한국소성가공학회 '96춘계학술대회 논문집 pp. 48~54

V첨가강의 고온변형시 석출 및 재결정에 관한 연구

조상현 김성일 유연철
인하대학교 금속공학과

Precipitation and Recrystallization of V-Microalloyed Steel during Hot Deformation

Sang-Hyun Cho, Sung-Il Kim and Yeon-Chul Yoo
Department of Metallurgical Engineering, Inha University, Inchon 402-751

Abstract

The continuous deformation, multistage deformation and stress relaxation were carried out to investigate the strain induced precipitation by torsion tests in the range of 1000~800℃, 0.05/sec~5/sec for V-microalloyed steel. The starting temperature and time for the initiation of precipitation were determined by stress relaxation tests and the distribution of precipitates increased at higher strain rate and the mean size of precipitates was found to be about 50 nm. The precipitation starting time decreased with increasing strain rate from 0.05/sec to 5/sec and pre-strain. The effect of deformation conditions on the no-recrystallization temperature(T_{nr}) was determined in the multistage deformation with declining temperature. The T_{nr} decreased with increasing strain and strain rate. In the controlled rolling, grain refinement and precipitation hardening effects could be achieved by the alternative large pass strain at the latter half pass stage under the condition of low temperature and high strain rate .

1 서 론

재료의 기계적 특성은 열간압연이나 압출 등의 고온소성공정에서 어떠한 변형온도 변형량 및 변형속도하에서 변형을 받았느냐에 따라 크게 달라질 수 있다. 열간변형중의 가공경화와 동적인 연화(동적회복 DRV dynamic recovery, 동적재결정 DRX dynamic recrystallization)는 동시에 일어나며 궁극적으로 고온 강도는 이들 두 기구사이의 균형에 의해 조절된다. 따라서 열간에서 실시되는 압연이나 단조등의 열간가공 공정에 대한 연구가 재료의 기계적특성 향상을 목표로 하고 있으나 아직 이론적, 기술적으로 해결해야 할

문제점이 많이 있다[1~3]. V 첨가강은 상온 항복강도가 우수하며 기계구조용 강재로서 일반 구조용 강을 대신해서 수요가 증대되는 재료로서 합금설계 및 석출현상과 관련해서 주로 연구가 이루어졌으며 고온 연화과정에서는 V 석출로 인한 결정립미세화 효과를 얻는 것이 주요 압연공정변수의 하나로 알려져 있다[4~6]. 미량첨가원소의 효과를 극대화시키려면 고온압연중에 용질원자가 입계등에서 1~10초 정도의 짧은 시간에 대단히 미세하게 석출하는 변형유기석출[7,8]을 압연공정에 연관시켜 연구하는 것이 중요하다. 그러나 이 변형유기석출에 의한 강도증가는 변형량이 동적재결정을 일으키는 임계변형량(critical strain, ε_c)을 초과하는 큰 변형을 받게되면 변형중이라도 석출물의 성장으로 그 효과가 감소하게 된다는 보고[9]가 있으나 아직 이에 대한 기구는 정확히 규명되지 못하고 있다.

따라서 본 연구에서는 V 첨가강(0.045wt%V)에 대해서 열간변형중에 발생하는 변형유기석출현상과 고온다단변형시에 발생하는 재결정현상을 정량적으로 구명하여 이 결과를 제어압연공정에 적용하고자 하였다.

2 실험방법

시료는 아크전기로 제강법으로 제강하여 빌렛으로 연속주조한 후 가열로에서 1200℃로 재가열하여 약 1시간 유지한 후 열간압연한 V첨가강 봉재로서 화학조성은 표 1과 같았다. 시험편은 10mmϕ x 20mm$l$인 고체형 비틀림시험편이었으며 석출에 미치는 변형속도와 변형온도의 영향을 분석하기 위해서 변형량을 300%로 고정하고 변형속도 $5x10^{-2}$ ~ $5x10^{0}$/sec, 변형온도 800℃ ~ 1000℃ 범위에서 연속변형을 하였다. 각 변형조건에서 석출이 시작되는 시점을 분석하기 위한 응력이완 실험은 변형온도 800 ~ 1000℃, 변형속도 $5x10^{-2}$ ~ $5x10^{0}$/sec 이었고 변형량은 3% ~ 9% 범위로 조절하였다. 조직변화를 관찰하기 위해 미세연마하여 2%Nital 과 Picral로 부식하여 광학현미경으로 관찰하였으며 석출물 관찰은 표면형태복제법(replica method)을 이용하여 STEM(Joel STEM(200kV))과 EDX를 사용하여 분석하였다. 전해용액은 과염소산(perchloric acid) 10% + methanol 90%용액을 사용하였고 음극은 백금선을 사용하였다.

