# API J55강의 미세조직과 기계적 특성에 미치는 열처리 및 합금원소(B, Ti)의 영향

# 최종민 국방기술품질원

# Microstructures and Mechanical Properties of API J55 steel with Heat treatment conditions and Alloying elements(B, Ti)

# Jong-Min Choi

## Defense Agency for Technology and Quality

**요 약** 본 연구에서는 유정용 강관의 열처리 조건 및 합금원소(B, Ti)에 따른 미세조직 및 기계적 성질을 조사하였다. 실험에 는 J55, J55+B,Ti 강재를 사용하였고, 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, J55+B,Ti 강재 의 화학적 성분을 기준으로 평형상태도와 CCT 곡선을 예측하였다. 시뮬레이션 결과 평형상태도는 A1, A3 온도가 약 20℃ 감소하였고, CCT 곡선은 B, Ti이 첨가됨에 따라 ferrite와 bainite nose 부분이 오른쪽으로 이동하였다. J55, J55+B,Ti 강재의 CCT 곡선을 기준으로 냉각속도에 따른 martensite, bainite, ferrite등 예상되는 미세조직을 예측하였고, J55 강재의 미세조직 예측값은 실제 실험값과 유사한 양상을 나타내었지만. J55+B,Ti 강재의 예측값은 실제 실험값과는 차이가 있었다. 열처리 조건이 변화됨에 따라 martensite, bainite, ferrite 등 다양한 조직이 생성되었으며, 이는 경도, 강도 및 연신율에 밀접한 영향을 미쳤다. J55시편의 수냉의 경우 martensite 조직이 형성되었고, 유냉의 경우 bainite와 ferrite 조직이 형성되었지만, J55+B,Ti 진 면은 B의 첨가에 의한 경화능 향상으로 냉각방식에 관계없이 martensite 조직이 형성되었다. 전반적으로 B, Ti을 첨가하면서 기계적 성질은 향상되었고, quenching 이후의 시편보다 tempering 이후의 시편에서 크게 향상되었다. 이는 Ti의 첨가로 인해 생성된 미세한 석출물이 재결정시 결정립 성장을 억제하여 미세한 오스테나이트 결정립을 생성하였고, tempering 열처리 이 후에도 결정립 미세화 효과가 큰 영향을 미친 것으로 관단된다.

**Abstract** This study examined the effect of the heat treatment and alloying elements (B, Ti) on the microstructures and mechanical properties of API J55 steel. The experiments were carried out using various austenization temperatures ( $880^{\circ}$ C,  $910^{\circ}$ C,  $940^{\circ}$ C), cooling methods (water quenching, oil quenching) and tempering temperatures (none,  $550^{\circ}$ C,  $650^{\circ}$ C) with J55 and J55+B,Ti steels. The phase diagram and CCT curve were simulated based on the chemical compositions of the J55 and J55+B,Ti steels to predict the microstructures. The results showed that the A1 and A3 temperatures decreased and, as a result, the noses of the ferrite and bainite parts of the CCT curve moved to the right. Various microstructures were formed, namely martensite, bainite, ferrite and pearlite, in accordance with the heat treatment, which had an effect on the hardness, tensile strength and toughness. Martensite was formed after water quenching, but bainite and ferrite appeared after oil quenching, oil quenching), with the J55+B,Ti specimens, because of the improvement of the hardneability caused by the addition of boron. Therefore, the J55+B,Ti specimens exhibited much higher mechanical properties than the J55 specimens, even after the tempering treatment, since the addition of Ti caused fine precipitates to be formed, which inhibited grain growth at the recrystallization temperature.

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

<sup>\*</sup>Corresponding Author : Jong-Min Choi (Defence Agency for Technology and Quality) Tel: +82-55-751-5566 email: jm2\_choi@dtaq.re.kr Received February 6, 2018 Revised February 28, 2018 Accepted April 6, 2018 Published April 30, 2018

# 1. 서론

급속하게 증가하는 원유와 가스의 소비에 따라 세계 각국은 정부차원에서 에너지 확보를 위한 다양한 노력을 진행하고 있다. 기존 에너지 자원의 고갈로 인해 심해저, 극한지 등과 같은 가혹한 환경에서의 석유 생산과 비전 통 석유자원(Oil sand, Saale gas)의 채취가 증가함에 따 라 API강재에 대한 수요가 급증하고 있다[1]. 극한환경 에서의 채굴과 수송거리가 증가함에 따라 우수한 경제성 과 기계적 성질을 가진 API강재 개발의 중요성이 대두 되고 있으며 이러한 API 강재는 미국석유협회(American Petroleum Institure)의 규격을 따르며 크게 수송용 강관 과 유정용 강관으로 나뉜다. 수송용 강관에 대한 연구는 많이 이뤄지고 있지만 상대적으로 유정용 강관에 대한 연구는 미비하다.

