
2.1. 9% Ni 강	4
2.1.1. 9% Ni 강의 개발 및 적용	4
2.1.2. 9% Ni 강의 열처리 공정과 미세조직학적 특성	7
2.1.3. 9% Ni 강의 기계적 특성	1 2
2.1.4. 9% Ni 강의 사용규격	1 5
2.2. 용접 열영향부	1 7
2.2.1. 용접 열영향부의 분류	1 7
2.2.2. 용접 열영향부의 충격인성에 영향을 미치는 인자	2 2
3. 실험 방법	2 5
3.1. 실험 재료	2 5
3.2. 딜라토미터 시험	2 6
3.3. 열영향부 모사	2 7

3.4. 미세조직 관찰	3 0
3.5. 기계적 특성 시험	3 2
3.6. 파괴 거동 분석	3 3
4. 실험 결과	3 4
4.1. 딜라토미터	3 4
4.2. 미세조직	3 6
4.2.1 잔류 오스테나이트 분율	3 6
4.2.2 모재의 미세조직	3 8
4.2.3 CGHAZ의 미세조직	4 0
4.2.4 IC CGHAZ의 미세조직	4 6
4.3. 기계적 특성	5 1
4.3.1 비커스 경도	5 1
4.3.2 극저온 샤르피 충격 특성	5 5
4.4. 파면 특성	5 9
5. 고찰	6 5
5.1. 냉각속도에 따른 열영향부의 미세조직 변화	6 5
5.1.1 냉각속도에 따른 CGHAZ의 미세조직 변화	6 5

5.1.2. 냉각속도에 따른 IC CGHAZ 의 미세조직 변화	6 8
5.2. 샤르피 충격 특성에 영향을 미치는 인자.....	7 1
5.3. 모재와 열영향부의 샤르피 충격 특성 비교	7 5
5.4. CGHAZ 와 IC CGHAZ 의 샤르피 충격 특성 비교.....	7 7
5.5. 냉각속도에 따른 열영향부의 샤르피 충격 특성 변화	8 1
5.5.1. 냉각속도에 따른 CGHAZ 의 샤르피 충격 특성 변화.....	8 1
5.5.2. 냉각속도에 따른 IC CGHAZ 의 샤르피 충격 특성 변화.....	8 3
6. 결론	8 5
7. 참고문헌.....	8 6

List of figures

Fig. 2-1. The trend of volume of global LNG trade

Fig. 2-2. The outlook for order on LNG fueled ship

Fig. 2-3. Schematic illustration of QT heat treatment

Fig. 2-4. Schematic illustration of NNT heat treatment

Fig. 2-5. Schematic illustration of QLT heat treatment

Fig. 2-6. Schematic illustration of DQT heat treatment

Fig. 2-7. Fracture toughness of various Ni steels at temperature

Fig. 2-8. Schematic diagram showing HAZ formed when single-pass welding

Fig. 2-9. Schematic diagram showing HAZ formed when multi-pass welding

Fig. 2-10. Relationship between heat input and Δt_{8-5}

Fig. 3-1. Schematic illustration of dilatometer test specimen

Fig. 3-2. Schematic illustration of simulated thermal cycles of the CGHAZ and IC CGHAZ

Fig. 3-3. Three directions in rolled sheet

Fig. 4-1. A result of the dilatometer test

Fig. 4-2. Results of the XRD tests

Fig. 4-3. (a) OM and (b) SEM images showing the morphological microstructure of the BM specimen

Fig. 4-4. EBSD (a) IQ(Image quality) map, (b) IPF(Inverse pole figure) map and (c) GB(Grain boundary) map in the BM specimen

Fig. 4-5. SEM images showing the morphological microstructure of (a) CG-F, (b) CG-M, (c) CG-S specimen. (d) High magnification micrograph in CGHAZ

Fig. 4-6. (a) SEM image and (b) EDS composition map of C in CGHAZ

Fig. 4-7. EBSD IPF(Inverse pole figure) and KAM(Kernel average misorientation) maps of the (a, d) CG-F, (b, e) CG-M and (c, f) CG-S specimen (Mag.: x3000)

Fig. 4-8. EBSD (a) IQ(Image quality) map, (b) IPF(Inverse pole figure) map and (c) GB(Grain boundary) map of the CG-F specimen (Mag.: x7000)

Fig. 4-9. SEM images showing the morphological microstructure of (a) ICG-F, (b) ICG-M, (c) ICG-S, (d) TM structure and (e, f) EM structure at boundary

Fig. 4-10. (a) SEM image and (b) EDS composition map of C in IC CGHAZ

Fig. 4-11. EBSD (a) IQ(Image quality) map, (b) IPF(Inverse pole figure) map and (c) GB(Grain boundary) map of the ICG-F specimen (Mag.: x7000)

Fig. 4-12. SEM images showing the indentation positions

Fig. 4-13. Load-displacement curves of base metal specimen obtained from the instrumented Charpy system at -196 °C

Fig. 4-14. Load-displacement curves of (a) CG-F, (b) CG-M, (c) CG-S, (d) ICG-F, (e) ICG-M and (f) ICG-S specimen obtained from the instrumented Charpy system at -196 °C

Fig. 4-15. (a) Schematic illustration showing typical fracture appearance of Charpy impact specimen, (b) Measurement of percent shear area

Fig. 4-16. SEM fractographs showing (a) overall fracture appearance, (b) fracture initiation region and (c) flat fracture region of BM Charpy impact specimen

Fig. 4-17. SEM fractographs showing overall fracture appearance of (a) CG-F, (c) CG-M and (e) CG-S specimen, SEM fractographs showing (b) fracture initiation region and (d) flat fracture region in CGHAZ Charpy impact specimen

Fig. 4-18. SEM fractographs showing overall fracture appearance of (a) ICG-F, (c) ICG-M and (e) ICG-S specimen, SEM fractographs showing flat fracture region in (b) ICG-F, (d) ICG-M and (f) ICG-S Charpy impact specimen

Fig. 5-1. Variations in volume fraction of ATM and effective grain size as a function of cooling rate in CGHAZ

Fig. 5-2. Schematic illustration of microstructural evolution in CGHAZ

Fig. 5-3. Variations in volume fraction of TM and effective grain size as a function of cooling rate in IC CGHAZ

Fig. 5-4. Schematic illustration of microstructural evolution from ATM to TM structure

Fig. 5-5. Variations in volume fraction of RA and fracture total energy in BM, CGHAZ and IC CGHAZ specimens

Fig. 5-6. SEM images showing the cross-sectional areas of the fractured (a, c, e) CGHAZ and (b, d, f) IC CGHAZ specimens

Fig. 5-7. Variations in volume fraction of ductile structure(ATM or TM structure), effective grain size and Charpy absorbed energy in BM, CGHAZ and IC CGHAZ specimens

Fig. 5-8. Variation in Charpy absorbed energies in CGHAZ and IC CGHAZ specimens

Fig. 5-9. SEM images showing the (a) M-A constituent, (b) EM structure at PAGB in IC CGHAZ

Fig. 5-10. Variation in effective grain size in CGHAZ and IC CGHAZ specimens

Fig. 5-11. Variations in volume fraction of ATM, effective grain size and fracture total energy as a function of cooling rate in CGHAZ

Fig. 5-12. Variation in volume fraction of TM, effective grain size and fracture total energy as a function of cooling rate in IC CGHAZ

List of tables

Table 2-1. Plate specifications and chemical compositions of 9% Ni steel (wt.%)

Table 2-2. Plate specifications and mechanical properties of 9% Ni steel

Table 3-1. Chemical composition of the 9% Ni steel (wt.%)

Table 3-2. Simulation condition for CGHAZ and IC CGHAZ

Table 4-1. Transformation temperatures in 9% Ni steel

Table 4-2. Volume fraction of RA in 9% Ni steel

Table 4-3. Volume fraction and size of structures in CGHAZ specimens

Table 4-4. Volume fraction and size of structures in IC CGHAZ specimens

Table 4-5. Average hardness of BM, CGHAZ and IC CGHAZ specimens (10 kgf, HV)

Table 4-6. Micro-hardness of structures in CGHAZ and IC CGHAZ specimens (1 gf, HV)

Table 4-7. The instrumented Charpy impact properties at -196 °C

1. 서론

1.1. 연구 배경

2020년 1월 1일부터 시행된 'IMO 2020' 환경규제는 조선업계에 큰 파장을 일으키고 있다. IMO 2020은 국제해사기구(International maritime organization, IMO)의 강화된 환경규제로, 선박 연료의 황산화물 함유율을 현행 '3.5% 미만'에서 '0.5% 미만'으로 낮추거나, 이에 준하는 탈황설비의 장착을 요구하는 규제이다. 이에 대한 대응책으로는 '저유황유 사용', '탈황설비(스크러버) 설치', 'LNG 연료추진선 건조 및 활용' 크게 세 가지가 있다. 저유황유를 사용하거나 탈황설비를 설치한다면 황산화물 배출량을 약 80~95% 감소시킬 수 있다[1]. 하지만 이 방법들은 황산화물 외 주요 대기환경오염물질에 속하는 질소산화물(NOx)과 이산화탄소(CO₂)의 배출량을 거의 감소시키지 못한다. 그에 반해, 액화천연가스(Liquefied natural gas, LNG)를 사용하는 LNG 연료추진선을 건조하고 활용한다면 황산화물은 물론이며, 질소산화물과 이산화탄소의 배출량도 감소시킬 수 있다. 실제로 LNG 연료를 활용한다면 기존의 벙커 C 유 대비 황산화물 배출량은 약 90~100%, 질소산화물은 약 90%, 이산화탄소는 약 15% 감소시킬 수 있으며[1] 이로 인해, 향후 시행될 더욱 엄격한 환경규제들에 대해서도 대비가 용이해질 수 있다. 이에 따라, 현재 많은 조선사들이 LNG 연료추진선에 관심을 가지고 있으며, 세계 선박 신주 발주량에서 LNG 연료추진선의 비중은 점차 높아지고 있다[2].

천연가스(Natural gas)는 $-162\text{ }^{\circ}\text{C}$ 의 극저온에서 액화되는 특징을 가진다. 따라서 LNG 저장탱크는 극저온 환경에서도 우수한 강도와 인성을 가져야 한다. 현재까지 가장 널리 사용되고 있는 LNG 저장탱크용 소재는 9% Ni 강이다. 극저온 환경의 구조용 재료로 널리 알려진 9% Ni 강은 우수한 극저온 인성을 바탕으로 지상형 LNG 저장탱크의 내조로서 전세계 저장탱크의 80% 이상의 사용실적을 가지고 있다[3].

LNG 저장탱크 제작 시 용접은 필수적으로 진행된다. 하지만 용접부는 모재 대비 매우 낮은 충격인성을 보이며, 이는 용접 시 발생하는 열영향부(Heat-affected zone, HAZ)에 기인한다고 알려져 있다[3, 4]. 특히, CGHAZ(Coarse grain HAZ)와 IC CGHAZ(Intercritically reheated CGHAZ)는 조대한 결정립과 다량의 경질상이 형성되어 충격인성이 극히 낮다고 알려져 있다[5-10]. 따라서 건전한 9% Ni 강 용접부를 형성하고 LNG 저장탱크의 안전성을 위해서 9% Ni 강 용접 열영향부의 충격인성을 향상시키는 연구가 필요하다.

입열량은 용접부에 가해지는 에너지량으로, 용접 후 열영향부의 냉각속도를 결정하는 주된 인자이다. 열영향부의 냉각속도가 변화하면 미세조직이 달라지고, 이에 따라 충격인성이 달라진다. 즉, 입열량을 적절히 제어함에 따라 열영향부의 충격인성을 개선시킬 수 있다. 하지만 입열량에 따른 열영향부의 미세조직과 충격인성에 관한 연구는 베이나이트계 조직(Bainitic structure)을 갖는 저탄소강(Low-carbon steel)에서 주로 이루어져 왔으며, 9% Ni 강에서는 대부분 용접부 전체의 충격인성에 관한 연구가 이루어져 왔다. 따라서 9% Ni 강에서 입열량에 따른 열영향부의 미세조직과 충격인성에 관한 연구가 필요한 실정이다.

1.2. 연구 목적

본 연구는 9% Ni 강 열영향부 중 CGHAZ 와 IC CGHAZ 가 매우 낮은 충격인성을 갖는다는 점에 착안하여, CGHAZ 와 IC CGHAZ 에 대해서 연구를 진행한다. CGHAZ 와 IC CGHAZ 각각에 대해서 냉각속도에 따른 미세조직과 충격인성을 확인하고, 그 상관관계를 파악한다. 관련 세부목적을 정리하면 아래와 같다.

- 냉각속도와 CGHAZ 미세조직 간의 상관관계 규명
- 냉각속도와 IC CGHAZ 미세조직 간의 상관관계 규명
- CGHAZ 의 미세조직과 충격인성 간의 상관관계 규명
- IC CGHAZ 의 미세조직과 충격인성 간의 상관관계 규명

2. 이론적 배경

2.1. 9% Ni 강

2.1.1. 9% Ni 강의 개발 및 적용

메탄(CH₄)을 주성분으로 하는 천연가스는 대기오염물질의 배출이 거의 없다는 장점으로 인해, 다양한 산업에서 그 수요가 점차 증가하고 있다. 조선업계은 대기오염물질 배출량이 가장 많은 산업으로 꼽히고 있으며 이에 따라, 국제해사기구는 대기오염물질 배출량의 허용치를 계속해서 줄여 나갈 것이라고 발표하였다. 국제해사기구에서 선정된 주요 규제대상물질은 질소산화물, 황산화물, 이산화탄소이다. 기존에 사용되던 벙커 C 유 대신에 천연가스를 연료로 사용한다면, 질소산화물의 배출량은 약 90%, 황산화물은 약 90~100%, 이산화탄소는 약 15% 감소시킬 수 있다[1]. 따라서 조선업계은 천연가스를 더욱 효율적이고 안전하게 활용하여 대기오염물질 배출량을 감소시키려 노력하고 있다. 그림 2-1 과 2-2 에 세계 LNG 교역량 추이와 LNG 연료추진선의 신규 발주량 전망을 나타내었다.

LNG 저장탱크는 LNG 의 극저온 특성으로 인해 이에 대응할 수 있는 강도와 인성을 가진 극저온용 소재로 제작되어야 한다. 극저온용 소재로는 9% Ni 강을 필두로 하여 AI 합금, INVAR 강, 스테인리스강 등이 있는데, 이 중 현재까지 경제적인 측면에서 가장 널리 사용되는 소재는 9% Ni 강이다. 9% Ni 강은 1941 년 LNG 저장탱크의 취성 파괴 사고를 계기로 1944 년 개발에 착수한 이래, 1952 년 액체산소의 저장용기재료로서

최초의 사용실적을 기록하였다[3]. 또한, 1960 년에 U.S. Steel 사, Chicago Bridge & Iron 사 및 INCO 사가 협력하여 9% Ni 강으로 극저온용 모형탱크를 제작하고 대규모의 파괴시험을 실시한 일명 “Operation Cryogenics” 연구를 통하여 우수한 극저온 특성을 인정받았다. 이후, LNG 저장탱크의 건설 붐으로 인해 지어진 대형 저장탱크 중 80% 이상에서 내벽용 소재로 사용되기도 하였다[11, 12].

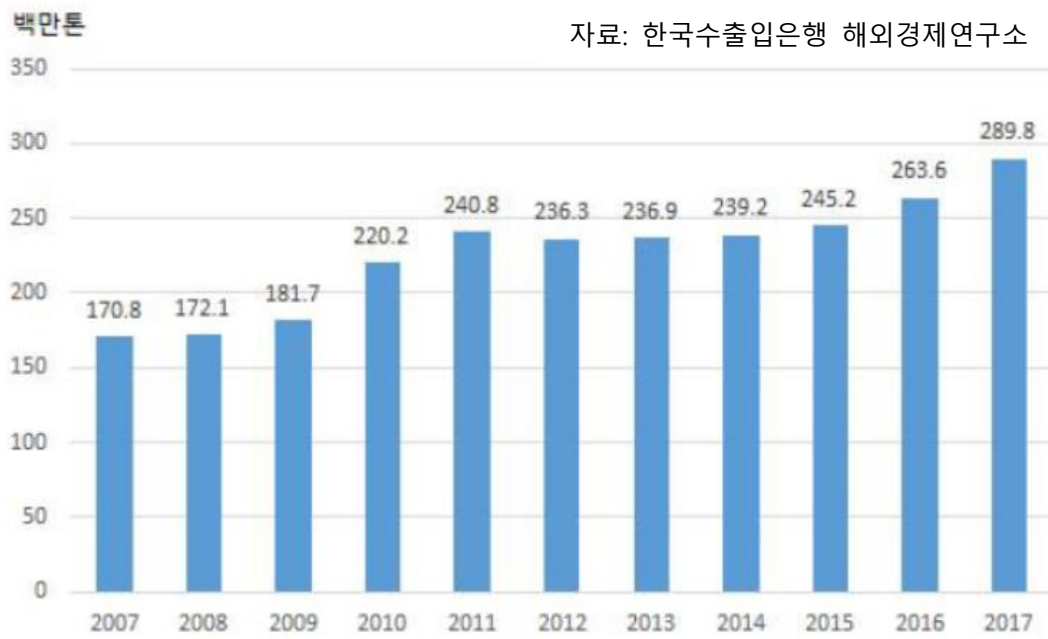


Fig. 2-1. The trend of volume of global LNG trade[53]

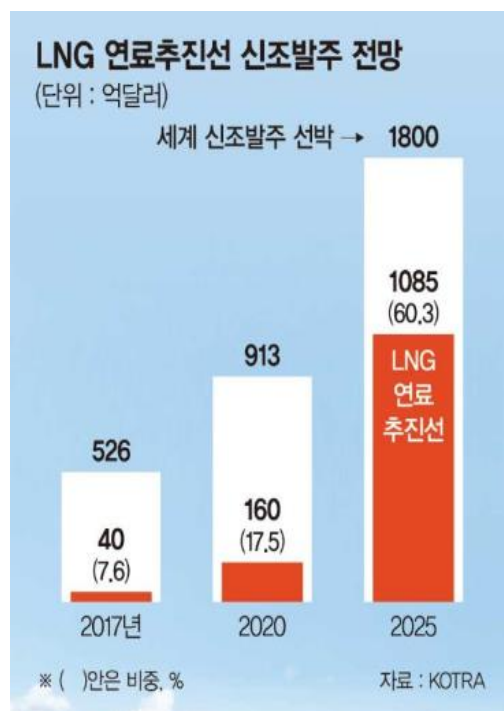


Fig. 2-2. The outlook for order on LNG fueled ship[54]

2.1.2. 9% Ni 강의 열처리 공정과 미세조직학적 특성

9% Ni 강은 우수한 연성과 인성을 갖추기 위해 압연 후 열처리 공정을 거치게 되며, 열처리 조건에 따라 미세조직과 기계적 특성이 상이하게 나타난다[13]. 9% Ni 강에 활용되는 열처리 공정으로는 QT(Quenching & tempering), NNT(Double normalizing & tempering), QLT(Quenching & lamellarizing & tempering), DQT(Direct quenching & tempering)가 있다.

(1) QT(Quenching & tempering)

그림 2-3 에 QT 열처리의 모식도를 나타내었다. QT 는 9% Ni 강의 가장 대표적인 열처리 공정이다. 압연을 거친 판재를 800-925 °C 온도로 가열하고 약 1 시간 정도 유지한 뒤 수냉을 실시한다(Quenching). 이후 판재를 565-605 °C로 재가열하고 일정 시간이 지난 후 수냉을 실시한다(Tempering)[14]. 퀴칭(Quenching) 공정을 거친 9% Ni 강은 수냉에 의해 미세한 마르텐사이트 조직을 갖게 된다. 이후 템퍼링(Tempering)에 의해 마르텐사이트는 템퍼드 마르텐사이트가 되고, 일부는 잔류 오스테나이트로 되돌아간다.

(2) NNT(Double normalizing & tempering)

그림 2-4 에 NNT 열처리의 모식도를 나타내었다. 압연을 거친 판재를 1 차 노멀라이징 열처리를 위해 약 900 °C 온도로 가열한 다음 공기 중에서 냉각시킨다. 그리고 2 차

노멀라이징을 위해 판재를 약 790 °C 온도로 가열한 다음 공기 중에서 냉각시킨다. 마지막으로, 약 570 °C 온도에서 템퍼링을 실시한 후 수냉한다. 열간 압연이 900-955 °C 온도 범위에서 수행되는 경우, 1 차 노멀라이징 열처리는 생략될 수 있다[15]. 1 차 노멀라이징은 균질화 처리를 목적으로 실시된다. 1 차 노멀라이징의 공냉이 완료되면 약 400 Hv 의 경도를 갖는 마르텐사이트 및 베이나이트 조직이 형성된다. 이후 2 차 노멀라이징 열처리를 실시하면 미세한 오스테나이트 조직이 형성되고, 공냉 시 미세한 오스테나이트는 미세한 마르텐사이트와 베이나이트로 변태하게 된다. 그리고 템퍼링을 실시함에 따라 마르텐사이트는 템퍼드 마르텐사이트로 변태하고, 준안정상인 마르텐사이트의 일부는 오스테나이트로 되돌아간다.

(3) QLT(Quenching & lamellarizing & tempering)

그림 2-5 에 QLT 열처리의 모식도를 나타내었다. QLT 는 기존에 비교적 Ni 함량이 적은 5.5% Ni 강에 적용되었던 것으로, 9% Ni 강에 비해 비교적 좋지 못한 기계적 성질을 가진 5.5% Ni 강을 9% Ni 강 수준으로 개선하는 열처리 공정이다. 그림 2-5 에서 보는 바와 같이, 퀴칭과 템퍼링 사이에 A_{c1} 과 A_{c3} 온도 사이의 페라이트와 오스테나이트의 2 상 영역으로 가열 후 공냉시키는 라멜라이징(Lamellarizing) 열처리를 추가로 실시하여, 안정한 잔류 오스테나이트 함량을 증가시키고 결정립 크기를 미세하게 만든다[3].

(4) DQT(Direct quenching & tempering)

그림 2-6 에 DQT 열처리의 모식도를 나타내었다. 다른 열처리 공정과는 달리, DQT 는 A_{c3} 온도 이상으로 가열하는 오스테나이징(Austenitizing)을 실시하지 않는다. 즉, 열간 압연 후 곧바로 퀴칭을 실시하여 마르텐사이트 조직을 얻고, 이후 템퍼링을 통해서 템퍼드 마르텐사이트 조직을 형성한다. DQT 열처리는 압연 후 추가적으로 오스테나이징을 실시하지 않으므로, 열처리 후에도 압연 공정에서 형성된 밴드 조직(Band structure)이 뚜렷하게 남아있는 것이 특징이다.