3 실험결과 및 고찰

열간가공변수가 석출에 미치는 영향

변형량을 300%로 일정하게 하고 변형온도 및 변형속도를 각각 800~1000℃, $5x10^{-2}$~$5x10^{0}$/sec 변화시키면서 각각의 변형조건에서 석출 현상이 어떻게 변하는가를 알아보기 위해 변형후 급냉하여 석출물의 분포를 조사하여 이를 사진 1~2에 나타내었다. 이때 표면형태복제법을 이용하였는데 변형속도가 증가할수록 50~100nm정도의 미세한 석출물이 발생하였음을 확인할 수 있었다. 사진 1은 변형속도를 $5x10^{-1}$/sec로 같게 하고 변형온도의 영향을 조사한 것으로서 800~1000℃ 온도조건에서 900℃ 에서 가장 많은 석출물을 관찰할 수 있었다. V 석출물의 석출온도범위는 일반적으로 850℃ 정도로 알려져 있는데[6] 본 실험에서 석출온도 구간보다 약간 높은 변형온도에서 석출이 가장 많았던 것은 열처리등과 같은 정적(static)인 상태와는 달리 높은 온도에서 빠른 속도로 변형을 받는 동적(dynamic)인 상태이기 때문에 석출온도가 다소 높아진 것으로 판단된다. 또한 이러한 결

과는 일반적으로 알려진 변형유기석출(strain-induced precipitation) 현상[7,8]과 일치하는 것이기도 하다. 사진 2는 변형온도 900℃조건에서 석출에 미치는 변형속도의 영향을 나타낸 것으로 변형속도가 빨라짐에 따라서 석출물이 증가하는 것을 확인할 수 있었다.

변형온도가 1000℃로 비교적 고온인 경우는 석출이 거의 되지 않는 것을 알 수 있었는데 이러한 조건에서의 변형은 미량원소의 첨가효과를 거의 기대할 수 없는 조건이라고 판단된다. 따라서 이러한 가공조건에서는 패스변형량 및 단속시간등을 조절하여 결정립미세화 효과를 극대화시키는 동적재결정제어압연과 같은 압연공정을 적용하는 것이 미량원소를 첨가하는 것 보다 유리하다고 판단된다.

응력이완에 따른 PTT 곡선

그림 1 은 900℃, pre-strain 6%, 변형속도를 $5x10^{-1}$/sec 로 하여 얻은 응력이완곡선으로써 응력완화중 응력의 시간에 대한 의존성을 나타내고 있다. 응력은 시간이 지남에 따라서 거의 일정하게 감소하다가 어떤점에서 편차가 발생하게 되는데 이러한 곡선으로부터 석출 시작 시간인 P_s(precipitation start)를 결정할 수 있었다. 고온에서 행하는 응력이완실험에서 그림과 같이 시간에 따라 응력저하 수준이 어떤 시점을 기준으로 달라지는 것은 재결정 및 석출과 관련이 있다고 할 수 있다. 변형을 멈춘후 재결정이 발생하면서 응력이 점차 감소하다가 어느 시점에 도달하여 석출이 발생하면 석출이 재결정을 지연시키게 되고 이로 인해 석출발생 시점에서 응력은 완만하게 감소하게 된다.[10] 반면에 석출이 발생하지 않는 일반 탄소강의 경우, 응력이완곡선을 살펴보면 그림2 의 V첨가강과는 달리 응력-시간의 곡선에서 편기점이 발생하지 않고 거의 직선적으로 감소하는 것을 확인할 수 있었다.

