

# 나노 결정립 이상 조직강의 미세조직 및 변형거동

고영건<sup>1#</sup>, 이강민<sup>2</sup>, 이철원<sup>2</sup>, 금동훈<sup>1</sup>, 신동혁<sup>2</sup>

## Microstructure and deformation behavior of nanostructured dual-phase steel

Y.G. Ko, K.M. Lee, C.W. Lee, D.H. Kum, and D.H. Shin

### Abstract

The present work deals with microstructure and tensile deformation of nanostructured dual-phase steel consisting of ferrite and martensite phases. Prior to deformation, a fully martensite phase is prepared and then processed by equal channel angular pressing (ECAP) and subsequent annealing. Room-temperature tensile properties are examined and compared to those of dual-phase steels with coarse grains. Due to the combined effects coming from the grain refinement of both phases and their uniform distributions, the nanostructured dual-phase steel exhibits better strength and ductility than coarse grained counterpart, achieving ~ 1 GPa and ~ 20 % for tensile strength and elongation, respectively.

**Key Words:** Dual-phase steel; martensite; microstructure; tensile properties

### 1. 서론

최근 높은 상온 강도와 고온 연성 등 우수한 기계적 물성을 갖는 나노 결정립 소재의 개발 및 이를 위한 가공법에 대해서 많은 관심이 집중되고 있다[1]. 특히, 대 변형을 소재에 부과함으로써 미세한 결정립을 제어할 수 있는 강소성 가공 방법들 중에서 equal channel angular pressing (ECAP) 가공에 대해서 많은 연구가 진행된 바 있다. 이는 우선 결정립을 미세화시킬 수 있으며 주 변형 기구가 전단변형이기 때문에 가공 시 소재 크기에 큰 변화가 없어 소재의 손실이 적은 장점이 있기 때문이다. 하지만 ECAP 가공으로 제조된 나노 결정립 소재의 경우 상온에서 우수한 인장강도를 갖지만 2 차 가공성과 연관된 연신율 및 경화능은 오히려 감소하는 단점을 가지고 있다[2]. 나노 결정립 소재의 낮은 가공 경화능에 대해서는, 최종 결정립 크기가 전위의 활주거리와 비슷하기 때문에[3], Hall-Petch 관계와 같이 입계를 통한 가

공 경화보다는 가공경화와 회복이 동시에 발생하며 균형을 이루기 때문에 발생한다. 이에 나노 결정립 재료의 단점을 극복하기 위해서 합금설계를 통해 미세한 석출물 혹은 이차상을 도입하거나[4] 어닐링을 통해 결정립 분포를 조절하는 방법[5] 등 다양한 전략들이 보고된 바 있다. 상기 방법들은 합금 설계 혹은 정밀한 열처리 과정이 필요하기 때문에 그 산업적인 적용에는 한계가 있는 실정이다.

본 연구에서는 변형을 수용하는 구성상 (constituent phase)들의 개별 효과를 고려한 strain gradient 기법을 통하여 가공 경화능을 향상시키고자 하였다. 예를 들어, 이상 조직강은 연한 상인 페라이트와 경한 상인 마르텐사이트로 이루어져 있는데 항복 후 변형 초반에는 페라이트 상이 변형을 지지하는 반면 이 후 변형량에서는 마르텐사이트 상이 대부분의 변형을 수용한다. 이처럼 두 가지 다른 구성상들의 역할을 통해서, 비록 결정립의 크기가 미세할지라도, 상온 가공 경화능을 향상시킬 수 있을 것으로 생각된다.

1. 영남대학교 신소재공학부

2. 한양대학교 금속재료공학과

# 영남대학교 신소재공학부, younggun@ynu.ac.kr

최근 Son 등[6]은 페라이트와 펄라이트로 구성된 탄소강에 온간 ECAP 가공을 수행하여 초미세 결정립 이상 조직강을 제조하였으며 상온 인장물성을 평가하였다. 하지만 페라이트 평균 결정립 크기가  $\sim 30 \mu\text{m}$  정도로 조대하여 가공 시 미세조직 전반에 걸쳐 탄소 원자의 확산이 불충분하였다. 이로써, 대부분의 결정립은 미세하였으나, 이상영역 어닐링 후 균일한 미세조직을 형성하는데 문제점이 발생하였다. 따라서 저탄소강을 균질화 처리 후 급냉을 통하여 마르텐사이트를 유도하였으며 ECAP 가공과 이상영역 어닐링을 통하여 균일한 분포를 갖는 나노 결정립 이상 조직강을 제어하였으며 미세조직 및 기계적 물성에 관해 살펴보았다.