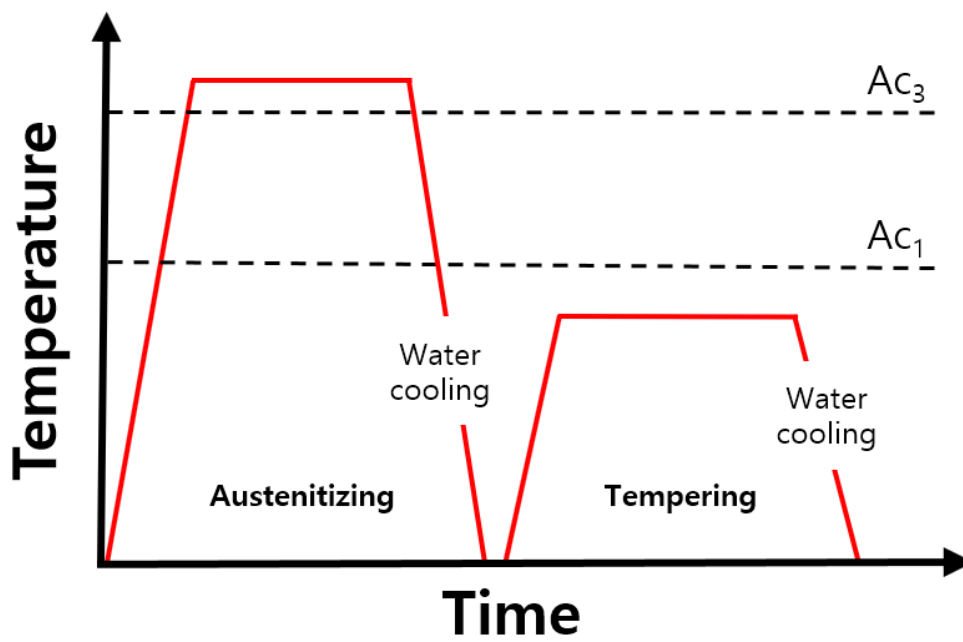


Fig. 2-3. Schematic illustration of QT heat treatment

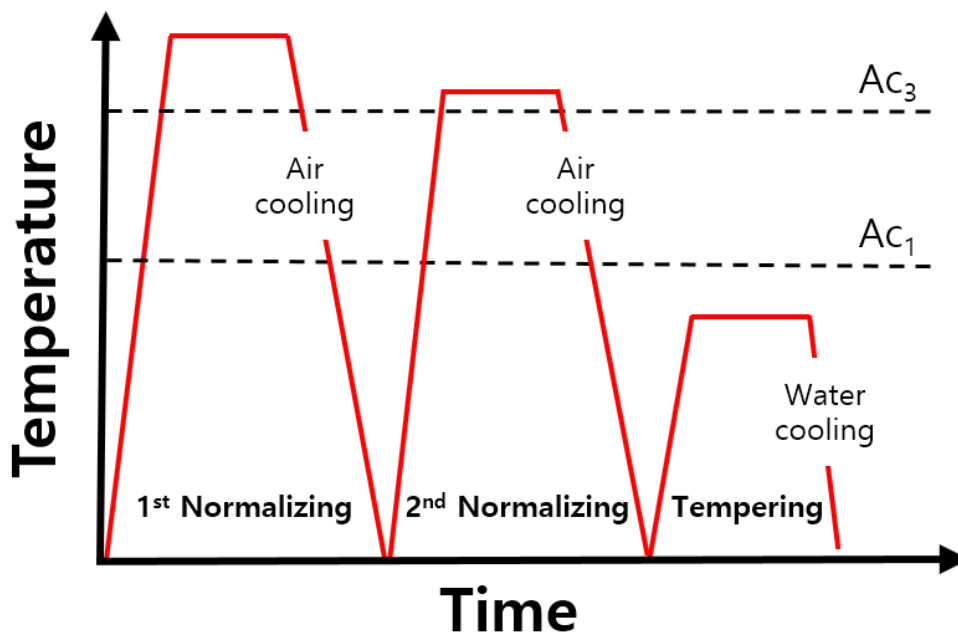


Fig. 2-4. Schematic illustration of NNT heat treatment

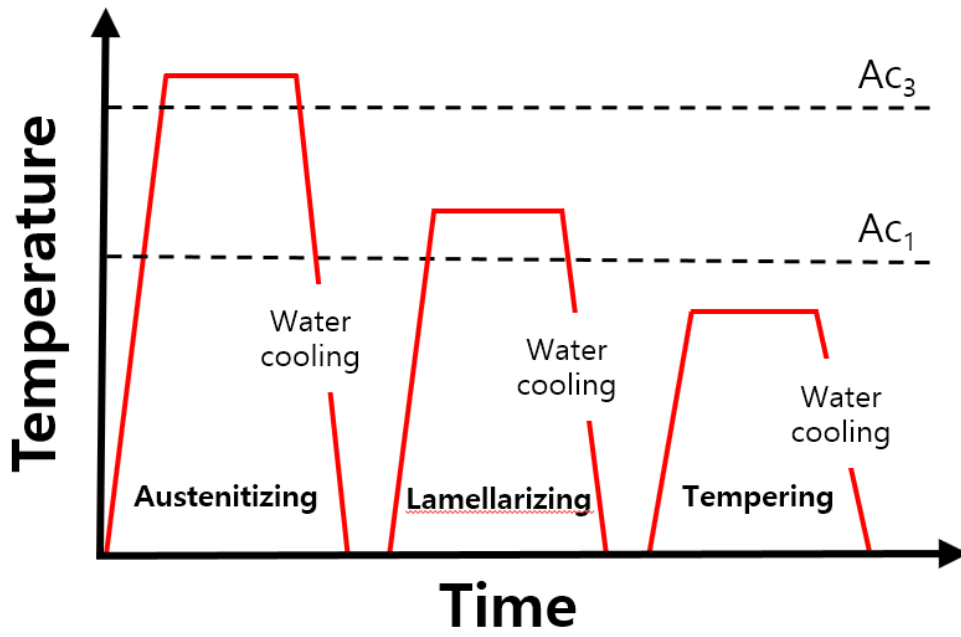


Fig. 2-5. Schematic illustration of QLT heat treatment

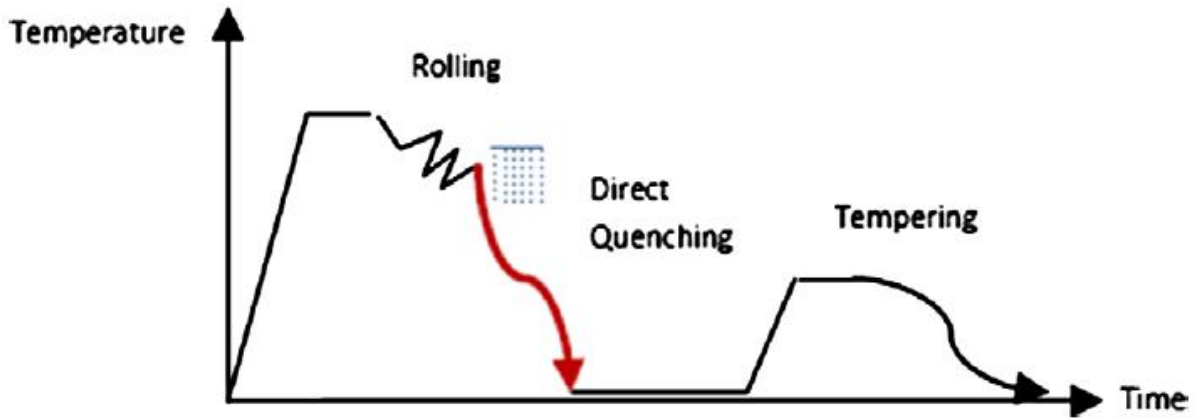


Fig. 2-6. Schematic illustration of DQT heat treatment[16]

2.1.3. 9% Ni 강의 기계적 특성

저온 환경에 노출되는 강재의 가장 중요한 기계적 특성은 저온에서 충격을 버틸 수 있는 우수한 파괴특성이다. 예로부터 Ni 함량에 따른 강재의 기계적 특성 변화는 많은 연구자들에 의해 연구되어왔으며, Ni 함량이 증가할수록 저온에서 파괴인성이 증가한다고 실험적으로 검증되었다. 따라서, Ni 함량이 매우 높은 9% Ni 강은 저온에서 매우 우수한 파괴특성을 가지게 된다. 또한, 그림 2-7 에서 보는 바와 같이, Ni 함량이 증가함에 따라 저온 파괴특성이 우수해지는 이유는 상부영역 에너지(Upper shelf energy)의 증가가 아닌 연성-취성 천이온도(Ductile to brittle transition temperature, DBTT)가 감소하기 때문이다[17]. 이러한 현상이 나타나는 이유에 대해서 크게 세 가지 설이 거론되고 있다[3].

(1) 결정립 미세화

Ni 은 강의 경화능을 높이는 원소로서, 페라이트의 형성을 억제하고 저온변태조직인 베이나이트와 마르텐사이트의 형성을 촉진시킨다. 즉, Ni 함량이 증가함에 따라 페라이트에 비해 비교적 미세한 조직인 베이나이트와 마르텐사이트가 다량으로 형성되고, 결정립 미세화 효과가 나타남에 따라 DBTT 가 감소한다.

(2) 교차슬립의 활성화

Ni 은 저온에서 전위의 교차슬립을 용이하게 하여 벽개파괴보다 소성변형이 쉽게 일어나게 함으로서 저온 인성을 증가시킨다.

(3) 잔류 오스테나이트의 형성

Ni 은 오스테나이트 안정화 원소이며, Ni 첨가량이 증가할수록 오스테나이트의 안정도가 높아진다. 이로 인해, 극저온에서도 안정된 잔류 오스테나이트가 형성될 수 있으며, 이는 저온 인성을 증가시키는 주요 인자로 작용하게 된다.

이 중 잔류 오스테나이트는 9% Ni 강의 저온 파괴특성을 결정하는 주요한 영향인자로 알려져 있으며, 많은 연구에서 잔류 오스테나이트 분율이 증가함에 따라 우수한 저온 파괴특성을 나타낸다고 밝혀왔다[13, 18, 19].

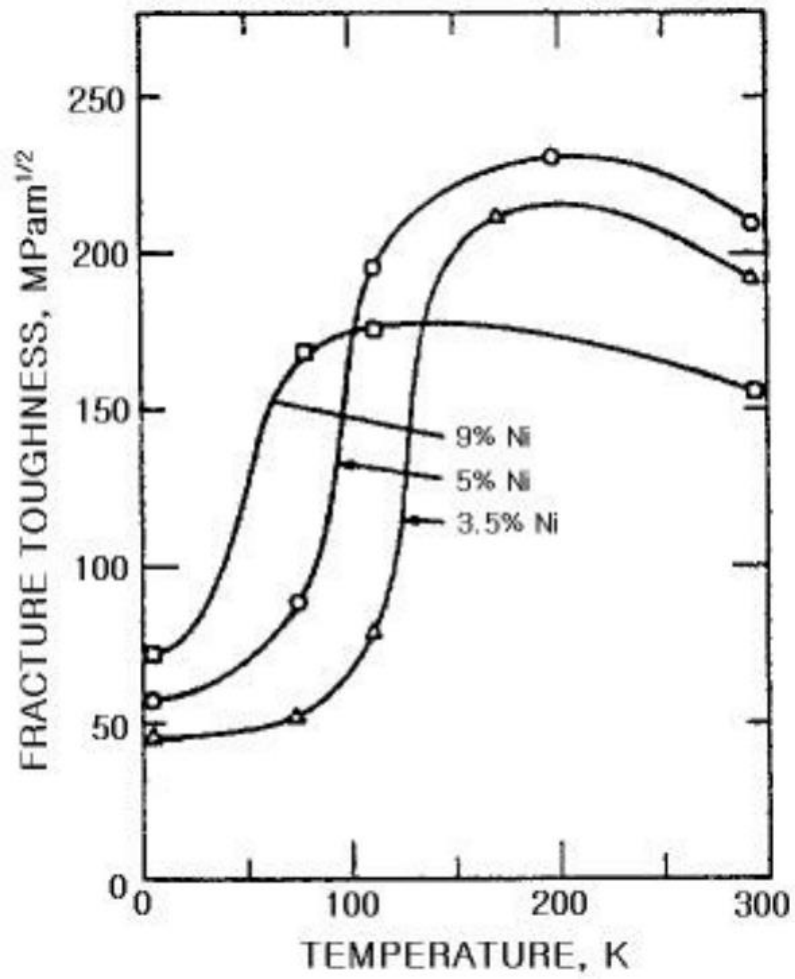


Fig. 2-7. Fracture toughness of various Ni steels at temperature[17]

2.1.4. 9% Ni 강의 사용규격

표 2-1 과 2-2 에 9% Ni 강의 사용규격을 나타내었다. 1956 년에 처음으로 ASTM 규격으로 제정되었고, 이후 일본에서 1978 년에 JIS 규격화되었다. 규격에 따라 조금씩 차이를 보이지만, 대부분의 규격에서 강재의 C 함량은 0.10 wt% 미만으로, Ni 함량은 8.50-9.50 wt%로 규정하고 있으며, 샤르피 충격 흡수에너지는 -196 °C에서 판재 방향에 따라 27 J 또는 34 J 이상을 요구하고 있다[20].

Table 2-1. Plate specifications and chemical compositions of 9% Ni steel (wt.%) [20]

Country	Code	C	Si	Mn	Ni	S	P
USA	ASTM A353	≤0.13	0.15- 0.40	≤0.90	8.50- 9.50	≤0.035	≤0.035
	ASTM A553					≤0.035	≤0.035
	ASTM A844					≤0.020	≤0.020
Japan	JIS G3127	≤0.12	≤0.30	≤0.90	8.50- 9.50	≤0.025	≤0.025
	SL9N 520						
	SL9N 590						
UK	BS 1501-509	≤0.10	0.10- 0.30	0.30- 0.80	8.75- 9.75	≤0.005	≤0.025
Germany	VDEh 680 X10 Ni9	≤0.10	0.10- 0.35	0.30- 0.80	8.0-10.0	≤0.035	≤0.035
France	NFA36-208 9Ni(1966)	≤0.10	0.15- 0.30	≤0.8	8.50- 9.50	≤0.030	≤0.030
Italy	UNI 5920-66 X10 Ni9	≤0.10	0.15- 0.30	≤0.9	8.50- 9.50	≤0.035	≤0.035
Norway	DnV(1971) NV20-2	≤0.08	0.15- 0.35	0.40- 0.70	9.00- 9.75	≤0.025	≤0.020
Belgium	NBN 630-70 10Ni 36	≤0.10	0.15- 0.35	≤1.00	8.50- 9.50	≤0.030	≤0.030

Table 2-2. Plate specifications and mechanical properties of 9% Ni steel[20]

Condition and property	USA, ASTM			Japan, JIS		UK, BS		Germany	France	Italy	Norway	Belgium
	A353	A553 Type1	A844	SL9N 520	SL9N 590	509	510	VDEh X8 Ni9	AFFNOR NFA36-208 (1966) X10 Ni9	UNI 5920-6 X10 Ni9	DnV NV 20-2 (1971)	NBN 630-70 10Ni 36
Condition	NNT	QT	DQT	NNT	QT	NNT, QT	QT	NNT, QT	-	NNT, QT	-	-
Thickness, mm	≤50	≤50	≤50	6-50	6-50	≤50	≤50	-	30-50	-	-	16-40
Tensile properties at 20°C												
YS, MPa	≥515	≥585	≥585	≥520	≥590	≥530	≥590	≥490	≥588	≥490	≥440	≥529
TS, MPa	690-825	690-825	690-825	690-830	690-830	690	690	640-830	686	690-830	640	637-833
El, %	≥20	≥20	≥20	≥21	≥21	≥18	≥18	≥17	≥19	≥19	≥20	≥17
Charpy impact properties												
Test temperature, °C	-195	-195	-195	-196	-196	-196	-196	-196	-196	-196	-185	-196
Impact energy, J												
L direction(Av/min)	(34/27)	(34/27)	(34/27)	(18/14)	(21/18)	(34)	(34)	(41)	(48)	(34)	(34)	(39)
T direction[Av/min]	[27/20]	[27/20]	[27/20]			[27]	[27]	[24]				
Lateral expansion, mm	≥0.38	≥0.38	≥0.38									

2.2. 용접 열영향부

열영향부(Heat-affected zone, HAZ)는 용융되지는 않지만 용접열에 의해 미세조직과 기계적 성질 등에 변화가 생긴 모재를 말한다. 용접금속(Weld metal)과는 달리, 열영향부는 용접봉의 희석이 발생하지 않고, 빠른 가열 및 냉각속도가 구현된다. 이에 따라, 열영향부의 충격인성은 모재에 비해 낮아질 수 있으며, 이를 개선하기 위해 많은 연구가 이루어지고 있다.

2.2.1. 용접 열영향부의 분류

그림 2-8 과 2-9 에 용접 열영향부 형성의 모식도를 나타내었다. 열영향부는 최고 가열온도(Peak temperature)에 따라 나누어지며, 각각의 열영향부는 각기 다른 미세조직과 충격인성을 보인다. 또한, 대부분의 용접은 다층(Multi-pass)으로 실시되는데, 이에 따라 국부적으로 취약한 LBZ(Local brittle zone)가 형성되기도 한다. 일반적으로 UA CGHAZ(Unaltered CGHAZ)와 IC CGHAZ(Intercritically reheated CGHAZ)가 LBZ 를 구성한다고 알려져 있다[5].

(1) CGHAZ(Coarse grain HAZ)

용융선에 가장 인접한 영역으로 1250 °C 이상으로 가열되는 영역이다. 오스테나이트 결정립의 조대화가 발생하며, 일반적으로 모재에 비해서 경도는 높고 연성 및 인성은 낮다.

(2) FGHAZ(Fine grain HAZ)

900-1100 °C 온도로 가열되는 영역으로, CGHAZ 에 비해 최고 가열온도가 낮다. 또한, 용해되지 않은 미세한 탄화물의 존재하고 오스테나이트의 재결정이 이루어짐에 따라 CGHAZ 에 비해 비교적 미세한 오스테나이트 결정립이 형성된다. 일반적으로 FGHAZ 는 CGHAZ 에 비해 비교적 양호한 연성과 인성이 나타난다.

(3) ICHAZ(Intercritical HAZ)

A_{c1} 과 A_{c3} 온도 간의 이상영역으로 가열되는 영역을 뜻한다. 탄소 농도가 높은 탄화물과 입계에서 우선적으로 오스테나이트로의 역변태가 일어나고, 비교적 탄소 농도가 낮은 페라이트 기지에서는 상변태가 일어나지 않는다. 역변태된 오스테나이트는 냉각 도중 경질의 M-A 상(Martensite-austenite constituent)을 다량으로 형성시킬 수 있다. 또한, 입계에 연속적으로 M-A 상이 분포할 경우 충격인성이 크게 저하될 수 있다.

(4) SCHAZ(Subcritical HAZ)

A_{c1} 온도 이하로 가열되는 영역을 말하며, 상변태는 거의 일어나지 않는다. 다만, 모재가 층상의 펄라이트 조직으로 구성되었을 경우, 시멘타이트가 구상화된 형태로 바뀔 수 있다. 일반적으로 SCHAZ 는 모재와 거의 동일한 충격인성을 갖는다고 알려져 있다.

(5) SR CGHAZ(Subcritically reheated CGHAZ)

다층 용접(Multi-pass welding)을 실시하였을 때 나타나며, 첫번째 용접 시 형성된 CGHAZ 에 A_{c1} 온도 이하로 추가적으로 가열된 영역을 말한다. SR CGHAZ 는 두번째 용접열에 의해 상변태가 거의 일어나지 않으므로, 일반적으로 CGHAZ 와 동일한 미세조직과 충격인성을 갖는다.

(6) IC CGHAZ(Intercritically reheated CGHAZ)

다층 용접을 실시하였을 때 나타나며, 첫번째 용접 시 형성된 CGHAZ 에 A_{c1} 과 A_{c3} 온도 간의 이상영역으로 추가적으로 가열된 영역을 말한다. IC CGHAZ 는 CGHAZ 와 ICHAZ 의 미세조직학적 특성을 모두 가지고 있다. 즉, 오스테나이트 결정립 크기는 조대하며, 입계에 다량의 M-A 상이 분포하고 있다. 따라서, 열영향부 영역 중 가장 충격인성이 낮다고 알려져 있다[5].

(7) SCR CGHAZ(Supercritically reheated CGHAZ)

다층 용접을 실시하였을 때 나타나며, 첫번째 용접 시 형성된 CGHAZ 에 900-1100 °C의 온도로 추가적으로 가열된 영역을 말한다. SCR CGHAZ 는 두번째 용접열에 의해 재결정이 발생하므로 IC CGHAZ 와 UA CGHAZ 에 비해 미세한 오스테나이트 결정립이 형성되고 충격인성이 양호하다[5].

(8) UA CGHAZ(Unaltered CGHAZ)

다층 용접을 실시하였을 때 나타나며, 첫번째 용접 시 형성된 CGHAZ 에 1250 °C 이상의 온도로 추가적으로 가열된 영역을 말한다. UA CGHAZ 는 1250 °C 이상으로 두 차례 가열된다. 따라서 열영향부 영역 중 가장 조대한 오스테나이트 결정립이 형성되며, 매우 낮은 충격인성을 갖는다.

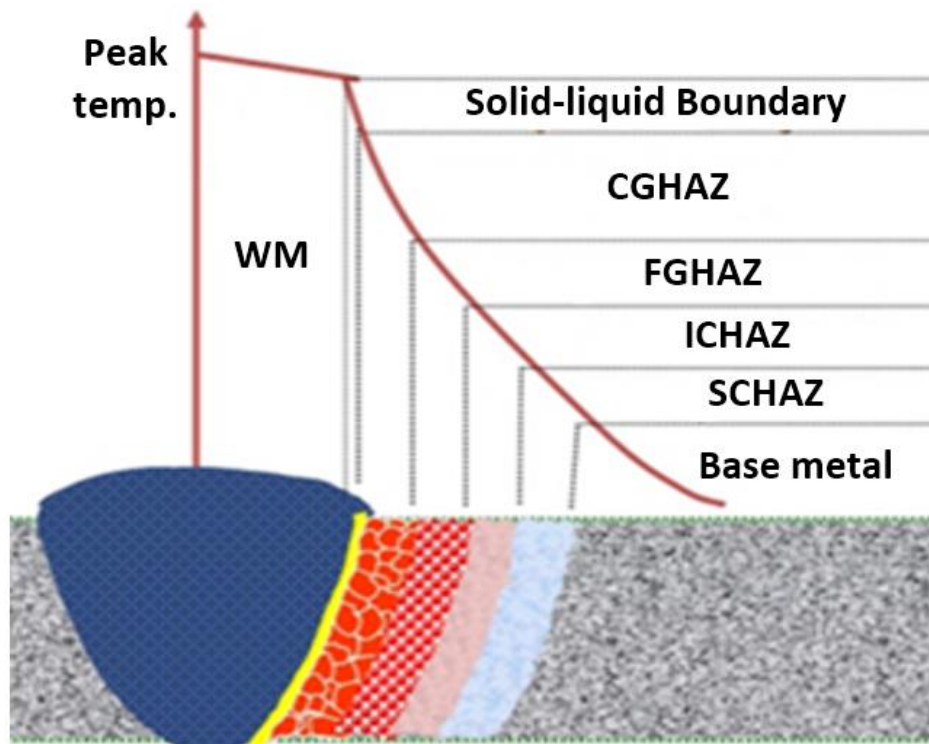


Fig. 2-8. Schematic diagram showing HAZ formed when single-pass welding

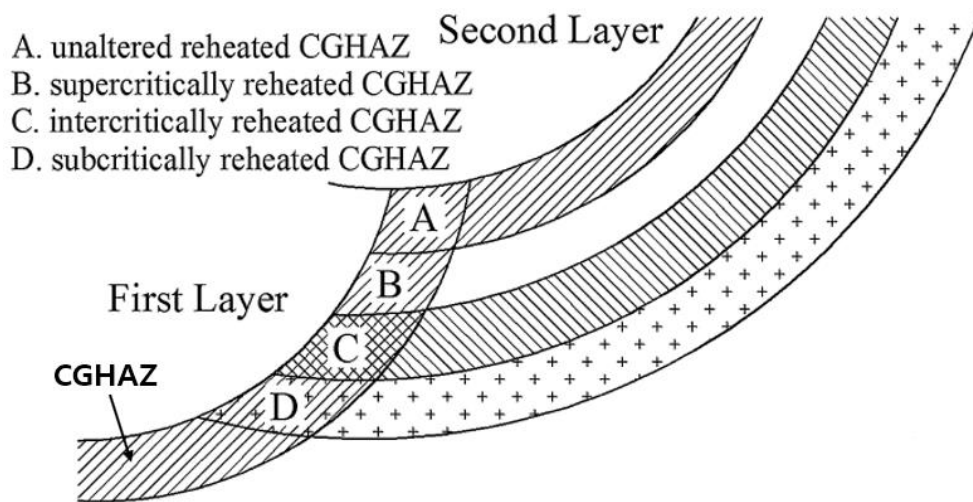


Fig. 2-9. Schematic diagram showing HAZ formed when multi-pass welding[27]

2.2.2. 용접 열영향부의 충격인성에 영향을 미치는 인자

앞서 언급하였듯, 열영향부는 용접봉의 희석이 발생하지 않고 빠른 속도로 가열 및 냉각됨에 따라 충격인성이 매우 저하될 수 있다. 따라서 열영향부의 충격인성을 개선하기 위해 많은 연구들이 진행되고 있다. 열영향부의 충격인성을 개선시키기 위해서는 열영향부의 미세조직을 제어할 수 있어야 하며, 열영향부의 미세조직을 제어할 수 있는 방법은 아래와 같이 크게 두 가지가 있다.