그림 1 과같은 응력이완곡선으로부터 변형속도, 변형온도 및 변형량(pre-strain)에 따른 석출-시간-온도(precipitation-time-temperature, PTT)곡선을 얻고 이를 그림 2 에 나타내었다. 그림 2는 900℃, 3%의 변형조건에서 변형속도 변화에 따른 PTT 곡선으로서 기본적으로 변형속도가 증가함에 따라 PTT 곡선의 nose부분이 당겨지는 것을 알 수 있었다. 변형유기석출에 관한 많은 연구에서도 이미 밝혀진 바와 같이 석출은 변형량이 큰 경우 변형에너지가 증가하여 현저하게 발생한다고 하였다[7,8]. 그러나 pre-strain을 주어 응력이완곡선으로부터 석출현상을 연구하는 것은 대단히 편리한 방법이지만 한계가 존재한다. 왜냐하면 변형량이 많을 경우, 특히 동적재결정을 일으키는 임계변형량을 지나게 된면 변형중에 이미 동적재결정(dynamic recrystallization)이 발생하여 변형을 멈추더라도 재결정이 어느정도 완료되어 응력이 거의 직선적으로 급격하게 감소하게 되기 때문이다. 따라서 이러한 평가방법은 변형량증가에 따른 석출 시작점을 정확하게 평가하기보다는 변형량 증가에 따른 석출물 증가의 경향을 잘 나타낸다고 할 수 있다. 변형속도가 10^2/sec 빨라짐에 따라 석출시간은 약 100초 이상 빨라지는 것을 알 수 있었는데 이는 석출에 필요한 구동에너지 또는 석출을 위한 핵생성자리(nucleation site)가 변형속도가 빨라짐에 따라 증가하는 것으로 판단된다. 따라서 압연이나 압출과 같은 고온변형공정에서 발생하는 변형유기석출 현상에 미치는 공정변수들의 영향을 그림 2 에서 잘 알 수 있었다. 석출에 요구되는 시간은 변형량이 증가할수록, 변형속도가 빨라질수록 감소하였는데 이는 앞서 밝힌 바와 같은 이유이며 이러한 자료로써 모든 공정변수의 영향을 종합적으로 잘 나타낼 수 있었다.

제어압연을 이용한 결정립 미세화

재결정 제어압연을 모의실험해서 결정립미세화를 극대화하고자 하여 그림 3과 같이 재결정이 더 이상 일어나지 않는 온도(T_{nr}, no-recrystallization temperature)를 다단변형을 통해 조사하였으며 한편 패스변형량이 재결정이 발생하지 않는 온도에 미치는 영향을 조사하여 일반탄소강과 함께 그림 4에 나타내었다. 이러한 재결정이 멈추는 온도[11]를 아는 것은 실제 고온가공중에 변형이 pancaking strain에 달하는 온도를 결정할 수 있게 하므로 제어압연 공정설계에 있어서는 주요변수이다. 그림에서 나타나듯이 변형량이 증가함에 따라 재결정이 발생하는 온도가 낮아지는 것을 알 수 있었고 일반 탄소강과 비교하면 V 첨가강의 T_{nr}이 낮은 것을 알 수 있었는데 이것으로도 V석출물이 재결정을 지연시킨다는 것을 확인할 수 있었다. 변형량이 10%에서 50%로 증가함에 따라서 재결정이 발생하는 온도가 70℃정도 증가하였는데 이를 다단변형시 패스수로 환산하면 약 3~5 패스가 된다. 이는 동적인 상태에서 변형을 많이 받게 되면 동적재결정 뿐만아니라 정적연화정도가 증가하게 되기 때문이다[12].

석출 및 재결정 정도를 조사한 후 이를 이용하여 모의압연실험한 결과를 그림 5~7 및 사진 3~5 에 나타내었다. 총 변형량, 변형온도 및 패스간 단속시간을 고정하고 패스 변형량을 조절하여 결정립미세화 효과를 얻고자 하였으며 제어압연은 최종압연온도를 800℃로 정하고 총 변형시간을 5분으로 하였다. 그림 5는 일반압연공정으로써 패스간 단속변형량의 변화없이 변형량을 일정하게 25%로 한 경우이다. 변형량이 고정되면 공정변수는 압연온도정도인데 변형온도가 고정되어 있으므로 최종압연후 결정립도가 미세화 되기에는 어느정도 한계가 있었다. 사진 3에서 알 수 있듯이 이러한 공정에서의 최종 결정립도는 약 60μm 였다. 그림 6 및 사진 4에는 변형 초기에 임계변형량을 초과하는 큰 변형을 가한 공정을 나타내었다. 이 공정에서는 변형초기에 많은 변형을 주어 재결정을 발생시켜 초기 공정에서 이미 미세한 결정립을 만든 후 변형후반에 작은 변형만으로 결정립을 미세화 하고자 하였다. 그러나 이 공정에서는 사진 4에 나타낸 일반압연 공정보다도 조대한 결정립을 얻었는데 이는 석출온도보다 높은 온도에서의 가공으로 인해 첨가원소의 석출효과를 얻지 못하는 것 뿐만아니라 가공초기에 만들어진 재결정립[11]이 패스와 패스사이의 단속시간에 성장하였기 때문이라고 판단되었다.