유정용 강관은 주로 가혹한 환경하에서 사용되며 채 굴환경에 따라 고강도, 저온인성, 내부식성 등 요구사항 이 다양하다. 합금설계 및 열처리 등의 방법을 통해 채굴 환경에 적합한 강도, 인성, 조직제어를 설계하는 것이 중 요하다[1,2,3,4].

J55은 유정용 강관으로 가장 많이 사용되고 있으며,

Table 1. Chemical composition of J55 steel

담금질 및 템퍼링(Quenching and Tempering: QT) 열처 리로 재질을 향상시킬 수 있는 강종이며 열처리 조건에 따른 연구는 일부 진행된 바 있다[5]. J55는 합금성분조 절 즉 보론(B), 티타늄(Ti)의 첨가로 경화능을 향상시키 고 이를 통해 열처리 후 강도를 보증하는 것이 일반적이다.

본 연구에서는 J55강의 합금성분조절 및 열처리공정 제어를 통해 다양한 미세조직을 가지는 유정용 강을 제 조하였다. J55강의 미세조직과 기계적 성질에 미치는 열 처리조건에 따른 합금원소(B, Ti)의 영향을 분석하여, 사 용 환경에 적합한 유정용 강재를 개발하는데 정량적으로 도움이 되고자 한다.

## 2. 실험방법

## 2.1 시편제조

본 연구에서 사용된 API J55 유정용 강의 화학 조성 을 표 1에 나타내었고 열처리조건(오스테나이트 처리온 도, 냉각방식, 템퍼링온도)을 표 2에 나타내었다. 열처리 로는 Hanyoung DX9 Temperature controller를 대기분 위기에서 사용하였다.

		npoonnoi	1 01 000	50001								
Steel	С	Si	Mn	Р	S	Cr	Ni	В	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
J55+B, Ti	0.248	0.18	1.4	0.0146	0.0022	0.02	0.01	0.0018	0.009	0.024	0.005	0.033

 Table 2. Heat treatments condition of J55 steel

Austenization	Cooling	Tempering
Temp.	Rates	Temp.
880°C	W.Q(107°C/s)	none
		550°C
		650℃
	O.Q(35°C/s)	none
		550°C
		650℃
910	W.Q(107°C/s)	none
		550℃
		650℃
	O.Q(35°C/s)	none
		550°C
		650℃
940	W.Q(107°C/s)	none
		550℃
		650℃
	O.Q(35°C/s)	none
	· · · ·	550°C
		650℃

### 2.2 열역학 시뮬레이션

시뮬레이션을 위해 열역학적 상태도 프로그램인 Thermal Calc 와 CCT 프로그램인 J.mat Pro 를 이용하 였다. Thermal Calc 프로그래밍시 J55 시편의 조성은 C(0.23wt%), Si(0.16wt%), Mn(1.35wt%), P(0.014wt%), S(0.015wt%), Ti(0.003wt%), B(0.0006wt%) 이다. J.mat Pro 프로그래밍시 시편의 조성은 위와 동일하게 하였으 며 오스테나이트 처리온도 910℃, 결정립크기 10.5µm 라 고 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 조건으 로 15회 측정하여 최소, 최대값을 제외한 평균값을 구하



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

였다.

### 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, 인장연신 율을 측정하였다.

## 2.5 미세조직관찰

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



Fig. 2. Simulation results of J55 steel CCT curve with and without B, Ti

# 3. 실험결과 및 고찰

## 3.1 열역학 시뮬레이션

그림 1의 (a)는 Fe-C 평형 상태도이다. A1온도는 72 7℃이며, J55의 성분과 비슷한 0.2~0.3wt%C 의 영역에 서는 A3온도가 약 830℃ 인 것을 알 수 있다. 그림 1의 (b)는 열역학적 평형상태도 프로그램인 Thermal Calc를 사용하여 만든 평형상태도이며 그 결과 A1온도, A3온도 가 각각 약 710℃, 810℃로 약 20℃정도 감소하는 결과 를 얻었다. 이는 J55의 성분에 Austenite stablilizer로 알 려진 Ni, Mn의 첨가의 영향으로 판단된다[6-7].