(1) 모재의 화학조성 변경

모재의 화학조성은 열영향부의 특성에 큰 영향을 미친다. 예를 들어, 모재에 Nb 나 Ti 등의 탄질화물 형성원소를 첨가하면 비교적 미세한 오스테나이트 결정립이 형성되고 충격인성은 향상된다[21-23]. 또한, 베이나이트계 조직을 갖는 저탄소강의 경우, Ni 이나 Mn 등의 오스테나이트 안정화 원소를 첨가하면 CGHAZ 에서 미세한 AF(Acicular ferrite) 조직이 다량으로 형성되어 충격인성이 향상된다[8, 9, 24]. IC CGHAZ에서는 M-A의 상태가 충격인성에 큰 영향을 준다고 알려져 있는데, 모재의 Si 함량을 조절하면 M-A의 분율 및 크기를 줄일 수 있다고 알려져 있다[25]. 이렇듯, 모재의 화학조성을 조절하여 열영향부의 충격인성을 제어하려는 연구는 다양하게 진행되었으며, 현재도 다방면에서 활발히 이루어지고 있다.

(2) 입열량 제어

입열량은 용접 시공자에 의해 직접적으로 제어가 가능하며, 아래의 식으로 정의된다.

$$H = \frac{EI}{v}$$

여기서 H 는 입열량[J/mm], E 는 용접전압[V], I 는 용접전류[A] 그리고 v 는 용접속도[mm/s]를 뜻한다. 즉, 입열량은 용접전압과 용접전류에 비례하고, 용접속도에 반비례한다. 이러한 입열량은 용접 시 구현되는 냉각속도를 제어한다. 그림 2-10 에 입열량에 따른 Δt_{8-5} 를 나타내었다. Δt_{8-5} 는 800 °C에서 500 °C로 냉각되는데 걸리는 시간을 뜻하며, 냉각속도와 대비되는 인자이다. 그림에서 보는 바와 같이, 입열량이 증가함에 따라 Δt_{8-5} 가 증가하는 것을 알 수 있으며, 이는 입열량과 냉각속도는 서로 반비례 관계에 있다는 것을 뜻한다.

입열량에 따른 냉각속도의 변화는 열영향부의 미세조직과 충격인성에 지대한 영향을 줄 수 있다. S. Kumar 와 P. Zhou 는 베이나이트계 조직을 갖는 저탄소강에 대해서 입열량에 따른 CGHAZ 의 미세조직과 충격인성에 대하여 연구를 진행하였다. S. Kumar[26]는 입열량이 증가함에 따라 모상 오스테나이트 결정립 크기(Prior austenite grain size, PAGS)가 커졌으며, PAGS 가 증가함에 따라 충격인성이 저하되었다고 밝혔다. P. Zhou[29]는 입열량이 증가함에 따라 고각입계(High angle grain boundary)의 밀도가 낮아졌으며, 고각입계의 밀도가 낮아질수록 충격인성이 저하되었다고 밝혔다. X.J. Di[30]는 저탄소강에 대해서 입열량에 따른 IC CGHAZ 의 특성을 연구하였는데, 입열량이

증가함에 따라 조대한 M-A 상이 형성되었으며, 조대한 M-A 는 충격인성에 악영향을 준다고 밝혔다.

이렇듯, 입열량에 따른 열영향부의 특성에 관한 연구는 주로 베이나이트계 조직을 갖는 저탄소강에서 이루어졌다. 하지만 9% Ni 강은 템퍼드 마르텐사이트(Tempered martensite)를 주 조직을 가지며 베이나이트계 조직과는 다른 충격특성을 보이는데도 불구하고, 열영향부의 미세조직과 충격인성에 관한 체계적인 연구는 미미한 실정이므로 이에 본 연구의 필요성을 확인할 수 있다.

입열량을 제어하는 방법 외에도 모재의 두께 설정, 층간 온도(Interpass temperature) 설정, 예열(Preheating) 등의 방법을 통해서 열영향부에 구현되는 냉각속도를 변화시킬 수 있다. 또한, 구속도를 제어하거나 용접 후열처리(Post weld heat treatment, PWHT)를 실시하여 열영향부의 특성을 개선하기도 한다.

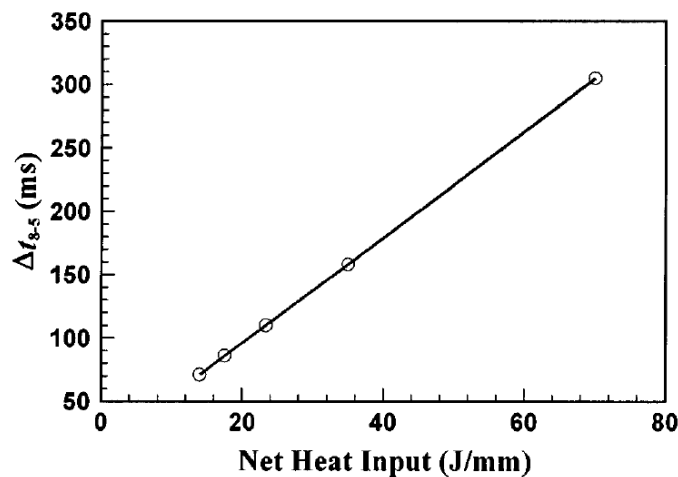


Fig. 2-10. Relationship between heat input and Δt_{8-5} [28]

3. 실험 방법

3.1. 실험 재료

본 연구에서 사용된 실험 강재는 Nippon steel사에서 제작된 QT 공정을 거친 9% Ni 강이다. 또한, 20 mm 두께의 판재 중심부에서 시편을 채취하여 모든 실험을 실시하였다. 표 3-1에 실험에 사용된 9% Ni 강의 화학조성을 나타내었다.

Table 3-1. Chemical composition of the 9% Ni steel (wt.%)

9% Ni steel	Fe	C	Ni	Si	Mn	P	S
	Bal.	0.06	9.04	0.25	0.61	0.05	0.01

3.2. dilatometer 시험

실험에 사용된 강재의 정확한 상변태 온도를 측정하기 위해 dilatometer(Dilatometer) 시험을 실시하였다. 시편은 그림 3-1 과 같이 길이 10 mm, 너비 5 mm, 두께 1.5 mm 로 가공하였다. 실험 조건은 10 °C/s 의 속도로 1200 °C까지 가열하였으며, 이후 14.7 °C/s 의 속도로 상온까지 냉각하였다. 실험은 총 3 번 실시하였다.

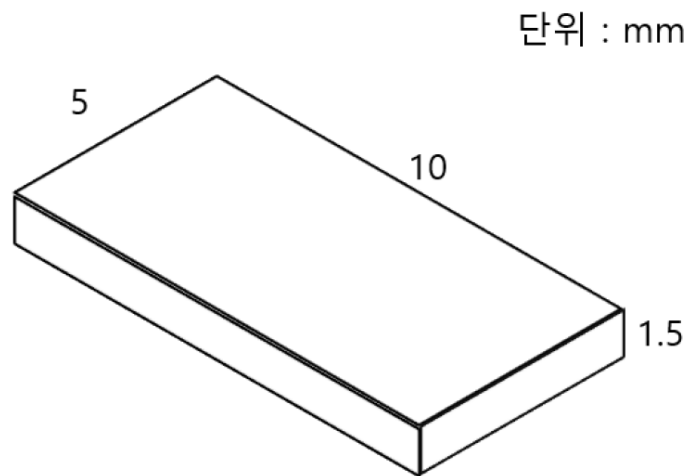


Fig. 3-1. Schematic illustration of dilatometer test specimen

3.3. 열영향부 모사

입열량에 따른 CGHAZ 와 IC CGHAZ 의 미세조직을 구현하기 위해 글리블 시험기(Gleeble 3500, Dynamic Systems Inc., Texas, U.S.)를 활용하여 표 3-2 의 조건으로 열영향부 모사를 실시하였다. CGHAZ 의 최고 가열온도(Peak temperature)는 1300 °C이며, 냉각속도는 58.5 °C/s, 14.7 °C/s, 5.4 °C/s 이다. 이는 각각 10, 30, 50 kJ/cm 의 입열량을 모사한 것이다. IC CGHAZ 에서 첫번째 열이력의 최고 가열온도는 1300 °C이며, 냉각속도는 14.7 °C/s 이다. 그리고 두번째 열이력의 최고 가열온도는 A_{c1} 과 A_{c3} 사이의 온도인 680 °C로 설정하였으며, 냉각속도는 58.5 °C/s, 14.7 °C/s, 5.4 °C/s 이다. 이는 첫번째 용접은 30 kJ/cm 의 입열량으로 실시하고, 두번째 용접은 각각 10, 30, 50 kJ/cm 의 입열량으로 실시하였을 때 나타나는 IC CGHAZ 를 모사한 것이다. 시편은 11 X 11 X 60 mm 크기의 각봉 형태로 가공하여 실험을 실시하였다. 시편 이름은 모재의 경우 BM 으로 표기하였으며, 열영향부의 경우 열영향부의 종류와 구현된 냉각속도를 표현하기 위해 CG-F, CG-M, CG-S, ICG-F, ICG-M, ICG-S 로 표기하였다.

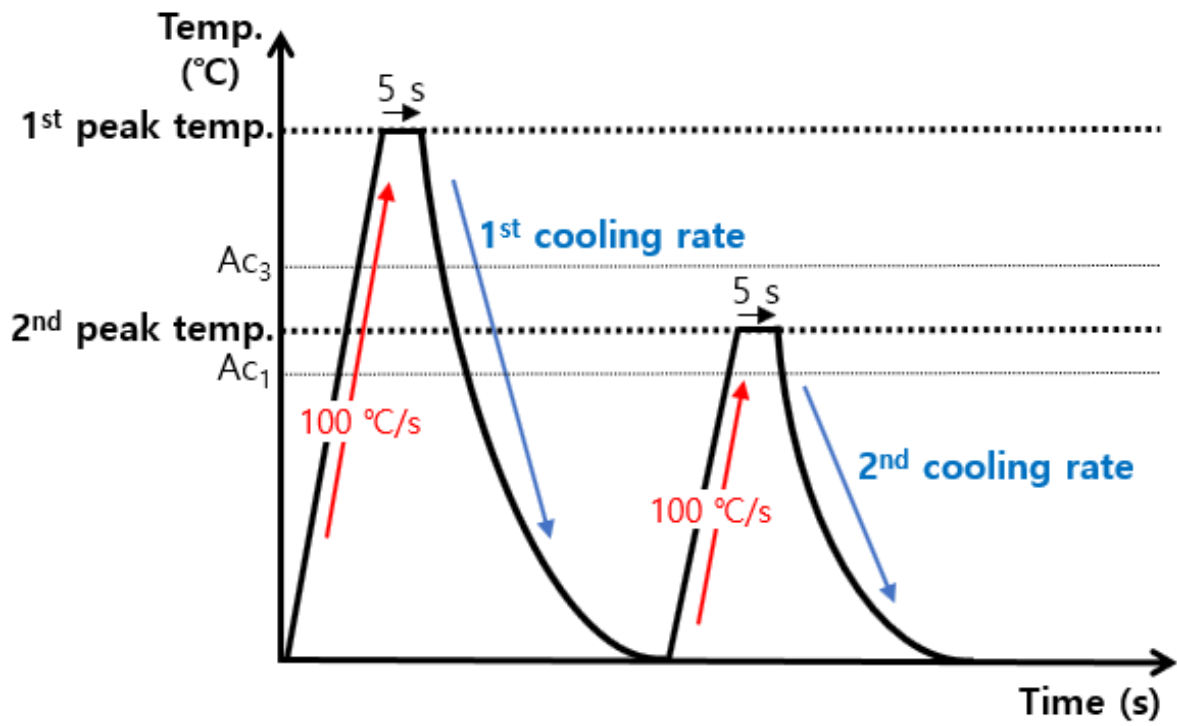


Fig. 3-2. Schematic illustration of simulated thermal cycles of the CGHAZ and IC CGHAZ

Table 3-2. Simulation condition for CGHAZ and IC CGHAZ

Specimen	1 st heat cycle		2 nd heat cycle		Heat input (kJ/cm)	Note
	Peak temp. (°C)	Cooling rate (°C/s)	Peak temp. (°C)	Cooling rate (°C/s)		
CG-F	1300	58.5	-	-	10	CGHAZ
CG-M		14.7	-	-	30	
CG-S		5.4	-	-	50	
ICG-F	1300	14.7	680	58.5	10	IC CGHAZ
ICG-M				14.7	30	
ICG-S				5.4	50	

3.4. 미세조직 관찰

모든 시편의 압연 롤이 닿는 면(Longitudinal-transvers plane, L-T plane)에 대해서 미세조직을 관찰하였다. 광학현미경(Optical microscope, OM) 및 전자주사현미경(Scanning electron microscope, SEM)을 활용하여 조직의 크기, 형상, 분율 등을 확인하였다. 시편은 800, 1200, 1500, 200 grit 사포 순으로 연마하고 1 μm 다이아몬드 서스펜션으로 미세 연마하였으며, 이후 3% 나이탈 용액(에탄올+질산)으로 에칭하였다. 또한, 전자후방산란회절(Electron backscatter diffraction, EBSD, EDAX-TSL, Hikari, Japan) 기법을 활용하여 각 시편의 유효결정립 크기, 고각각입계(High angle grain boundary)의 밀도 등을 확인하였다. 시편은 1 μm 다이아몬드 서스펜션까지 기계연마를 실시한 후 전해연마(Electrolytic polishing)를 실시하였다. (용액: 10% Perchloric acid + 90% Acetic acid, 전압: 25 V, 유지 시간: 25 s) 마지막으로, 각 시편의 잔류 오스테나이트(Retained austenite, RA) 분율을 측정하기 위해 X 선 회절(X-ray diffraction, XRD) 분석을 실시하였다. 스텝 사이즈(Step size)는 0.02° , 스캔 속도(Scanning rate)는 $1^\circ/\text{min}$ 로 설정하여 분석을 진행하였으며, $\alpha(200)$, $\alpha(211)$, $\gamma(200)$, $\gamma(220)$ 피크(Peak)의 적분강도를 비교하여 RA의 분율을 정량화 하였다.

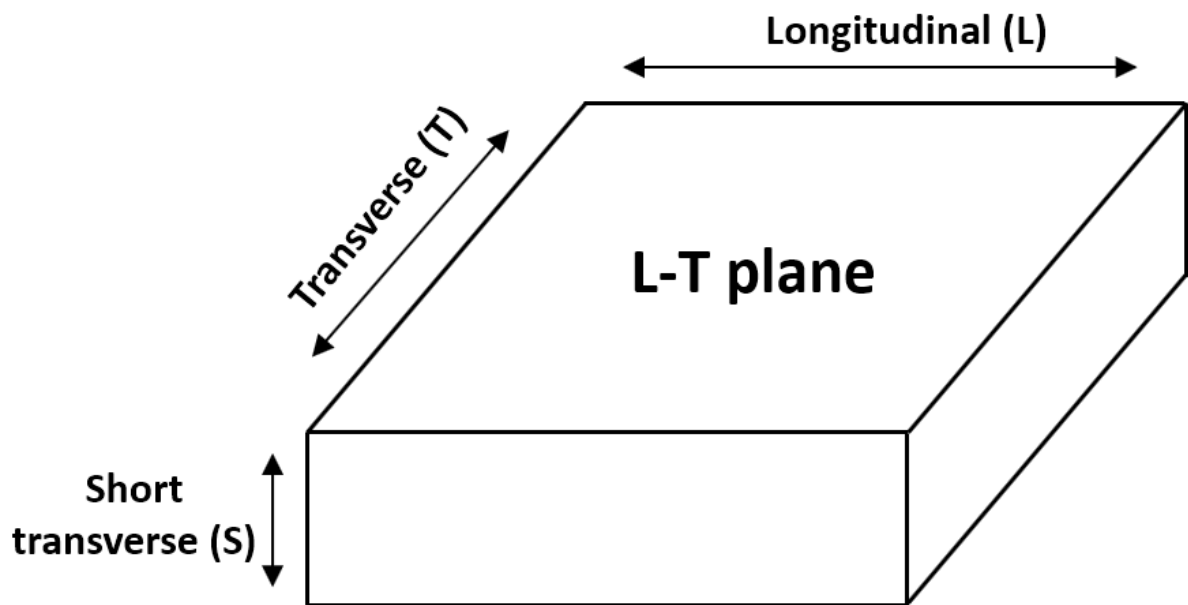


Fig. 3-3. Three directions in rolled sheet

3.5. 기계적 특성 시험

각 시편의 기계적 특성을 알아보기 위해 비커스 경도 시험과 계장화 샤르피 충격 시험을 실시하였다. 비커스 경도 시험은 10 kgf 와 1 gf 두 가지 하중으로 실시하였는데, 10 kgf 의 하중을 통해서 각 시편의 평균 경도를 측정하였고, 1 gf 의 하중을 통해서 각 조직의 미세 경도를 측정하였다.

또한, 균열이 개시될 때 필요한 에너지와 균열이 전파될 때 필요한 에너지를 각각 구하기 위해 계장화 샤르피 충격 시험(Instrumented Charpy impact test)을 실시하였다. 시편의 크기는 10 X 10 X 55 mm 이며, 시편과 V-노치의 방향은 각각 압연 방향에 수직한 방향(Transverse direction)과 압연 방향에 평행한 방향(Longitudinal direction)이다. 시험 온도는 -196 °C이며, ASTM-E23 규격에 따라 각각 3 번씩 시험을 실시하였다.

3.6. 파괴 거동 분석

샤르피 충격 시험 시 나타나는 파괴 거동을 알아보기 위해 파면 및 파단면 분석을 실시하였다. 파면 분석을 통해 전단파괴율(Percent shear fracture)을 측정하고, 각 영역에서의 파괴 양상을 확인하였다. 또한, 파단면 분석을 실시하여 균열이 전파되는 경로를 관찰하였으며, 조직의 변형 유무를 확인하였다.

4. 실험 결과

4.1. 딜라토미터

그림 4-1 과 표 4-1 에 딜라토미터 실험 결과를 나타내었다. HAZ 모사 실험에서 IC CGHAZ 의 두번째 최고 가열온도는 680 °C로 설정하였는데, 이는 A_{c1} 과 A_{c3} 온도 사이의 이상영역임을 확인하였다.

Table 4-1. Transformation temperatures in 9% Ni steel

9% Ni steel	A_{c1}	A_{c3}	M_s	M_f
	653 ± 2	720 ± 5	364 ± 5	160 ± 6

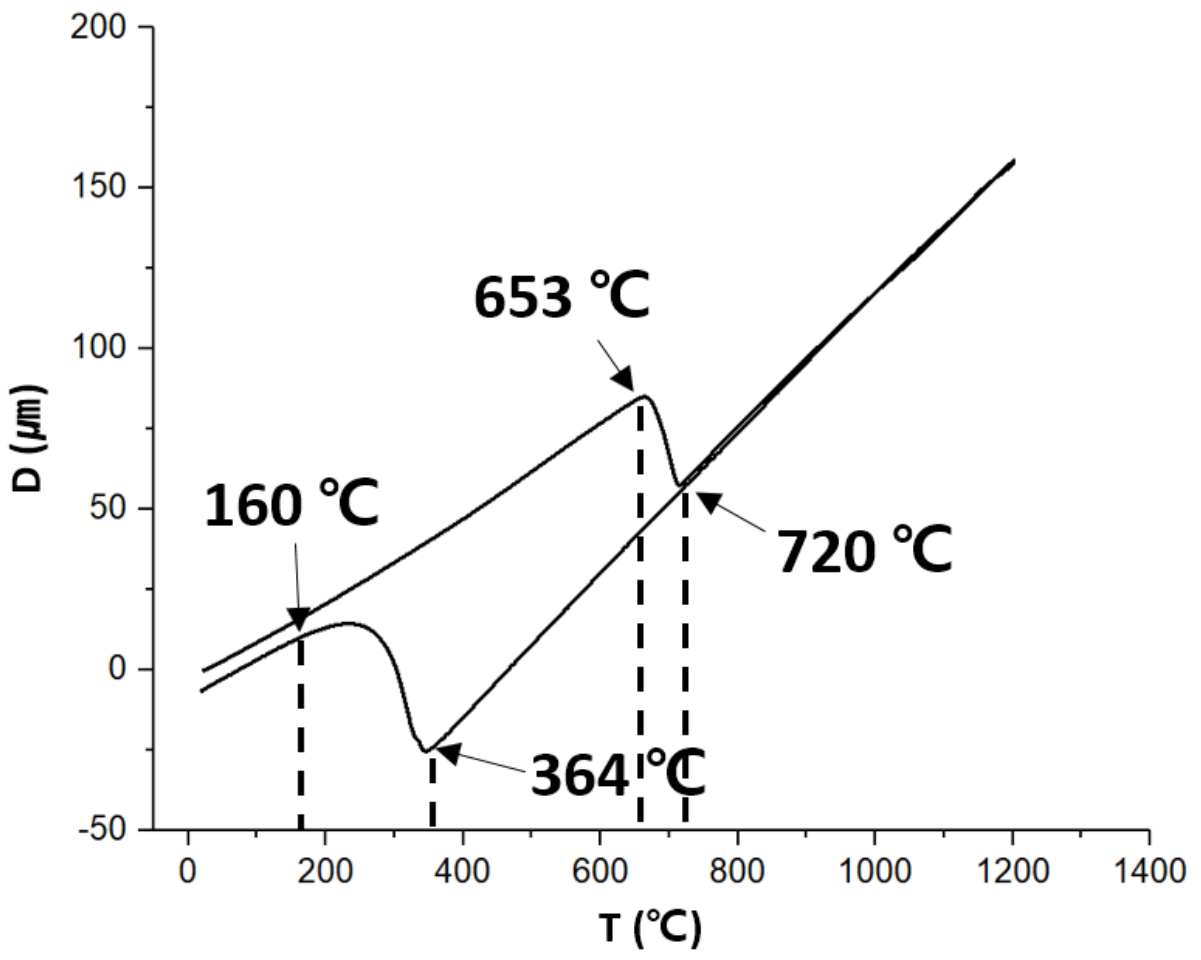


Fig. 4-1. A result of the dilatometer test

4.2. 미세조직

4.2.1 잔류 오스테나이트 분율

그림 4-2 에 XRD 분석 결과를 나타내었다. 그림에서 보이는 바와 같이, 모든 시편에서 $\alpha(200)$ 와 $\alpha(211)$ 피크에 비해, $\gamma(200)$ 와 $\gamma(220)$ 피크는 거의 존재하지 않는 것을 확인할 수 있는데, 이는 RA 가 거의 존재하지 않음을 뜻한다. 표 4-2 에 각 시편의 RA 분율을 나타내었다. 모든 시편의 RA 분율은 2.14% 이하로 매우 낮으며, 시편에 따른 RA 분율은 큰 차이가 없었다.

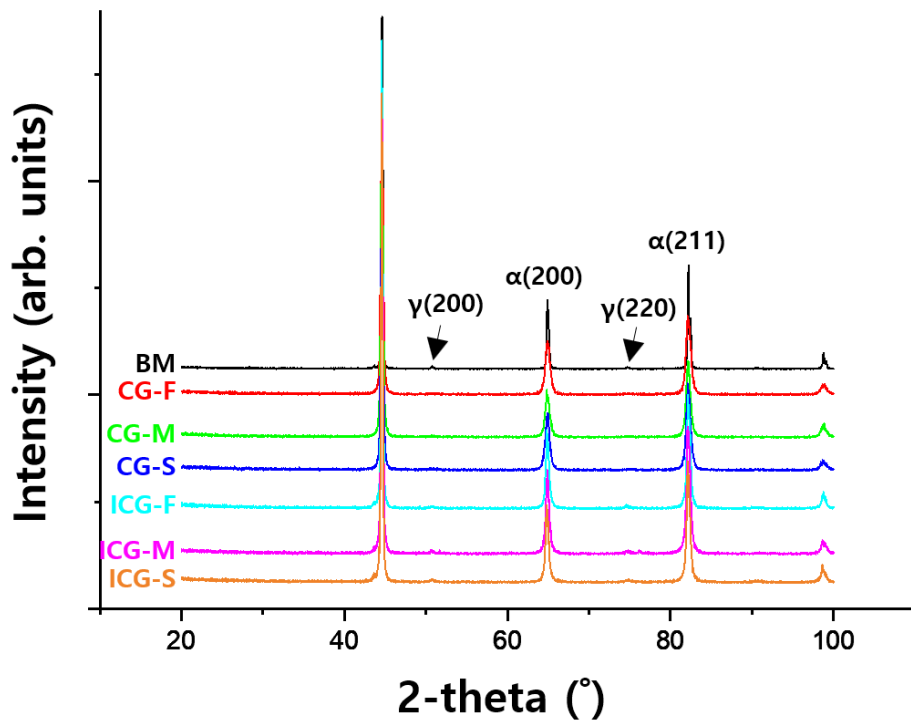


Fig. 4-2. Results of the XRD tests

Table 4-2. Volume fraction of RA in 9% Ni steel

Specimen	Volume fraction of RA (%)
BM	2.04 ± 0.66
CG-F	0.75 ± 0.56
CG-M	0.91 ± 0.45
CG-S	1.15 ± 0.42
ICG-F	2.13 ± 1.33
ICG-M	1.29 ± 0.67
ICG-S	2.14 ± 1.06

4.2.2. 모재의 미세조직

그림 4-3 에 OM 및 SEM 으로 관찰한 9% Ni 강 모재의 미세조직을 나타내었다. 9% Ni 강의 모재는 전형적인 템퍼드 마르텐사이트(Tempered martensite, TM) 조직으로 구성되어 있다. OM 사진에서 모상 오스테나이트 결정립계(Prior austenite grain boundary, PAGB)가 뚜렷하게 나타났으며, 모상 오스테나이트 결정립 크기(Prior austenite grain size, PAGES)는 $17\pm 7 \mu\text{m}$ 로 측정되었다. SEM 으로 확인해본 결과, PAGB 에 탄화물이 연속적으로 존재하였으며, TM 조직 내부에도 탄화물들이 다소 존재하였다. 또한, 모상 오스테나이트 결정립(Prior austenite grain) 내부에 마르텐사이트 패킷(Martensite packet)들이 존재하는 것을 확인하였다.

