

재결정 및 결정립 성장거동을 기초한 조직예측 모델에 대한 변수 결정방법

염종택^{1,#}, 김정한¹, 홍재근¹, 박노광¹

Determination of Material Parameters for Microstructure Prediction Model Based on Recrystallization and Grain Growth Behaviors

J. T. Yeom, J. H. Kim, J. K. Hong, N. K. Park

Abstract

This work describes a method of determining material parameters included in recrystallization and grain growth models. Focus is on the recrystallization and grain growth models of Ni-Fe base superalloy, Alloy 718. High temperature compression tests at different strain, strain rate and temperature conditions were chosen to determine the material parameters of dynamic recrystallization model. The critical strain and dynamically recrystallized grain size and fraction at various process variables were quantitated with the microstructural analysis and strain-stress relationships of the compression tests. Besides, isothermal heat treatments were utilized to fit the material constants included in the grain growth model. Verification of the determined material parameters is carried out by comparing the measured data obtained from other compression tests.

Key Words : Recrystallization, Grain Growth, Determination Method, Microstructure Prediction Model, Ni-Fe Superalloy Alloy 718

1. 서 론

일반적으로, 열간성형의 경우 고온에서 빠른 변형속도로 진행되기 때문에 냉간 혹은 온간성형에 비하여 조직 변화가 심하게 발생되며, 조직관리를 통하여 성형품의 특성을 최적화하기 위해서는 고온변형시 성형소재의 조직변화를 예측하는 것이 선행되어야 한다. 특히, 고온성형시에 발생하는 조직변화중 재결정 및 결정립성장거동에 기인한 결정립 변화는 제품의 특성과 직접적으로 연관되기 때문에 조직예측 모델식의 정립 및 모델식을 활용한 예측 등에 대한 연구가 꾸준히 지속되고 있다[1]. 지금까지 재결정과 결정립성장에 대한 모

델식은 Sellars[2], Yada[3], Satio[4] 등에 의해 다양한 모델식이 제안되어 왔으며, 대부분 Avrami 형태의 관계식을 활용하고 있다. 이러한 모델식은 많은 재료상수들을 포함하고 있으며, 이러한 재료상수들의 결정은 모델의 신뢰성을 좌우하는 가장 중요한 부분으로, 모델의 충분한 이해 없이는 불가능한 일이다. 이러한 중요성에도 불구하고 지금까지 연구에서 재결정 및 결정립성장 모델과 관련된 재료상수들의 결정방법이 자세히 다루어지지 않아 왔으며, 일부 수학적 방법에 의한 재료상수 결정방법이 대부분을 차지하고 있다.

따라서, 본 연구에서는 초내열합금, Alloy 718 합금에 대하여 재결정 및 결정립성장 모델식에 포함된 재료상수들의 결정방법을 조직학적 의미와

1. 재료연구소, 특수합금연구그룹

교신저자: 재료연구소, E-mail:yjt96@kims.re.kr

함께 다루고자 하였으며, 이들 재료상수에 대한 결정방법을 단계별로 체계적으로 설명하고자 하였다.

2. 조직예측모델

2.1 소재 및 관련시험

본 연구에서 재결정 및 결정립성장 모델식의 재료상수를 결정하기 위해서 선택된 소재는 Ni-Fe 기 초내열합금, Alloy 718합금으로 결정립크기가 기계적 특성에 직접적으로 영향을 미치는 합금이다. 이 합금은 γ 기지에 미세한 강화상인 $\gamma'(Ni_3Al(Ti))$ 상과 $\gamma''(Ni_3Nb)$ 상 그리고 가열 및 성형시 결정립 성장을 억제하는 $\delta(Ni_3Nb)$ 상으로 구성되어 있다.

