Journal of the Korea Academia-Industrial cooperation Society
Vol. 18, No. 5 pp. 252-261, 2017

https://doi.org/10.5762/KAIS.2017.18.5.252
ISSN 1975-4701 / eISSN 2288-4688

유정용 강관의 미세조직 및 기계적 성질에 미치는 열처리의 영향

최종민*, 노상우, 이원재
국방기술품질원

Effect of Heat Treatments on the Microstructures and Mechanical Properties of OCTG

Jong-Min Choi*, Sang-Woo Noh, Won-Jae Yi
Defense Agency for Technology and Quality

요 약 본 연구에서는 유정용 강관의 열처리 조건에 따른 미세조직 및 기계적 성질을 조사하였다. 실험에 사용된 유정용 강관의 종류는 J55 강재를 사용 하였고, 열처리 조건은 각각 오스테나이트 처리온도 (880℃, 910℃, 940℃), 냉각방식 (수냉, 유냉), 템퍼링 온도 (미실시, 550℃, 650℃) 이다. 열처리 조건에 따라 얻어지는 미세조직을 예측하기 위해 J55 강재의 화학적 성분을 기준으로 평형상태도와 CCT 곡선을 시뮬레이션 하였으며, 그 결과 A1, A3 온도가 약 20℃ 감소 하는 결과를 얻을 수 있었다. 냉각속도에 따라 마르텐사이트, 베이나이트, 페라이트등 예상되는 미세조직을 정성적으로 알 수 있었고 이 결과는 실제 실험값과 유사한 양상을 나타내었다. 오스테나이트 처리온도가 증가 함에 따라 구 오스테나이트 결정립이 조대화 되었으며, 특히 920℃ 이상에서 결정립 크기가 급격히 증가하였다. 따라서 결정립 미세화 효과에 따라 경도와 강도는 감소 하였다. 열처리 조건이 변화함에 따라 마르텐사이트, 베이나이트, 페라이트 등 다양한 조직이 생성되었으며, 이는 경도, 강도 및 연신율에 큰 영향을 미쳤다. 수냉의 경우 마르텐사이트 조직이, 유냉의 경우 베이나이트와 페라이트 조직이 형성되었으며 수냉한 시편이 더 우수한 기계적 성질을 나타내었다. 템퍼링 처리후 마르텐사이트 조직 내에 FeC 석출물이 생성되었고 템퍼링 처리온도가 증가함에 따라 FeC석출물이 조대화되면서 인성이 향상되었다.

Abstract This study examined the effect of heat treatment on the microstructure and mechanical properties of J55 line pipe steel. The experiments were carried out at under the following various conditions: austenization temperature(880℃, 910℃, 940℃), cooling methods(water quenching, oil quenching) and tempering temperature(none, 550℃, 650℃). The phase diagram and CCT curve were simulated based on the chemical composition of J55 steel to predict the microstructures. In the results, A1, A3 temperature decreased. As the austenization temperature increased, existing austenite grains grew exponentially which seriously degraded their mechanical properties. Various microstructures, including martensite, bainite, ferrite, and pearlite, developed in accordance with the heat treatments and were closely correlated with hardness, tensile strength and toughness. Martensite was formed after water quenching, but bainite and ferrite appeared after oil quenching. FeC precipitation formed and coarsened during tempering, which improved their toughness.

Keywords : Heat treatment, Mechanical property, Microstructure, OCTG, Quenching,

1. 서론

산업혁명 이후 급격한 산업발전은 석유 및 천연가스 등의 에너지 자원을 수요를 증가시켰고 이는 기존 에너지 자원의 소비를 가속화 시켰다. 기존 에너지가 고갈로

*Corresponding Author : Jong-Min Choi (Defence Agency for Technology and Quality)
Tel: +82-55-751-5566 email: jm2_choi@dtaq.re.kr
Received January 23, 2017 Revised February 28, 2017
Accepted May 12, 2017 Published May 31, 2017

Table 1. Chemical composition of J55 steel

Steel	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	B	Nb	Ti	V	Al
J55	0.234	0.16	1.42	0.0165	0.0062	0.01	0.02	0.0006	0.0135	0.0025	0.004	0.041

인해 심해저, 극한지 등 가혹한 환경에서의 석유생산과 비전통 석유자원(오일샌드, 셰일가스)의 채취가 증가함에 따라 경제적인 채굴 및 수송효율을 위한 강관, 즉 API강관의 개발이 요구되고 있다. API강관은 미국석유협회(American Petroleum Institute)에서 인정하는 강관으로 수송용(Line pipe), 유정용(OCTG), 해양구조물용으로 구분되며 수요가 급증하고 있다[1]. 현재 세계 강관 시장의 대부분을 중국이 차지하고 있으며, 그 뒤를 러시아, 일본, 한국이 뒤따르고 있다. 국내의 경우, 강관 제조설비의 과잉투자와 중국의 저가 강관 공세 등을 뛰어 넘기 위해서는 고품질 강관의 개발이 필요하다[2-4]. 수송용 강관에 대한 연구는 많이 이루어지고 있으나, 유정용 강관에 대한 연구는 상대적으로 미비하다.