그림 2는 CCT Curve Simulation 프로그램인 J mat Pro를 사용하여 J55 강의 CCT Curve를 계산하였다. 온 도측정기를 각시편에 설치 후 Quenching시 온도변화를 측정하였으며 Water Quenching은 107℃, Oil Quenching은 35℃로 Water Quenching이 약 3배정도 빠른 냉각속도 를 나타내었다. 그리고 냉각속도를 CCT Curve에 대입



Fig. 3. OM images of water quenched J55 steel specimens(Austenization temp., Cooling method, Tempering temp.)



Fig. 4. OM images of water quenched J55+B,Ti steel specimensi(Austenization temp., Cooling method, Tempering temp.)

해 보았고, Simulation 결과 J55시편 수냉의 경우에는 냉 각이 됨에 따라 소량의 Ferrate, Bainite조직과 상당부분 의 Martensite 조직의 3상이 얻어질 것으로 예상되며, 유 냉의 경우에는 추가적으로 Pealite조직이 미량 형성되는 것으로 예상된다. J55+B,Ti시편 수냉의 경우에는 소량 의 Ferrate, Bainite변태 후 Matensite 변태를 하는 것으로 예상되며, 유냉의 경우에도 Ferrite, Bainite, Martensite 조직이 형성될 것으로 예상된다. 이는 경화능을 향상시 키는 원소인 B의 영향으로 CCT Curve의 Ferrite, Bainite, Pealite nose를 오른쪽으로 이동시킨 것으로 판단된다.

#### 3.2 B, Ti첨가에 따른 미세조직의 변화

그림 3, 4, 5, 6은 오스테나이트처리온도, 냉각방식, 템퍼링온도에 따른 강종별 미세조직이다. J55시편의 경 우, 오스테나이트처리온도, 냉각방식, 템퍼링온도 등의 영향을 받아 Martensite, Bainite, Ferrite와 같은 다양한



Fig. 5. OM images of oil quenched J55 steel specimens(Austenization temp., Cooling method, Tempering temp.)



Fig. 6. OM images of oil quenched J55+B,Ti steel specimens(Austenization temp., Cooling method, Tempering temp.)

조직이 형성이 되었지만, J55+B,Ti시편의 경우 대부분 Martensite조직이 형성되었다. 수냉의 경우 J55, J55+B,Ti시편 모두 Martensite조직이 형성되어 큰 차이 가 나타나지 않지만 유냉의 경우 J55시편은 Bainte조직 과 Ferrite조직이 J55+B,Ti시편은 Martensite조직이 형 성되었다. 표 3에 오스테나이트처리온도, 냉각방식, 템퍼 링온도에 따른 강종별 미세조직의 상분율을 표기하였다. 그림 3에서 나타낸 시뮬레이션 결과와 비교하면 수냉 의 경우 J55, J55+B,Ti시편 모두 Martensite조직이 지배 적으로 생성되어 시뮬레이션 결과와 유사한 양상을 나타 냈다. 유냉의 경우 J55시편은 소량 생성될 것이라 예상 되었던 Pealite조직은 생성되지 않았으며, 상대적으로 느린 냉각속도로 인해 Bainite조직과 Widmanstattem Ferrite 이 생성되었다. J55+B,Ti시편은 Bainite와 Ferrite조직이 일부 생성될것이라 예상했지만 Martensite조직이 형성되 어 시뮬레이션 결과와 크게 차이를 보였으며, 이는 B의

Austenization	Cooling	Tempering	Phase	fraction	Tensile strength(MPa)		
Temp.(℃)	Methods	Temp.(℃)	J55	J55+B,Ti	J55	J55+B,Ti	
880							
	W.Q						
		none	98%M+2%F	М	1566	1716	
		550	90%TM+10%F	TM	848	850	
		650	88%TM+12%F	99%TM+1%F	730	773	
	O.Q						
		none	94%B+6%F	М	1430	1430	
		550	92%B+8%F	TM	676	900	
		650	94%B+6%F	98%TM+2%F	627	776	
910							
	W.Q						
		none	98%M+2%F	М	1625	1678	
		550	96%TM+4%F	TM	598	858	
		650	93%TM+7%F	TM	716	792	
	0.Q						
		none	В	М	1418	1413	
		550	98%B+2%F	TM	522	876	
		650	89%B+11%F	TM	484	752	
940							
	W.Q						
		none	М	М	1589	1658	
		550	99%TM+1%F	TM	555	880	
		650	93%TM+7%F	TM	563	739	
	0.Q						
		none	В	М	1411	1364	
		550	99%B+1%F	TM	489	876	
		650	95%B+5%F	TM	482	759	

