

# 나노압입시험기를 이용한 구조용 강의 상별 강도 특성 평가

## Strength Characterization of Micro Phases in Structural Steels

### Using Nanoindentation technique

최열\*, 장재일\*, 손동일\*, 최종교\*\*, 주용용\*\*, 권동일\*\*\*

\*(주)프론틱스 연구개발팀

\*\*포항종합제철주식회사 기술연구소

\*\*\*서울대학교 재료공학부

#### 1. 서론

다양한 재료들의 기계적 물성을 신속하고 준비파괴적으로 평가하기 위한 방법으로 나노압입시험법이 개발되었다[1-3]. 나노압입시험법은  $\mu\text{N}$  scale의 극저하중을 가하고 이에 따라 발생하는 nm scale의 변위를 연속적으로 측정하여 압입하중-변위곡선을 얻고, 이를 분석하여 재료의 기계적 물성을 평가하는 방법이다. 따라서 현재에는 이러한 극미소 영역의 평가에 용이한 나노압입시험법은 박막소재나 코팅부의 기계적 물성 평가[4], 다상 재료의 상별 강도특성 평가[5,6] 등에 활용되고 있다. 본 연구에서는 이러한 나노압입시험을 적용하여 구조용 강, 예를 들어 초세립강의 변형유기 페라이트와 베이나이트 등과 같은 다양한 상별 강도특성을 평가하였고, 최종적으로는 이를 통하여 복합강도를 유도하였다.

#### 2. 본론

결정립의 미세화를 통하여 강도와 인성을 증가시키기 위해 개발되고 있는 초세립강은 API X65재를 Ar3 변태온도 직상의 고온에서 다단압연하여 제조된다. 사용된 강의 조성은 표1에 나타내었다. 이 때, 열간 가공에 의해 고온에서 생성되는 변형유기 페라이트(Deformation Induced Ferrite)는 냉각 시 생성되는 일반적인 페라이트들에 비하여, 결정립의 크기가  $1\sim 2\mu\text{m}$  수준으로 미세화 된다. 또한 열간압연 후의 냉각방법을 공냉 및 급냉으로 달리함에 따라 제2상의 미세조직이 각각 펄라이트와 마르텐사이트로 다르게 생성되며, 이러한 다양한 상들의 강도특성을 나노압입시험법에 의해 평가하였다. 나노압입시험 후 얻어지는 하중-변위곡선을 분석하여 압입자의 접촉깊이와 최대하중에서의 접촉면적을 결정할 수 있고, 이를 통하여 경도값과 탄성계수를 평가할 수 있다[1].

Table 1. The chemical composition of ultra-fine grained steels

Element	C	Si	Mn	Ti	Nb	P	S	V
Composition(%)	0.1	0.26	1.5	0.16	0.046	-	-	0.053

초세립강과 결정립 미세립 공정 이전의 API X65재에 대한 나노압입시험을 위하여 각 재료들을 가로 10mm, 세로 10mm, 두께 1mm의 판상 시편으로 가공하고, 이를 기계 연마하였다. 연마 후 2% nital 용액을 이용하여 에칭하였고, 이를 AFM(Atomic Force Microscopy)이 부착된 나노압입시험기를 이용하여 분석하였다. 나노압입시험의 경우, 하중인가속도나 최대하중의 변화에 따른 경도값의 변화가 발생할 수 있다. 따라서 본 연구에서는 이러한 영향을 배제하기 위하여 다양한 하중인가속도와 최대하중에 따른 시험결과를 분석하였고, 최종적으로  $1000\mu\text{N}$ 의 최대하중과  $100\mu\text{N/s}$ 의 하중인가속도로 시험조건을 설정하였다. 또한 나노압입시험에 의해 얻어진 미소 경도값과 비교되는 전체적인 복합경도값을 측정하기 위하여 10N의 하중을 가한 마이크로비커스 시험을 실행하였다.

열간압연 후 공냉한 초세립강의 경우 결정립 크기가  $1\sim 2\mu\text{m}$ 인 변형유기 페라이트와  $5\mu\text{m}$  이상의 조대한 페라이트, 그리고 펄라이트의 미세조직이 관찰되었다. 각 상들에 대한 나노압입시험을 통하여 압입하중-변위곡선을 얻고, 이를 분석하여 경도값을 산출하였다. 변형유기 페라이트의 경우 경도값이 약 2.9GPa 정도로, 냉각 중 변태에 의해 생성된 조대한 페라이트의 경도값인 2GPa에 비하여

높게 나타났다. 그림 1은 공냉된 초세립강의 AFM 분석결과 및 나노 압입하중-변위곡선을 나타낸다.