유정용 강관는 심해저 및 극한지에 사용되므로 채굴환경에 따라 고강도화, 저온인성, 내부식성 등 요구사항이 다양하다. 채굴환경에 최적화된 강재를 설계하기 위해서는 적합한 강도, 인성, 조직특성의 제어가 필요하며, 이를 위해 합금설계 및 열처리 등의 방법이 중요하다[5-9].

Table 2. Heat treatments condition of J55 steel

Steel	Austenization Temp.	Cooling Rates	Tempering Temp.
J55			
	880℃	W.Q(107℃/s)	550℃
			650℃
			750℃
		O.Q(35℃/s)	550℃
			650℃
			750℃
	910	W.Q(107℃/s)	550℃
			650℃
			750℃
		O.Q(35℃/s)	550℃
			650℃
			750℃
	940	W.Q(107℃/s)	550℃
			650℃
			750℃
		O.Q(35℃/s)	550℃
			650℃
			750℃

본 연구에서는 유정용 강재(J55)의 열처리 조건의 변화를 통해 다양한 미세조직을 갖는 유정용 강을 제조하였다. 광학현미경과 주사전자 현미경(Scanning Electron Microscopy)을 통하여 미세조직의 종류와 상분율을 측정하였으며 이들의 인장특성 및 경도를 조사하였다. 열처리조건에 따라 변화하는 미세조직과 기계적 성질을 정량적으로 분석하여 사용환경에 최적화 된 유정용 강관 개발에 도움이 되고자 한다.

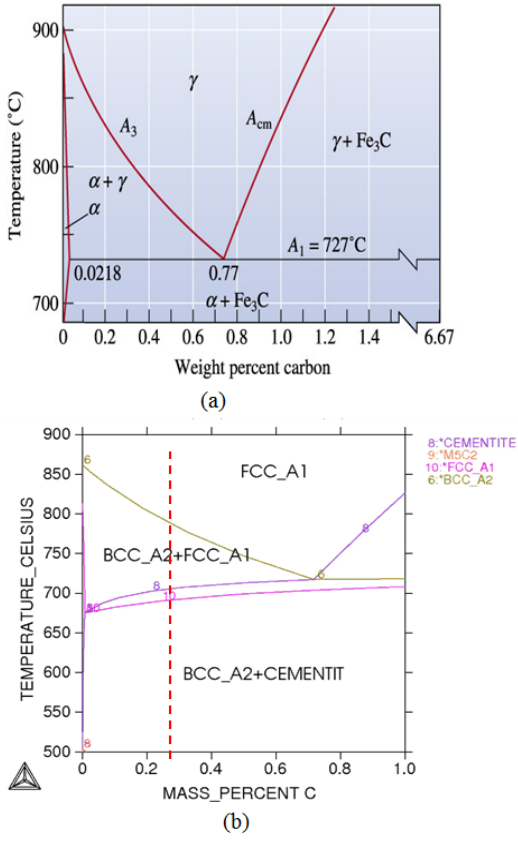


Fig. 1. Fe-C phase diagram(a) and simulation result of J55 phase diagram(b)

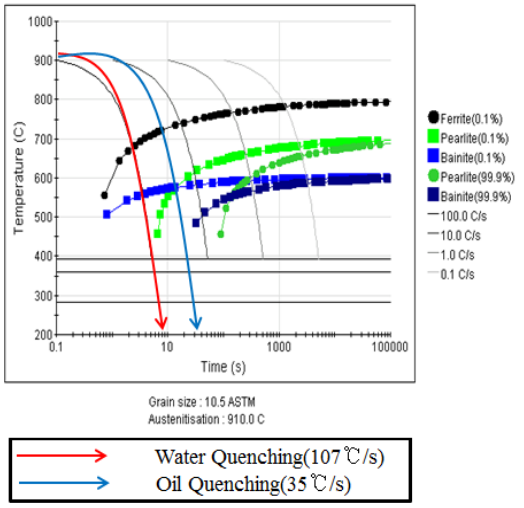


Fig. 2. Simulation result of J55 CCT Curve

2. 실험방법

2.1 시편제조

본 연구에서 사용된 API J55급 유정용 강의 화학 조성을 표 1에 나타내었다. J55시편에 오스테나이트 처리 온도, 냉각속도, 템퍼링온도를 각각 변화하여 열처리를 실시하였으며 열처리 조건은 표 2에 나타내었다. 열처리로는 Hanyoung DX9 Temperature controller 를 사용 하였으면 대기 분위기에서 실시하였다.

2.2 열역학 시뮬레이션

시뮬레이션을 위해 열역학적 상태도 프로그램 Thermal Calc 와 CCT 프로그램 J.mat Pro 를 이용하였다. Thermal Calc 프로그래밍시 J55 시편의 조성은 C(0.23wt%), Si(0.16wt%), Mn(1.35wt%), P(0.014wt%), S(0.015wt%) 이며, J.mat Pro 프로그래밍시 시편의 조성은 위와 동일하게 하였으며 오스테나이트 처리온도 910℃, 결정립크기 10.5㎛ 라고 가정 하에 실험하였다.