## 2. 실험 방법

본 연구에서 사용한 소재는 (주) POSCO 에서 제공한 저탄소강이며 화학적 조성은 중량비로 0.15 %C - 0.25 %Si - 1.1 %Mn - Fe이다. 나노 결정립을 얻기 위한 가공 열처리 과정을 표 1에 나타내었다. 시편을 1473 K에서 1 시간 동안 균질화 처리를 한 후 급냉을 통하여, lath 간격이  $\sim 0.1 \mu\text{m}$  이하인 마르텐사이트 조직을 제어하였다(그림 1). 이를 지름 18 mm, 길이 130 mm 봉상 형태로 가공하여, 4 회 ECAP 가공을 773 K에서 실행하였다. 이상 조직강을 제어하기 위한 최종 열처리는 ECAP 가공 후 시편을 이상구간( $\alpha + \gamma$ )인 1013 K에서 10 분 유지 후 수냉을 실행하였다. 결정립 미세화에 따른 인장 물성의 향상을 살펴보기 위해 조대한 결정립을 갖는 이상 조직강을 제조하였다. 페라이트와 마르텐사이트 결정립들의 크기 및 분율을 측정하기 위해 주사전자 현미경(JEOL-6330F)을 사용하여 관찰하였다. 또한 수냉 도중 마르텐사이트 변태에 의해 발생하는 전위를 관찰하기 위해 시편을 기계적 연마 후 20 %  $\text{HClO}_4$  + 80 %  $\text{CH}_3\text{OH}$ 의 전해액으로 에칭 후 투과전자 현미경(JEOL-2010)을 사용하여 관찰하였다. 기계적 물성을 평가하기 위해, ECAP 가공의 길이 방향으로 25.4 mm의 표점거리를 갖는 시편을 채취한 후,

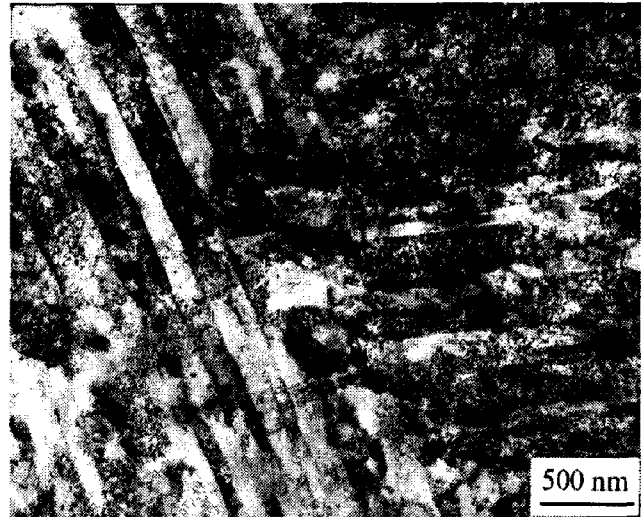


Fig. 1. Fully martensite microstructure (lath width:  $\sim 0.1 \mu\text{m}$ ) used for ECAP and subsequent inter-critical annealing

$1.0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  속도로 상온 인장실험을 수행하였다. 데이터의 신뢰성을 높이기 위해서 인장실험을 5 번 수행하였으며, 이들에 대한 평균값을 본문에 나타내었다.