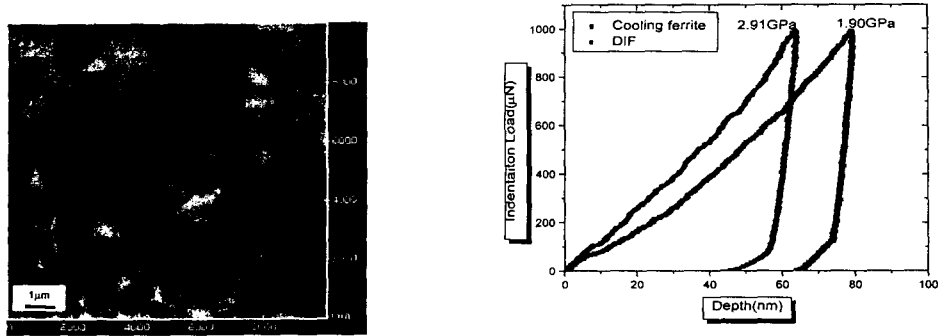


Fig. 1. The difference between DIF and cooling ferrite in terms of (a)grain size and shape by AFM, and (b)indentation load-depth curve

이러한 변형유기 페라이트의 발생에 따른 경도값의 차별적인 분포는 API X65재의 경도값의 분포와 비교될 수 있다. API X65재의 페라이트 상들에 대한 나노압입시험 결과를 살펴보면 경도값은 평균 2.05GPa로 균일함을 알 수 있으며, 10N에서의 마이크로비커스 경도시험에 따른 복합경도값은 1.90GPa로서 나노압입시험에 의한 결과와 대체로 일치함을 알 수 있다.

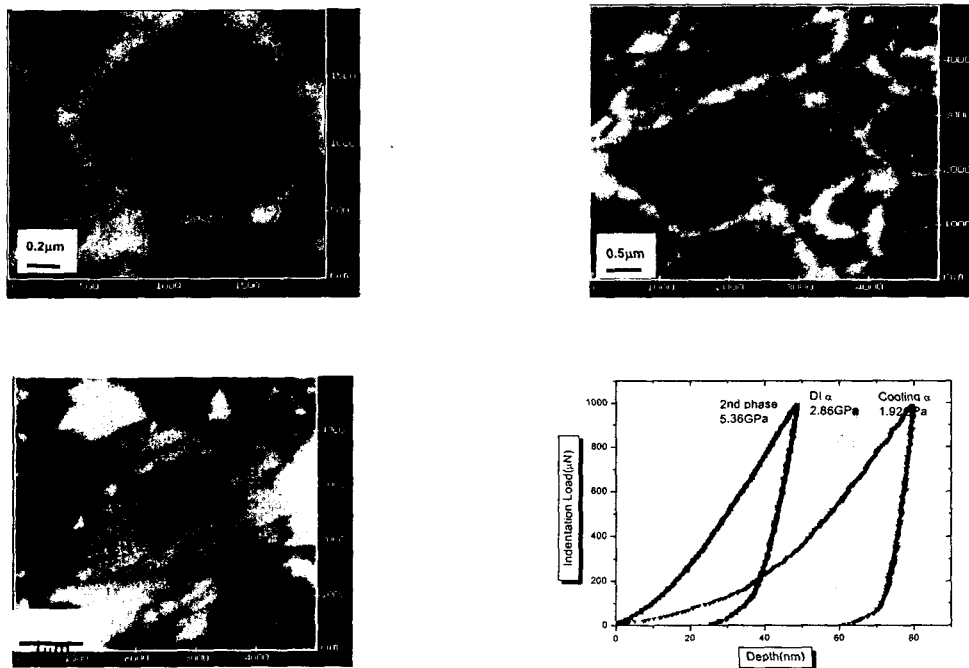


Fig. 2. The characteristics of various micro phases of ultra-fine grained steels; (a)DIF, (b)coarse ferrite, (c)martensite and (d)indentation load-depth curves.