재결정 및 결정립성장 모델식의 재료상수들을 결정하기 위해서는 인장, 압축, 비틀림시험 등과 같은 고온 변형시험이 요구된다. 이러한 고온 변형시험중 단조, 압연, 압출 등의 소성가공공정에서 변형모드가 유사하고, 비교적 변형량을 많이 가할 수 있기 때문에 압축시험이 흔히 활용되고 있으며, 본 연구 또한 고온압축시험을 통한 조직예측모델의 재료상수 결정방법에 대해 자세히 다루고자 하였다.

2.2 조직예측모델

재료의 고온변형시 조직, 특히 결정립크기 및 분포 등을 예측하기 위한 모델로 Yada[3]에 의해 제안된 식 또는 일부 수정한 식을 흔히 활용한다. 이때 동적재결정식의 경우 Zener-Holloman 변수(Z), 동적 재결정의 시작점(starting point)을 나타내는 변형량인 임계변형량, 동적 재결정된 결정립 크기 및 분율 등으로 구성된다. 한편, 결정립 성장식은 대부분은 유사한 형태의 시간에 따른 관계식을 활용하며, 다음과 같이 표현된다.

$$D^{m''} = D_0^{m''} + C \cdot t \cdot \exp\left(\frac{-Q_{gg}}{RT}\right) \quad (1)$$

3. 조직예측모델의 재료상수 결정

3.1 Zener-Holloman변수 결정

일반적으로 고온에서의 재료거동을 예측하기 위한 구성방정식은 σ^n , $\exp(\alpha\sigma)$, $[\sinh(\beta\sigma)]^n$ 등과 같은 여러 가지 구성방정식으로 표시되며, 이러한

표현식들 중에서 저응력에서 고응력까지의 넓은 응력조건에서 적용가능한 하이퍼 볼릭 사인 관계식이 보편적으로 활용되고 있다.

$$\dot{\epsilon} = A[\sinh(\beta\sigma_{max})]^n \exp(-Q_{dtx}/RT) \quad (2)$$

여기서, σ_{max} 는 각 조건별 최대응력, Q_{dtx} 는 동적 재결정에 필요한 활성화에너지이며, A, β , n은 재료상수들이다. 식(2)에 포함되어 있는 재료상수들은 $\beta \rightarrow Q_{dtx} \rightarrow n, A$ 순으로 결정되며, 식 (2)의 양변에 ln을 취하여 식(3)과 같이 변환한 후 결정하게 된다.

$$\ln \dot{\epsilon} = \ln A + n \ln[\sinh(\beta\sigma_{max})] - Q_{dtx}/RT \quad (3)$$

먼저 고온압축시험에서 얻어진 유동응력곡선에서 각각의 온도와 변형속도에 해당하는 최대 유동응력을 대입하고, 임의의 $\beta(MPa^{-1})$ 값을 0.001 ~ 0.01범위에서 직접대입법에 의해 입력한 후 $\ln[\sinh(\beta\sigma_{max})]$ 와 $\ln \dot{\epsilon}$ 의 관계에서 가장 높은 정확도 즉, 가장 높은 상관계수(R^2)값을 나타내는 값을 β 로 결정한다. 그 후 결정된 β 값을 대입하여 $\ln[\sinh(\beta\sigma_{max})]$ 와 $\ln \dot{\epsilon}$ 의 관계로부터 회귀분석하면 기울기는 Q_{dtx}/nR 가 되고, 활성화에너지 Q_{dtx} 는 기울기에 n값과 R값을 곱하여 구할 수 있다. 결국, 이러한 방법론을 통해 Zener-Holloman 변수(Z)를 얻을 수 있다.

$$Z = \dot{\epsilon} \exp(Q_{dtx}/RT) = A[\sinh(\beta\sigma_{max})]^n \quad (4)$$