## 3. 실험 결과

### 3.1 미세조직

그림 2는 4 회 ECAP 가공 후 변형된 미세조직이다. 초기 대부분의 lath 구조는 강소성 전단변형에 의해 심하게 변형 혹은 분절되었다(그림 2(a)). 이와 같은 변형거동은 동일한 기법으로 가공된 펄라이트 상의 변형과 유사하다[7]. 이때, 이러한 분절은 형상의 변화뿐만 아니라 변형에 의한 탄소 분해에도 많은 영향을 준다. 즉, 변형에 의해 탄소 원자들이 미세조직 전반에 걸쳐 균일하게 분배됨으로써 차후 이상영역 열처리 시 오스테나이트 상이 균일하게 분포하며 수냉 시 마르텐사이트 변태가 균일하게 발생한다. 그림 2(b)는 명시야상 투과 전자현미경 조직으로 입계 전반에 걸쳐 불분명한 명암과 높은 밀도의 전위가 관찰되었다. 이는 전형적인 강소성 전단 가공된 미세조직

Table 1. Thermo-mechanical processing to obtain the nanostructured dual-phase steel

Austenitization		ECAP		Intercritical annealing	
temp. (K)	time (min)	temp. (K)	time (min)	temp. (K)	time (min)
1473	60	773	5	1013	10

특성이다[1,5-6]. 이때 평균 결정립의 크기는  $\sim 0.3 \mu\text{m}$  정도이다.

그림 3은 이상영역 열처리 및 수냉 후 미세조직이다. 나노 결정립 이상 조직강의 결정립은 대부분 등축형태이며 평균 크기는  $1 \mu\text{m}$  이하이다. 예측한 바와 같이, 페라이트와 마르텐사이트 상은 균일하게 분포되었으며, 마르텐사이트 분율은  $\sim 35\%$ 이다(그림 3(a)). 대개 이상 조직강을 형성하기 위해서는 수냉 과정이 필요한데, 급냉을 통해서 오스테나이트에서 마르텐사이트로 무확산 변태가 발생하기 때문이다. 이때 탄소 원자의 침입에 의해서 bcc 구조는 bct(body-centered tetragonal) 구조로 격자 팽창이 발생하게 되어 이를 수용하기 위해 마르텐사이트 주변의 페라이트 상에서 유동성 전위가 발생한다. 본 연구에서도, 마르텐사이트

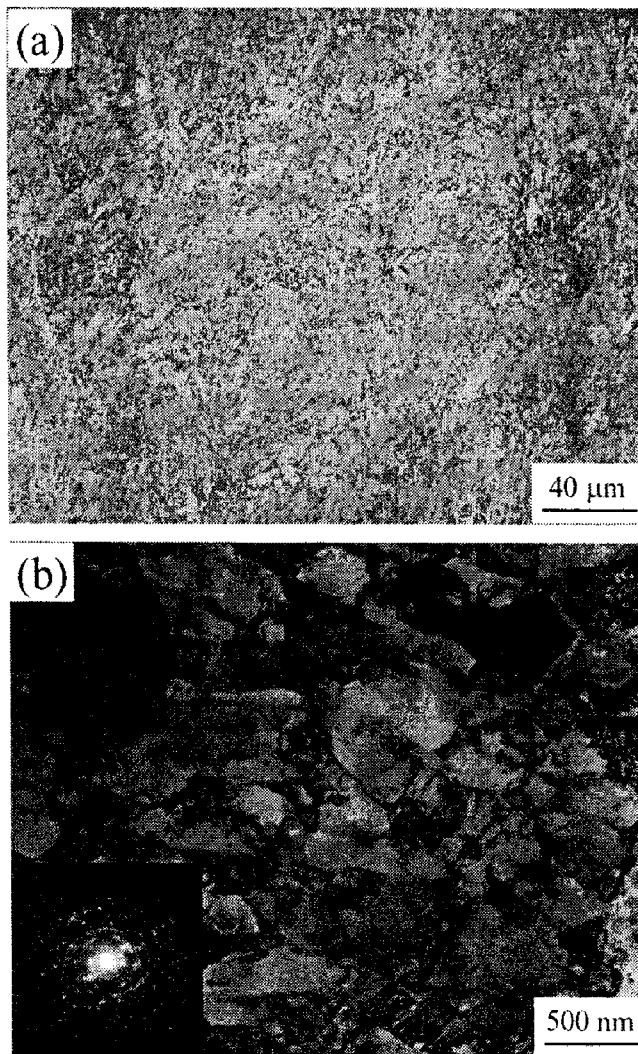


Fig. 2. (a) optical and (b) TEM images of the present samples at an effective strain of  $\sim 4$  prior to annealing

기지에 인접한 페라이트 상에서 많은 수의 유동성 전위들이 관찰되었다(그림 3(c)). 전위 분석으로부터 유동성 전위는 bcc 구조의 조밀면인  $\{110\}$ 에 위치하고 있는데, ECAP 변형을 통해 발생한 높은 밀도의 엇킨 전위와는 달리 변형이 발생하면 쉽게 활주가 발생한다. 따라서 나노 결정립 이상 조직강의 인장변형 시 연속항복 거동 및 가공경화가 쉽게 발생할 것으로 판단된다.