또한 열간압연 후 급냉한 초세립강에 대한 나노압입시험을 하였고, 그 결과를 그림 2에 나타내었다. 급냉으로 생성된 초세립강의 경우 변형유기 페라이트, 냉각 중 생성된 조대한 페라이트 이외에 제 2 상으로 마르텐사이트가 생성되었음을 확인할 수 있었다. 이러한 각 상들의 경도 측정결과는 앞서 밝힌 공냉된 초세립강에서의 경우와 같이, 변형유기 페라이트는 약 2.9GPa 일반적인 페라이트는 2GPa의 경도를 갖는 것으로 확인되었다. 이를 통하여 변형유기 페라이트의 특징을 살펴보면, 변형유기 페

라이트는 1~2 $\mu$ m의 미세한 결정립 크기를 가지며, 등축상의 결정립 형태를 가짐을 알 수 있다. 또한 경도가 일반적인 페라이트에 비하여 월등히 높은 2.6~3.1GPa의 값을 가지며, 이는 변형유기 페라이트 결정립 내의 높은 전위밀도에 기인한 것으로 분석될 수 있다. 한편 AFM 관찰 및 나노압입 시험 결과 5GPa 정도의 높은 경도를 갖는 제2상이 확인되었고, 이는 EDS와 SEM을 이용한 성분분석 및 조직 관찰결과 마르텐사이트임으로 판명되었다.

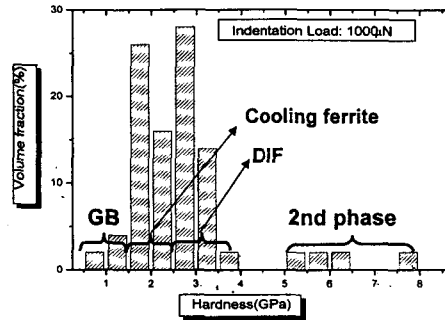


Fig. 3. The volume fractions of micro phases in ultra-fine grained steels based on classification of the hardness of micro phases.

최종적으로 나노압입시험으로 구하여진 각 상들의 경도값을 이용하여 초세립강의 복합경도값을 예측하고자 하였다. 급냉된 초세립강에 대하여 1 $\mu$ m의 간격으로 연속적인 압입시험을 한 후, 압입하중-변위곡선과 AFM 이미지를 얻었으며, 이 때 각 상의 모양, 크기 및 경도값을 이용하여 상을 변형유기 페라이트, 마르텐사이트 등으로 판별하였다. 그리고 판별된 각 상의 부피분율을 결정하고, 상 별 경도값과 부피분율에 따른 혼합률을 이용하여 초세립강의 복합경도 2.69GPa를 유도하였다. 이는 마이크로비커스 실험에 의하여 얻어진 복합경도값 2.58GPa과 잘 일치하며, AFM과 나노압입시험법에 의해 얻어진 페라이트 부피분율 84%는 광학현미경을 통한 미세조직 관찰 시 얻어진 페라이트 부피분율 85%와 거의 일치함을 확인할 수 있었다.

### 3. 요약과 결론

나노압입시험을 통하여 초세립강 및 API X65재의 상 별 강도특성을 평가하였다. 초세립강의 경우 열간압연 시 결정립의 크기가 1~2 $\mu$ m로 미세하며, 등축상인 변형유기 페라이트가 발생하였고, 이는 일반적인 페라이트에 비하여 높은 3GPa의 경도값을 나타내었다. 또한 초세립강의 상 별 경도값 및 부피분율을 분석하여 복합경도값을 예측하였고, 이는 기존의 마이크로비커스 시험에 의한 경도값과 잘 일치하였다. 이러한 연구는 추후 용접부의 선별적인 물성 평가 등에 있어 효과적으로 적용될 수 있을 것으로 생각된다.

### 참고문헌

1. W.C. Oliver and G.M. Pharr : J. Mater. Res., 7(1992), pp1564
2. M.R. Doerner and W.D. Nix : J. Mater. Res., 1(1986), pp601
3. D.F. Bahr, D.E. Kramer and W.W. Gerberich : Acta Mater., 46(1998), pp3605
4. A.J. Whitehead and T.F. Page : Thin Solids Films, 220(1992), pp277
5. N.X. Randall, C. Julia-Schmutz, J.M. Soro, J. von Stebut and G. Zacharie : Thin Solids Films, 308-309(1997), pp297
6. M. Göken, M. Kempf, M. Bordenet and H. Vehoff : Surf. Interface Anal., 27(1999), pp302