3.2 동적 재결정모델의 재료상수 결정

동적 재결정모델에서 임계변형량은 변형속도, 온도 뿐만 아니라, 초기 결정립크기에 의해서도 상당히 영향을 받는다. 이는 동적 재결정의 경우 결정립내부에 비해 상대적으로 불안정한 결정립계에 집중되기 때문에 결정립크기가 작을수록 핵생성에 필요한 site를 더 많이 제공하기 때문이다. 또한, 재결정은 핵생성 및 성장기구로 시간에 의존하는 경향을 나타내며, 따라서 변형속도에 민감하게 작용된다. 먼저, 임계변형량을 구하는 방법은 고온압축시험의 유동응력곡선으로부터 각 조건별 가공경화속도($\theta=d\sigma/d\epsilon$)와 변형량에 따른 σ 와의 관계를 나타내는 그림 1과 같은 곡선을 얻는다. 이러한 곡선으로부터 응력의 상승이 급격히 감소하는 변곡점이 재결정이 발생하는 임계변형량에 해당하게 된다. 이러한 각 조건별 임계변형

량값들을 활용하여 임계변형량과 관련된 재료상수들을 구하는 방법을 살펴보면, 먼저 초기 결정립크기와 관련된 지수값을 0로 가정하여 초기 결정립크기의 영향을 무시하고, Zener-Holloman변수의 지수값을 결정한 후 초기 결정립크기를 변수로 한 고온압축시험결과로부터 얻어진 임계변형량을 추가로 데이터화하여 최소자승법의 원리를 이용한 수학적 방법에 의해 재료상수들을 최종 결정하게 된다.

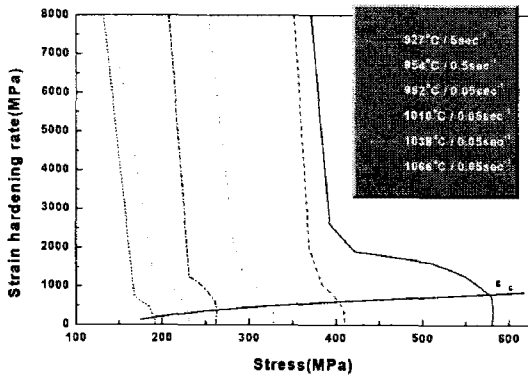


Fig. 1 Plot of work-hardening rate vs. flow stress for Alloy 718

Alloy 718합금의 경우 변형속도조건에 따라 임계변형량의 차이가 크게 나타나, 다음과 같이 변형속도에 따라 관계식의 재료상수들을 다르게 표현하였다.

$$\epsilon_C = 8.87E-04 \cdot d_0^{0.2} \cdot Z^{0.1} (\dot{\epsilon} \geq 0.01s^{-1}) \quad (5)$$

$$\epsilon_C = 9.57E-06 \cdot d_0^{0.196} \cdot Z^{0.167} (\dot{\epsilon} < 0.01s^{-1}) \quad (6)$$

한편, 재결정분율과 재결정된 결정립크기 관계식에 포함되어 있는 재료상수를 구하기 위해서는 먼저, 조직분석을 통해 각 조건에 해당하는 재결정분율 및 재결정된 결정립크기 등을 측정하게 되며, 각 조건별로 재결정이 50% 발생하는 시점의 변형량을 정량화한다. 이때 변형률을 변수로 한 고온 압축시험은 재결정이 50%이상 발생할 수 있도록 실험계획을 수립하여 수행하여야 한다. 재결정 분율과 관련된 관계식의 재료상수는 먼저, 50%재결정이 진행되었을 때의 변형량에 포함되어 있는 재료상수중 초기결정립에 포함된 지수값을 0로 가정하여 초기 결정립크기의 영향을 무시한 후 $\epsilon_{0.5}$ 와 Z의 관계로부터 Z에 포함된 지수값을 구하고, 다른 초기 결정립크기로부터 얻어진 $\epsilon_{0.5}$ 값