2.3 경도시험

열처리에 따른 경도값을 알기 위해 마이크로 비커스 경도시험기(HM-100, Mitutoyo)를 이용하여 측정하였다. 경도 실험은 하중 0.5kgf, 하중부과시간 10초의 조건으로 15회 측정하여 최소, 최대값을 제외한 평균값을 구하였다.

2.4 인장시험

열처리한 시편은 채취하여 판상형 ASTM A370 subsize 규격으로 제작하였다. 인장시험은 RB Model 301 UNITECH-M 시험기를 이용하여 상온에서 1.5mm/min 의 속도로 실시하였으며, 항복강도, 인장강도, 인장연신율을 측정하였다.

2.5 미세조직관찰

열처리에 따른 조직변화를 관찰하기 위해 광학현미경(Optical microscope, Nikon Optiphot-100)과 주사전자현미경(FE-SEM, S-4800) 분석을 실시하였다. 현미경을 통한 분석을 위해 시편을 사포를 이용하여 그라인딩 및 1um까지 다이아몬드 서스펜션을 통하여 기계적 연마를 실시한 후 4% 나이탈 용액을 통해 화학적 에칭을 실시하였다. 광학현미경만으로는 Ferrite, Bainite, Martensite 등의 미세조직 구별이 어려워 주사전자현미경으로 온도에 따른 미세조직변화를 관찰하였다.

2.6 구 오스테나이트 결정립관찰

열처리 온도에 따른 오스테나이트 크기 변화 기계적 성질에 미치는 영향을 알기 위해 구 오스테나이트 에칭을 실시하였다. 열처리 시편을 사포를 이용하여 그라인딩 및 1um까지 다이아몬드 서스펜션을 통하여 기계적 연마를 실시한 후 구 오스테나이트를 볼 수 있는 에칭액(증류수 100ml, 피크린 산 2g, 염산 2ml와 약간의 계면활성제)을 이용하여 약 40초간 에칭하였다. 에칭 후 광학현미경과 I-solution DT Image Analysis 이용하여 구 오스테나이트 크기를 측정하였다.

3. 실험결과 및 고찰

3.1 열역학 시뮬레이션

그림 1의 (a)는 Fe-C 평형 상태도이다. A1온도는 727℃이며, J55의 성분과 비슷한 0.2~0.3wt%C 의 영역에서는 A3온도가 약 830℃ 인 것을 알 수 있다. 그림 1의 (b)는 열역학적 평형상태도 프로그램인 Thermal Calc를 사용하여 만든 평형상태도이며 그 결과 A1온도, A3온도

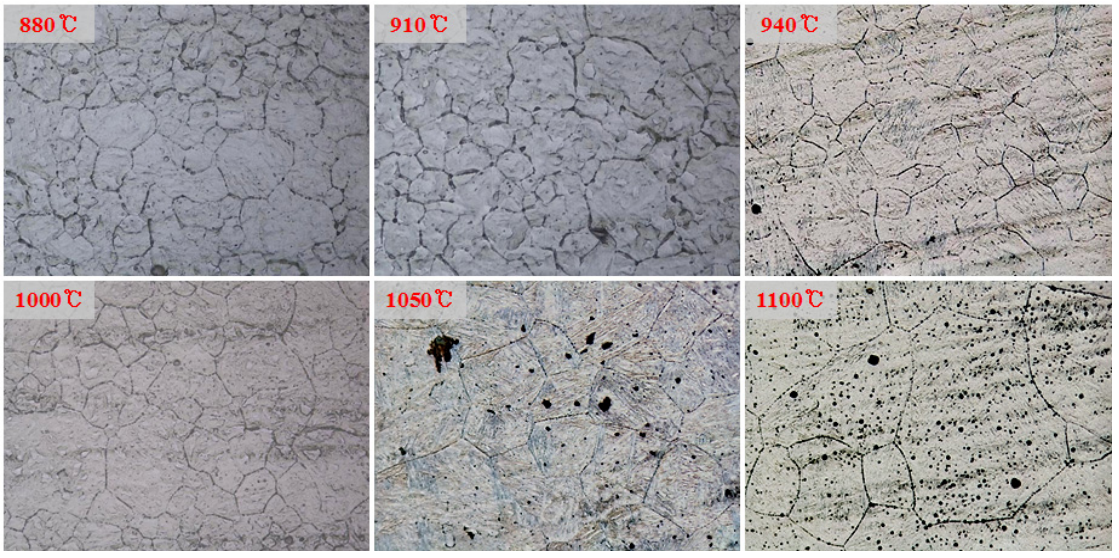


Fig. 3. OM images of prior austenite grain based on the austenization temperature

가 각각 약 710℃, 810℃로 약 20℃정도 감소하는 결과를 얻었다. 이는 J55의 성분에 Austenite stablilizer로 알려진 Ni, Mn의 첨가의 영향으로 판단된다[10-11].