### 3.2 상온 인장

조대한 결정립 및 나노 결정립 이상 조직강의 인장곡선을 그림 4에 나타내었다. 항복 후, 결정립 크기에 관계없이 이상 조직강은 연속항복, 낮은 항복비 그리고 높은 가공경화 거동을 나타냈다.

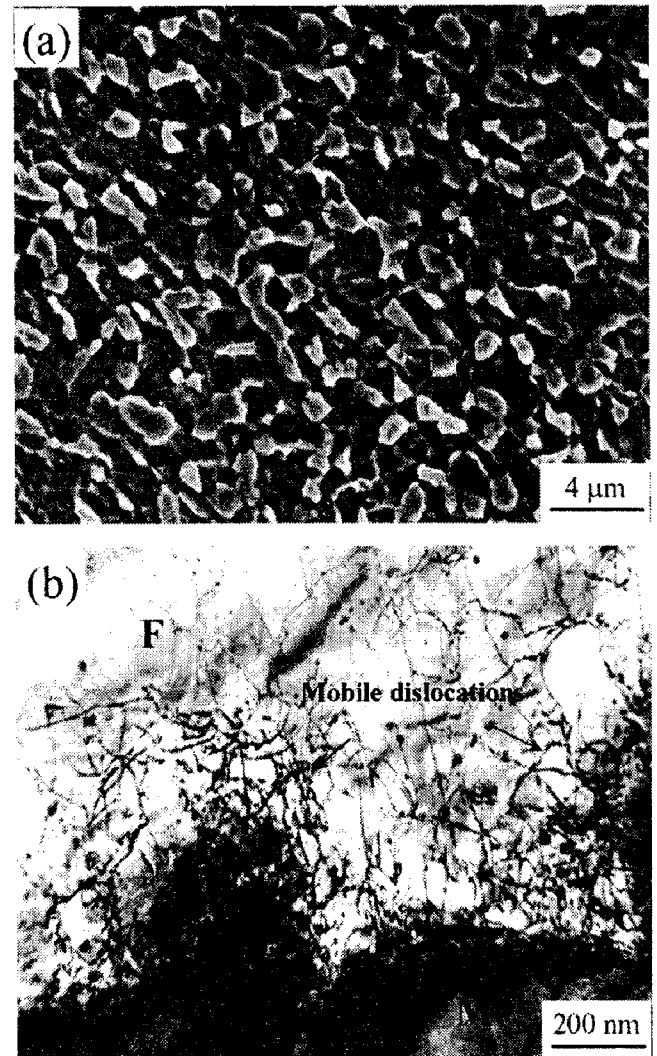


Fig. 3. (a) SEM and (b) TEM images of nano-structured dual-phase steel. F and M indicate the ferrite and martensite phases