들을 추가로 활용하여 최소자승법의 원리를 통해 최종 재료상수들을 결정하게 된다. 이러한 방법에서 얻어진 Alloy 718합금의 재결정분율과 관련된 재료상수들은 재결정에 영향을 미치는 δ 상의 고온 온도($\sim 1038^\circ C$)를 기준으로 다음과 같이 식(7)와 식(8)로 표현되었다.

$$X_{d_{rx}} = 1 - \exp\left(-\ln 2 \cdot (\epsilon / \epsilon_{0.5})^{1.9}\right)$$

$$\epsilon_{0.5} = 0.029 \cdot d_0^{0.2} \cdot Z^{0.058} (T \geq 1038^\circ C) \quad (7)$$

$$X_{d_{rx}} = 1 - \exp\left(-\ln 2 \cdot (\epsilon / \epsilon_{0.5})^{1.68}\right)$$

$$\epsilon_{0.5} = 0.037 \cdot d_0^{0.2} \cdot Z^{0.058} (T < 1038^\circ C) \quad (8)$$

한편, 동적 재결정에 의한 결정립크기는 Z값에 의존하며, $d_{d_{rx}}$ 와 Z의 관계로부터 재료상수들을 구할 수 있고, Alloy 718합금의 경우 다음과 같이 얻어졌다.

$$d_{d_{rx}} = 1.301E03 \cdot Z^{-0.1243} \quad (9)$$

3.3 결정립 성장모델의 재료상수 결정

결정립 성장모델에서 중요한 변수는 m'' 으로, 순수한 금속소재의 경우 통상 2정도의 값을 나타내지만, 합금의 경우 2~20까지의 값을 가지는 것으로 알려져 있다[5]. 결정립 성장모델식에 포함된 재료상수를 결정하기 위해서는 일정한 온도조건에서 시간에 따른 등온열처리시험이 요구된다. 결정립 성장모델에 포함되어 있는 재료상수들은 $m'' \rightarrow Q_{gg} \rightarrow C$ 순으로 결정되며, 결정립 성장속도가 느려지는 조건에서 2~20까지의 임의의 m'' 값을 직접 대입하여 $\ln(d^{m''} - d_0^{m''})$ 과 $1/T$ 의 관계로부터 가장 높은 상관계수(R^2)값을 나타내는 m'' 을 최종 결정한다. 그 후 결정된 m'' 을 입력하여 $\ln(d^{m''} - d_0^{m''})$ 과 $1/T$ 의 관계로부터 Q_{gg} 와 C값을 구할 수 있다. Alloy 718의 결정립성장은 Zener pinning효과를 나타내는 δ 상과 밀접한 관계를 가지며, 이러한 δ 상을 고려한 모델식을 다음과 같이 표현하였다.

$$D_1^{15} = D_0^{15} + 5.63 \times 10^{20} t \cdot \exp\left(\frac{-115kJ}{RT}\right) \quad (10)$$

$(T \leq 1017^\circ C)$

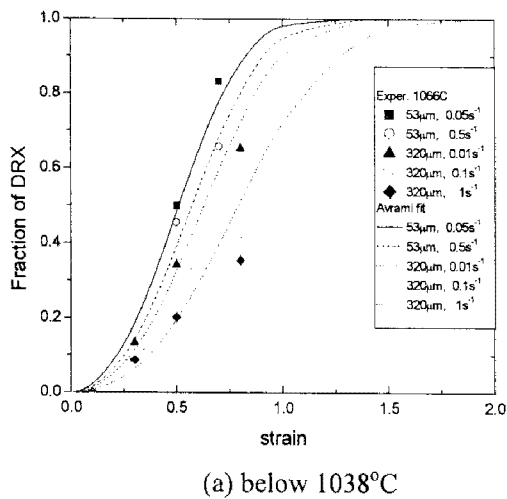
$$D_{tr} = (D_1 - D_2) \left\{ \cos \left(\frac{\pi}{2} \times \frac{T - 1017}{1050 - 1017} \right) \right\}^{(t/10^4)} + D_2 \quad (1017^\circ C < T < 1050^\circ C) \quad (11)$$

$$D_2^{15} = D_0^{15} + 8.05 \times 10^{36} t \cdot \exp \left(\frac{-115 kJ}{RT} \right) \quad (12)$$