그림 2는 CCT Curve Simulation 프로그램인 J mat Pro를 사용하여 J55 강의 CCT Curve를 계산하였다. 냉각속도는 온도측정기를 각시편에 설치 후 실측정하였고 Water Quenching은 107℃, Oil Quenching은 35℃로 Water Quenching이 약 3배정도 빠른 냉각속도를 나타내었다. 그리고 냉각속도를 CCT Curve에 대입하여 그림 2와 같은 데이터를 얻을 수 있었다. 수냉의 경우 소량의 Ferrite, Bainite 가 형성되면서 Matensite 변태를 하는 것으로 예상되며, 유냉의 경우 상대적으로 더 많은 Ferrite, Bainite, Pealite 변태가 일어난 후 Martensite변태를 하는 것으로 예상된다.

3.2 오스테나이트처리온도에 따른 구 오스테나이트 결정립크기 변화

그림 3에 오스테나이트 처리온도에 따른 미세조직을 그림 4에 결정립크기를 측정한 표를 나타내었다. 오스테나이트 처리온도가 증가함에 따라 결정립크기가 증가하는 경향을 나타내었다. 880℃~910℃의 온도 범위에서는 결정립 크기가 약 13㎛로 표준편차가 작았지만 920℃ 이상의 영역에서는 결정립크기와 표준표차가 급격히 증가하였다.

일반적으로 결정립크기와 강도와의 관계는 Hall petch relationship으로 표현되며 아래와 같다.

$$\sigma_y = \sigma_0 + \frac{k}{\sqrt{d}}$$

(σy = yield stress, σ₀ = a materials constant for the starting stress for the dislocation movement, k = the strengthening coefficient, d = the average grain diameter)

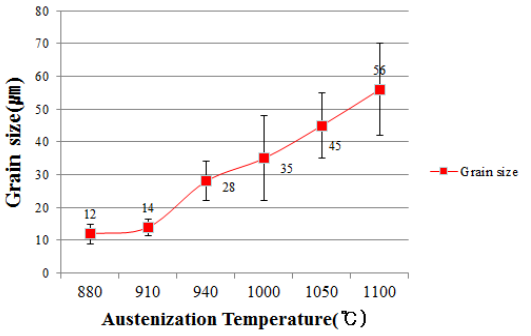


Fig. 4. Prior austenite grain size in accordance with austenization temperature

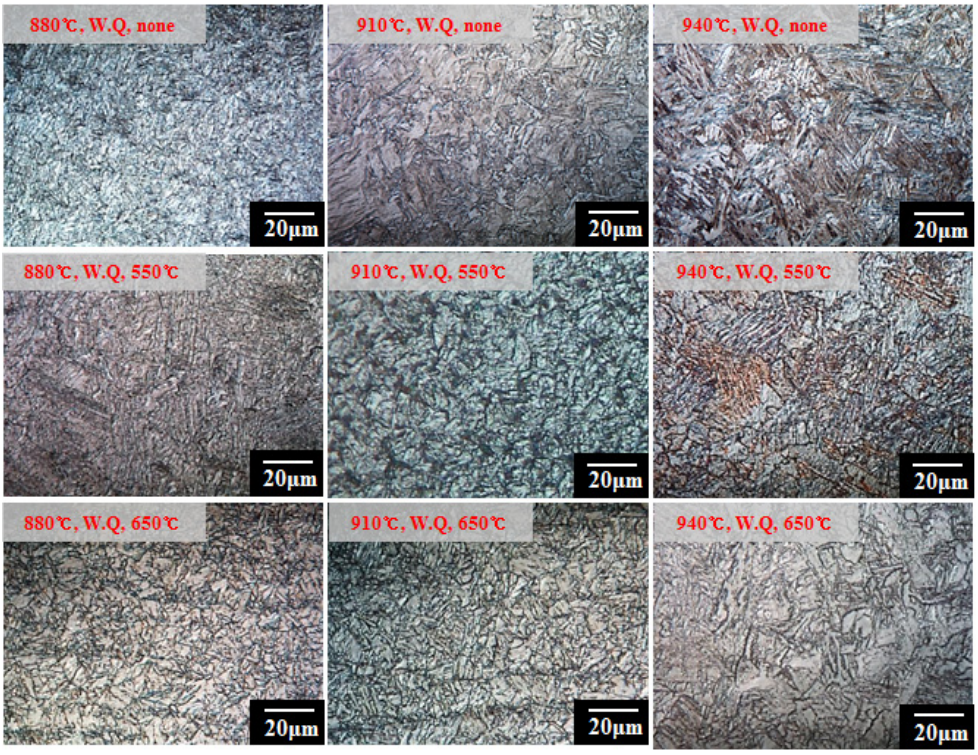


Fig. 5. OM images of water quenching specimens(Austenization temp., Cooling method, Tempering temp.)