그림 4-4 에 EBSD 기법을 활용하여 9% Ni 강 모재의 미세조직을 관찰한 결과를 나타내었다. 그림 4-4 (b)를 보면, PAGB 와 마르텐사이트 패킷 경계를 기준으로 서로 다른 결정 방위로 배열된 것을 확인할 수 있는데, 이는 서로 다른 정벽면(Habit plane)을 갖기 때문이다[40, 44]. 그림 4-4 (c)에서 PAGB 와 마르텐사이트 패킷의 경계(Martensite packet boundary)는 15° 이상의 고각입계(High angle grain boundary, HAGB)인 것을 확인하였으며, 마르텐사이트 패킷 내부는 대부분 저각입계(Low angle grain boundary, LAGB)로 이루어져 있었다. 이때 15° 이상의 고각입계를 갖는 결정립의 크기를 유효결정립 크기(Effective grain size, EGS)로 정하였으며, BM 시편의 유효결정립 크기는 $6.7\pm 4.6 \mu\text{m}$ 이었다.

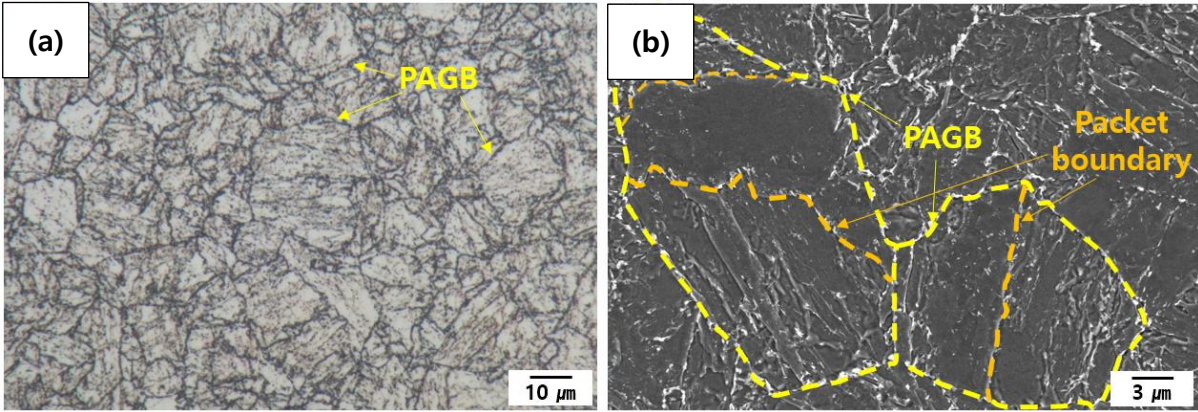


Fig. 4-3. (a) OM and (b) SEM images showing the morphological microstructure of the BM specimen

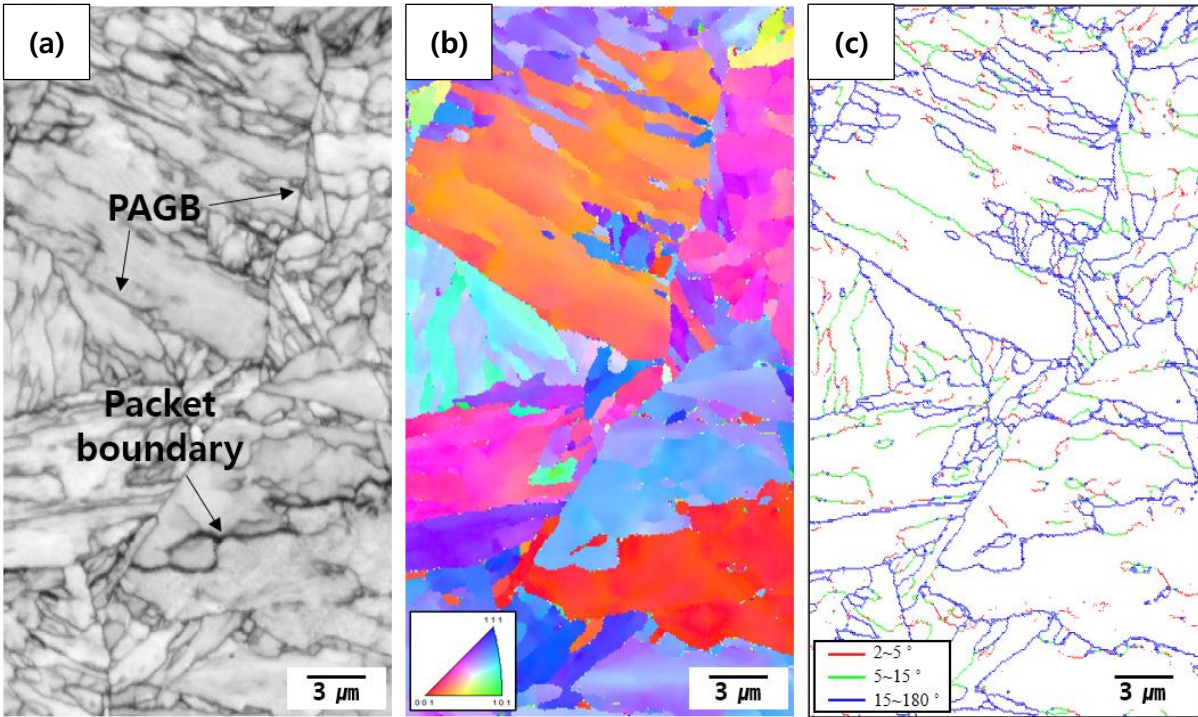


Fig. 4-4. EBSD (a) IQ(Image quality) map, (b) IPF(Inverse pole figure) map and (c) GB(Grain boundary) map in the BM specimen

4.2.3. CGHAZ 의 미세조직

그림 4-5 에 SEM 으로 관찰한 9% Ni 강 CGHAZ 의 미세조직을 나타내었다. CG-F, CG-M, CG-S 세 가지 시편은 모두 전형적인 급냉된 저탄소강의 미세조직으로, 래스 마르텐사이트(Lath martensite, LM)와 오토-템퍼드 마르텐사이트(Auto-tempered martensite, ATM) 조직으로 구성되어 있다. 오토-템퍼링이란, 템퍼링 공정을 임의로 실시하지 않아도 급냉 도중 자연히 템퍼링되는 현상을 말한다. ATM 조직은 오토-템퍼링(Auto-tempering)된 마르텐사이트 조직으로, 다른 문헌에서는 Coarse martensite, Coarse autotempered martensite, Coalesced bainite, Coalesced martensite 등으로 불리기도 한다[31-39]. 그림 4-5 (d)에서 보이는 바와 같이, ATM 조직은 기다랗고 조대한 형태를 가지며, 내부에 다량의 탄화물들이 존재하고 있었다. 또한, 모재와 마찬가지로, PAGB 가 선명하게 관찰되었다.

그림 4-6 에 CGHAZ 의 EDS(Energy-dispersive X-ray spectroscopy) mapping 결과를 나타내었다. ATM 조직은 LM 조직에 비해 비교적 탄소 함량이 낮았는데, 이는 오토-템퍼링 효과로 인한 것으로 사료된다. 마르텐사이트는 오스테나이트 조직이 급냉되어 형성된 조직으로 다량의 탄소들이 과포화되어 있다. 이때, 마르텐사이트 조직에서 템퍼링이 일어나면 과포화된 탄소들은 다른 영역으로 이동한다[40]. 탄소 외 Ni, Mn, Si 등의 기타 합금원소들은 균일한 분포를 보였다.

그림 4-7 에 EBSD 기법을 활용하여 CGHAZ 시편들의 미세조직을 관찰한 결과를 나타내었다. 래스 마르텐사이트의 전위 밀도(Dislocation density)는 기계적 특성과 템퍼링

속도에 큰 영향을 미칠 수 있다[41-43]. 하지만 각 시편에 대한 KAM(Kernel average misorientation) maps(그림 4-7 (d, e, f))을 비교한 결과, 시편에 따른 전위밀도는 큰 차이를 보이지 않았다.

그림 4-8 에 고배율 EBSD 기법을 활용하여 CG-F 시편의 미세조직을 관찰한 결과를 나타내었다. 그림 4-8 (b)를 보면, LM 조직과 LM 조직 인근에 위치한 ATM 조직은 비슷한 결정 방향으로 배열되어 있는 것을 알 수 있는데, 이는 두 조직 모두 하나의 마르텐사이트 패킷 내부에 존재하기 때문이다. 마르텐사이트 패킷은 동일한 정벽면(Habit plane)을 갖는 수많은 마르텐사이트 래스들로 이루어져 있으며, 하나의 패킷 내부에 존재하는 래스들은 비슷한 결정 방위로 배열되어 있다고 알려져 있다[44]. 그림 4-8 (c)를 보는 바와 같이, ATM 조직의 내부는 입계가 거의 존재하지 않았다. 반면에, LM 조직은 ATM 조직에 비해 HAGB의 밀도가 높았다.

표 4-3 에 CGHAZ 시편들의 조직 크기와 분율에 대한 정보를 나타내었다. PAGS 는 마르텐사이트 변태 시 패킷 및 유효결정립의 크기에 영향을 미친다고 알려져 있다[45]. CGHAZ 시편들의 PAGS 는 125~348 μm 로 그 크기가 다양하였지만, 시편에 따른 PAGS 차이는 관찰되지 않았다. 반면에, 시편에 따른 ATM 조직 분율과 유효결정립 크기(Effective grain size, EGS)는 확연한 차이를 보였다. ATM 조직의 분율은 CG-S, CG-M, CG-F 순으로 높았다. 이는 CGHAZ 에서 냉각속도가 느리게 구현될수록 ATM 조직의 분율이 증가하였다는 것을 뜻한다. ATM 조직의 분율과 마찬가지로, 유효결정립 크기 또한 냉각속도가 느릴수록 커지는 경향을 보였다.

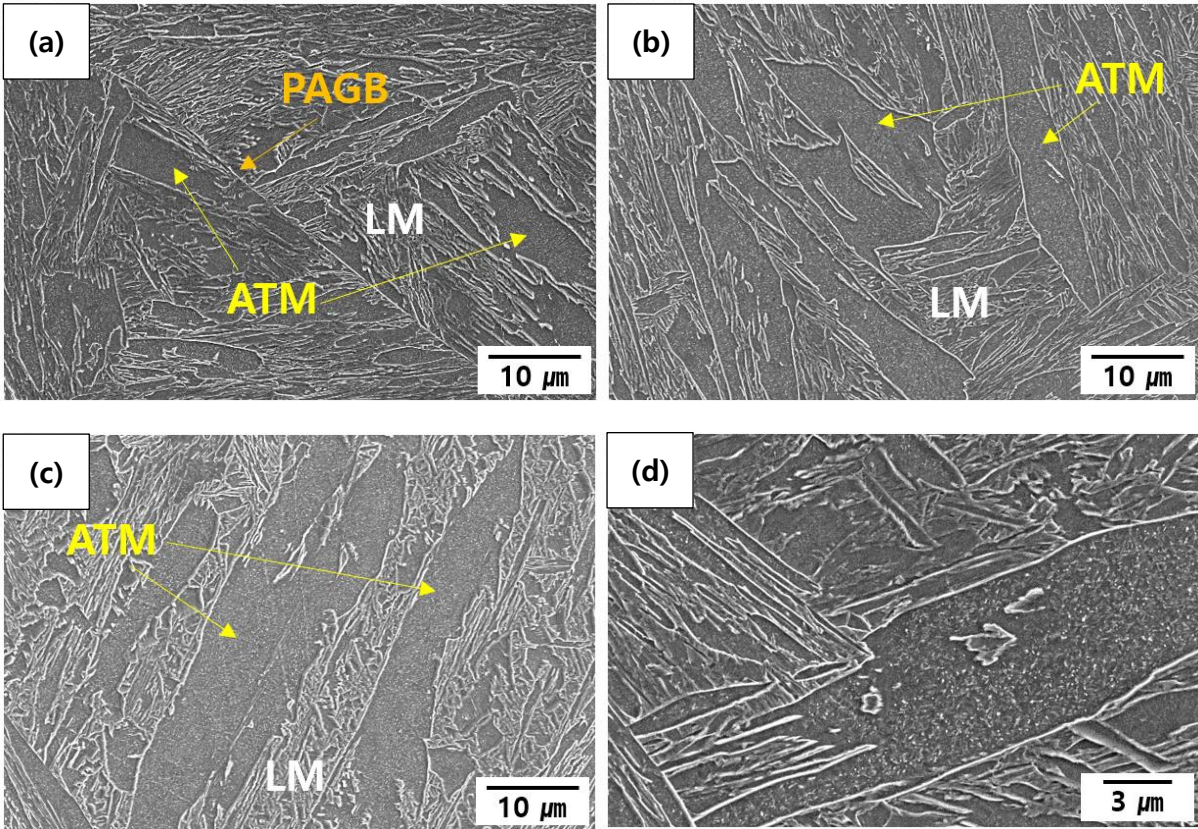


Fig. 4-5. SEM images showing the morphological microstructure of (a) CG-F, (b) CG-M, (c) CG-S specimen. (d) High magnification micrograph in CGHAZ

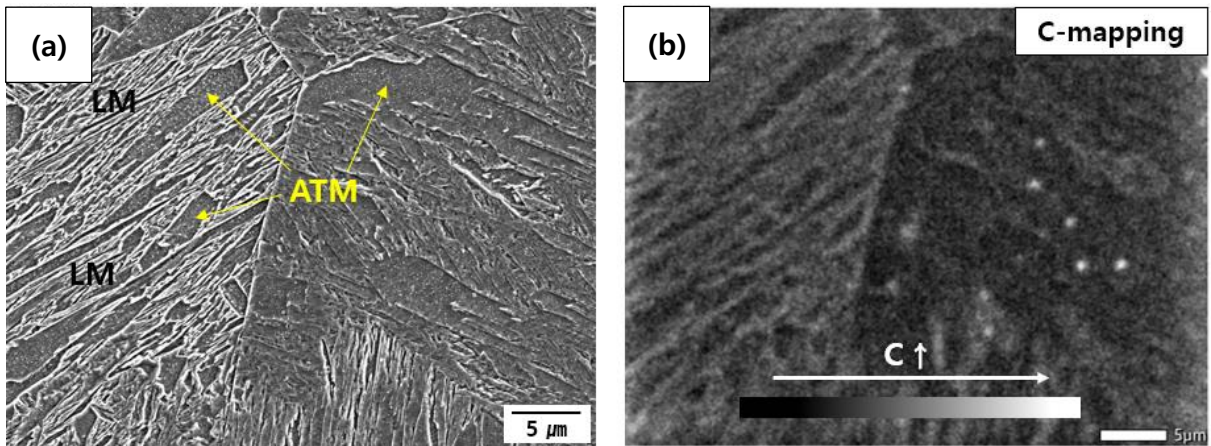


Fig. 4-6. (a) SEM image and (b) EDS composition map of C in CGHAZ

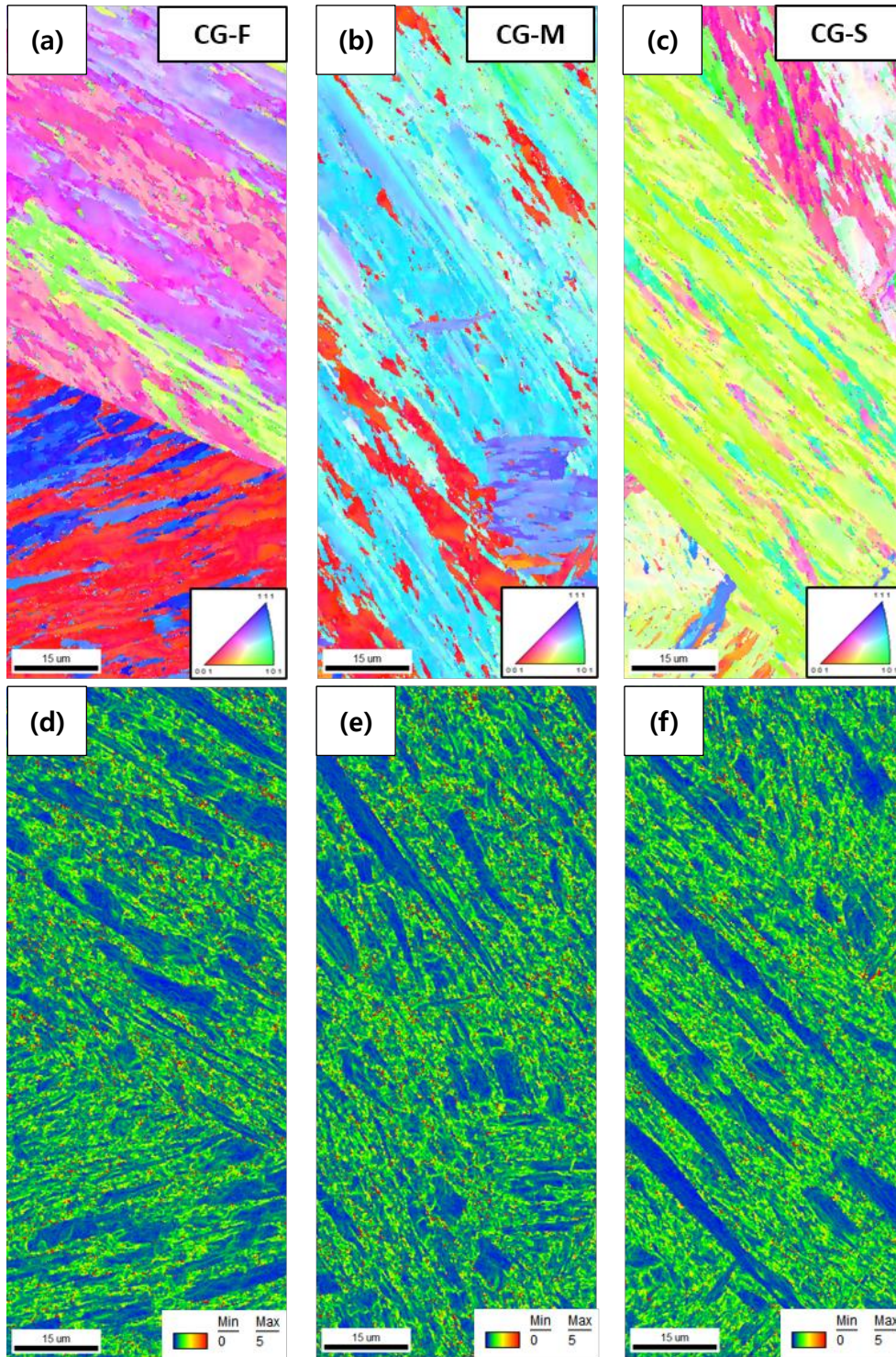


Fig. 4-7. EBSD IPF(Inverse pole figure) and KAM(Kernel average misorientation) maps of the (a, d) CG-F, (b, e) CG-M and (c, f) CG-S specimen (Mag.: x3000)

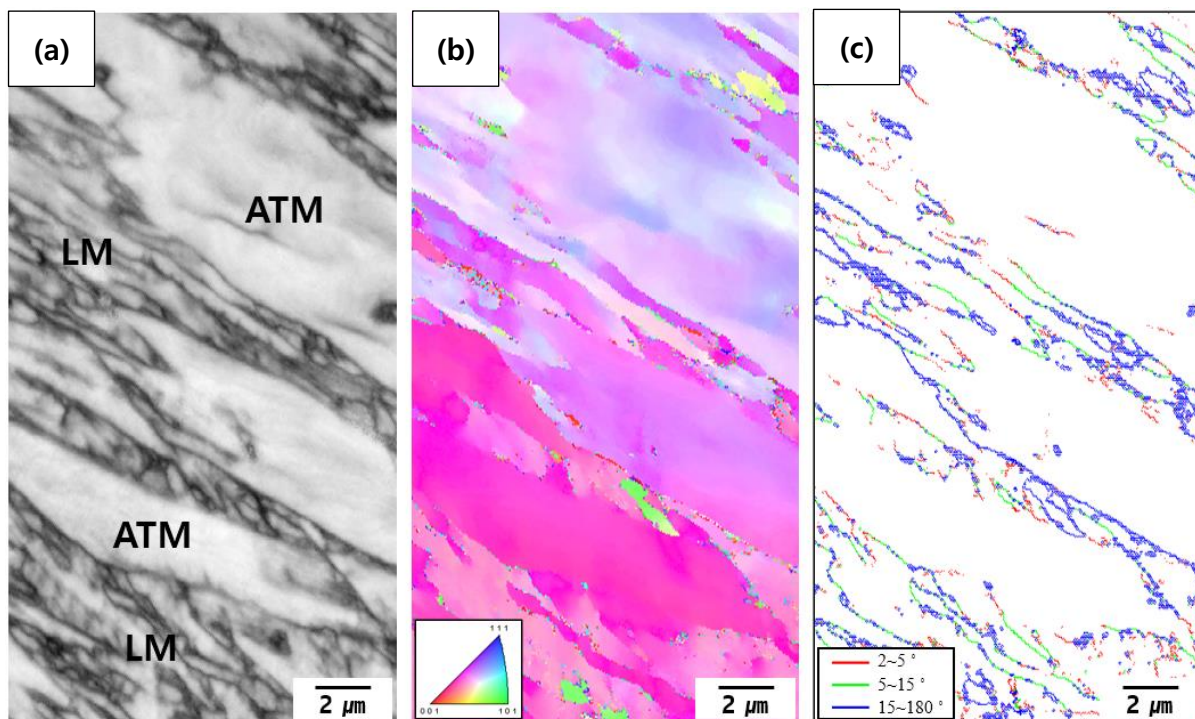


Fig. 4-8. EBSD (a) IQ(Image quality) map, (b) IPF(Inverse pole figure) map and (c) GB(Grain boundary) map of the CG-F specimen (Mag.: x7000)

Table 4-3. Volume fraction and size of structures in CGHAZ specimens

Specimen	Vol. fraction (%)		Size (μm)		
	ATM	LM	PAGS	ATM	EGS
CG-F	21 ± 4	79 ± 4	125~348	6~35	25 ± 16.6
CG-M	25 ± 3	75 ± 3			27.1 ± 14.2
CG-S	40 ± 6	60 ± 6			36.8 ± 29.4

4.2.4. IC CGHAZ 의 미세조직

그림 4-9 에 SEM 으로 관찰한 9% Ni 강 IC CGHAZ 의 미세조직을 나타내었다. 모든 IC CGHAZ 시편들은 혼합 마르텐사이트(Mixed martensite, Mixed M)와 템퍼드 마르텐사이트(Tempered martensite, TM) 조직으로 구성되어 있었다. Mixed M 조직은 CGHAZ 에 존재하였던 래스 마르텐사이트(Lath martensite, LM)와 두번째 열이력에서 형성된 등축 마르텐사이트(Equiaxed martensite, EM)의 혼합 조직이다. 그림 4-9 (e, f)를 보다시피, PAGB 와 마르텐사이트 패킷 경계를 따라서 등축 마르텐사이트가 형성된 것을 확인할 수 있다. TM 조직은 CGHAZ 에 존재하였던 ATM 조직이 두번째 열이력을 받아서 형성된 조직이다. 4.2.3 절에서 언급하였듯, ATM 조직은 내부에 미세한 탄화물들이 다량으로 존재하는 것이 특징이다. 하지만 그림 4-9 (d)에서 보이는 바와 같이, TM 조직은 내부에 탄화물들이 거의 존재하지 않는 것이 특징이다.