변형이 진행하면서 변형량을 점진적으로 늘린 공정을 그림 7 및 사진 5에 도시하였다. 변형이 공정 후반에 집중됨으로써 초반에서의 재결정을 최대한 억제하고 공정 중반에서부터 시작되는 석출물 및 가공경화 효과를 최대한으로 얻을 수 있기 때문에 본 실험에서 가장 좋은 결정립미세화 효과를 얻었다. 공정후반에서 얻는 가공경화효과 및 석출효과로 인하여 결정립이 늘어나는 pan-cake형태의 결정립이 페라이트 및 펄라이트 변태시 대단히 미세하게 되고 가공시에 발생한 석출물 또한 이러한 상변태시 핵생성자리를 제공하기 때문에 사진 5에서 알 수 있듯이 약 10μm의 미세한 결정립을 얻을 수 있게 된다.

이상의 실험결과에서 알 수 있듯이 고온가공시 발생하는 재결정 석출 및 상변태등을 가공공정변수 즉 변형량 변형온도등으로 조절한다면 궁극적으로 원하는 재료의 특성을 얻을 수 있다고 판단된다.

4 결 론

V첨가구조용강의 석출 및 재결정 현상에 대한 연구를 수행한 결과 다음과 같은 결론을 얻을 수 있었다.

1. 연속변형시 석출은 변형속도가 빨라질수록 많아졌으며, 변형온도가 900℃일때 가장 많은 석출물을 관찰할 수 있었다. 응력이완 곡선에서 석출이 시작되는 시간(Ps)을 조사하여 얻은 PTT곡선은 C 형태의 곡선이었으며 이때 석출개시 시간은 변형량이 증가함에 따라서 50초, 변형속도가 빨라짐에 따라서 약 200초 빨라졌다.

2. 다단변형시 재결정을 일으키는 구간인 재결정영역은 패스변형량이 증가함에 따라 넓어졌는데 이때 변형량이 10%에서 50%로 증가함에 따라서 재결정이 발생하는 온도가 70℃ 낮아졌다.

3. 석출 및 재결정 현상을 이용하여 재료의 기계적특성을 향상시킬 수 있는 압연공정을 제안할 수 있었다. 최적의 공정은 변형초기에서는 재결정을 최소화하고 변형후기에 변형을 많이 주어 석출효과 및 결정립미세화를 극대화 시키는 공법으로써 이때 결정립을 10 μm이하까지 미세화시킬 수 있었다.

후기

본 연구는 1994년도 포항종합제철 주식회사의 연구비 지원으로 수행되었으며 이에 감사드립니다.

참고문헌

1. H. J. McQueen and J. J. Jonas : J. Appl. Met. Working, 3 (1985) 410
2. L. N. Pussegoda, S. Yue, and J. J. Jonas : Mat. Sci. Tech., 7 (1991) 129
3. E. Valdes, and C. M. Sellars : Mat. Sci. Tech., 7 (1991) 622
4. K. S. Forcey, I. Iordanova and D. K. Ross : Mat. Sci. Tech., 6 (1990) 357
5. H. J. Kestenbach and J. R. Dermonde : Mat. Sci. Tech., 5 (1989) 29
6. R. Kaspar, N. Mahmoud : Mat. Sci. Tech., 7 (1991) 249
7. K A. Taylor and S. S. Handen : Met. Trans. A, 21, 6 (1990) 1697
8. A. H. Advani , L. E. Murr and D. K. Matlock etc. : Acta metall., 41, 9, (1993) 2589
9. W. P. Sun, W. J. Liu and J. J. Jonas : Met. Trans. A, 20, 12 (1989) 2707
10 W. J. Liu and J. J. Jonas : Met. Trans. A, 20, 4, (1989) 689
11. D. Q. Bai, S. Yue, W. P. Sun and J. J. Jonas : Metal. Trans. A, 24, 10, (1993), 2151
12. 권용환, 조상현, 유연철 : 한국소성가공학회지, vol. 4 (1995), 169

Table 1. The chemical composition of V-microalloyed steel(wt%).