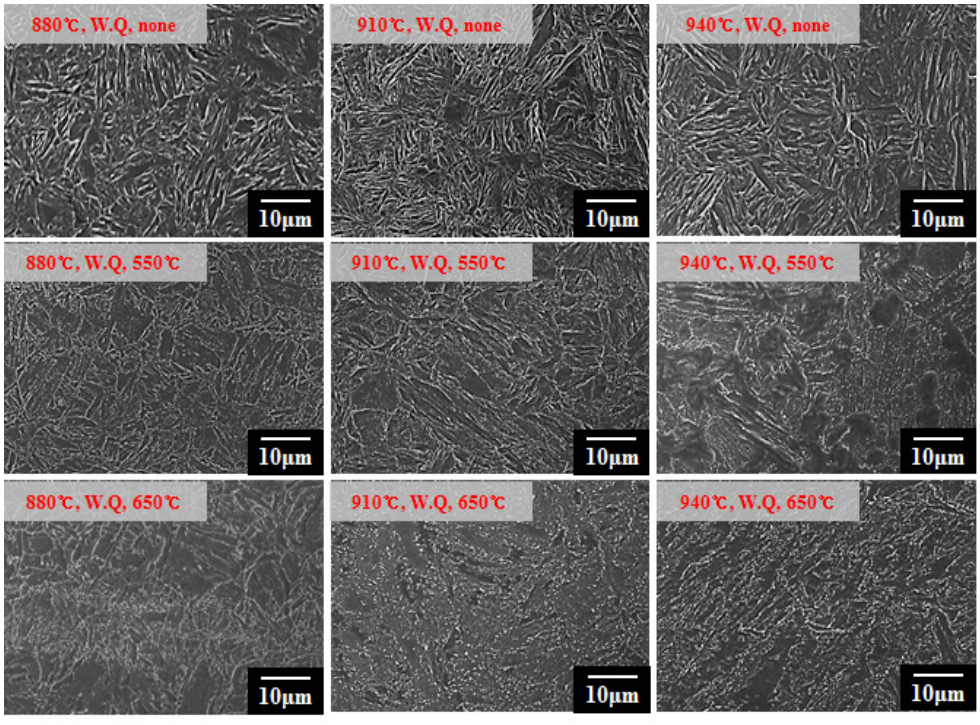


Fig. 6. SEM images of water quenching specimens(Austenization temp., Cooling method, Tempering temp.)

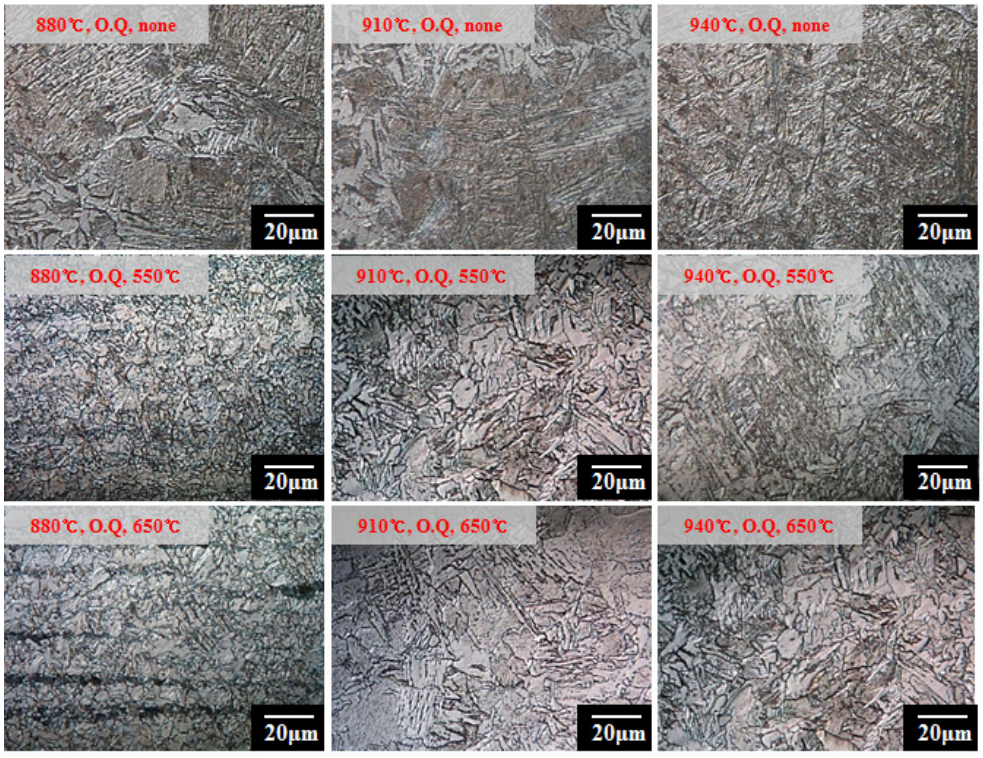


Fig. 7. OM images of oil quenching specimens(Austenization temp., Cooling method, Tempering temp.)