그림 4-10 에 IC CGHAZ 의 EDS mapping 결과를 나타내었다. TM 조직은 Mixed M 조직에 비해 비교적 탄소 함량이 낮았는데, 이는 두 차례 열이력에 의한 템퍼링 효과가 나타났기 때문이라 사료된다.

그림 4-11 에 고배율 EBSD 기법을 활용하여 ICG-F 시편의 미세조직을 관찰한 결과를 나타내었다. 그림 4-11 (c)에 보이는 바와 같이, TM 조직의 내부는 입계가 거의 존재하지 않았다. 반면에, Mixed M 조직은 TM 조직에 비해 HAGB 의 밀도가 높았다.

표 4-4 에 IC CGHAZ 시편들의 조직 분율과 크기에 대한 정보를 나타내었다. IC CGHAZ 시편들의 PAGS 와 TM 의 크기는 비슷한 수준이었다. 반면에, TM 조직의 분율과

유효결정립 크기는 시편에 따라서 확연한 차이를 보였다. TM 조직의 분율은 ICG-S, ICG-M, ICG-F 순으로 높았다. 이는 IC CGHAZ 에서 냉각속도가 느리게 구현될수록 TM 조직의 분율이 증가하였다는 것을 뜻한다. TM 조직의 분율과 마찬가지로, 유효결정립 크기 또한 냉각속도가 느릴수록 커지는 경향을 보였다.

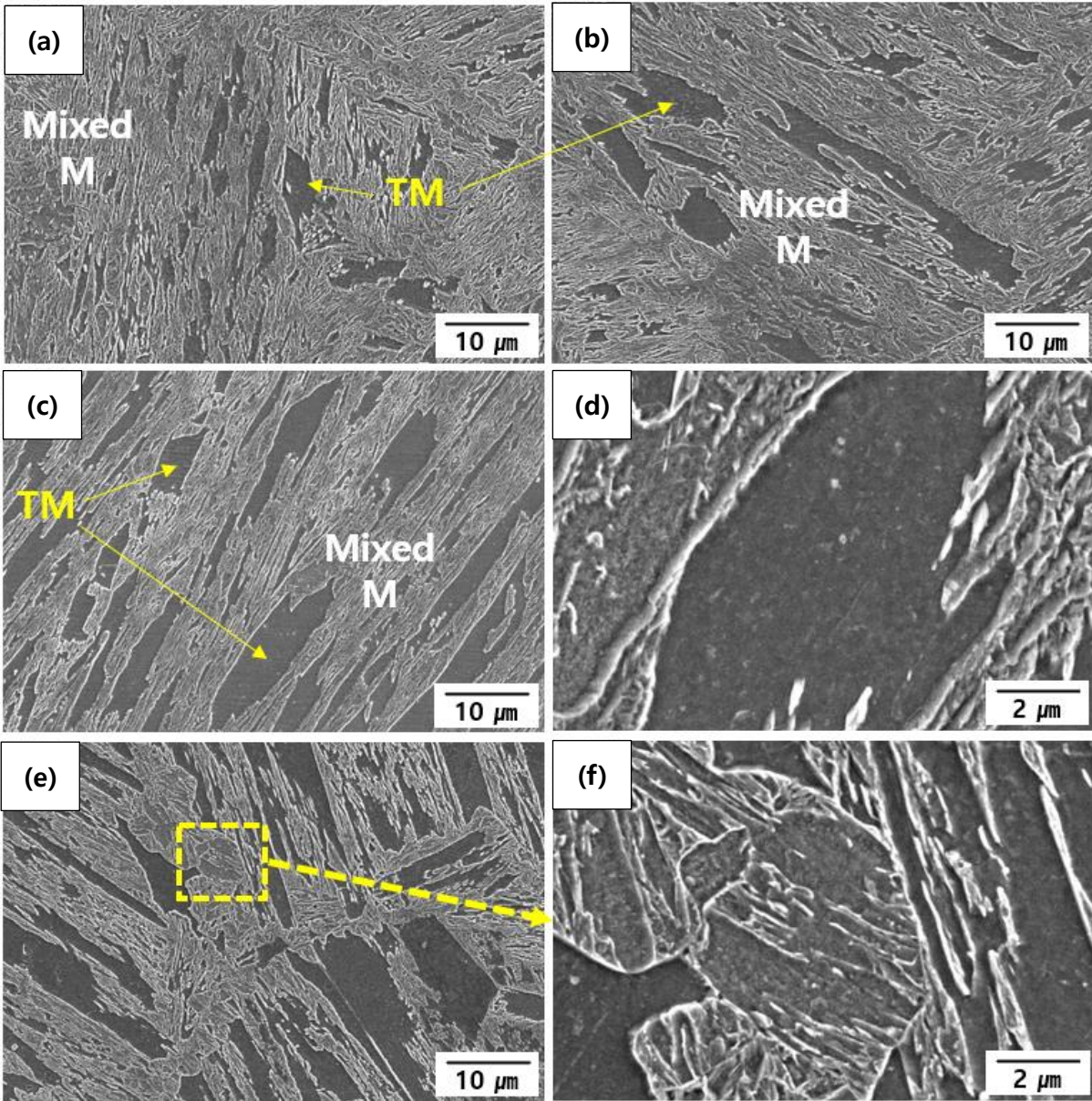


Fig. 4-9. SEM images showing the morphological microstructure of (a) ICG-F, (b) ICG-M, (c) ICG-S, (d) TM structure and (e, f) EM structure at boundary

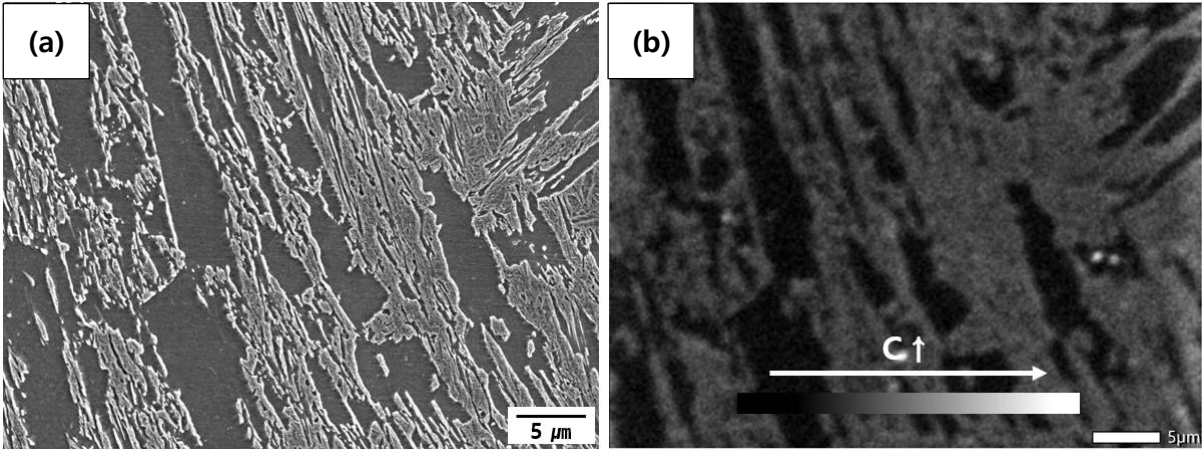


Fig. 4-10. (a) SEM image and (b) EDS composition map of C in IC CGHAZ

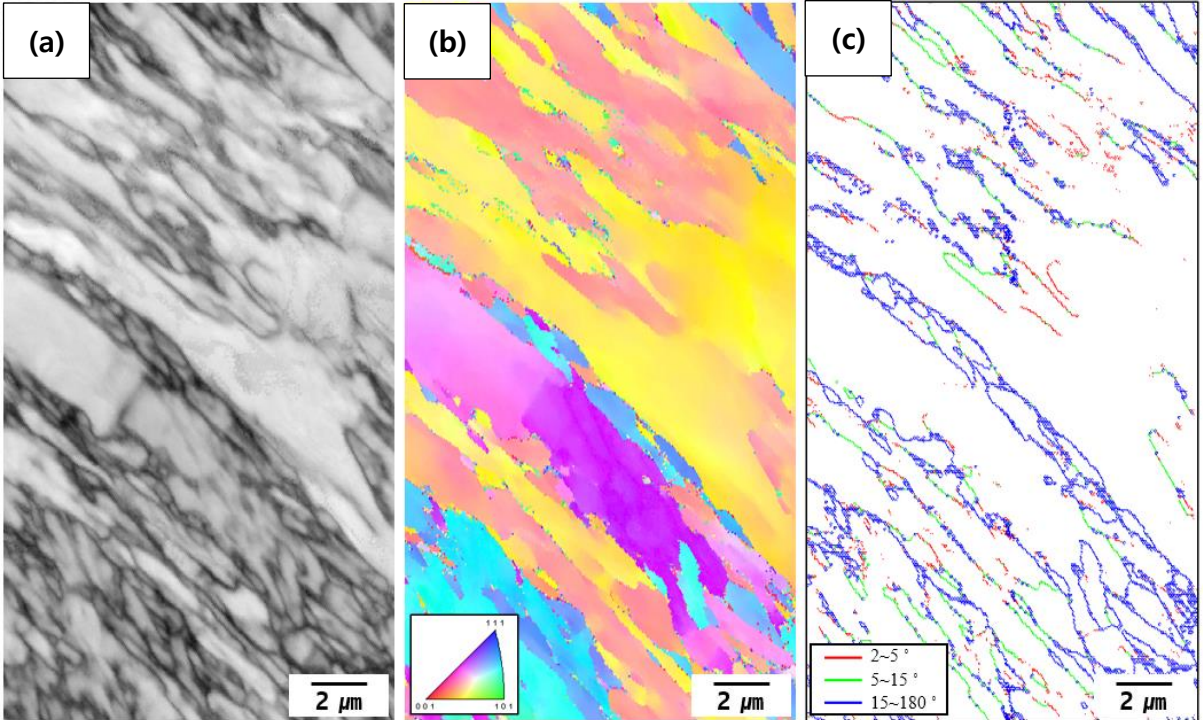


Fig. 4-11. EBSD (a) IQ(Image quality) map, (b) IPF(Inverse pole figure) map and (c) GB(Grain boundary) map of the ICG-F specimen (Mag.: x7000)

Table. 4-4. Volume fraction and size of structures in IC CGHAZ specimens

Specimen	Vol. fraction (%)		Size (μm)		
	TM	Mixed M	PAGS	TM	EGS
ICG-F	13 \pm 6	87 \pm 6	134~346	4~28	15.7 \pm 11.8
ICG-M	16 \pm 7	84 \pm 7			18.6 \pm 11.3
ICG-S	27 \pm 3	73 \pm 3			35.0 \pm 21.0

4.3. 기계적 특성

4.3.1. 비커스 경도

표 4-5에 각 시편의 비커스 평균 경도를 나타내었다. BM 시편의 평균 경도는 235 ± 6 HV 로 열영향부 시편들에 비해 매우 낮았다. 열영향부 시편들 중 CGHAZ 시편들의 평균 경도는 오차 범위 내에서 거의 동일하였다. 반면에, IC CGHAZ 시편들의 평균 경도는 어느정도 차이를 보였으며, ICG-F, ICG-M, ICG-S 순으로 평균 경도가 높았다.

표 4-6에 열영향부에서 형성된 조직들의 비커스 미세 경도를 나타내었다. CGHAZ에서 형성된 ATM 조직의 미세 경도는 173 HV 로, LM 조직에 비해 비교적 낮았다. IC CGHAZ에서 형성된 TM 조직의 미세 경도는 136 HV 로, Mixed M 조직에 비해 비교적 낮았다. 또한, TM 조직의 미세 경도는 ATM 조직의 것보다 낮았다.

Table. 4-5. Average hardness of BM, CGHAZ and IC CGHAZ specimens (10 kgf, HV)

Specimen	Hardness	Note
BM	235 ± 6	Base metal
CG-F	336 ± 2	CGHAZ
CG-M	336 ± 6	
CG-S	338 ± 5	
ICG-F	344 ± 18	IC CGHAZ
ICG-M	326 ± 15	
ICG-S	307 ± 15	

Table. 4-6. Micro-hardness of structures in CGHAZ and IC CGHAZ specimens (1 gf, HV)

Structure	Hardness	Note
ATM	173 ± 14	CGHAZ
LM	245 ± 23	
TM	136 ± 14	IC CGHAZ
Mixed M	243 ± 31	

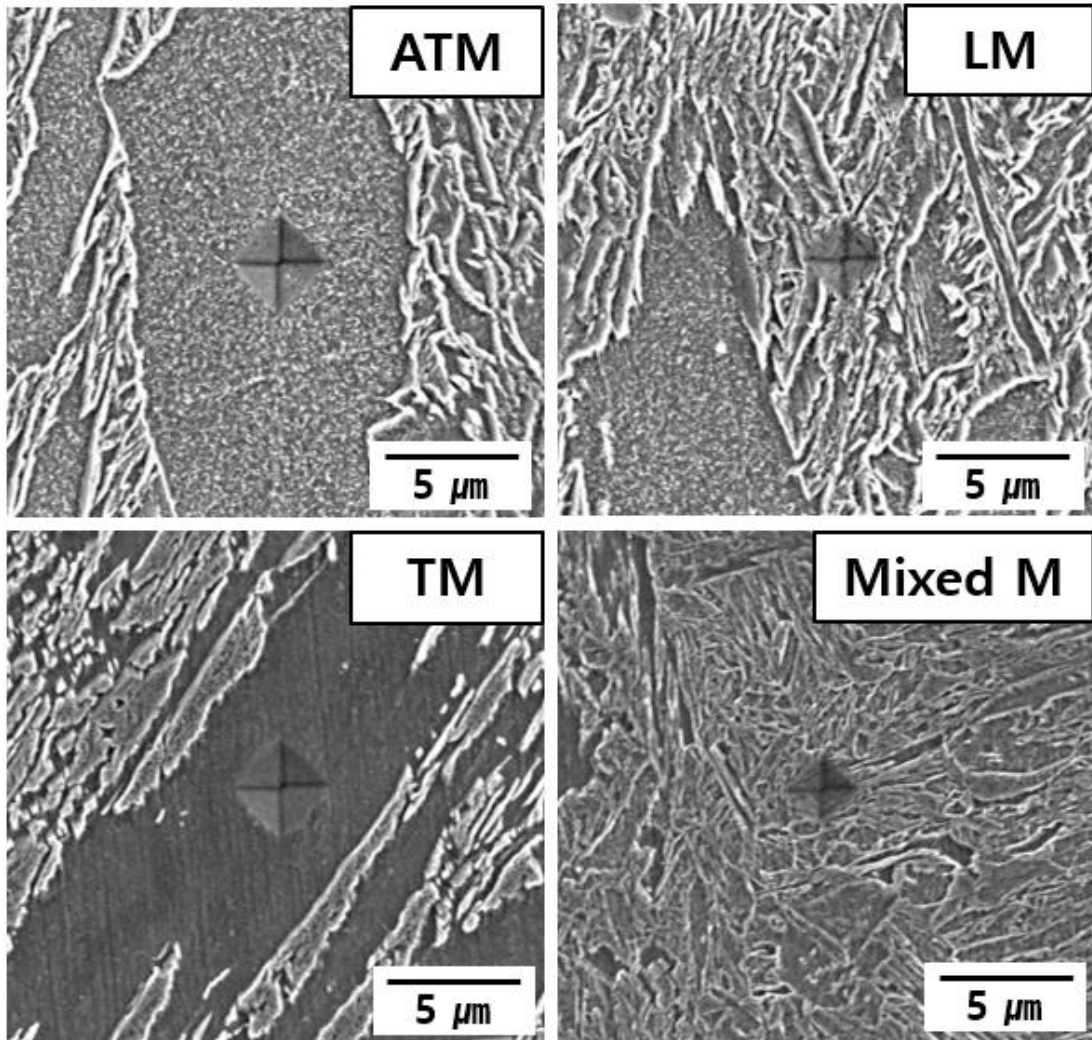


Fig. 4-12. SEM images showing the indentation positions

4.3.2. 극저온 샤르피 충격 특성

그림 4-13 과 그림 4-14, 표 4-7 에 계장화 샤르피 충격 시험 결과를 나타내었다. 샤르피 충격 시험 중 시편이 흡수한 총 흡수 에너지(Fracture total energy, E_t)는 균열이 개시되는데 필요한 에너지인 개시 에너지(Fracture initiation energy, E_i)와 균열이 전파되는데 필요한 에너지(Fracture propagation energy, E_p)로 나뉠 수 있다. 본 실험에서는 시편에 가장 큰 힘이 가해진 지점을 기준으로 균열 개시 영역과 균열 전파 영역을 나누고, 각 영역의 면적을 계산하여 개시 에너지와 전파 에너지를 구하였다[46].

BM 시편의 샤르피 충격 특성을 살펴보면, 개시 에너지는 56 ± 6 J, 전파 에너지는 103 ± 28 J, 총 흡수 에너지는 159 ± 33 J 로 HAZ 시편들에 비해 월등히 높은 충격 흡수 에너지를 보인다. 열영향부 시편들 중 CGHAZ 시편들의 샤르피 충격 특성은 큰 차이가 없었다. CG-M 시편의 총 흡수에너지는 18 ± 6 J 로 CG-F 와 CG-S 시편에 비해 낮는데, 이는 CG-M 시편의 개시 에너지가 14 ± 7 J 로 비교적 낮기 때문이다. 샤르피 충격 시험에서의 개시 에너지는 노치 형상, 노치 바로 앞에 존재하는 조직의 분포 등에 의해 영향을 크게 받으며, 동일한 미세조직을 갖는 시편이더라도 오차 범위가 넓게 나타난다. 따라서 냉각속도에 따른 CGHAZ 시편들의 샤르피 충격 특성은 오차범위 내에서 큰 차이가 없었다고 판단된다. CGHAZ 와는 달리, IC CGHAZ 의 샤르피 충격 특성은 냉각속도에 따라 확실한 차이가 있었다. 즉, IC CGHAZ 시편들 중 가장 느린 냉각속도가 구현된 ICG-S 시편의 전파 에너지와 총 흡수 에너지는 각각 33 ± 22 J 과 71 ± 35 J 로, ICG-F 와 ICG-M 시편에 비해 높았다.

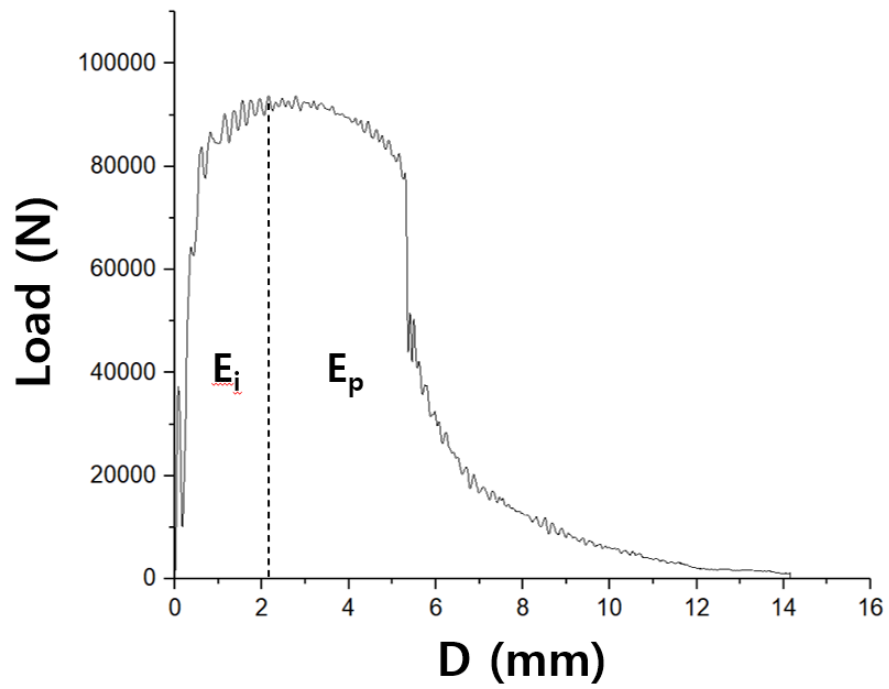


Fig. 4-13. Load-displacement curves of base metal specimen obtained from the instrumented Charpy system at -196 °C

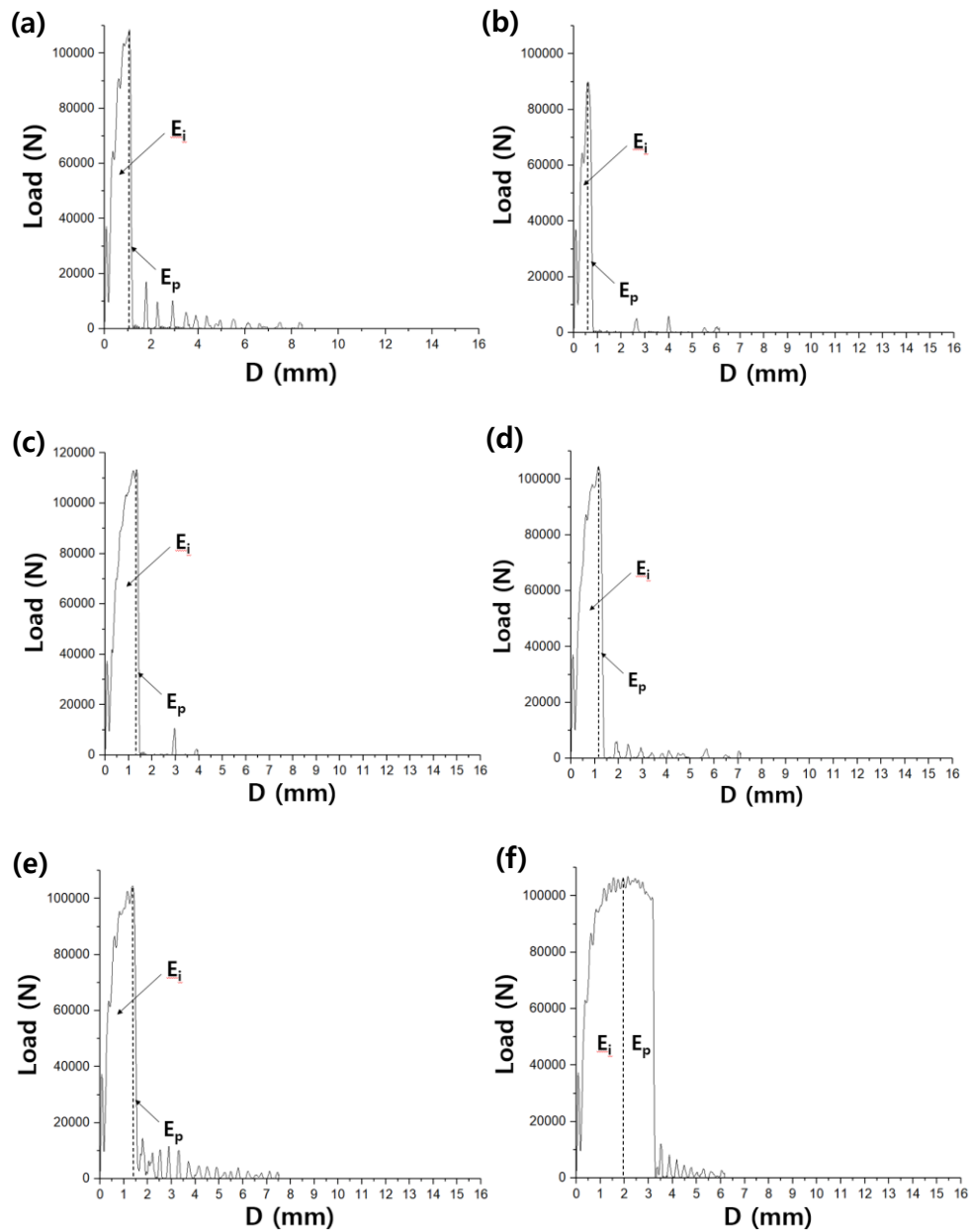


Fig. 4-14. Load-displacement curves of (a) CG-F, (b) CG-M, (c) CG-S, (d) ICG-F, (e) ICG-M and (f) ICG-S specimen obtained from the instrumented Charpy system at $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$

Table 4-7. The instrumented Charpy impact properties at -196 °C

Specimen	E_i	E_p	E_t	Note
BM	56 ± 6	103 ± 28	159 ± 33	Base metal
CG-F	21 ± 5	5 ± 1	26 ± 5	CGHAZ
CG-M	14 ± 7	4 ± 3	18 ± 6	
CG-S	29 ± 14	4 ± 3	33 ± 17	
ICG-F	26 ± 3	8 ± 1	34 ± 5	IC CGHAZ
ICG-M	28 ± 4	5 ± 4	33 ± 8	
ICG-S	38 ± 18	33 ± 22	71 ± 35	

4.4. 파면 특성

그림 4-15 에 샤르피 충격 시험을 실시한 시편의 파면을 거시적으로 관찰한 결과를 나타내었다. 샤르피 충격 시험 시 나타나는 파면은 크게 파괴개시(Fracture initiation), 쉬어립(Shear lip), 플랫폼파괴(Flat fracture) 그리고 파괴종료(Final fracture) 총 4 개의 영역으로 나뉠 수 있다. 또한, 파괴개시, 쉬어립 그리고 파괴종료 영역에서 전단응력에 의한 연성파괴가 나타난다고 알려져 있으며, 전단에 의해 발생한 연성파괴율을 전단파괴율(Percent shear area)이라 한다[47]. BM 시편의 전단파괴율은 75.5%로 HAZ 시편들에 비해 월등히 높았다. 그리고 ICG-S 시편의 전단파괴율은 40.9%로 HAZ 시편들 중에서 가장 높았다.