Tab	le 3.	Phase	fraction a	and Te	ensile st	trength	of J55	and	J55+B,Ti	specimens	under	heat	treatment	conditions	(%)	)
-----	-------	-------	------------	--------	-----------	---------	--------	-----	----------	-----------	-------	------	-----------	------------	-----	---

첨가에 따른 경화능 향상 효과가 시뮬레이션 예측보다 크게 작용한 것을 알 수 있다. 일반적으로 강에 소량의 B을 첨가하면 경화능이 크게 향상되어 Martensite조직 이 쉽게 생성된다고 알려져 있다[8].

#### 3.3 B, Ti첨가에 따른 기계적 성질의 변화

표 3에 오스테나이트처리온도, 냉각방식, 템퍼링 온도에 따른 강종별 인장강도를 표기하였다. 전반적으로 J55+B,Ti 시편이 J55시편에 비해 더 높은 인장강도를 나타내었다. 템퍼링을 실시하지 않았을 경우에는 J55+B,Ti시편과 J55시편이 유사한 인장강도를 나타냈지만, 템퍼링을 실 시한 이후에는 J55+B,Ti시편이 J55시편에 비해 높은 인 장강도값을 나타냈다. 또한 오스테나이트 처리온도가 증 가함에 따라 J55+B,Ti시편과 J55시편의 인장강도 값의 차이가 증가하였다.

이는 Ti의 첨가로 인한 결정립 미세화에 의한 효과로 재결정시 미세한 TiC paticle을 결정립계에 형성하여 결 정립이 성장하는 것을 방해한다고 알려져 있다[9,10]. 오 스테나이트의 결정립 크기는 열처리 이후에도 변하지 않 \*M: Martensite, TM: Tempered Martensite, B: Bainite, F: Ferrite

으므로 오스테나이트 조직을 미세하게 조절하는 것이 중 요하다. Ti의 첨가로 인해 J55+B,Ti시편은 미세한 오스 테나이트 조직을 생성하여 오스테나이트 처리온도가 증 가함에도 불구하고 J55시편 보다 높은 인장강도를 나타 내고, 템퍼링 열처리 이후에도 높은 인장강도를 유지하 는 것으로 판단된다.

표 4에 오스테나이트처리온도, 냉각방식, 템퍼링 온도 에 따른 강종별 경도와 연신율을 표기하였다. J55+B,Ti 시편이 J55시편보다 더 높은 경도를 나타내었으며 수냉 한 시편에 비해 유냉한 시편의 경도가 훨씬 높게 측정되 었다. 이는 그림 5, 6에서 알 수 있듯이 수냉한 시편은 오스테나이트 처리온도와 관계없이 모두 Martensite조직 이 형성이 되어 약 500Hv의 경도를 나타내지만, 유냉한 시편의 경우, J55시편은 Bainite조직이 J55+B,Ti 시편은 Martensite조직이 형성되어 각각 약 510Hv, 290Hv의 경 도를 나타내어 큰 차이를 보였다. 연신율은 오스테나이 트 처리온도가 낮을수록, 템퍼링 온도가 높을수록 높아 지는 일반적인 경향을 나타내었으나 B, Ti의 첨가에 따 른 경향성은 나타나지 않았다.