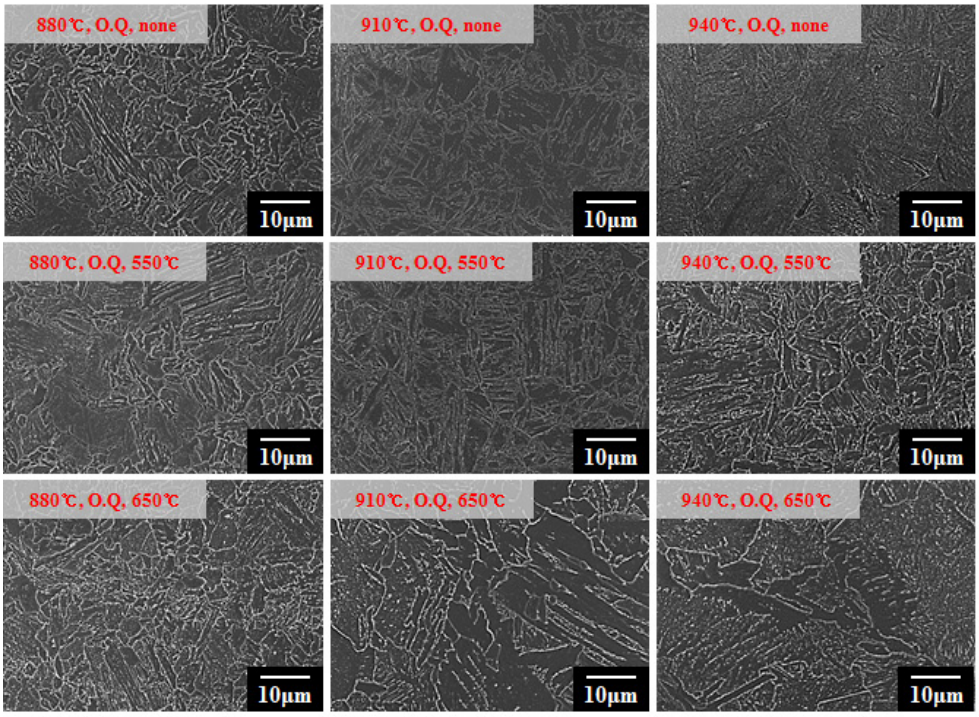


Fig. 8. SEM images of oil quenching specimens(Austenization temp., Cooling method, Tempering temp.)

Table 3. Phase fraction of specimens under heat treatment conditions

Cooling Methods	Tempering Temp.(℃)	Austenization Temp.(℃)		
		880	910	940
W.Q				
	none	98%M+2%F	98%M+2%F	M
	550	90%TM+10%F	96%TM+4%F	99%TM+1%F
	650	88%TM+12%F	93%TM+7%F	93%TM+7%F
O.Q				
	none	94%B+6%F	B	B
	550	92%B+8%F	98%B+2%F	99%B+1%F
	650	94%B+6%F	89%B+11%F	95%B+5%F

Table 4. Hardness of specimens under heat treatment conditions (Hv)

Cooling Methods	Tempering Temp.(℃)	Austenization Temp.(℃)		
		880	910	940
W.Q				
	none	506±12	504±6	499±13
	550	283±6	268±8	245±9
	650	242±7	236±5	210±7
O.Q				
	none	282±12	292±15	298±14
	550	180±8	183±6	182±7
	650	172±7	169±9	169±2

Table 5. Tensile strength of specimens under heat treatment conditions (MPa)

Cooling Methods	Tempering Temp.(℃)	Austenization Temp.(℃)		
		880	910	940
W.Q				
	none	506±12	504±6	499±13
	550	283±6	268±8	245±9
	650	242±7	236±5	210±7
O.Q				
	none	282±12	292±15	298±14
	550	180±8	183±6	182±7
	650	172±7	169±9	169±2

Table 6. Elongation of specimens under heat treatment conditions (%)

Cooling Methods	Tempering Temp.(℃)	Austenization Temp.(℃)		
		880	910	940
W.Q				
	none	506±12	504±6	499±13
	550	283±6	268±8	245±9
	650	242±7	236±5	210±7
O.Q				
	none	282±12	292±15	298±14
	550	180±8	183±6	182±7
	650	172±7	169±9	169±2

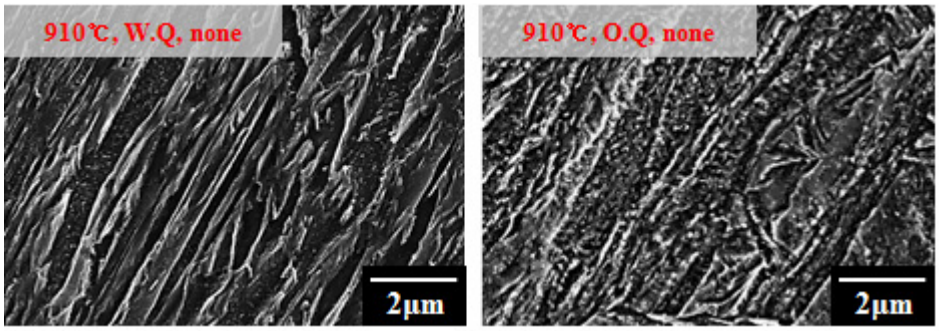


Fig. 9. Martensite(left) and bainite(right) under heat treatment condition(Austenization temp., Cooling method, Tempering temp.)