그림 4-16 에 SEM 으로 관찰한 BM 시편의 파면 정보를 나타내었다. BM 시편의 파괴개시 영역은 대부분 연신된 딴플(Elongated dimple)로 구성되어 있으며, 그 너비는 대략 2500-2600 μm 로 다른 HAZ 시편들에 비해 넓었다. 또한, 플랫폼파괴 영역은 미세한 딴플(Fine dimple)과 준-벽개(Quasi-cleavage) 파면으로 구성되어 있다.

그림 4-17 에 SEM 으로 관찰한 CGHAZ 시편들의 파면 정보를 나타내었다. 모든 CGHAZ 시편들의 파괴개시 영역은 대부분 딴플(dimple)로 구성되어 있으며, 그 너비는 대략 120-240 μm 로 BM 시편에 비해 좁았다. 그리고 BM 시편과는 달리, CGHAZ 시편들의 플랫폼파괴 영역은 대부분 조대한 벽개면(Cleavage facet)으로 구성되어 있으며, 벽개면의 크기는 대략 170-200 μm 이다.

그림 4-18 에 SEM 으로 관찰한 IC CGHAZ 시편들의 파면 정보를 나타내었다. CGHAZ 시편들과 마찬가지로 모든 IC CGHAZ 시편들의 파괴개시 영역은 대부분 딴플로 구성되어 있다. 하지만 다른 열영향부 시편들과는 달리, ICG-S 시편의 파괴개시 영역은 1400-1700 μm 로 넓었다. 그리고 ICG-F 와 ICG-M 시편의 플랫폼파괴 영역은 CGHAZ 에서처럼 조대한 벽개면으로 구성되어 있는 반면, ICG-S 시편의 플랫폼파괴 영역은 약 80 μm 크기의 미세한 벽개면(Fine cleavage facet)으로 구성되었다.

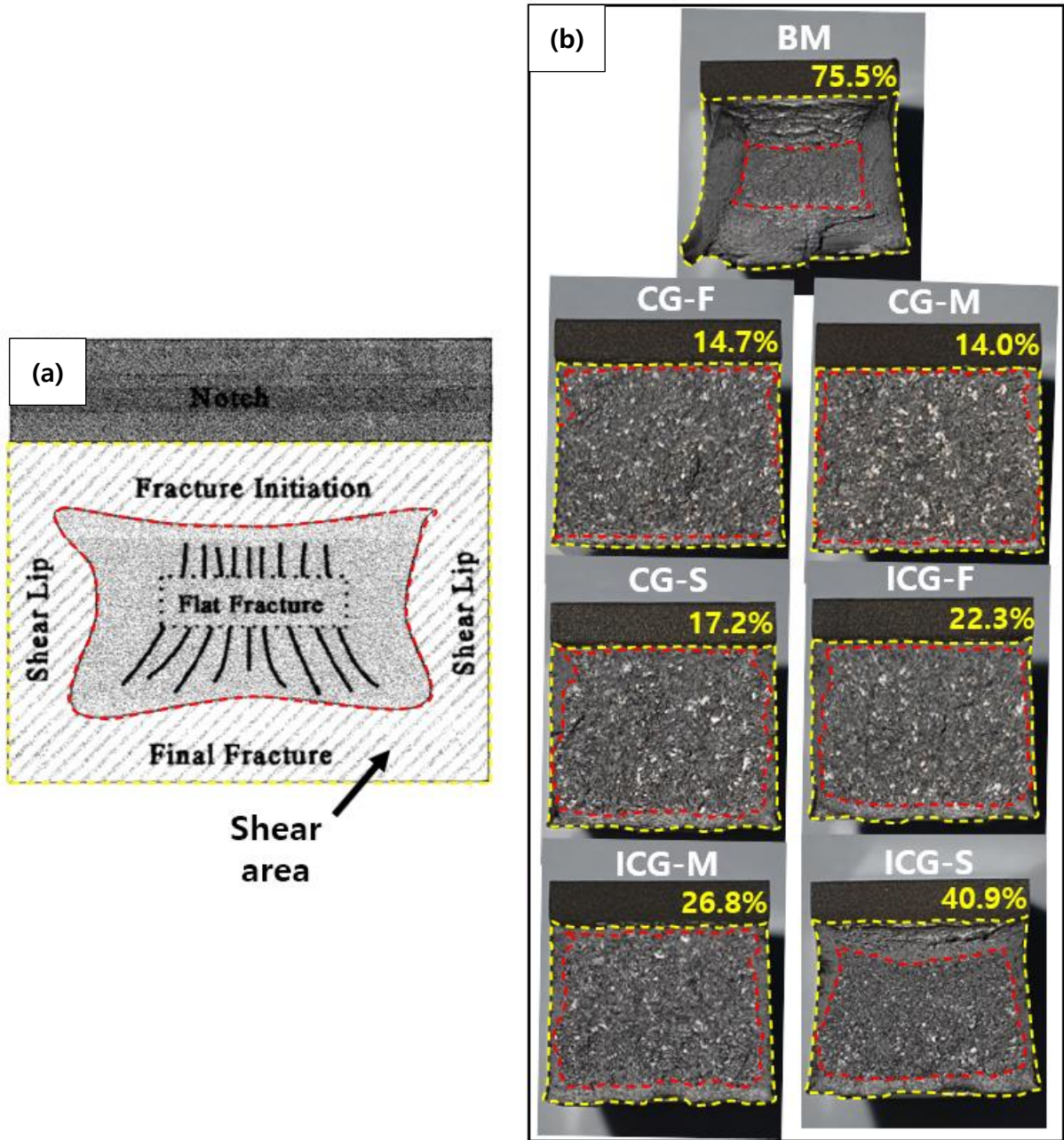


Fig. 4-15. (a) Schematic illustration showing typical fracture appearance of Charpy impact specimen[47], (b) Measurement of percent shear area

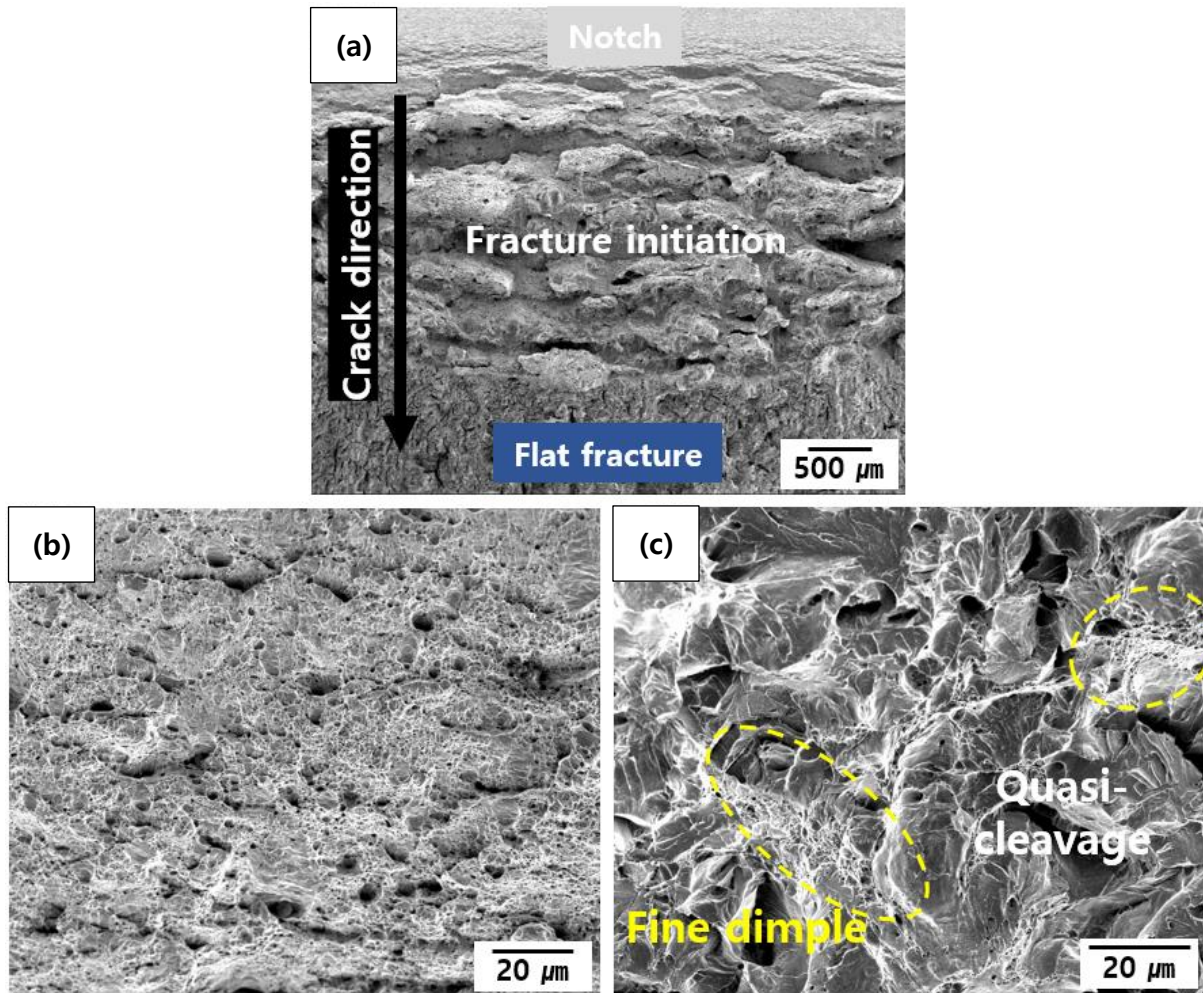


Fig. 4-16. SEM fractographs showing (a) overall fracture appearance, (b) fracture initiation region and (c) flat fracture region of BM Charpy impact specimen

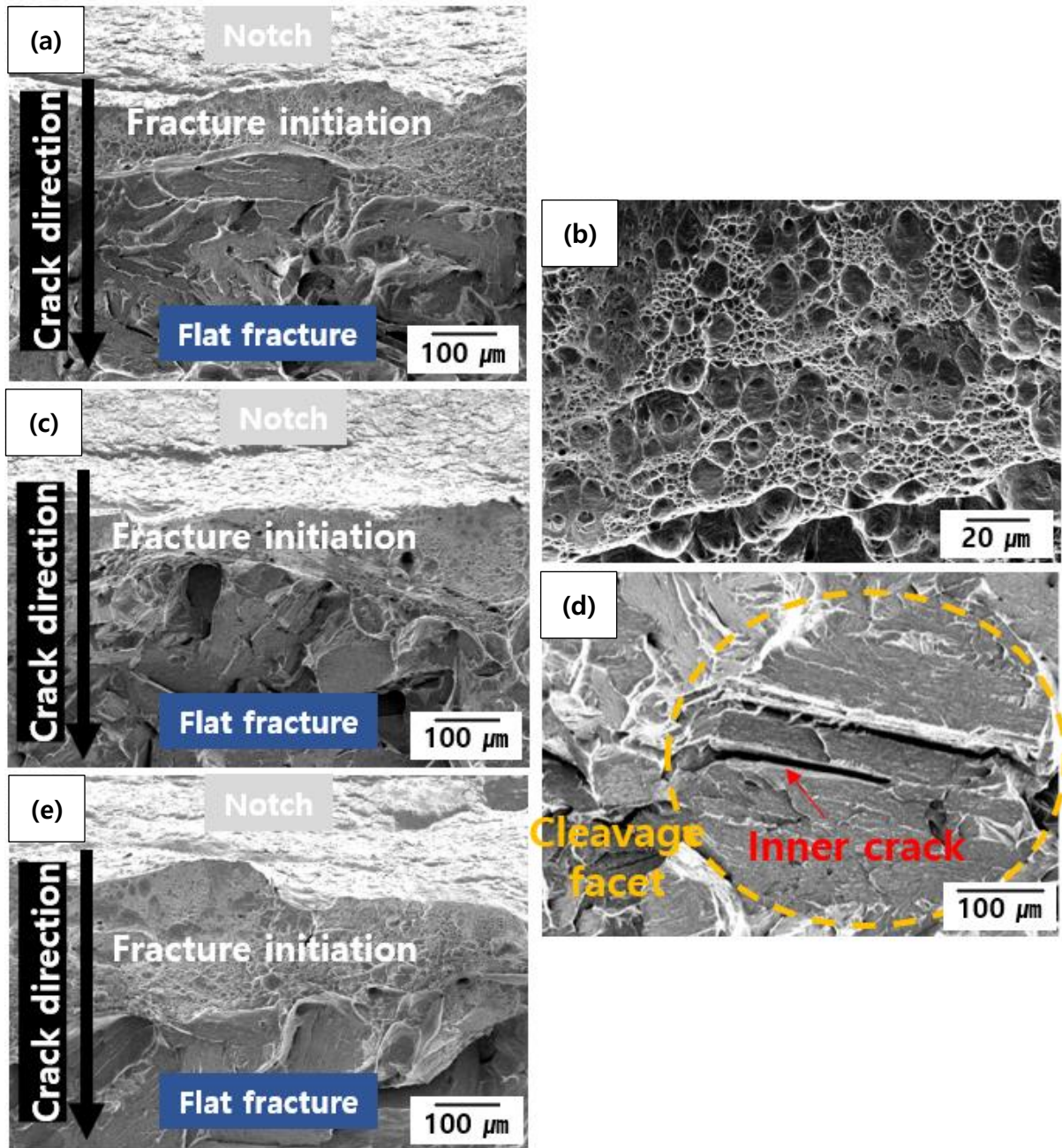


Fig. 4-17. SEM fractographs showing overall fracture appearance of (a) CG-F, (c) CG-M and (e) CG-S specimen, SEM fractographs showing (b) fracture initiation region and (d) flat fracture region in CGHAZ Charpy impact specimen

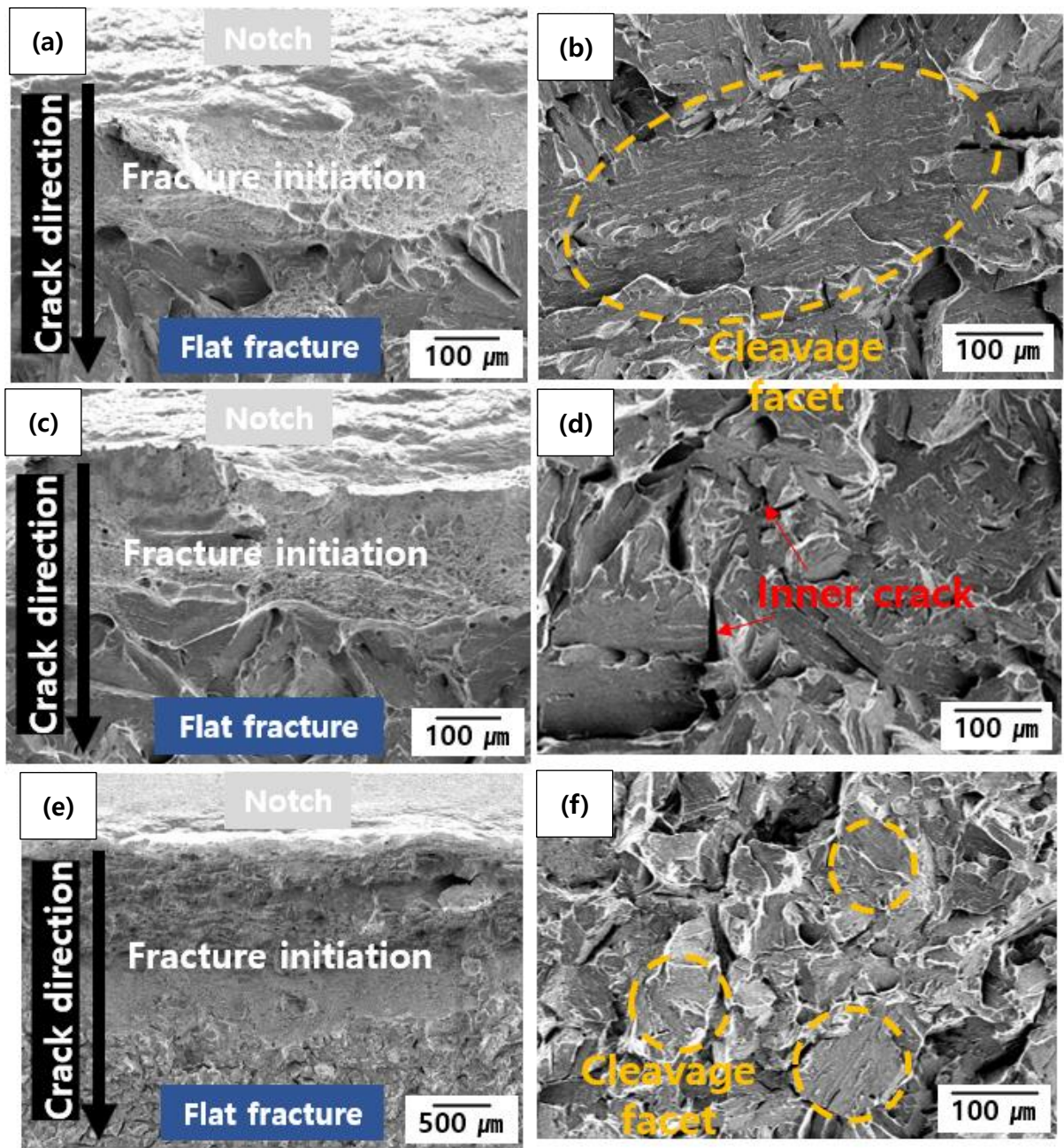


Fig. 4-18. SEM fractographs showing overall fracture appearance of (a) ICG-F, (c) ICG-M and (e) ICG-S specimen, SEM fractographs showing flat fracture region in (b) ICG-F, (d) ICG-M and (f) ICG-S Charpy impact specimen

5. 고찰

5.1. 냉각속도에 따른 열영향부의 미세조직 변화

5.1.1. 냉각속도에 따른 CGHAZ의 미세조직 변화

그림 5-1 에 냉각속도에 따른 CGHAZ 의 ATM 분율과 유효결정립 크기 변화를 나타내었다. 그림 5-1 에서 보이는 바와 같이, 냉각속도가 느릴수록 ATM 조직의 분율과 유효결정립 크기는 점차 증가하는 경향을 보이는데, 이는 냉각속도가 느릴수록 오토-템퍼링(Auto-tempering) 효과가 더욱 극대화되었기 때문이다. 4.2.3 절에서 언급하였듯, ATM 조직은 냉각 도중 오토-템퍼링에 의해 형성된 조직이다. 1300 °C로 가열된 CGHAZ 는 전체가 오스테나이트 조직으로 구성되어 있다. 이후 냉각 과정 중 M_s 온도(364 °C)에 도달하면 오스테나이트에서 마르텐사이트로 상변태가 시작되는데, 이때 M_s 온도 바로 아래에서 형성된 마르텐사이트는 상온까지 냉각되는 시간동안 템퍼링 효과를 받게 된다. G. Krauss[48]는 온도에 따라 템퍼링 영역을 나누었으며, 각 템퍼링 영역에서 나타나는 상변태 거동을 조사하였다. 중간 온도 템퍼링(Intermediate temperature tempering, ITT) 영역의 온도 구간은 약 200-600 °C이며, 이 구간에서 마르텐사이트 래스가 조대해지고 마르텐사이트 내에 과포화된 탄소들이 탄화물로 석출된다고 밝혔다. 또한, 낮은 온도 템퍼링(Low temperature tempering, LTT) 영역의 온도 구간은 약 150~200 °C이며, 이 구간에서는 래스의 조대화가 일어나진 않으나 과포화된 탄소들이 탄화물로 석출된다고 밝혔다. 따라서 이러한 템퍼링 효과가 발생하는

온도 구간에서 보다 긴 시간동안 노출될수록 ATM 조직의 분율이 증가한다. 그리고 LM 조직에 비해 ATM 조직의 내부는 입계가 거의 존재하지 않으므로, 해당 시편의 ATM 분율이 높을수록 유효결정립 크기는 증가한다. 그림 5-2 에 냉각속도에 따른 CGHAZ 의 상변태 모식도를 나타내었다.

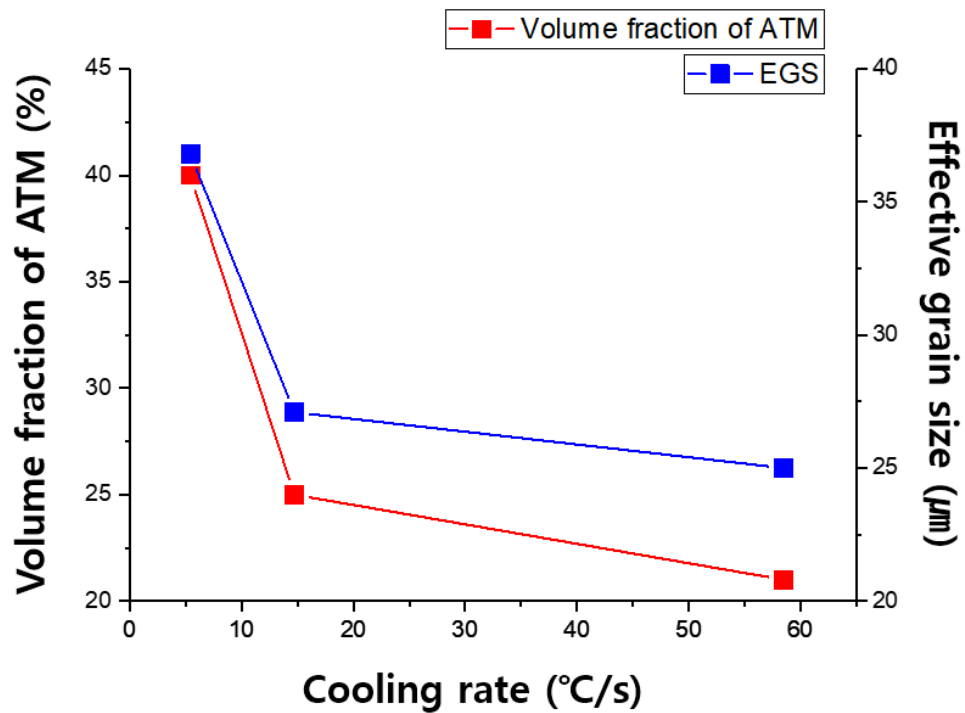


Fig. 5-1. Variations in volume fraction of ATM and effective grain size as a function of cooling rate in CGHAZ

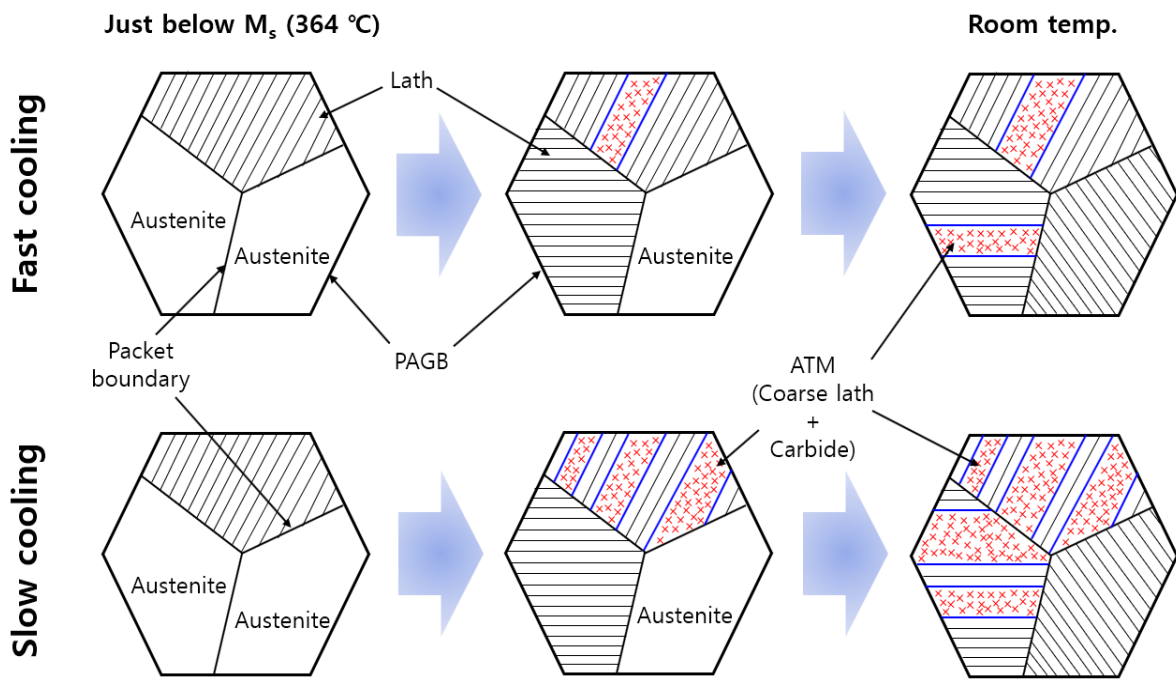


Fig. 5-2. Schematic illustration of microstructural evolution in CGHAZ

5.1.2. 냉각속도에 따른 IC CGHAZ 의 미세조직 변화

그림 5-3 에 냉각속도에 따른 IC CGHAZ 의 TM 분율과 유효결정립 크기 변화를 나타내었다. 그림 5-3 에서 보는 바와 같이, 냉각속도가 느릴수록 ATM 조직의 분율과 유효결정립 크기는 점차 증가하는 경향을 보였는데, 이는 5.1.2 절의 CGHAZ 와 마찬가지로 냉각속도가 느릴수록 템퍼링 효과가 더욱 극대화되었기 때문이다.