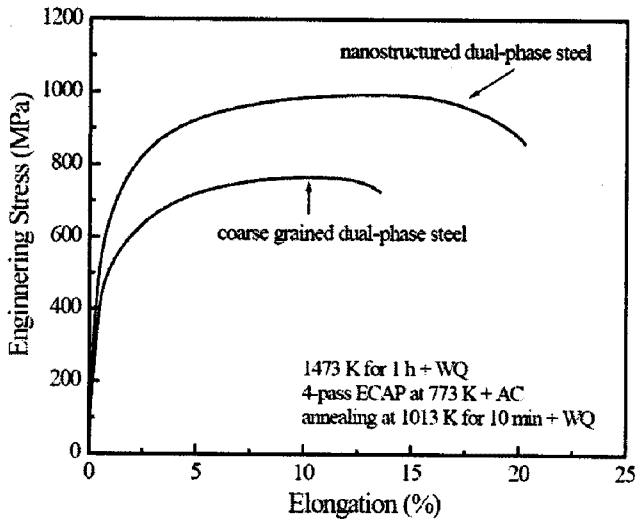


Fig. 4. Engineering stress-strain curves of two different dual-phase steels

상술한 바와 같이, 페라이트 결정립 내 유동성 전위 및 경한 상인 마르텐사이트 상에 의한 것이다. 특히, 가공경화는 주로 마르텐사이트 상에 의해서 발생하기 때문에 결정립 크기에 관계없이 동일한 항복비 값을 갖는 것으로 생각된다. (본 연구에서는 나타내지 않았지만, 두 이상 조직강의 마르텐사이트 분율은 ~ 35 % 정도로 유사하다.) 한편, 강도 및 연신율을 비교할 때 나노 결정립 이상 조직강은 조대한 소재에 비해서 각각 1.5 배 및 0.5 배 이상 향상되었다. 이상 조직강의 항복강도는 마르텐사이트 상의 부피 분율에 비례하고[8], Hall-Petch 관계[9]에 따라 페라이트 상의 결정립 크기에 반비례한다. 이와 같은 두 미세조직 요소들로 인해 나노 결정립 이상 조직강의 인장특성이 개선되었다.

#### 4. 결론

초기조직으로 마르텐사이트를 사용함으로써, ECAP 가공 및 이상영역 열처리를 통해서 페라이트와 마르텐사이트 상들이 균일하게 분포한 나노 결정립 이상 조직강을 성공적으로 제조하였다. 알려진 나노 결정립 소재와는 달리 본 이상 조직강은 높은 가공경화 특성 때문에 우수한 강도 및 연성을 나타내었다.

Table 2. Room temperature tensile properties of the dual-phase steels with respect to grain size

Sample	$\sigma_{ys}$ (MPa)	$\sigma_{us}$ (MPa)	$\delta$ (%)	Yield ratio
coarse grained	510	843	13.5	0.60
nano structured	581	978	17.6	0.59

#### 후기

본 연구는 2009년도 교육과학기술부 교육역량강화 사업(수혜기관: 영남대학교)의 지원으로 이루어졌으며, 이에 감사 드립니다.

#### 참고 문헌

- [1] R. Z. Valiev, R. K. Islamgaliev, I. V. Alexandrov, 2000, Bulk nanocrystalline materials from severe plastic deformation, *Prog. Mater. Sci.*, Vol. 45, pp. 103-189.
- [2] K. -T. Park, D. H. Shin, 2002, Microstructural interpretation of negligible strain-hardening behavior of submicrometer-grained low-carbon steel during tensile deformation, *Metall. Mater. Trans. A*, Vol. 33, pp. 705-707.
- [3] A. A. Nazarov, A. E. Romanov, R. Z. Valiev, 1990, Incorporation model for the spreading of extrinsic grain boundary dislocations, *Scripta Mater.*, Vol. 24, pp. 1929-1934.
- [4] C. C. Koch, 2003, Optimization of strength and ductility in nanocrystalline and ultrafine grained metals, *Scripta Mater.*, Vol. 49, pp. 657-662.
- [5] R. Z. Valiev, 2002, Materials science: Nanomaterial advantage, *Nature*, Vol. 419, pp. 887-889.
- [6] Y. I. Son, Y. K. Lee, K. -T. Park, C. S. Lee, D. H. Shin, 2005, Ultrafine grained ferrite-martensite dual phase steels fabricated via equal channel angular pressing: Microstructure and tensile properties, *Acta Mater.*, Vol. 53, pp. 3125-3134.
- [7] K. -T. Park, S. Y. Han, B. D. Ahn, D. H. Shin, Y. K. Lee, K. K. Um, 2004, Ultrafine grained dual phase steel fabricated by equal channel angular pressing and subsequent intercritical annealing, *Scripta Mater.*, Vol. 51, pp. 909-913.
- [8] R. G. Davies, 1978, Influence of martensite composition and content on the properties of dual phase steels, *Metall. Mater. Trans. A*, Vol. 9, pp. 671-679.
- [9] N. J. Kim, G. Thomson, 1981, Effects of morphology on the mechanical behavior of a dual phase Fe/2Si/0.1C steel, *Metall. Mater. Trans. A*, Vol. 12, pp. 483-489.