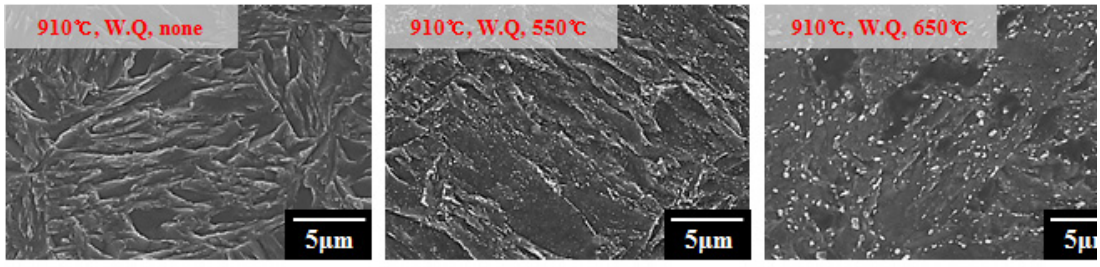


Fig. 10. FeC precipitate of water quenching specimens based on the tempering temperature

결정립크기가 작을수록 강도와 인성이 향상시키므로 결정립을 미세화 하는 것이 매우 중요하다. 특히 구오스테나이트 결정립은 열처리 이후에도 소재의 기계적 특성에 많은 영향을 미치므로 이를 제어하는 것이 중요하다 [12].

3.3 오스테나이트처리온도에 따른 미세조직, 기계적 성질의 변화

그림 5와 6에 각각의 열처리 조건에 대해서 수냉을 한 시편의 미세조직을 나타내었다. 오스테나이트처리온도가 증가할수록 조직이 조대화 되며, Martensite 조직과 소량의 Ferrite 조직이 나타났다. 템퍼링 후 Tempered Martensite 조직과 Ferrite 조직이 나타났다. 이는 시뮬레이션 결과와 비슷한 양상을 보였다.

표 3,4,5,6에 각각의 열처리 조건에 대한 상분율, 경도, 강도, 연신률을 나타내었다. 오스테나이트처리온도가 높을수록 Tempered Martensite 조직의 상분율이 증가하였으며, 즉 Marensite 변태가 쉽게 일어났음을 알 수 있다. 오스테나이트 처리온도가 높을수록 Tempered Martensite 조직의 상분율이 증가하여 경도와 강도가 증가할 것으로 예상되었으나, 경도와 강도는 오스테나이트처리온도가 증가할수록 감소하는 경향을 나타내었다. 이는 Martensite 변태로 인한 경도, 강도의 증가보다 결정립 미세화로 인한 강화가 더 지배적이라고 판단된다.

3.4 냉각방식에 따른 미세조직, 기계적성질의 변화

그림 7과 8에 각각의 열처리 조건에 대해서 유냉을 한 시편의 미세조직을 나타내었다. 그림 6의 수냉의 경우 Martensite 조직과 소량의 Ferrite 조직이 형성된 반면, 그림8의 유냉의 경우 그림 9와 같이 탄화물이 미세하게 석출된 Bainite 조직과 Ferrite 조직이 형성되었다. 수냉의 경우엔 Maresnsite, Ferrite 조직이 생성되어 시뮬레이션 결과와 매우 유사하였지만, 유냉의 경우엔 시뮬레이션에서 소량 생성될 것이라 예측했던 Pealite 조직은 생성되지 않았다. 시뮬레이션 결과와 실험값은 실험오차를 감안하면 정확도가 높다고 판단된다.

표 3, 4, 5, 6,에서 수냉한 시편의 경도와 강도는 각각 500Hv와 1590MPa로 유냉한 시편의 경도와 강도 300Hv, 1400MPa보다 높았으며, 그 이유는 빠른 냉각속도로 인한 Martensite조직의 생성 때문이라 사료된다.

3.5 템퍼링온도에 따른 미세조직, 기계적성질의 변화

그림 5와 6에서 알 수 있듯이 오스테나이트 처리 후 템퍼링을 하지 않은 경우엔 Martensite조직이 형성되었으며 템퍼링 처리 후에는 Tempered Martensite조직이 형성되었다. 템퍼링 처리 후에는 탄화물이 석출되었으며 템퍼링 온도가 증가할수록 그림 10과 같이 탄화물의 양과 크기가 증가하였다. 표 3, 4, 5, 6,에서 템퍼링을 실시하지 않은 경우엔 경도가 약 500Hv정도값을 강도는 1590MPa값을 나타내며 템퍼링 이후엔 경도와 강도 모두 급격히 감소하며 템퍼링 온도가 증가할수록 그 값은 더욱더 감소한다. 그 이유는 Martensite 조직내에 고용되어있던 탄소가 템퍼링을 실시함으로서 석출되기 때문에 경도와 강도는 감소를 하지만 인성이 증가하는 것을 알 수 있다.