9% Ni 강의 CGHAZ 와 IC CGHAZ 의 가장 큰 미세조직학적 특징은 ATM 과 TM 조직이다. IC CGHAZ 에 형성된 TM 조직은 CGHAZ 에 형성된 ATM 조직처럼 템퍼링에 의해 형성된 조직이다. 하지만 TM 조직은 ATM 조직과는 달리 내부에 탄화물들이 거의 존재하지 않는 것이 특징이다. TM 조직 내부에 탄화물들이 거의 존재하지 않는 이유는 두번째 열이력에서 680 °C의 고온으로 가열되었기 때문이다. $Fe_2C(\eta\text{-Carbide})$, $Fe_{2.4}C(\varepsilon\text{-Carbide})$, $Fe_3C(\text{Cementite})$ 등의 탄화물들은 약 700 °C로 가열되면 대부분 용해된다고 알려져 있다[40]. 따라서 두번째 열이력에서 680 °C로 가열됨에 따라 ATM 조직 내부의 탄화물들은 용해되고, 이로 인해 생성된 과포화 탄소들은 열역학적 에너지 관점에서 비교적 불안정한 입계로 이동하게 된다. 그림 5-4 에 TM 조직의 형성 메커니즘을 모식도로 나타내었다.

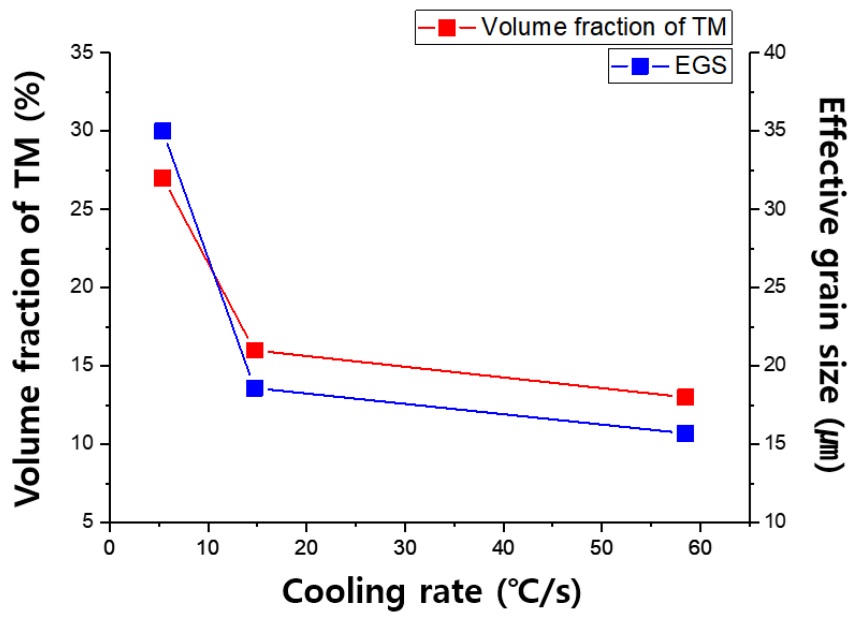


Fig. 5-3. Variations in volume fraction of TM and effective grain size as a function of cooling rate in IC CGHAZ

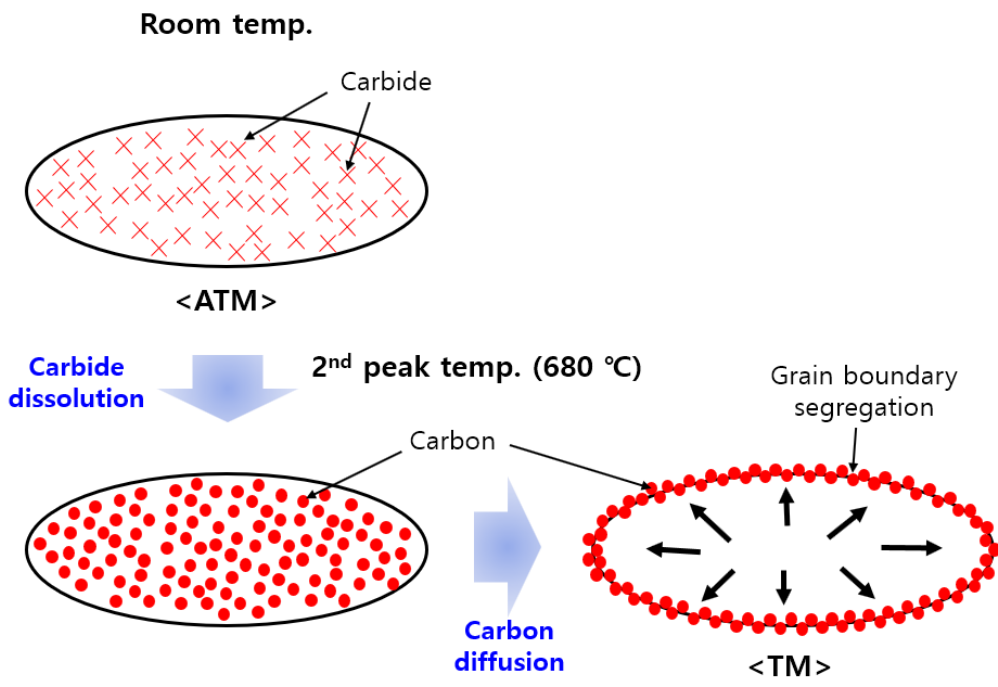


Fig. 5-4. Schematic illustration of microstructural evolution from ATM to TM structure

5.2. 샤르피 충격 특성에 영향을 미치는 인자

그림 5-5 에 시편에 따른 잔류 오스테나이트(Retained austenite, RA)의 분율과 총 흡수에너지(Fracture total energy, E_t)를 나타내었다. 잔류 오스테나이트의 분율은 9% Ni 강의 샤르피 충격 특성에 큰 영향을 미친다고 알려져 있으며, 잔류 오스테나이트의 분율이 높을수록 우수한 충격인성을 가진다고 알려져 있다[13, 17, 18]. 그림 5-5 에서 보이는 것처럼, 다른 시편들에 비해 상대적으로 RA 분율이 높은 BM 과 ICG-S 시편에서 총 흡수 에너지가 높았다. 하지만 ICG-F 시편은 BM 과 ICG-S 시편과 RA 분율이 동일한 수준임에도 불구하고 비교적 낮은 총 흡수 에너지를 보였다. 또한, ICG-M 시편은 ICG-F 시편에 비해 RA 분율이 낮지만 동일한 수준의 총 흡수 에너지를 보였다. 즉, 기존의 연구결과들과는 달리, 본 연구에서는 RA 분율이 매우 낮은 수준이고 시편에 따른 분율 차이도 크지 않아서, RA 분율이 샤르피 충격 특성의 주된 영향인자로 작용하지 않았다고 판단된다.

그림 5-6 에 CGHAZ 와 IC CGHAZ 샤르피 충격 시험편에서 플랫폼파괴 영역의 파단면(Cross-sectional area)을 SEM 으로 관찰한 결과를 나타내었다. 그림 5-6 에서 보이는 바와 같이, 플랫폼파괴 영역은 취성 파괴(Brittle fracture)와 연성 파괴(Ductile fracture)가 함께 나타났다. 취성 파괴는 조직의 변형이 일어나지 않고 균열이 전파되는 파괴 거동을 말하며, 연성 파괴는 슬립에 의한 조직의 변형이 함께 수반되는 파괴 거동을 말한다.

그림 5-6의 (a)와 (b)는 각각 CGHAZ에서와 IC CGHAZ에서 취성 파괴가 발생한 경우를 나타내고 있다. 균열 전파 거동을 살펴보면, CGHAZ의 LM 조직과 IC CGHAZ의 Mixed M 조직에서 균열 전파 경로가 직선적이지 않고 꺾이는 것을 확인할 수 있다. 선행 연구결과들에 의하면, 취성 파괴 시 균열의 전파는 15° 이상의 고경각입계(High angle grain boundary, HAGB)에 의해 억제되며, 이로 인해 충격 흡수 에너지가 높아진다고 알려져 있다[8, 46, 49]. 4.2.3, 4.2.4 절에서 언급하였듯, LM과 Mixed M 조직은 ATM과 TM 조직에 비해 상대적으로 고경각입계의 밀도가 높다. 따라서 취성 파괴가 발생하였을 경우, LM과 Mixed M 조직은 균열의 전파를 억제하여 샤르피 충격 특성에 긍정적인 영향을 줄 수 있다.

그림 5-6의 (c)와 (d)는 각각 CGHAZ와 IC CGHAZ에서 연성 파괴가 발생한 경우를 나타내고 있다. 균열 전파 거동을 살펴보면, CGHAZ에서는 ATM 조직이, IC CGHAZ에서는 TM 조직이 크게 변형된 것을 확인할 수 있다. 이러한 결과가 나타난 이유는 LM과 Mixed M 조직에 비해 ATM과 TM 조직은 템퍼링에 의해서 보다 우수한 연성을 지녔기 때문이다. 선행 연구결과들에 의하면, 마르텐사이트 조직은 템퍼링됨에 따라 연성이 우수해진다고 알려져 있다[48, 50, 51]. LM과 Mixed M 조직에 비해 ATM과 TM 조직의 연성이 우수하다는 지표는 표 4-6의 미세 경도값에서도 확인할 수 있다. 따라서 LM과 Mixed M 조직에 비해 비교적 연성이 우수한 ATM과 TM 조직은 연성 파괴를 유도하고 샤르피 충격 특성에 긍정적인 영향을 주었을 것이라 사료된다. 또한, ATM 조직에 비해 TM 조직은 비교적 미세 경도가 비교적 낮는데, 이는 두번째 열이력에 의해 템퍼링이 더욱 극대화되어 비교적 우수한 연성을 지녔기 때문이다[51].

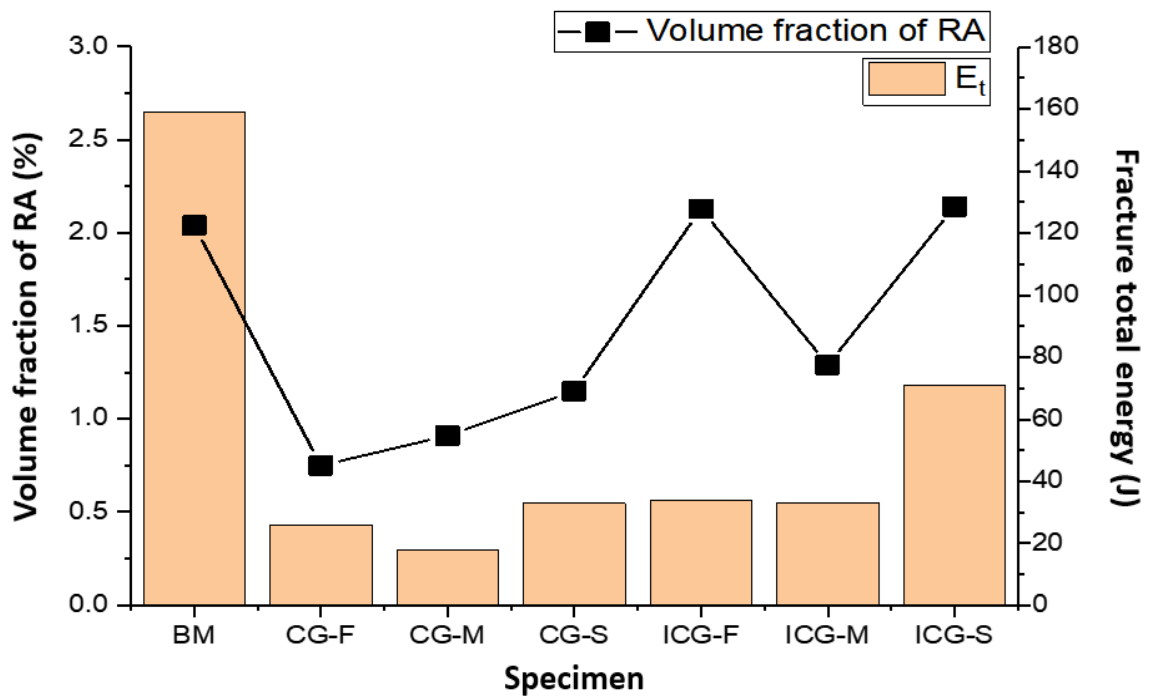


Fig. 5-5. Variations in volume fraction of RA and fracture total energy in BM, CGHAZ and IC CGHAZ specimens

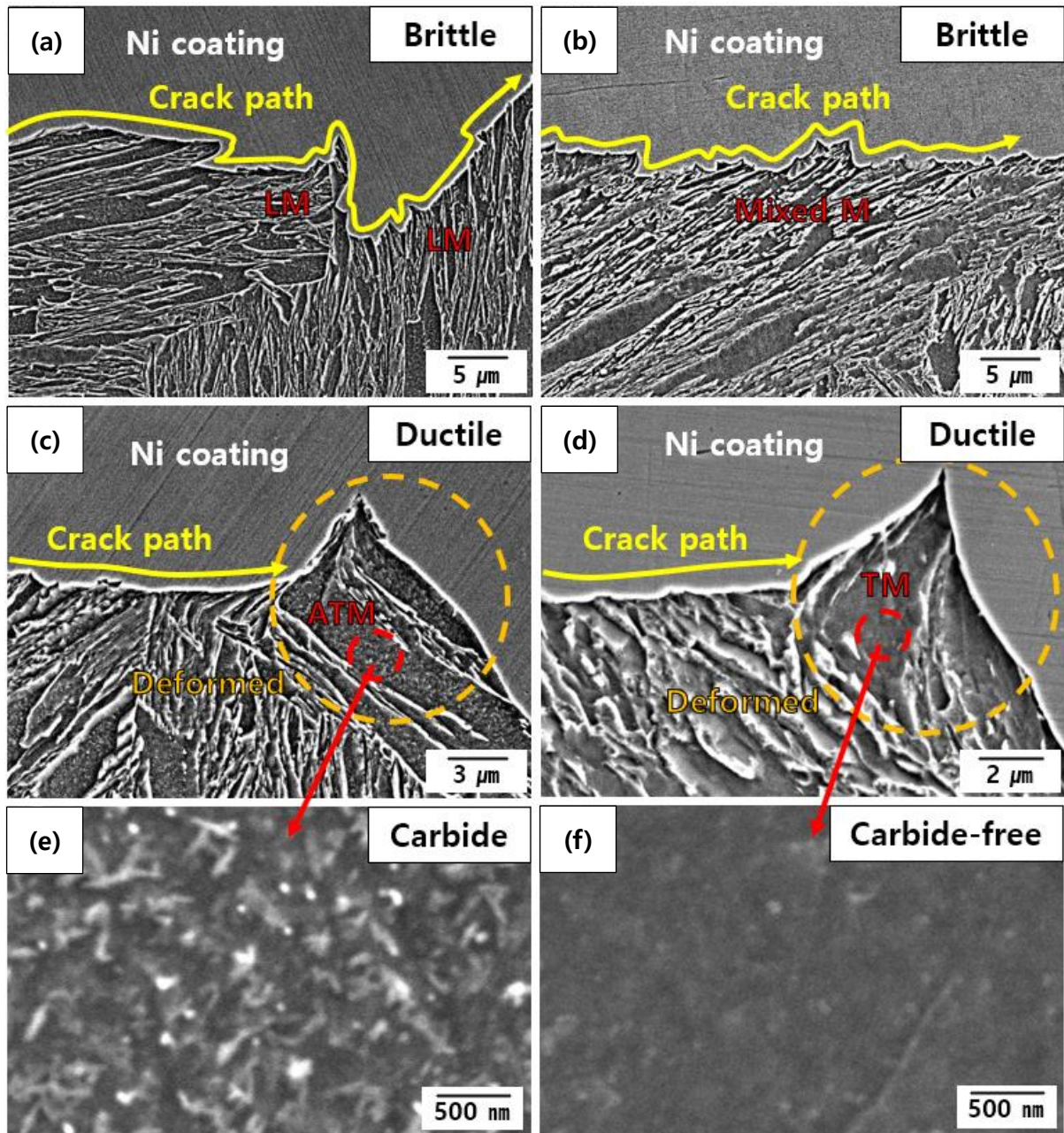


Fig. 5-6. SEM images showing the cross-sectional areas of the fractured (a, c, e) CGHAZ and (b, d, f) IC CGHAZ specimens

5.3. 모재와 열영향부의 샤르피 충격 특성 비교

그림 5-7 에 시편에 따른 연성조직의 분율, 유효결정립 크기 그리고 샤르피 충격 특성을 나타내었다. BM 시편은 모든 HAZ 시편들에 비해 월등히 높은 개시 에너지, 전파 에너지 그리고 총 흡수 에너지를 보였는데, 이러한 결과가 나타난 이유는 아래와 같이 두 가지이다. BM 시편의 주 조직은 TM 조직으로 마르텐사이트 조직이 존재하지 않고 오로지 TM 조직으로만 구성되어 있다. 따라서 샤르피 충격 시험 시 다량의 연성 파괴가 유도되었다. 또한, BM 시편의 유효결정립 크기는 HAZ 시편들에 비해 월등히 작다. 위의 두 가지 이유로 인해, BM 시편은 HAZ 시편들에 비해 우수한 샤르피 충격 특성을 가질 수 있었다.

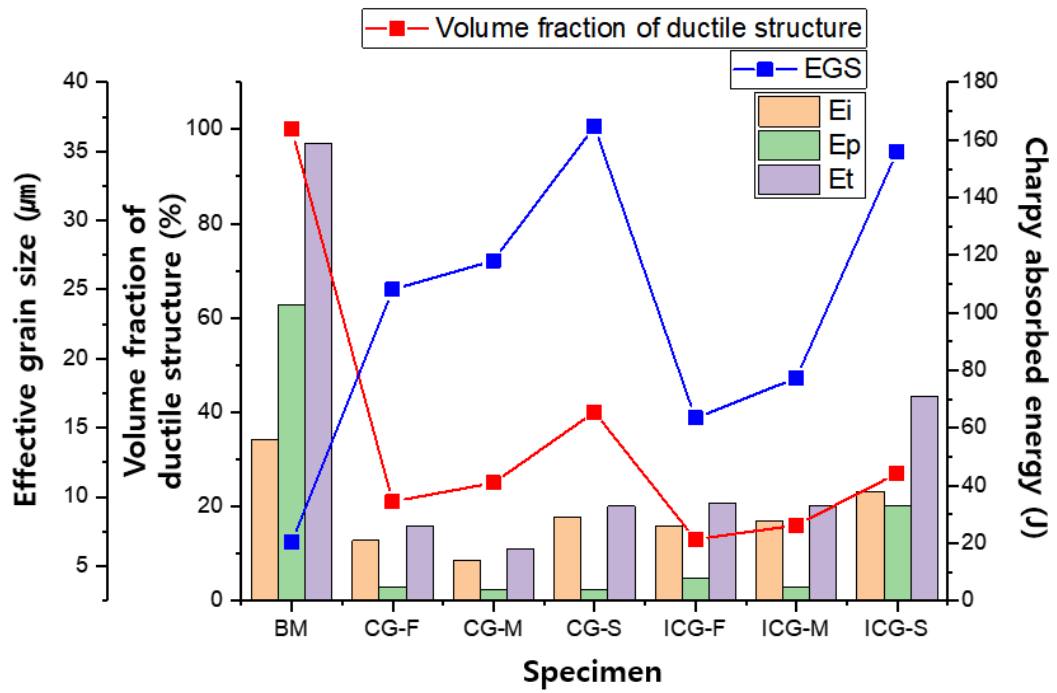


Fig. 5-7. Variations in volume fraction of ductile structure(ATM or TM structure), effective grain size and Charpy absorbed energy in BM, CGHAZ and IC CGHAZ specimens

5.4. CGHAZ 와 IC CGHAZ 의 샤르피 충격 특성 비교

그림 5-8 에 모든 HAZ 시편의 샤르피 충격 특성을 나타내었다. 일반적으로 CGHAZ 에 비해, IC CGHAZ 는 M-A 상(Martensite-austenite constituent)이 비교적 다량으로 분포함에 따라 충격인성이 낮다고 알려져 있다[5, 10, 25, 52]. 하지만 기존의 연구결과와는 달리, 본 실험에서는 전체적으로 CGHAZ 에 비해 IC CGHAZ 의 샤르피 충격 특성이 더 우수하게 나타났다. 이러한 결과가 나타난 이유로는 크게 네 가지가 있다.

첫째, 그림 5-9 (a)에서 보이는 바와 같이, IC CGHAZ 에 존재하는 M-A 상의 크기는 2.0 μm 이하로 매우 작아서 샤르피 충격 특성에 큰 영향을 미치지 않았을 것이라 판단된다. 충격인성은 M-A 상의 크기와 크게 연관된다. 일반적으로, M-A 상의 크기가 클수록 충격인성은 저하된다고 알려져 있다. 그리고 X. Li[10]의 연구 결과에 따르면, M-A 상이 존재하더라도 그 크기가 매우 작으면 충격인성에 큰 영향을 미치지 않을 수도 있다.

둘째, 그림 5-9 (b)에서 보이는 바와 같이, IC CGHAZ 의 PAGB 를 따라서 M-A 상이 아닌 미세한 등축 마르텐사이트(Equiaxed martensite, EM)가 형성되었다. IC CGHAZ 는 PAGB 를 따라서 M-A 상이 연속적으로 분포할 수 있으며, 이러한 연속적인 분포를 따라서 균열이 용이하게 전파된다고 알려져 있다[10, 52]. 하지만 본 실험에서는 M-A 상의 연속적인 분포가 관찰되지 않았으므로, 이로 인한 충격인성의 악영향은 나타나지 않았을 것이라 사료된다.

셋째, IC CGHAZ 의 TM 조직은 CGHAZ 의 ATM 조직보다 우수한 연성을 지녔다. 앞서 언급하였듯, 우수한 연성을 지닌 조직은 샤르피 충격 시험 시 연성 파괴를 유도하며 이로 인해, 샤르피 충격 특성이 우수해질 수 있다.

마지막으로, 그림 5-10 에서 보이는 바와 같이, 전체적으로 IC CGHAZ 시편들의 유효결정립 크기는 CGHAZ 시편들에 비해 비교적 작다. 앞서 언급하였듯, 유효결정립 크기가 작을수록 균열의 전파가 더욱 억제될 수 있다.

위의 총 네 가지 이유로 인해 IC CGHAZ 는 CGHAZ 에 비해 전체적으로 우수한 샤르피 충격 특성을 보였다고 판단된다.