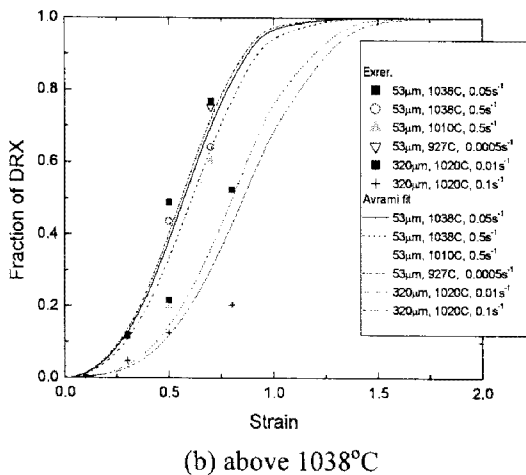
($T \leq 1050^\circ C$)

3.4 조직예측모델의 검증

본 연구에서 얻어진 Alloy 718합금의 재결정 모델식을 활용하여 다른 온도 및 변형량조건에서 수행된 압축시험결과로부터 측정된 재결정 분율은 그림 2에 나타내었다.



(a) below 1038°C



(b) above 1038°C

Fig. 2 Comparison of measured fractional softening and predicted recrystallization kinetics

그림에서 실선은 각 온도와 변형량에 따른 동

적 재결정의 예측결과를 나타낸 것이고, 심볼 (symbol)은 실험결과를 나타낸 것으로 계산결과와 실험결과가 잘 일치함을 알 수 있다.

그밖에 본 연구에서 얻어진 결정립성장 모델식을 활용한 다른 실험결과와의 예측 또한 잘 일치함을 확인할 수 있었다. 이는 본 연구에서 제안된 조직 예측 모델식의 변수 결정방법이 우수한 신뢰성을 나타냄을 간접적으로 나타내는 결과이다.

4. 결론

본 연구에서는 고온 변형시 조직변화를 예측하기 위한 재결정 및 결정립성장모델식에 포함되어 있는 재료상수들의 결정방법을 고찰하였으며, Alloy 718합금에 대해 임계변형량, 재결정률, 동적 재결정된 결정립 크기 및 결정립성장 등을 수식화하였다. 또한, 본 조직예측모델식을 활용하여 Alloy 718합금의 다른 공정변수에 따른 압축시험 결과에 적용한 결과, 비교적 잘 일치하는 결과를 얻었다.

후 기

본 연구는 산업기술개발사업(지식경제부)의 일환으로 수행되었으며, 연구비 지원에 감사드립니다. (과제번호: 10029447)

참 고 문 헌

- [1] J. T. Yeom, C. S. Lee, J. H. Kim, N. K. Park, 2007, Finite-element analysis of microstructure evolution in the cogging of an Alloy 718 ingot, Mater. Sci. Eng. A, Vol. A449-451, pp. 722-726.
- [2] C. M. Sellars and J. A. Whiteman, 1979, Recrystallization and grain growth in hot rolling, Met. Sci., March-April, pp. 187-194.
- [3] M. Suehiro, K. Sato, Y. Tsukano, H. Yada, T. Senuma, and Y. Matsumura, 1987, Trans. Iron Steel Inst. Jpn., Vol. 27, pp. 439-445.
- [4] Y. Saito, T. Enami and T. Tanaka, 1985, Trans. Iron Steel Inst. Jpn., Vol. 25, pp. 1146-1155.
- [5] C. Devadas, I. V. Samarasekera, and E. B. Hawbolt, 1991, The thermal and metallurgical state of steel strip during hot rolling: Part III. Microstructural Evolution, Metall. Trans., Vol. 23A, pp. 335-349.