4. 결론

본 연구에서는 J55 강의 기계적 특성과 미세조직에 미치는 열처리의 영향을 분석하여 다음 결과를 얻었다.

1. 시뮬레이션 결과 평형상태도는 A1, A3온도가 각각 약 20℃정도 감소하는 결과를 얻었으며, CCT Curve와 냉각속도를 통해 예상되는 미세조직을 예측할 수 있었다.
2. 오스테나이트 처리온도를 880℃, 910℃, 940℃로 증가시킴에 따라서 결정립크기가 증가하였다. 경도와 강도값은 오스테나이트 처리온도가 증가함에 따라 약간 감소하는 경향을 나타내었으며 그 이유는 결정립 미세화 효과라고 사료된다.
3. 수냉의 경우엔 대부분이 Martensite조직이 형성이 되었고, 유냉의 경우엔 Bainite, Ferrite 조직 등이 다양하게 나타났다. 냉각속도가 빠를수록 경도와 강도가 높게 나타났다.
4. 템퍼링 온도는 550℃ 650℃로 실시하였고. 템퍼링 온도가 상승할수록 미세조직에선 석출물의 양과 크기가 증가하였다. 경도와 강도는 템퍼링 온도가 상승함에 따라 그 값이 감소하였지만 인성이 증가하였다.

References

[1] L. Helin, H. Lihong, Z. Wenli, "Demand for and Development of Hi-performance OCTG", Steel Pipe, vol. 1, p. 3, 2009.

[2] J. Yu, H. Jung, K. Noh, S. Cheon, K. Kang, “Technological Development Trend of API steel”, Trends in metals & Materials Engineering, vol. 25, no. 6, pp. 4-11, 2012.

[3] Y. Zhang, L. Zhiwei, "Current Development Situation and Prospects of Offshore Oil Pipes". Steel Pipe. vol. 5, p. 3, 2009.

[4] L. Yang, S. Song, X. Han, K. Lin, "Review on the technologies of casing and its development trend", Oil Field Equipment, vol. 3, p. 5, 2005.

[5] H. Kang, “Technological Development Trend of OCTG”, Trends in metals & Materials Engineering, vol. 25, no. 6, pp. 57-64, 2012.

[6] Y. Zhang, Z. Mingliang, "Forecast of OCTG Prospects (Part Ⅱ)", Steel Pipe, vol. 3, 2007.

[7] C. Zhang, "Development of Coiled Tubing Technology", Baosteel Technology, vol. 2, no. 2, pp. 26-29, 2007

[8] Helin Li, "Development Trend of OCTG and Related Topics of General Interest", Steel Pipe, vol. 6, p. 1, 2005

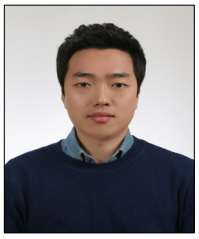
[9] R. Chunming, Cui. Runjiong, "Development and Application of Non-quenched and Tempered Steels for Oil-well Tube", Iron and Steel, vol. 1, pp. 015, 2002

[10] R. L. Klueh, P. J. Maziasz, E. H Lee "Manganese as an austenite stabilizer in Fe-Cr-Mn-C steels", Materials Science and Engineering: A, vol. 102, no. 1, pp. 115-124, 1988.
DOI: https://doi.org/10.1016/0025-5416(88)90539-3

[11] S. J. Kim, C. G Lee, T. H Lee, C. S. Oh "Effect of Cu, Cr and Ni on mechanical properties of 0.15 wt.% C TRIP-aided cold rolled steels." Scripta Materialia, vol. 48, no. 5, pp. 539-544, 2003.
DOI: https://doi.org/10.1016/S1359-6462(02)00477-3

[12] H Zhao, B. P. Wynne, E. J. Palmiere, "Effect of austenite grain size on the bainitic ferrite morphology and grain refinement of a pipeline steel after continuous cooling", Materials Characterization, vol. 123, pp. 128-136, 2017.
DOI: https://doi.org/10.1016/j.matchar.2016.11.025

최 종 민(Jong-Min Choi) **[정회원]**



- 2015년 9월 ~ 현재 : 국방기술품질원 연구원

<관심분야>
금속공학, 산업공학

노 상 우(Sang-Woo Noh) **[정회원]**

- 2013년 12월 ~ 현재 : 국방기술품질원 연구원

<관심분야>
전자공학, 산업공학

이 원 재(Won-Jae Yi) **[정회원]**

- 2014년 7월 ~ 현재 : 국방기술품질원 연구원

<관심분야>
전자공학, 산업공학