Austenization	Cooling	Tempering	Hardn	ess(Hv)	Elongation(%)		
Temp.(°C)	Methods	Temp.(°C)	J55	J55+B,Ti	J55	J55+B,Ti	
880							
	W.Q						
		none	506±12	525±3	5.55	10.14	
		550	283±6	304±2	13.65	13.66	
		650	242±7	265±2	16.23	14.34	
	0.Q						
		none	282±12	480±2	5.61	7.36	
		550	180±8	293±3	13.34	13.51	
		650	172±7	266±4	15.78	16.30	
910							
	W.Q						
		none	504±6	505±10	5.09	8.59	
		550	268±8	285±5	15.39	13.10	
		650	236±5	260±3	14.74	14.23	
	O.Q						
		none	292±15	462±6	6.11	9.09	
		550	183±6	289±4	15.14	14.68	
		650	169±9	259±2	22.98	15.71	
940							
	W.Q						
		none	499±13	494±7	8.86	6.69	
		550	245±9	276±2	15.15	12.86	
		650	210±7	260±4	15.75	15.59	
	0.Q						
		none	298±14	452±8	5.14	3.95	
		550	182±7	281±4	16.99	13.45	
		650	169±2	268±5	20.95	15.61	

Table 4. Hardness and elongation of J55 and J55+B,Ti specimens under heat treatment conditions (%)

# 4. 결론

본 연구에서는 J55강의 기계적 특성에 미치는 B, Ti 의 영향을 분석하여 다음 결과를 얻었다.

열역학 시뮬레이션 결과 평형상태도는 A1, A3온도가 각각 약 20℃정도 감소하는 결과를 얻었으며, CCT Curve 시뮬레이션 결과 B, Ti의 첨가로 인해 Ferrite와 Bainite 생성부의 nose가 오른쪽으로 이동하였다.

J55+B,Ti시편의 경우 수냉, 유냉한 시편 모두 Martensite조직이 형성되었지만, J55시편의 경우 수냉한 시편은 Martensite조직과 소량의 Ferrite조직이 유냉한 시편은 Bainite조직과 Ferrite조직이 형성되었고 Ferrite 조직의 형태는 냉각속도가 빠를 경우 생성되는 Widmanstatten Ferrite가 나타났다.

B, Ti이 첨가됨에 따라 경화능 향상 효과로 인해 수 냉, 유냉한 시편 모두 Martensite조직이 형성되어 높은 인장강도와 경도를 나타내었으며, 결정립 미세화 효과로 인해 오스테나이트 처리온도가 증가함에도 불구하고 미 세한 오스테나이트 결정립을 유지하여 템퍼링 열처리 이 후에도 높은 기계적 성질을 나타냈다.

#### References

- 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.
- [2] S. Kim, D. Yun, D. Han, K. Kim, "Development Trend of Corrosion Resistance Mechanism of API Steel", *Trends in Metals & Materials Engineering*, vol. 25, no. 6, pp. 29-36, 2012.
- [3] Y. Kim, W. Song, S. Koh. "Development Trend of Sour Resistant Linepipe Steel and its Sour Characteristics in Welded Joints." *Journal of Welding and Joining*, vol. 32, no. 5, pp. 21-25, 2014. DOI: <u>https://doi.org/10.5781/JWJ.2014.32.5.21</u>
- [4] 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
- [5] J. Choi, S. Noh, W. Yi, "Effect of Heat Treatments on

the Microstructures and Mechanical Properties of OCTG," *Journal of The Korea Academia-Industrial cooperation Society*, vol. 18, no. 5, pp. 252-261, 2017. DOI: http://doi.org/10.5762/KAIS.2017.18.5.252

- [6] S. Kim, C. Lee, T. Lee, C. 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
- [7] R. Klueh, P. Maziasz, E. 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
- [8] B. Hwang, Effect of Austenitizing Temperature on the Hardenability and Tensile Properties of Boron Steels, *Korean Journal of Materials Research*, vol. 25, no. 9, pp. 497-502, 2015. DOI: https://doi.org/10.3740/MRSK.2015.25.9.497
- [9] Arribas, M., B. Lopez, and J. M. Rodriguez-Ibabe. "Additional grain refinement in recrystallization controlled rolling of Ti-microalloyed steels processed by near-net-shape casting technology", *Materials Science and Engineering: A*, vol. 485, no. 1-2, pp. 383-394, 2008. DOI: https://doi.org/10.1016/j.msea.2007.08.015
- [10] Han, Y., Shi, J., Xu, L., Cao, W. Q., Dong, H. "Effects of Ti addition and reheating quenching on grain refinement and mechanical properties in low carbon medium manganese martensitic steel", *Materials & Design*, vol. 34, pp.

427-434, 2012. DOI: https://doi.org/10.1016/j.matdes.2011.08.015

최종민(Jong-Min Choi)





•2015년 9월 ~ 현재 : 국방기술품 질원 연구원

<관심분야> 금속공학, 산업공학