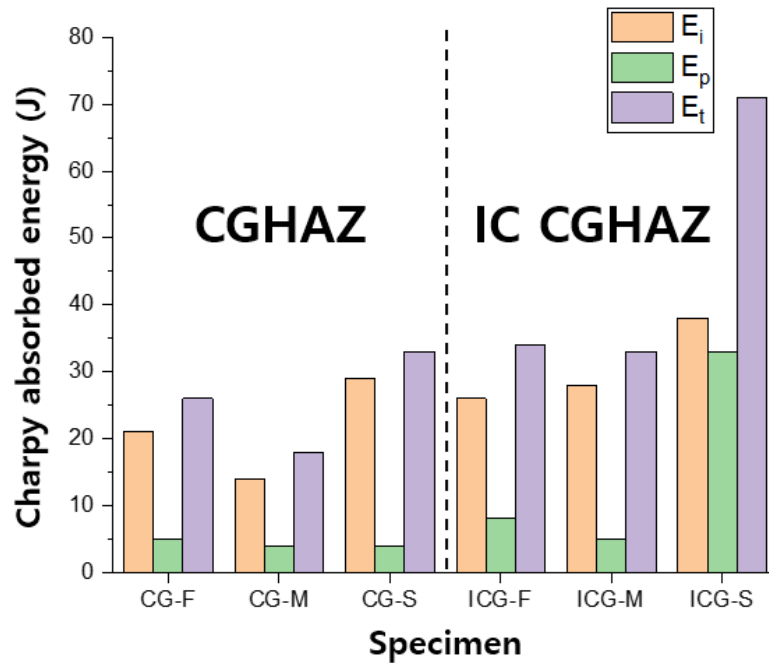


Fig. 5-8. Variation in Charpy absorbed energies in CGHAZ and IC CGHAZ specimens

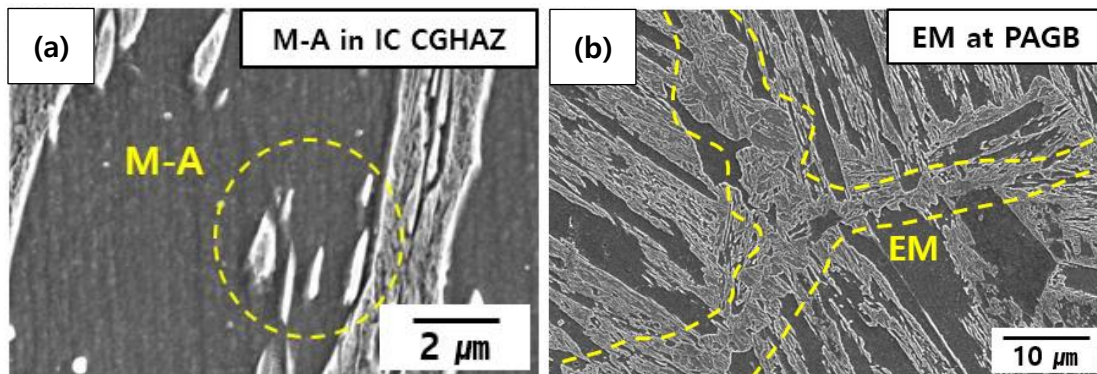


Fig. 5-9. SEM images showing the (a) M-A constituent, (b) EM structure at PAGB in IC CGHAZ

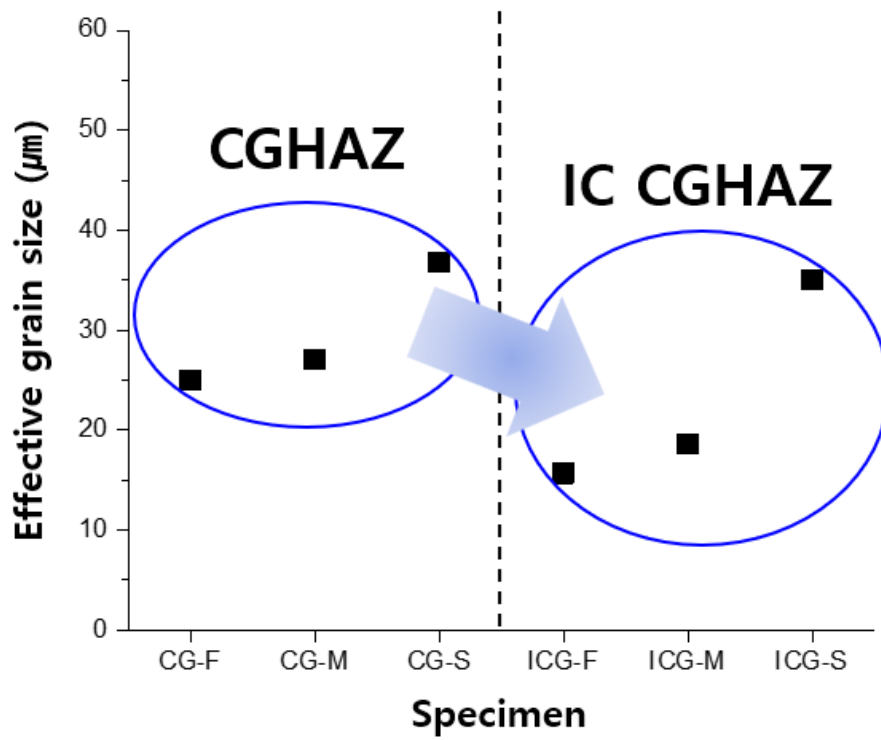


Fig. 5-10. Variation in effective grain size in CGHAZ and IC CGHAZ specimens

5.5. 냉각속도에 따른 열영향부의 샤르피 충격 특성 변화

5.5.1. 냉각속도에 따른 CGHAZ 의 샤르피 충격 특성 변화

그림 5-11 에 냉각속도에 따른 CGHAZ 의 ATM 조직 분율, 유효결정립 크기 그리고 흡수 에너지를 나타내었다. 4.3.2 절에서 언급하였듯, CGHAZ 의 샤르피 충격 특성은 냉각속도에 따라 큰 변화를 보이지 않았다. 이러한 결과가 나타난 이유는 냉각속도가 감소함에 따라 ATM 조직의 분율은 증가하지만 유효결정립 크기는 커지기 때문이다. ATM 조직의 분율이 증가함에 따라 연성 파괴가 유도되어 충격 흡수에너지는 높아질 수 있다. 하지만 유효결정립 크기가 커짐에 따라 취성 파괴 시 균열 전파가 잘 억제되지 않아서 충격 흡수에너지는 낮아질 수 있다. 따라서 이러한 두 가지 영향인자가 상충되어 CGHAZ 의 샤르피 충격 특성은 냉각속도에 따라 큰 변화가 없었다.

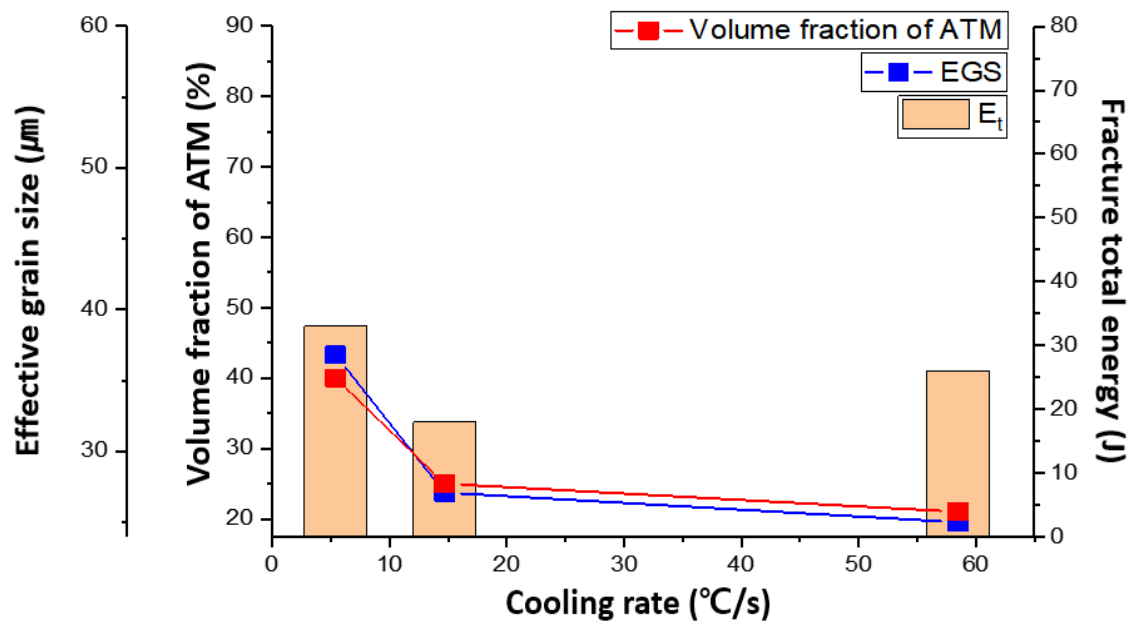


Fig. 5-11. Variations in volume fraction of ATM, effective grain size and fracture total energy as a function of cooling rate in CGHAZ

5.5.2. 냉각속도에 따른 IC CGHAZ 의 샤프피 충격 특성 변화

그림 5-12 에 냉각속도에 따른 IC CGHAZ 의 TM 조직 분율, 유효결정립 크기 그리고 총 흡수 에너지를 나타내었다. 그림에서 보이는 바와 같이, 가장 느린 냉각속도가 구현된 IC CGHAZ 에서 가장 우수한 샤프피 충격 특성이 나타났다. 이러한 결과가 나타난 이유는 가장 느린 냉각속도의 조건에서 연성이 우수한 조직인 TM 조직의 분율이 가장 높기 때문이다. CGHAZ 와 마찬가지로, IC CGHAZ 또한 냉각속도가 감소할수록 비교적 연성이 우수한 조직인 TM 의 분율은 증가하고 유효결정립 크기는 커진다. 하지만 5.2 절에서 언급하였듯, TM 조직은 ATM 조직에 비해 비교적 우수한 연성을 지녔다. 따라서 유효결정립 크기가 증가함에 따라 나타나는 샤프피 흡수 에너지의 감소분보다 TM 조직의 분율이 증가함에 따라 나타나는 샤프피 충격 흡수 에너지의 증가분이 더욱 크기 때문에, 가장 느린 냉각속도로 구현된 IC CGHAZ 에서 우수한 샤프피 충격 특성을 보였다.

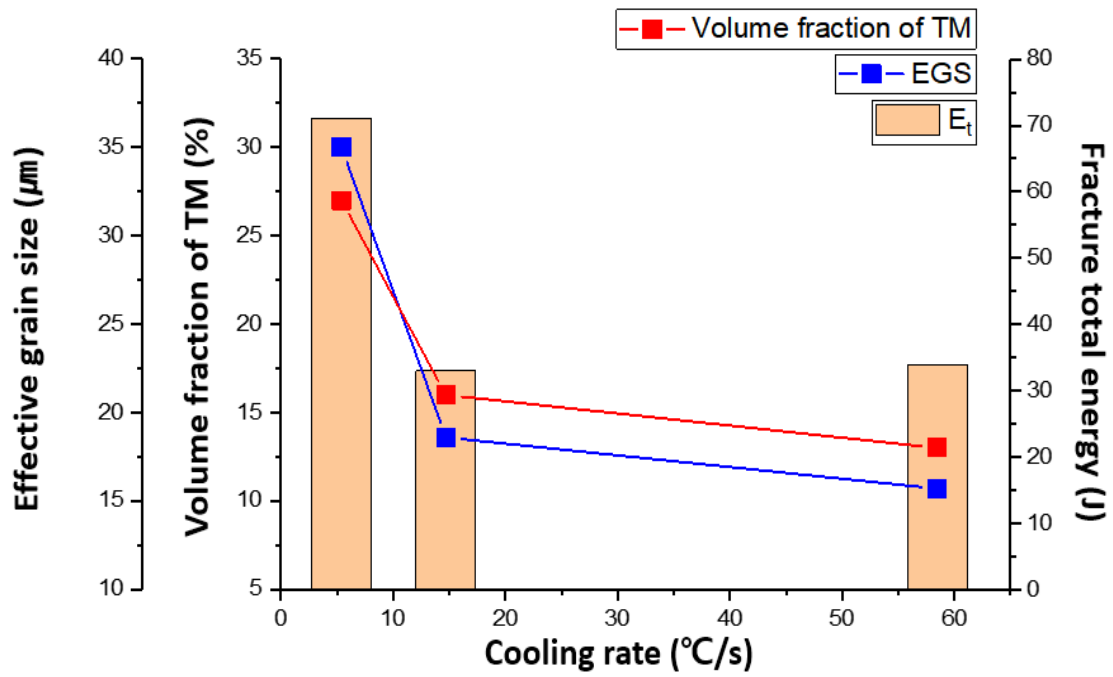


Fig. 5-12. Variation in volume fraction of TM, effective grain size and fracture total energy as a function of cooling rate in IC CGHAZ

6. 결론

입열량에 따른 9% Ni 강 용접 열영향부의 미세조직과 극저온 충격인성에 대한 연구를 수행하였다. 각기 다른 입열량을 구현하기 위해 58.5 °C/s, 14.7 °C/s, 5.4 °C/s 로 냉각속도를 달리하여 CGHAZ 와 IC CGHAZ 를 모사하였다. 또한, 모재, CGHAZ, IC CGHAZ 의 미세조직과 극저온 샤르피 충격 특성을 비교 분석하여 아래와 같은 결론을 얻었다.

1. 냉각속도가 감소할수록 CGHAZ의 ATM 조직 분율이 증가하였다. 또한, ATM 조직의 분율이 증가함에 따라 평균 유효결정립 크기는 커졌다. (CG-F: 21%-25 μm , CG-M: 25%-27.1 μm , CG-S: 40%-36.8 μm)
2. 냉각속도가 감소할수록 IC CGHAZ의 TM 조직 분율이 증가하였다. 또한, TM 조직의 분율이 증가함에 따라 평균 유효결정립 크기는 커졌다. (ICG-F: 13%-15.7 μm , ICG-M: 16%-18.6 μm , ICG-S: 27%-35.0 μm)
3. 모든 시편의 RA 분율은 2.2% 미만이며, 시편에 따라서 큰 차이가 없었다. (BM: 2.04%, CG-F: 0.75%, CG-M: 0.91%, CG-S: 1.15%, ICG-F: 2.13%, ICG-M: 1.29%,
4. BM 시편의 개시에너지, 전파에너지, 총 흡수에너지는 각각 56 J, 103 J, 159 J로, CGHAZ와 IC CGHAZ 시편들의 것보다 월등히 높았다.
5. CGHAZ의 샤르피 충격 특성은 냉각속도에 따라 크게 달라지지 않았다.
6. IC CGHAZ 시편들 중 TM 조직의 분율이 가장 높은 ICG-S 시편에서 가장 우수한 샤르피 충격 특성을 보였다.

7. 참고문헌

1. DNV Korea, 동남권 LNG 병커링 기본계획수립 연구, 한국가스공사/경남에너지, (2013) 45.
2. 파이낸셜뉴스, "LNG추진선 택한 삼성중 선견지명... 10척 한번에 수주 기염", <https://m.fnnews.com/news/201908191733234285>, 2019.08.19.
3. 장재일, Ph.D Thesis, 초저온용 강 용접열영향부의 파괴특성에 관한 연구, (2000) 1.
4. Z.X. Qu, L.Q. Xia and X.J. Wang, The Study on Welding Technology of 9Ni Steel, Mater. Sci. Forum, 941, (2018) 516-523.
5. J. I. Jang, J. B. Ju, B. W. Lee, D. I. Kwon and W. S. Kim, Mater. Sci. Eng. A, 340, (2003) 68-79.
6. R. Cao, W. Feng, Y. Peng, W.S. Du, Z.L. Tian and J.H. Chen, Mater. Sci. Eng. A, 528, (2010) 631-642.
7. Q. Y. Chen, J. Chen, J. K. Ren, Z. H. Wang and Z. Y. Liu, Mater. Sci. Eng. A, 771, (2020) 138621.
8. H. W. Eom, S. K. Cho, Y. W. Cho, G. C. Shin, Y. J. Kwon, J. G. Lee and S. Y. Shin, Korean J. Met. Mater., 30, (2020) 184-196.
9. S. G. Lee, D. H. Lee, S. S. Sohn, W. G. Kim, K. K. Um, K. S. Kim and S. H. Lee, Mater. Sci. Eng. A, 697, (2017) 55-65.
10. X. Li, X. Ma, S.V. Subramanian, C. Shang and R.D.K. Misra, Mater. Sci. Eng. A, 616, (2014) 141-147.
11. Y. P. Kim and W. S. Kim, Bulletin of the Korean Inst. Of Met. And Mat., 9, (1996) 248.
12. Y. Fuchimoto and D. Okai, J. High Pres. Inst. Jpn., 29, (1991) 95.
13. S.S.M. Tavares, C.R. Rodrigues, C.A.S. de Oliveira, C.B. Woyames and J. Dille, J. Mater.

- Eng. Perform., 27, (2018) 1530-1536.
14. Standard Specification for Pressure Vessel Plates, Alloy Steel, Quenched and Tempered 8 and 9 percent Nickel, Designation: A 553/ A 553M -95; ASTM International, (2000) 282-284.
 15. J. R. Strife and D. Passoja, Metall. Mater. Trans. A, 11, (1980) 1341-1350.
 16. A.H. Meysami, R. Ghasemzadeh, S.H. Seyedein and M.R. Aboutalebi, Mater. Des., 31, (2010) 1570-1575.
 17. R. L. Tobler : Cryogenics, 16 (1976) p. 669.
 18. E. F. Nippes and J. P. Balaguer, The 66th AWS annual meeting, April 28 to May 3 (1985), Las Vegas.
 19. J.M. Zhang, H. Li, F. Yang, Q. Chi, L.K. Ji and Y.R. Feng, J. Mater. Eng. Perform., 22, (2013) 3867-3871.
 20. 이종봉, 한채광, Welding Characteristics of Recently Developed 9% Ni steel, 대한용접학회지 제 13권 제 3호, (1995) p. 34-45.
 21. T. N. Baker, Mater. Sci. Technol., 25, (2009) 1083-1107.
 22. W. Yan, Y. Y. Shan and K. Yang, Metall. Matter. Trans. A, 37, (2006) 2147-2158.
 23. K. Hulka, A. Kern and U. Schrieffer, Mater. Sci. Forum, 500, (2005) 519-526.
 24. G. Huang, X. Wan, K. Wu, H. Zhao and R. D. K. Misra, Met., 8, (2018) 718.
 25. Q.Y. Chen, J. Chen, J.K. Ren, Z.H. Wang and Z.Y. Liu, Mater. Sci. Eng. A, 771, (2020) 138621.
 26. S. Kumar and S.K. Nath, J. Mater. Process. Technol., 236, (2016) 216-224.
 27. J. Wang, S. Lu, L. Rong and D. Li, J. Mater. Process. Technol., 222, (2015) 434-443.
 28. X. He, J. W. Elmer and T. Debroy, J. Appl. Phys., 97, (2005) 084909.
 29. P. Zhou, B. Wang, L. Wang, Y. Hu and L. Zhou, Mater. Sci. Eng. A, 722, (2018) 112-

121.

30. X.J. Di, X. An, F.J. Cheng, D.P. Wang, X.J. Guo and Z.K. Xue, *Sci. Technol. Weld. Join.*, 21, (2016) 366-373.
31. R.W. Fonda, G. Spanos and R.A. Vandermeer, *Scr. Metall. Mater.*, 31, (1994) 683-688.
32. Erin J. Barrick and John N. Dupont, *Mater. Sci. Eng. A*, 748, (2019) 189-204.
33. G. Spanos, R.W. Fonda and R.A. Vandermeer, *Metall. Mater. Trans. A*, 26, (1995) 3277-3293.
34. R.W. Fonda and G. Spanos, *Metall. Mater. Trans. A*, 45, (2014) 5982-5989.
35. H. Pous-Romero and H. Bhadeshia, *J. Press. Vessel Technol.*, 136, (2014) 031402.
36. J.H. Pak, H.K.D.H. Bhadeshia and L. Karlsson, *Mater. Sci. Technol.*, 28, (2012) 918-923.
37. J.H. Pak, D.W. Suh and H.K.D.H. Bhadeshia, *Scr. Mater.*, 66, (2012) 951-953.
38. J.H. Pak, H.K.D.H. Bhadeshia, L. Karlsson and E. Keehan, *Sci. Technol. Weld. Join.*, 13, (2008) 593-597.
39. H.K.D.H. Bhadeshia, E. Keehan, L. Karlsson and H.O. Andren, *Trans. Indian Inst. Met.*, 59, (2006) 689-694.
40. D. A. Porter, K. E. Easterling and M. Y. Sherif, *Phase Transformations in Metals and Alloys*, 3rd ed., pp.344-373., Taylor&Francis.
41. S. Morito, J. Nishikawa and T. Maki, *ISIJ Int.*, 43, (2003) 1475-1477.
42. D.C. Saha, E. Biro, A.P. Gerlich and Y. Zhou, *Mater. Charact.*, 168, (2020) 110564.
43. Zhenhua Cong and Yoshinori Murata, *Mater. Trans.*, 52, (2011) 2151-2154.
44. T. Maki, *Trans. ISIJ*, 20, (1980) 207-214.
45. S. Morito, H. Saito, T. Ogawa, T. Furuhashi and T. Maki, *ISIJ Int.*, 45, (2005) 91-94.

46. H. K. Sung, S. S. Sohn, S. Y. Shin, K. S. Oh and S. H. Lee, *Metall. Mater. Trans. A*, 45, (2014) 3036-3050.
47. ASTM Standard E23-07: Standard Test Method for Notched Bar Impact Testing of Metallic Materials.
48. G. Krauss, *Steel Res. Int.*, 88, (2017) 1-18.
49. S. K. Cho, H. G. Joo and S. Y. Shin, *Korean J. Mater. Res.*, 29, (2019) 211-220.
50. J. H. Nam, S. H. Yu and Y. K. Lee, *Mater. Sci. Technol.*, 35, (2018) 2069-2075.
51. Pradipta Kumar Jena, Ponguru Senthil P., Siva Kumar K., *J. Appl. Res. Technol.*, 14, (2016) 47-53.
52. X. Li, Y. Fan, X. Ma, S.V. Subramanian and C. Shang, *Mat. Des.* 67, (2015) 457-463.
53. 양종서, LNG선 시황 및 전망, 이슈보고서, 2018.12.17, 한국수출입은행 해외경제연구소.
54. 파이낸셜뉴스, "LNG추진선 택한 삼성중 선견지명... 10척 한번에 수주 기염", <https://m.fnnews.com/news/201908191733234285>, 2019.08.19.

영문요약

The proportion of LNG(Liquefied natural gas)-fueled ships using liquefied natural gas is increasing due to the strengthened environmental regulations of the IMO(International maritime organization). LNG storage tanks are exposed to cryogenic temperatures because the liquefaction point of LNG is very low at $-162\text{ }^{\circ}\text{C}$. Therefore, LNG storage tanks are required to have excellent mechanical properties in cryogenic environment.

9% Ni steel is widely used in LNG storage tanks as a material having excellent mechanical properties in a cryogenic environment. However, the impact toughness may be very low in the HAZ(Heat-affected zone) formed during welding.

The HAZ is classified according to the peak temperature, and each HAZ has different microstructure and impact toughness. Among them, CGHAZ(Coarse grain HAZ) and IC CGHAZ(Intercritically reheated CGHAZ) are known to have very low impact toughness as coarse grains are formed and a large amount of hard phase is distributed.

Heat input has a great influence on the characteristics of the HAZ. In other words, the cooling rate can be changed by the amount of heat input, and the microstructure and impact toughness are affected by cooling rate. The study on the characteristics of the HAZ according to the heat input was mainly made in low-carbon steel having a bainitic structure, whereas the study on characteristics of the HAZ in 9% Ni steel according to the heat input is insufficient.

In this study, CGHAZ and IC CGHAZ were simulated at various cooling rates, and their microstructure and impact toughness were analyzed. Based on experimental results, the measures were sought to improve the impact toughness of CGHAZ and IC CGHAZ in 9% Ni steel.

Experimental results show that the main structure of CGHAZ and IC CGHAZ was martensite, and there were some tempered structures with relatively excellent ductility. In addition, the volume fraction of the tempered structure increased as the cooling rate decreased. There was no significant change in impact toughness of CGHAZ according to cooling rate. On the other hand, IC CGHAZ showed the best impact toughness at the slowest cooling rate. That is because the volume fraction of the tempered martensite was highest under the slowest cooling rate.