C	Si	Mn	P	S	V	Cu	Co	Cr	Sn
0.267	0.248	1.115	0.027	0.059	0.045	0.413	0.007	0.166	0.023

Photo 1. Extraction replicas showing V(C, N) precipitates at the temperature of (a) 1000℃ (b) 900℃ (c) 800℃ with strain rate of $5x10^{-1}$/sec.

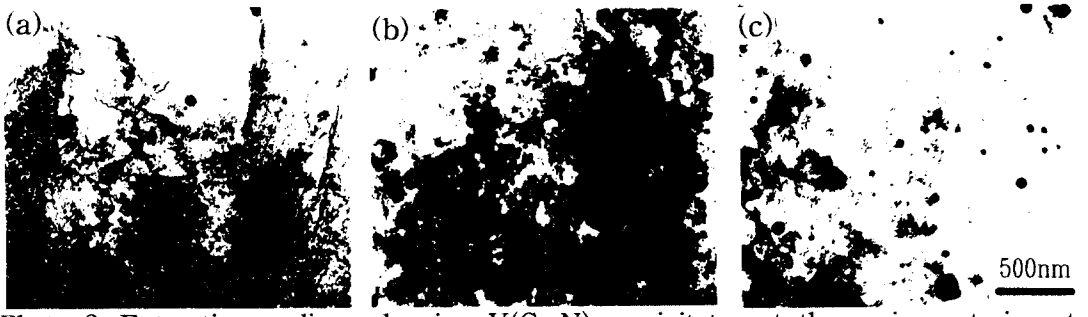

Photo 2. Extraction replicas showing V(C, N) precipitates at the various strain rate of (a) $5x10^{-2}$/sec (b) $5x10^{-1}$/sec (c) $5x10^{0}$/sec with temperature of 900℃.

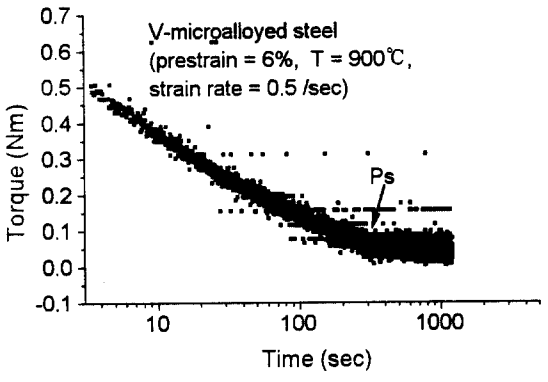

Fig. 1. The stress relaxtion curves for V-microalloyed steel in the condition of 900℃, 6% and strain rate was $5x10^{-1}$/sec.

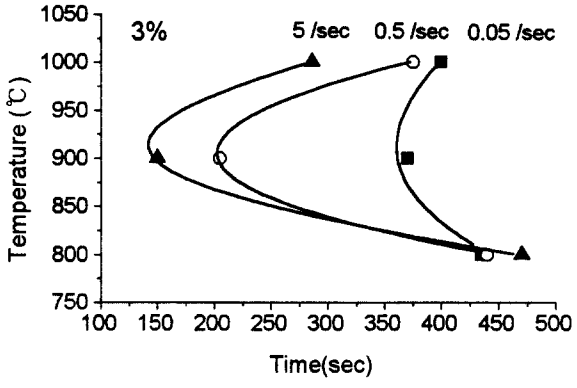

Fig. 2. The precipitation-time-temperature curves for V-microalloyed steel at the various strain rate condition of $5x10^{-2}$/sec. ~ $5x10^{0}$/sec.

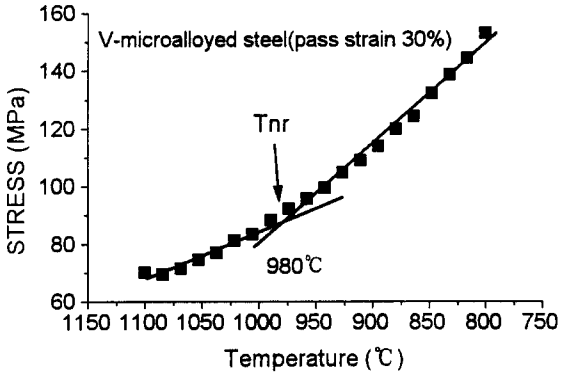

Fig. 3. Dependence of the pass stress on inverse pass temperature during the multistage deformation.

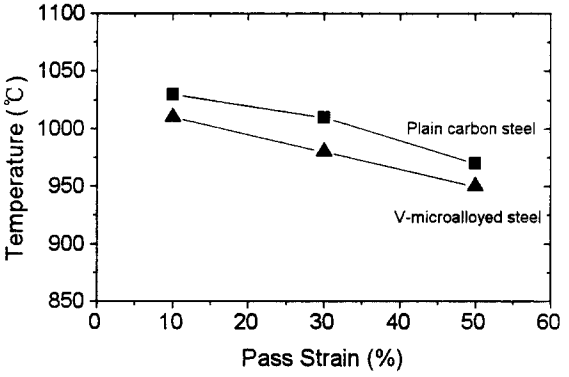

Fig. 4. Dependence of the T_{nr} on pass strain.

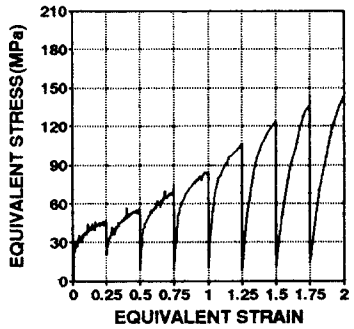

Fig. 5. Multistage equivalent stress - equivalent strain curves for V-microalloyed steel with strain(ε_i) of 0.25.

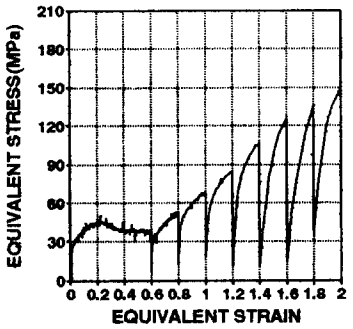

Fig. 6. Multistage equivalent stress - equivalent strain curves for V-microalloyed steel with strain(ε_i) of 0.2 or 0.5.

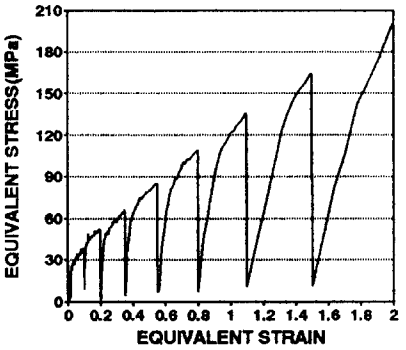

Fig. 7. Multistage equivalent stress - equivalent strain curves for V-microalloyed steel with strain(ε_i) of 0.2 ~ 0.5.

Photo3. Optical microstructures of V-microalloyed steel from Fig.5.

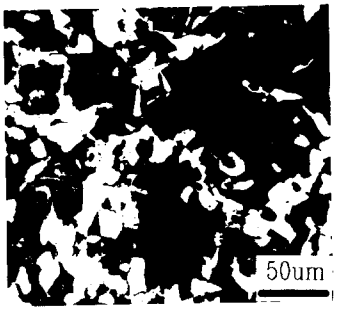

Photo 4. Optical microstructures of V-microalloyed steel from Fig.6.

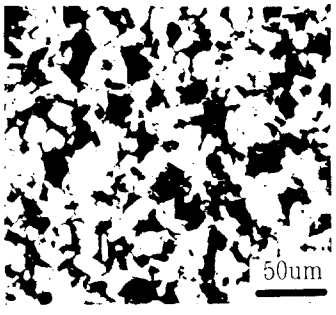

Photo 5. Optical microstructures of V-microalloyed steel from Fig.7.